



ISSN 2564-7377 (Online)



**GİRESUN ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Giresun University Institute of Natural Sciences**

**The Black Sea Journal of Sciences**

**KARADENİZ FEN BİLİMLERİ DERGİSİ  
KARADENİZ FEN BİLİMLERİ DERGİSİ**

**Cilt 13 Sayı 2**

**2023**

**Volume 13 Issue 2**



**K F B D**

<http://www.dergipark.org.tr/kfbd>

**Giresun Üniversitesi**  
**Fen Bilimleri Enstitüsü**  
**Giresun University**  
**Institute of Natural Sciences**

**Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi**  
**The Black Sea Journal of Sciences**

Cilt 13, Sayı 2, Haziran 2023  
Volume 13, Issue 2, June 2023

**ISSN: 2564-7377 (Online)**

## **Dergi Hakkında**

Giresun Üniversitesi tarafından yılda dört kez (15 Mart, 15 Haziran, 15 Eylül ve 15 Aralık) yayın yapan dergimiz 2020 yılından itibaren Tübitak - Ulakbim Mühendislik ve Temel Bilimler Veri Tabanı (TR Dizin) Dergi Listesinde taranmaktadır. Yayın hayatına 2010 yılında başlamıştır. Fen, Mühendislik, ve Teknoloji alanlarından gelen eserleri kabul etmektedir. Dergimizde yayınlanmak üzere gönderilen makaleler editör, yayın kurulu ve hakemler (Hakemlerin isimleri yazarlara bildirilmez) tarafından değerlendirilir. Dergimiz, Türkçe veya İngilizce dilinde yazılmış orjinal araştırma makalesi kabul etmektedir. Dergimize gönderilen çalışmaların benzerlik oranı %25'i geçmemelidir. Dergimize gönderilen makaleler için değerlendirme ücreti ve başvuru ücreti alınmamaktadır. Dergimiz, 2017 yılından itibaren sadece elektronik olarak yayın hayatına devam etmektedir

## **About The Journal**

The Black Sea Journal of Sciences is an international peer reviewed journal published four times a year and indexed by national and international databases. The Black Sea Journal of Sciences started its publication life in 2010. Our journal accepts works from science, engineering and technology. Articles submitted for publications in our journal are evaluated by the editor, editorial board and referees (Blind peer review). Our journal accepts original research articles written in Turkish or English. The similarity rate of the studies submitted to our journal should not exceed 25%. There are no evaluation fees or application fees for articles sent to our journal. Starting in 2017, The Black Sea Journal of Sciences will be published electronically only.

## Sahibi / Owner

Prof. Dr. Yılmaz CAN

Giresun Üniversitesi Adına (Rektör)

## Baş Editör / Editor in Chief

Prof. Dr. Bahadır KOZ  
Giresun Üniversitesi (Enstitü Müdürü)

## Yardımcı Editörler / Assistant Editors

Doç. Dr. Selin KALKAN  
Giresun Üniversitesi  
Doç. Dr. Yasemin HACIOĞLU  
Giresun Üniversitesi  
Dr. Öğr. Üyesi Kenan YANMAZ  
Giresun Üniversitesi

## Alan Editörleri / Field Editors

Prof. Dr. Temel ÖZTÜRK  
Prof. Dr. Bahadır KOZ  
Prof. Dr. Seydahmet ÇAY  
Doç. Dr. Mehmet Soner ENGİN  
Doç. Dr. Onur Özdal MENGİ  
Doç. Dr. Fulya AYDIN TEMEL  
Doç. Dr. Selin KALKAN  
Doç. Dr. Volkan BAŞER  
Doç. Dr. Murat GÜL  
Doç. Dr. Erdiç ŞAHİN  
Doç. Dr. Tayfun ARSLAN  
Doç. Dr. Eren KÖMÜRLÜ  
Doç. Dr. Serdal KAYA  
Doç. Dr. Yasemin HACIOĞLU  
Dr. Öğr. Üyesi Kenan YANMAZ  
Dr. Öğr. Üyesi Serdar SOYLU  
Dr. Öğr. Üyesi Ahmet ÇELİK  
Dr. Öğr. Üyesi Selçuk ATASOY  
Dr. Öğr. Üyesi Zeliha ÇOLAK TOKA  
Dr. Öğr. Üyesi Mehmet KILINÇ

## Mizanpaj Editörleri / Manuscript Editors

Doç. Dr. Arzu AYDIN UNCUMUSAOĞLU  
Dr. Öğr. Üyesi Kenan YANMAZ

## Yazışma Adresi / Correspondence Address

Giresun Üniversitesi Fen Bilimlerle Enstitüsü  
Güre Yerleşkesi 28200 / Giresun  
Tel: 0 (454) 310 10 87

E-mail: [kfbfd@giresun.edu.tr](mailto:kfbfd@giresun.edu.tr)

Web: <https://dergipark.org.tr/tr/pub/kfbfd>

## Dil Editörleri / Language Editors

Öğr. Gör. Öznur GÜLER  
Öğr. Gör. Yasin BİÇER

## İstatistik Editörleri / Statistical Editors

Prof. Dr. Erol EĞRİOĞLU  
Doç. Dr. Eren BAŞ

## Editör Kurulu / Editorial Board

Prof. Dr. Alp Yalçın TEPE  
Prof. Dr. Birol ERTUĞRAL  
Prof. Dr. Birsen Şengül OKSAL  
Prof. Dr. Temel ÖZTÜRK  
Prof. Dr. Elif Neyran SOYLU  
Prof. Dr. Cengiz MUTLU  
Prof. Dr. Hakan BEKTAŞ  
Prof. Dr. Saim TOPÇU  
Prof. Dr. Hasan Hüseyin AKSU  
Prof. Dr. Hakan ADATEPE  
Prof. Dr. İmdat İŞCAN  
Prof. Dr. Mustafa Recep KAÇAL  
Doç. Dr. Murat YOLCU  
Doç. Dr. Şerif Ali DEĞİRMENÇAY  
Dr. Öğr. Üyesi Zuhul YOLCU

## Danışma Kurulu / Advisory Board

Prof. Dr. Mustafa TÜRKMEN (Giresun Üniversitesi)  
Prof. Dr. Baki HAZER (Bülent Ecevit Üniversitesi)  
Prof. Dr. Telhat ÖZDOĞAN (Amasya Üniversitesi)  
Prof. Dr. Hümeysra BATI (Ondokuzmayıs Üniversitesi)  
Prof. Dr. Metin H. ACAR (İstanbul Teknik Üniversitesi)  
Prof. Dr. Zeki AYTAÇ (Gazi Üniversitesi)  
Prof. Dr. İsmail Hakkı ALTAŞ (Karadeniz Teknik Üniversitesi)  
Prof. Dr. Yusuf AYVAZ (Yıldız Teknik Üniversitesi)  
Prof. Dr. Dursun SARAYDIN (Cumhuriyet Üniversitesi)  
Prof. Dr. Emin KASAP (Ondokuz Mayıs Üniversitesi)  
Prof. Dr. Okan Zafer YEŞİLEL (Eskişehir Osmangazi Üniversitesi)  
Prof. Dr. Mithat KAYA (Marmara Üniversitesi)  
Prof. Dr. Mustafa KURT (Ahi Evran Üniversitesi)  
Prof. Dr. Nazmi POLAT (Ondokuz Mayıs Üniversitesi)  
Prof. Dr. Nezihe ÇALIŞKAN (Gazi Üniversitesi)  
Prof. Dr. Veysel Turan YILMAZ (Uludağ Üniversitesi)  
Prof. Dr. Halil İbrahim OKUMUŞ (Karadeniz Teknik Üniversitesi)

## Yazı İşleri Müdürü / Editorial Manager

Dr. Öğr. Üyesi Kenan YANMAZ

## Grafik-Tasarım / Graphic-Design

Dr. Öğr. Üyesi Erkan GÜLER

## Redaksiyon / Redaction

Dr. Öğr. Üyesi Fikret USLUCAN

Bu dergi, aşağıda listelenen veri tabanları tarafından taranmaktadır / This journal is indexed by the following abstracting and indexing databases.

Tr Dizin, BASE, idealonline, Google Scholar, Index Copernicus, InfoBase Index, ResearchBib, SIS (Scientific Indexing Services), Akademik Dizin, Directory of Research Journals Indexing (DRJI), Directory of Open Access Journals (DOAJ) .



## İçindekiler/Contents

### Araştırma Makaleleri / Research Articles

Savfa/Page

Synthesis and Characterization of Novel Benzimidazolium Type NHC Molecule and Its Silver Complex and Their Theoretical Analysis for Potential Anti-Cancer Activity Elvan ÜSTÜN Neslihan ŞAHİN	275-287
Yarı Pul Mika ve Mikronize Magnezyanın Isı Dirençli Hafif Harcın Dayanım Performansına Olan Etkisi Lütfullah GÜNDÜZ Şevket Onur KALKAN	288-309
Numerical Solution of Conformable Time Fractional Generalized Burgers Equation with Proportional Delay by New Methods Abdullah KARTAL Halil ANAÇ Ali OLGUN	310-335
Efficiency Ranking of Journals in Turkey with DEA and DR/DEA Methods Mervener SÖZEN Çağlar SÖZEN	336-346
Biyomimetik Bir Yaklaşım ile $\beta$ -TCP/Kitosan için EPD Kaplama Yasemin TABAK	347-362
Investigation of the Usability Limestone Sources for Production of Concrete in Çankırı, Türkiye Houssein Hassan WABERI Abdoulrazack Djama ABDILLAHI Ahmet KAPLAN Başak Varlı BİNGÖL Ender SARIFAKIOĞLU	363-381
Columnar TiO <sub>2</sub> Thin Films Decorated with Cu Nanoclusters Prepared by Photocatalytic Deposition for Enhanced Photocatalytic Performance under UV Illumination Salih VEZİROĞLU	382-397
Moleküler Yerleştirme Yöntemi ile Kanabidiolün Reseptör-Ligant Etkileşiminin İncelenmesi Emre Fatih EDİZ Meltem DEMİREL KARS	398-414
A Response Surface Modeling Study on Effects of Powder Rate and Machining Parameters on Surface Quality of CoCrMo Processed by Powder Mixed Electrical Discharge Machining Can YILDIZ Faruk ÇAVDAR Erdoğan KANCA	415-433
Bitlis Eren Üniversitesi Kampüs Binalarının Isıtma Amaçlı Enerji Verimliliğinin Değerlendirilmesi Ali ELHUYEYDİ Faruk ORAL	434-455
Bulanık Mantık Tabanlı Yapay Zekâ Fotovoltaik Güç Dönüştürücü Sistem Tasarımı Erhan ÖZKAN	456-482
Alüminyum Frezelemede İlerleme Hızının Titreşime Etkisinin İncelenmesi Burak ÖZDEMİR Erkan BAHÇE Mehmet Sami GÜLER	483-492
A Stable Path Following Algorithm Based on Adaptive Target Points for Unmanned Surface Vehicles Osman ÜNAL Nuri AKKAŞ Gökhan ATALI Sinan Serdar ÖZKAN Altuğ YENGİNAR	493-503
Doğrudan Güneş Enerjisi Kullanılarak Tekstil Atıksularının Elektrokoagülasyon ile Arıtımı Gulizar KURTOĞLU AKKAYA İbrahim ÜÇGÜL	504-516
Sac Malzemelerin Boyanabilme Kabiliyetlerine Temper Haddeme Ezme Miktarının Etkisi Batuhan ÖZAKIN Emir YILMAZ	517-530
Türkiye Piyasasında Satışa Sunulan Spagetti Makarnaların Bazı Kalite Özellikleri Sultan ACUN Hülya GÜL	531-546
Unit-Weibull Distribution: Different Method of Estimations Hasan Hüseyin GÜL	547-560

## Araştırma Makaleleri / Research Articles

Savfa/Page

- Kelkit Vadisi'nde Ceviz Yetiştiriciliğine Uygun Alanların Tespitinde Coğrafi Bilgi Sistemlerinin (CBS) Kullanımı: Giresun İli Şebinkarahisar İlçesi Örneği**  
Bahadır ATMACA Mustafa CÜCE 561-582
- Derin Öğrenme ve Makine Öğrenmesi Yöntemleriyle Polisomnografi Sinyallerinden Uyku Evrelerinin Sınıflandırılması**  
Sinan ALTUN 583-600
- Karadeniz Memorandumu Kapsamında Tutulan Gemilerin Makine Bulgularının Analizi**  
Okay Ferhat UÇAR Muhammet BORAN 601-611
- İyi Tarım Uygulamalarının Fındığın Renk Özellikleri ve Yağ Oksidasyonu Üzerine Etkisi**  
Ali TURAN 612-624
- 2DOFPID ve Kesir Dereceli PID Kontrolör ile Ayarlanan Senkron Motorların Kontrolü Yardımıyla İki Eksenli Robot Kolu Pozisyonunun Ayarlanması**  
Aykut Fatih GÜVEN 625-638
- Giresun'da Faaliyet Gösteren Çay İşletmelerinde İnovasyonun Önündeki Gizli Engellerin Çok Kriterli Karar Verme Yöntemleriyle Belirlenmesine Yönelik Bir Uygulama**  
Salih MEMİŞ Selçuk KORUCUK 639-651
- Anaerobik Biyoreaktördeki Sığır Gübresinin Biyometan Veriminin Termal Ön İşlemlerle Artırılması**  
İlkay TÜRK ÇAKIR Halil ŞENOL Ersin KAYGUSUZ 652-664
- Koroner Arter Hastalığının İris Görüntülerinden Yerel İkili Örüntüler ve Yapay Sinir Ağı Kullanılarak Tahmini**  
Ferdî ÖZBİLGİN Çetin KURNAZ 665-679
- Antioxidant and antimicrobial activities of the essential oil of Helichrysum chionophilum: an endemic plant of Türkiye**  
Tuba ACET Kadriye ÖZCAN 680-689
- Farklı Muhafaza Yöntemlerinin Çiriş Otu (Asphodelus aestivus L.) Aminoasit Miktarına Etkileri**  
Fikret KARATAŞ Dursun ÖZER Sinan SAYDAM 690-700
- CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ve Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O Faz Değişim Malzemelerinin Kullanıldığı Gizli Termal Enerji Depolama Ünitesinde Farklı Tip Bir Kanat Kullanmanın FDM'nin Erime Süresine Etkisinin HAD Analiziyle Araştırılması**  
Fadime ŞİMŞEK Sefa ORGAN 701-723
- Investigation of Cap and Buffer Layer Effect in Co/Ni Thin Films by Ferromagnetic Resonance Technique**  
Taner KALAYCI 724-733
- Geri Dönüştürülmüş Farklı İnşaat ve Yıkıntı Atıklarının Yol Temellerinde Kullanımının Maliyet ve Esnek Üstyapı Kalınlığına Etkisinin Araştırılması**  
Orhan KAYA Bahadır OK 734-751
- Değişik Pişirme Yöntemlerinin Lambuka (Coryphaena hippurus) Filetolarının Yağ Asidi Kompozisyonu Üzerine Etkileri**  
Nasuh AKGÜL Mehmet BAŞHAN 752-763

## Synthesis and Characterization of Novel Benzimidazolium Type NHC Molecule and Its Silver Complex and Their Theoretical Analysis for Potential Anti-Cancer Activity

Elvan ÜSTÜN<sup>1\*</sup> , Neslihan ŞAHİN<sup>2</sup> 

### Abstract

N-heterocyclic carbenes have initially attracted great attention of the chemists in consequence of their catalytic activity. The favorable results were also obtained in bioactivity studies for N-heterocyclic carbenes, and their transition metal complexes in following years. Theoretical methods deliver beneficial data about the several activities of molecules. One of them is the frontier orbital analysis, which supplies data about the reactivity of molecules. Another method is investigation of the molecular activity against crystals of certain macromolecules using molecular docking methods. In this study, novel 1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazoliumbromide and bromo[1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazolium-2-ylidene]silver(I) were synthesized and characterized. The characterizations were also supported by spectroscopical and theoretical methods. In order to have foresight about the bioactivities of these molecules, molecular docking methods were used to get information about the interactions between molecules and VEGFR-2, which regulates the angiogenesis, and DNA.

**Keywords:** N-Heterocyclic Carbenes, VEGFR-2, Silver Molecules, Molecular Docking, DFT

## Benzimidazolium Tipi Yeni NHC Molekölü ve Gümüş Kompleksinin Sentezi ve Karakterizasyonu ve Potansiyel Antikanser Aktivite için Teorik Analizi

### Öz

N-heterosiklik karbenler başlangıçtan günümüze katalitik aktiviteleri dolayısıyla kimyagerlerin ilgisini çekmektedir. Sonraki yıllarda N-heterosiklik karbenlerin ve bunların metal komplekslerinin biyoaktivite çalışmalarından olumlu sonuçlar alınmıştır. Teorik metotlar moleküllerin çeşitli aktiviteleri ile ilgili kullanışlı bilgiler sunarlar. Bu teorik yöntemlerde biri moleküllerin reaktiviteleri hakkında bilgiler sunan sınır orbital analizidir. Bir başka metot ise moleküler doking yöntemleri kullanılarak belirli makromoleküllerin kristallerine karşı moleküler aktivitenin incelenmesidir. Bu çalışmada, yeni 1-allyl-3-(sikloheksilmetil)benzimidazoliumbromid ve bromo[1-allyl-3-(sikloheksilmetil)benzimidazolium-2-yliden]gümüş(I) molekülleri sentezlenerek karakterize edilmiştir. Moleküllerin karakterizasyonları ayrıca spektroskopik ve teorik yöntemlerle desteklenmiştir. Bu moleküllerin biyoaktiviteleri ile ilgili fikir sahibi olmak için, anjiyogenezi düzenleyen VEGFR-2 ve DNA ile etkileşimleri moleküler doking yöntemleri ile analiz edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** N-Heterosiklik Karbenler, VEGFR-2, Gümüş Molekülleri, Moleküler Doking, DFT

<sup>1</sup>Ordu University, Chemistry Department, Ordu, Turkey, [elvanustun@odu.edu.tr](mailto:elvanustun@odu.edu.tr), [elvanustun77@gmail.com](mailto:elvanustun77@gmail.com)

<sup>2</sup>Cumhuriyet University, Science Education Department, Sivas, Turkey, [neslihan4458@gmail.com](mailto:neslihan4458@gmail.com)

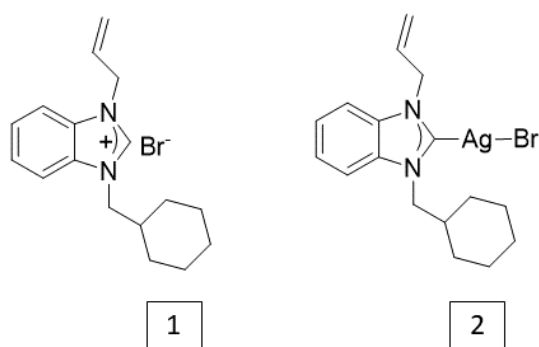
<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-0587-7261>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-1498-4170>

## 1. Introduction

N-heterocyclic carbenes (NHCs) have been studied for their many properties since they were firstly synthesized (Hopkinson et al, 2014; Hermann and Köcher, 1997). Well-known catalyst NHCs can be easily achieved, and refashioned (Hermann, 2002; Diez-Gonzalez et al, 2009). Additionally, the bioactivities of many NHC-metal complexes have been frequently studied (Şahin et al, 2022; Fontes et al, 2022; Aber et al, 2014). Especially, ruthenium- and rhodium-NHC complexes' antibacterial activities are well known (Ott, 2017; Hamd et al, 2021). After advances in metal-based anticancer drugs, metal-NHC complexes have also been researched for their anticancer activity. Anti-cancer activities that were acquired from Au-NHC complexes are noteworthy (Karaaslan et al, 2020). Moreover, Ag-NHC complexes, generally known as anti-infective, have been also progressed for anticancer properties (Şahin-Bölükbaşı, and Şahin, 2019).

Angiogenesis which occurs in cell growth and wound healing processes is the formation of new blood vessels from a pre-existing vasculature (Folkman, 1984). However, excessive angiogenesis could induce pathologies such as metastasis, increment of existed tumor and new tumor formation (Nishida et al, 2006; Carmeliet and Jain, 2000). In this case, control the angiogenesis systems may be a promising way for cancer therapy. Vascular endothelial cells are regulated by vascular endothelial growth factor (VEGF) (Ferrara, 2009; Hoeben et al, 2004). The activity of VEGF is administrated by vascular endothelial growth factor receptors (VEGFR) (Olofsson et al, 1996; Ferrara, 2004). VEGFR-1 and VEGFR-2 which are the sub-types of VEGFR have different kinase activation potentials. VEGFR-2 triggers signaling pathways and plays more important role on angiogenesis than VEGFR-1 (Rahimi, 2006; Dias et al, 2000). Thus, the activation of VEGFR-2 could manage some pathologies of many diseases.



**Figure 1.** Molecular structures of **1** and **2**

The molecular docking methods are approved as an important tool for examining the interactions of new molecules against biological macromolecules such as enzymes, proteins, DNA



(Torres et al, 2019; Trşpathi and Misrz, 2017). It is even possible to have some valuable data about the properties of unsynthesized molecules by this method. In this study, interactions of novel 1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazoliumbromide (1) and bromo[1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazolium-2-ylidene]silver(I) (2) which were synthesized (Figure 1) and characterized for this research (Fig. 1) against VEGFR-2 and DNA were investigated with molecular docking methods.

## 2. Materials and Methods

### Synthesis of 1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazoliumbromide, 1

Benzimidazole (10 mmol) was appended to NaH (11 mmol) solution in tetrahydrofuran (20 mL) in a schlenk tube and the solution was mixed for 1 h at room temperature (RT). Then, allyl bromide (10.1 mmol) was also appended to the mixture and the solution was stirred for 24 h at 60 °C. The solution was cooled to RT and tetrahydrofuran was evaporated under light pressure. The resulting solid were resolved in dichloromethane (50 mL). 1-allylbenzimidazole was achieved by the distillation of the last solution. 1-Allylbenzimidazole (1 mmol) and cyclohexylmethyl bromide (1 mmol) were mixed in dimethyl formamide (5 mL) for 24 h at 80 °C. At the end of this period, 1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazoliumbromide (**1**) was precipitated. Compound **1** was filtered and washed with diethyl ether. Yield: 78%. m.p. 90-91 °C. FT-IR  $\nu_{(\text{CN})}$ : 1557  $\text{cm}^{-1}$ .  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  (ppm): 1.19-1.25 (m, 5H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 1.65-1.75 (m, 5H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 2.04-2.06 (m, 1H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 4.48 (d, 2H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ,  $J= 8$  Hz), 5.37 (d, 2H,  $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ,  $J= 4$  Hz), 5.46-5.52 (m, 2H,  $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ), 6.14 (quint, 1H,  $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ,  $J= 4$  Hz), 7.63-7.69 (m, 2H, Ar-H), 7.73-7.77 (m, 2H, Ar-H), 11.37 (s, 1H, NCHN).  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  NMR (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  (ppm): 25.3, 25.7, 30.4, 37.9 ( $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 50.1 ( $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 53.4 ( $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ), 121.7 ( $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ), 129.7 ( $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ), 113.3, 113.7, 127.2, 131.3, 131.8 (Ar-C), 143.0 (NCHN).

### Synthesis of bromo[1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazolium-2-ylidene]silver(I), 2

The dichloromethane solution of 1-allyl-3-(cyclohexylmethyl)benzimidazoliumbromide (1 mmol) and silver (I) oxide (0.8 mmol) were blended at RT for 24 hours under dark. The last solution was concentrated after the filtration on celite. The diethyl ether was added to the latter solution and the solid white product (**2**) precipitated and washed with diethyl ether after the isolation by filtration. Yield: 74%. m.p. 106-107 °C. FT-IR  $\nu_{(\text{CN})}$ : 1394  $\text{cm}^{-1}$ .  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  (ppm): 1.15-1.22 (m, 5H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 1.65-1.75 (m, 5H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 1.96-1.98 (m, 1H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ), 4.25 (d, 2H,  $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_{11}$ ,  $J= 8$  Hz), 5.05 (d, 2H,  $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ,  $J= 8$  Hz), 5.22 (d, 1H,  $\text{NCH}_2\text{CHCH}_2$ ,  $J= 16$  Hz),

5.32 (d, 1H, NCH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>, *J*= 12 Hz), 6.01 (quint, 1H, NCH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>, *J*= 4 Hz), 7.38-7.50 (m, 4H, Ar-H). <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H} NMR (100 MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm): 25.6, 26.0, 31.1, 38.4 (CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>), 51.9 (CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>), 55.8 (NCH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>), 119.2 (NCH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>), 125.1 (NCH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>), 111.8, 111.9, 131.8, 133.7, 134.2 (Ar-C), no peak (C<sub>carbene</sub>-Ag).

### Theoretical Calculation Methods

Molecules are optimized by using the BP86 functional with a def2-SVP def2-SVP/J basis set, KDIIS SOSCF and the tightscf options with ORCA version 4.1 (Becke, 1988; Perdew, 1986; Neese, 2012; Neese et al, 2020; Neese, 2022). AutoDock 4.2 were used for molecular dockings performance against both DNA dodecamer (PDB id:1bna) and VEGFR-2 (PDB id: 1ywn) which are acquired from RCSB web site (Trott and Olson, 2010; Miyazaki et al, 2005; Drew et al, 1981). Waters in the target crystals were removed, only polar hydrogen atoms were considered in processes and Kollman charges were appreciated. Molecular docking performances were started at a randomized position and Gasteiger charges used for ligand molecules (Üstün and Şahin, 2022; Wei et al, 2002). According to Koopmans Theorem, global chemical reactivity descriptors were calculated by following equations (Koopmans, 1934; Choudhary et al, 2019; Rajkumar et al, 2020):

$$IP = -E_{HOMO} \quad (1)$$

$$EA = -E_{LUMO} \quad (2)$$

$$\chi = -\mu = -\frac{I+A}{2} \quad (3)$$

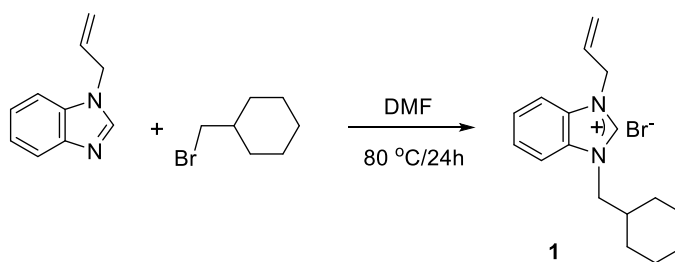
$$\eta = \frac{I - A}{2} \quad (4)$$

$$S = \frac{1}{2\eta} \quad (5)$$

$$\omega = \frac{\mu^2}{2\eta} \quad (6)$$

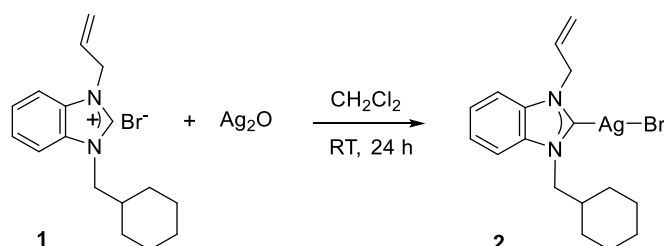
### 3. Findings and Discussion

The N-heterocyclic carbene precursor (**1**) and its Ag(I)-NHC complex (**2**) were freshly achieved according to the previous published studies (Şahin-Bölükbaşı, and Şahin, 2019). 1-Allylbenzimidazole was reacted with cyclohexylmethyl bromide at 80 °C in dimethyl formamide. N-heterocyclic carbene precursor (**1**) was obtained (Scheme 1).



**Scheme 1.** Synthesis of compound **1**

N-heterocyclic carbene precursor (**1**) reacted with  $\text{Ag}_2\text{O}$  in dichloromethane for a day and Ag(I)-NHC complex (**2**) was yielded as shown in Scheme 2.



**Scheme 2.** Synthesis of compound **2**

Both of the molecules have good solubility and are soluble in most of polar organic solvents. The ligand and the silver complex are highly stable both in air and moisture but, it must be noted that Ag(I)-NHC complex is not stable under light. The structure of the compounds was successfully clarified by  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  NMR spectroscopies.

In the  $^1\text{H}$  NMR spectra, NCHN acidic proton of **1** were detected at 11.37 ppm. The formation of the N-heterocyclic carbene ligand was confirmed by this characteristic pick whilst the formation of its Ag(I)-NHC complex was also confirmed by the disappearance this peak and the peak was not seen at complex spectra as expected (Figure 2). In  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  NMR spectra of the **1**, NCHN carbon to which the acidic proton is bounded was seen at 143.0 ppm. However, in  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  NMR spectra of **2**, this peak has not appeared and disappearance of the signal the carbon proved formation of Ag(I)-NHC complex. After complexation, NCN carben resonance on the **2** should shift much downfield region compared to the **1**. But this peak could not be seen in the  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  NMR spectra (Figure 2).

The FT-IR spectra of the compounds contain some characteristic bands of the stretching vibrations of the C=N, C-N, C-H and C=C groups. Benzimidazole ring C=N vibrations of NHC salt was assigned at  $1557\text{ cm}^{-1}$ . This vibration was seen with a shift in the Ag(I)-NHC complex at  $1394\text{ cm}^{-1}$ . This negative shift is because of the electropositive metal center which pulls electron density towards itself and as a result of C=N vibrations shifts to the lesser energy region in the complex. And also, this shifting is another evidence of formation Ag(I)-NHC complex.

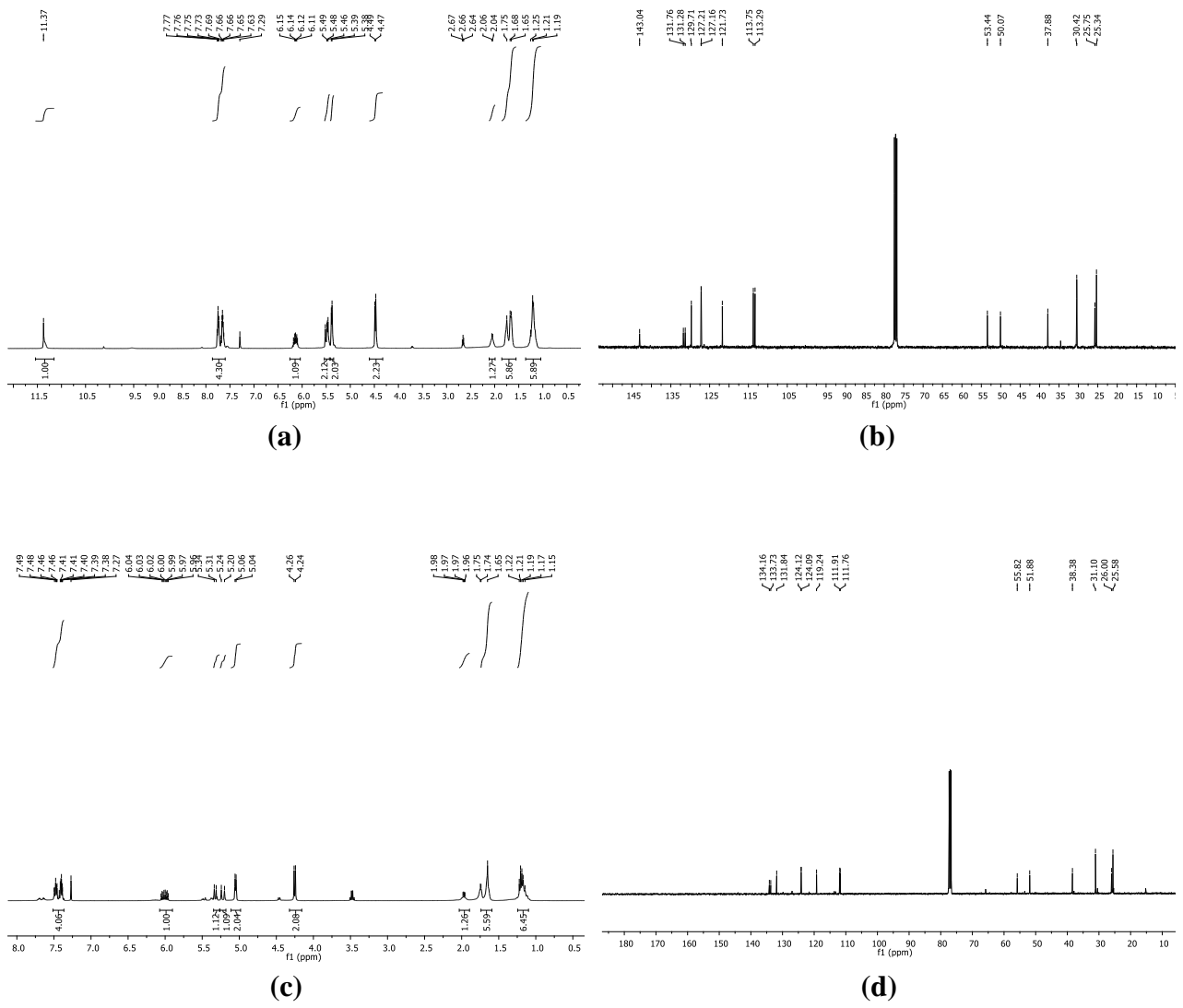


Figure 2.  $^1\text{H}$  (a and c) and  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  (b and d) NMR spectra of 1 and 2

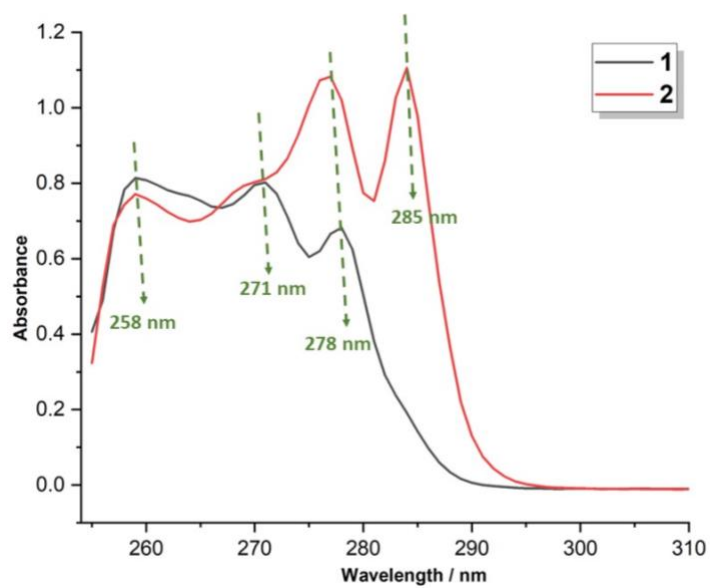
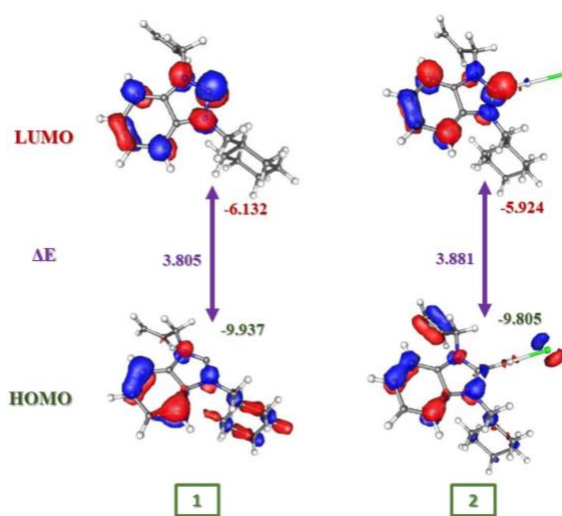


Figure 3. UV-Vis. absorption spectra of 1 and 2



In addition to the characterization, spectroscopic analysis of both molecules were performed. Both the ligand and the complex gave a broad band at 258 nm, which can be considered a shoulder. While the band detected at 271 nm was a shoulder for the complex, it was recorded as a distinct band for the ligand. At 278 nm, evident bands were recorded for both the ligand and the complex. In the complex molecule, unlike the ligand molecule, a clear band was recorded at 285 nm, which can be considered as a MLCT (Üstün et al, 2016) (Figure 3). The extinction coefficients of these bands were recorded by preparing three sets of solutions of each molecule at five different concentrations. The extinction coefficients calculated for the ligand at 258, 271, and 278 nm are 6236.5, 6520.0, and 5515.7  $M^{-1}cm^{-1}$ , respectively. For the complex, extinction coefficients for 258, 271, and 285 nm were determined as 7638.9, 9495.4, and 9107.8  $M^{-1}cm^{-1}$ , respectively.



**Figure 4.** HOMO and LUMO Energies and Illustrations of **1** and **2** (in eV)

HOMO (Highest Occupied Molecular Orbital) and LUMO (Lowest Unoccupied Molecular Orbital) of both molecules were analyzed by using the results that were obtained from DFT-based calculation methods. HOMO gives information about the place and tendency of the electron accepting properties of the molecules, while LUMO gives information about chemical reactions in which the molecules act as electron-donor (Golding Sheeba et al, 2021; Khajehzadeh and Sadeghi 2018). According to the results illustrated in Figure 4, LUMO of both NHC ligand and silver complex are located in the benzimidazole region. On the other hand, the HOMO of the NHC precursor is located on benzimidazole and cyclohexane, while the LUMO of the silver complex is located on the allyl and halogen regions. In addition, the calculated HOMO and LUMO energies were used to guess ionization potential (IP), electron affinity (EA) and electronegativity ( $\chi$ ) of the molecules (Table 1). The IP, EA and  $\chi$  values of the ligand were calculated higher than complex (Kar et al, 2007). Global softness (S) and chemical hardness ( $\eta$ ) are other criteria that give foresight about the reactivity properties of molecules. The reactivity of a molecule increases with decreasing the global softness of

a molecule. Global softness is the reciprocal of chemical hardness, and the higher the hardness, the lower the reactivity. According to the results, it can be noted that the ligand molecule is more reactive than the complex. The electrophilicity index ( $\omega$ ) is considered as an indicator of the electrophilic strength of the molecular system against a nucleophile (Parthasarathi et al, 2004). Therefore, the ligand is also more electrophile than the complex.

**Table 1.** Global reactivity descriptors of the complexes (in eV)

	<b>1</b>	<b>2</b>
Ionization Potential (IP)	9.937	9.805
Electron Affinity (EA)	6.132	5.924
Electronegativity ( $\chi$ )	8.034	7.864
Global Softness (S)	0.263	0.258
Global Hardness ( $\eta$ )	1.902	1.940
Electrophilicity Index( $\omega$ )	16.975	15.955

Electronic transitions of optimized molecules were investigated by TDDFT based calculation methods with ORCA software (Neese, 2012). Allowed transitions with an oscillator strength greater than 0.01 are listed in Table 2.

**Table 2.** Energies (in nm), Oscillator Strength ( $f_{osc}$ ), Main Orbital Contributions, and Type of Transition Involved in the Most Important Singlet Excitations for **1** in Gas Phase Calculated with TDDFT/BP86

state	$\lambda$ / nm	$f_{osc}$	main transitions
<b>1</b>			
31	271.9	0.0133	HOMO-4 $\rightarrow$ LUMO+1 (20.0%)
35	260.1	0.0204	HOMO-2 $\rightarrow$ LUMO+1 (13.2%)
36	256.9	0.0171	HOMO-1 $\rightarrow$ LUMO+1 (40.1%)
<b>2</b>			
19	447.8	0.0414	HOMO-2 $\rightarrow$ LUMO (45.9%)
28	324.5	0.0152	HOMO-2 $\rightarrow$ LUMO+1 (33.4%) HOMO-3 $\rightarrow$ LUMO+1 (33.0%)
37	296.3	0.0148	HOMO-4 $\rightarrow$ LUMO+1 (19.3%)

VEGFR-2 triggers signaling pathways and plays more important role on angiogenesis than VEGFR-1 and the activation of VEGFR-2 could manage some pathologies of many diseases (Ghosh et al, 2008). In order to have foresight about the bioactivities of these molecules, the interactions with VEGFR-2 were analyzed by molecular docking methods. The binding affinity of the optimized ligand

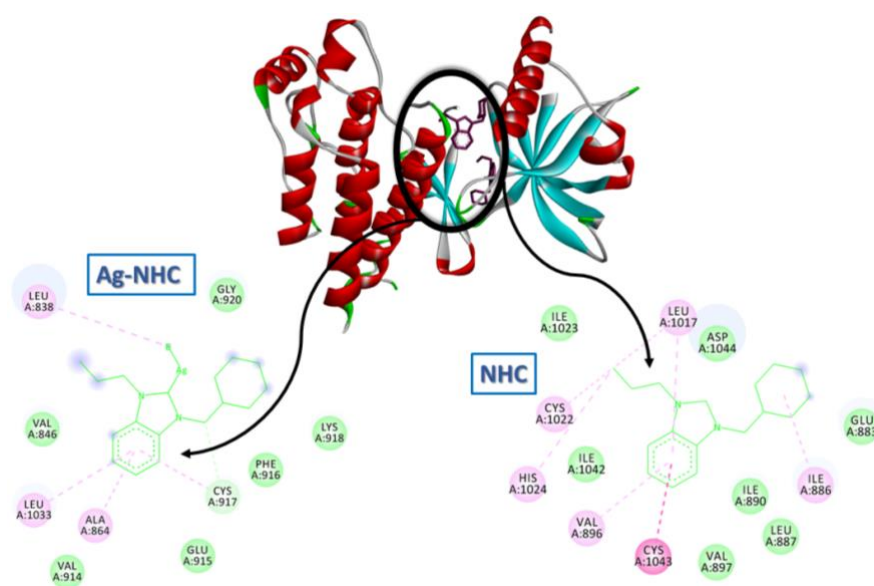
with the VEGFR-2 crystal structure was determined as -6.49 kcal/mol, while the affinity of the silver complex was calculated as -5.06 kcal/mol. The amide- $\pi$  stacked interaction of the ligand with Cys1043 with is noteworthy. On the other hand, the H-bond of complex with Cys917 could be described the most important interaction. The alkyl,  $\pi$ -alkyl, and van der Waals interactions were had influence the binding affinity of both molecules (Table 3 and Figure 5).

**Table 3.** Molecular docking results of the molecules for VEGFR-2 target

Molecules	Bind. Aff.*	Amino Acids Residue
<b>VEGFR-2 (1ywn)</b>		
1	-6.49	Cys1043 (Amide-Pi Stacked), Ile886, Val896, Leu1017, Cys1022, His1024 (Alkyl and Pi-Alkyl), Glu883, Leu887, Val897, Ile890, Ile1023, Ile1042, Asp1044 (van der Waals)
2	-5.06	Cys917 (Carbon Hydrogen Bond), Leu838, Ala864, Leu1033 (Alkyl and Pi-Alkyl), Val846, Val914, Glu915, Phe916, Lys918, Gly920 (Van der Waals)

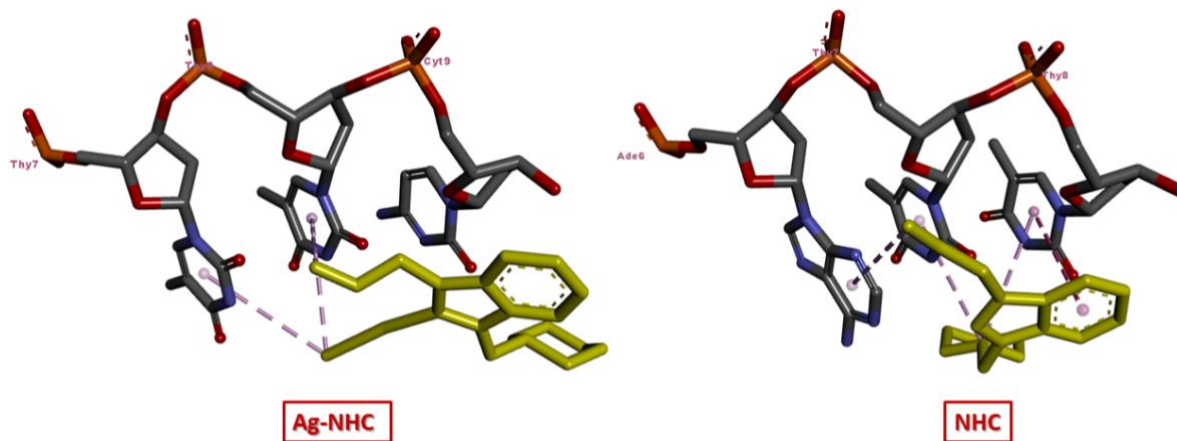
\* Binding Affinity in kcal/mol.

Sayed et al. evaluated the inhibitory potentials against VEGFR-2 for fifteen novel sulfonamides provided hydrazone-coupled derivatives and recorded good inhibitory activity. Schepetkin et al analyzed some oxime groups by molecular docking methods against VEGFR-2 for inhibition activity of tumor growth and metastasis and determined remarkable results. Also, El-Adl et al designed and synthesized ovel series of 5-benzylidenethiazolidine-2,4-dione derivatives and the interactions of these molecules with VEGFR-2 were recorded with good inhibitory activities. Additionally, new benzimidazolium-derived PEPPSI complexes were synthesized and characterized by Serdaroglu et al. This group analyzed molecules by the molecular docking method with VEGFR-2 for their anticancer potential and -8.68 kcal/mol of the best binding affinity were recorded for a molecule. The results that calculated for this study, with compared to previous study, are remarkable.



**Figure 5.** Interactions of the molecules with VEGFR-2 acquired by molecular docking

In this study, the interactions of molecules with DNA were also investigated using by molecular docking methods. It has been determined that each optimized molecule interacts with approximately the same region of the DNA crystal. DNA binding was detected between the ligand and Ade6, Thy7 and Thy8 aminoacids of DNA, while silver complex was interacted with Thy7, Thy8 (Figure 6).



**Figure 6.** Molecular docking interaction of the molecules with DNA

#### 4. Conclusions

NHC molecules and their metal complexes that have been analyzed for many activities attract the attention of the chemistry world. In this study, a new NHC molecule and its silver complex were synthesized and characterized. Spectroscopic and theoretical characterization of these molecules has also been added to the study. After performing frontier orbital analyzes of the optimized molecules, possible anticancer activities were analyzed by using molecular docking methods. The molecules had remarkable binding affinity with both VEGFR-2 and DNA. It is clear that these effects must analyzed more detailed, and the studies must be diversified with different substituted species. In future studies, we want to study with different substitution species and metals.

#### Authors' Contributions

All authors contributed equally to the study.

#### Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.



## Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.



## References

- Aher, S. B., Muskawar, P. N., Thenmozhi, K., and Bhagat, P. R. (2014). Recent developments of metal N-heterocyclic carbenes as anticancer agents. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 81, 408-419.
- Becke, A. D. (1988). Density-functional exchange-energy approximation with correct asymptotic behavior. *Physical review A*, 38(6), 3098.
- Carmeliet, P., & Jain, R. K. (2000). Angiogenesis in cancer and other diseases. *Nature*, 407(6801), 249-257.
- Choudhary, V., Bhatt, A., Dash, D., and Sharma, N. (2019). DFT calculations on molecular structures, HOMO–LUMO study, reactivity descriptors and spectral analyses of newly synthesized diorganotin (IV) 2-chloridophenylacetohydroxamate complexes. *Journal of Computational Chemistry*, 40(27), 2354-2363.
- Dias, S., Hattori, K., Zhu, Z., Heissig, B., Choy, M., Lane, W., ... and Rafii, S. (2000). Autocrine stimulation of VEGFR-2 activates human leukemic cell growth and migration. *The Journal of Clinical Investigation*, 106(4), 511-521.
- Diez-Gonzalez, S., Marion, N., and Nolan, S. P. (2009). N-heterocyclic carbenes in late transition metal catalysis. *Chemical Reviews*, 109(8), 3612-3676.
- Drew, H. R., Wing, R. M., Takano, T., Broka, C., Tanaka, S., Itakura, K., and Dickerson, R. E. (1981). Structure of a B-DNA dodecamer: conformation and dynamics. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 78(4), 2179-2183.
- El-Adl, K., El-Helby, A. G. A., Sakr, H., Eissa, I. H., El-Hddad, S. S., and Shoman, F. M. (2020). Design, synthesis, molecular docking and anticancer evaluations of 5-benzylidenethiazolidine-2, 4-dione derivatives targeting VEGFR-2 enzyme. *Bioorganic Chemistry*, 102, 104059.
- Ferrara, N. (2004). Vascular endothelial growth factor: basic science and clinical progress. *Endocrine reviews*, 25(4), 581-611.
- Ferrara, N. (2009). Vascular endothelial growth factor. *Arteriosclerosis, Thrombosis, and Vascular Biology*, 29(6), 789-791.
- Folkman, J. (1984). Angiogenesis. *Biology of Endothelial Cells*, 412-428.
- Fontes, J. V., Santos, I. A., Rosa, L. B., Lima, R. L., Jardim, A. C., Miguel, D. C., and Abbehausen, C. (2022). Antileishmanial and Anti-Chikungunya Activity of Cu (I)-N-Heterocyclic Carbenes. *ChemistrySelect*, 7(31), e202201560.
- Ghosh, S., Sullivan, C. A., Zerkowski, M. P., Molinaro, A. M., Rimm, D. L., Camp, R. L., and Chung, G. G. (2008). High levels of vascular endothelial growth factor and its receptors (VEGFR-1, VEGFR-2, neuropilin-1) are associated with worse outcome in breast cancer. *Human Pathology*, 39(12), 1835-1843.
- Golding Sheeba, G., Usha, D., Amalanathan, M., Sony Michael Mary, M., and MarshanRobert, H. (2021). Molecular structure, vibrational spectroscopic, frontier molecular orbital and natural bond orbital analysis of anti-cancer drug 6-chloro-3-pyridine carbonitrile. *Spectroscopy Letters*, 54(6), 419-436.
- Hamdi, N., Slimani, I., Mansour, L., Alresheedi, F., Özdemir, I., and Gürbüz, N. (2021). Rhodium (I) complexes with N-heterocyclic carbene ligands: synthesis, biological properties and catalytic activity in the hydrosilylation of aromatic ketones. *Journal of Coordination Chemistry*, 74(15), 2558-2579.
- Herrmann, W. A. (2002). N-heterocyclic carbenes: a new concept in organometallic catalysis. *Angewandte Chemie International Edition*, 41(8), 1290-1309.
- Herrmann, W. A., and Köcher, C. (1997). N-Heterocyclic carbenes. *Angewandte Chemie International Edition in English*, 36(20), 2162-2187.
- Hoeben, A. N. N., Landuyt, B., Highley, M. S., Wildiers, H., Van Oosterom, A. T., and De Bruijn, E. A. (2004). Vascular endothelial growth factor and angiogenesis. *Pharmacological Reviews*, 56(4), 549-580.
- Hopkinson, M. N., Richter, C., Schedler, M., and Glorius, F. (2014). An overview of N-heterocyclic carbenes. *Nature*, 510(7506), 485-496.

- Kar, R., Chandrakumar, K. R. S., and Pal, S. (2007). The influence of electric field on the global and local reactivity descriptors: reactivity and stability of weakly bonded complexes. *The Journal of Physical Chemistry A*, 111(2), 375-383.
- Karaaslan, M. G., Aktaş, A., Gürses, C., Gök, Y., and Ateş, B. (2020). Chemistry, structure, and biological roles of Au-NHC complexes as TrxR inhibitors. *Bioorganic Chemistry*, 95, 103552.
- Khajehzadeh, M., and Sadeghi, N. (2018). Molecular structure, the effect of solvent on UV-vis and NMR, FT-IR and FT-Raman spectra, NBO, frontier molecular orbital analysis of Mitomycin anticancer drug. *Journal of Molecular Liquids*, 256, 238-246.
- Koopmans, T. (1934). Über die Zuordnung von Wellenfunktionen und Eigenwerten zu den einzelnen Elektronen eines Atoms. *Physica*, 1(1-6), 104-113.
- Miyazaki, Y., Matsunaga, S., Tang, J., Maeda, Y., Nakano, M., Philippe, R. J., ... and Nolte, R. T. (2005). Novel 4-amino-furo [2, 3-d] pyrimidines as Tie-2 and VEGFR2 dual inhibitors. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 15(9), 2203-2207.
- Neese, F. (2012). The ORCA program system. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Molecular Science*, 2(1), 73-78.
- Neese, F. (2022). Software update: The ORCA program system—Version 5.0. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Molecular Science*, 12(5), e1606.
- Neese, F., Wennmohs, F., Becker, U., and Riplinger, C. (2020). The ORCA quantum chemistry program package. *The Journal of Chemical Physics*, 152(22), 224108.
- Nishida, N., Yano, H., Nishida, T., Kamura, T., and Kojiro, M. (2006). Angiogenesis in cancer. *Vascular health and risk management*, 2(3), 213.
- Olofsson, B., Pajusola, K., Kaipainen, A., Von Euler, G., Joukov, V., Saksela, O., ... and Eriksson, U. (1996). Vascular endothelial growth factor B, a novel growth factor for endothelial cells. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 93(6), 2576-2581.
- Ott, I. (2017). Medicinal chemistry of metal N-heterocyclic carbene (NHC) complexes. In *Inorganic and Organometallic Transition Metal Complexes with Biological Molecules and Living Cells* (pp. 147-179). Academic Press.
- Parthasarathi, R., Subramanian, V., Roy, D. R., and Chattaraj, P. K. (2004). Electrophilicity index as a possible descriptor of biological activity. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 12(21), 5533-5543.
- Perdew, J. P. (1986). Density-functional approximation for the correlation energy of the inhomogeneous electron gas. *Physical Review B*, 33(12), 8822.
- Rahimi, N. (2006). VEGFR-1 and VEGFR-2: two non-identical twins with a unique physiognomy. *Frontiers in bioscience: a journal and virtual library*, 11, 818.
- Rajkumar, P., Selvaraj, S., Suganya, R., Kesavan, M., Serdaroğlu, G., Gunasekaran, S., and Kumaresan, S. (2020). Experimental and theoretical investigations on electronic structure of 5-(hydroxymethyl)-2-furaldehyde: An antisickling agent identified from terminalia bellirica. *Chemical Data Collections*, 29, 100498.
- Şahin, N., Çelebi, M. S., Ayvaz, M. Ç., and Üstün, E. (2022). Antioxidant Activity, Enzyme Inhibition, Electrochemical and Theoretical Evaluation of Novel PEPPSI Type N-Heterocyclic Carbene Complexes. *Inorganic Chemistry Communications*, 110028.
- Şahin-Bölükbaşı, S., and Şahin, N. (2019). Novel Silver-NHC complexes: Synthesis and anticancer properties. *Journal of Organometallic Chemistry*, 891, 78-84.
- Sayed, A. M., Taher, F. A., Abdel-Samad, M. R., El-Gaby, M. S., El-Adl, K., and Saleh, N. M. (2021). Design, synthesis, molecular docking, in silico ADMET profile and anticancer evaluations of sulfonamide endowed with hydrazone-coupled derivatives as VEGFR-2 inhibitors. *Bioorganic Chemistry*, 108, 104669.
- Schepetkin, I. A., Plotnikov, M. B., Khlebnikov, A. I., Plotnikova, T. M., and Quinn, M. T. (2021). Oximes: Novel therapeutics with anticancer and anti-inflammatory potential. *Biomolecules*, 11(6), 777.
- Serdaroğlu, G., Şahin, N., Üstün, E., Tahir, M. N., Arıcı, C., Gürbüz, N., and Özdemir, İ. (2021). PEPPSI type complexes: Synthesis, x-ray structures, spectral studies, molecular docking and theoretical investigations. *Polyhedron*, 204, 115281.
- Torres, P. H., Soderro, A. C., Jofily, P., and Silva-Jr, F. P. (2019). Key topics in molecular docking for drug design. *International Journal of Molecular Sciences*, 20(18), 4574.
- Tripathi, A., and Misra, K. (2017). Molecular docking: A structure-based drug designing approach. *JSM Chem*, 5(2), 1042-1047.

- Trott, O., and Olson, A. J. (2010). AutoDock Vina: improving the speed and accuracy of docking with a new scoring function, efficient optimization, and multithreading. *Journal of Computational Chemistry*, 31(2), 455-461.
- Üstün, E., and Şahin, N. Molecular Docking and DFT Analysis of Methallyl Substituted N-Heterocyclic Carbene Salts for Potential Anticancer Activity. *Ordu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 11(2), 186-192.
- Üstün, E., Demir, S., Coşkun, F., Kaloğlu, M., Şahin, O., Büyükgüngör, O., and Özdemir, İ. (2016). A theoretical insight for solvent effect on myoglobin assay of W (CO) 4L2 type novel complexes with DFT/TDDFT. *Journal of Molecular Structure*, 1123, 433-440.
- Wei, B. Q., Baase, W. A., Weaver, L. H., Matthews, B. W., and Shoichet, B. K. (2002). A model binding site for testing scoring functions in molecular docking. *Journal of Molecular Biology*, 322(2), 339-355.

## Yarı Pul Mika ve Mikronize Magnezyanın Isı Dirençli Hafif Harcın Dayanım Performansına Olan Etkisi

Lütfullah GÜNDÜZ<sup>1</sup> , Şevket Onur KALKAN<sup>2\*</sup> 

### Öz

Bu çalışmada, refrakter çimento, beyaz çimento ve anhidrit alçı içeren üçlü bağlayıcı sistemli hafif harçlar mika ve magnezya kullanılarak üretilmiş ve 1050 °C'ye kadar olan yüksek sıcaklıklara maruz kaldıktan sonra mekanik özellikleri araştırılmıştır. Harç numunelerinin öncelikle yüksek sıcaklığa maruz bırakılmadan önce sertleşmiş harç birim hacim kütlesi, gözeneklilik ve kür süresine bağlı basınç dayanım değerleri tespit edilmiştir. Daha sonra yüksek sıcaklığa tabi tutulan numunelerin basınç dayanımları analiz edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre, mika ve magnezya kullanım oranı arttıkça harçların sertleşmiş harç birim hacim kütlesi azalmış ve gözeneklilik oranları artmıştır. En yüksek Mika+MgO katkı oranında, kontrol örneğine kıyasla test örneklerinin birim hacim kütle değerinde ortalama %13.9 hafifleme tespit edilmiştir. Gözeneklilik oranları ise mika kullanımına bağlı olarak %5.7 - %52.9 oranında artış göstermiştir. Özellikle mika+MgO toplam oranı %24 olan karışım tasarımına kadar, kontrol harcına göre test örneklerinin 28 günlük dayanım değerleri %71.8 oranlarında artarak gelişim göstermiştir. Kontrol karışımı örneklerinde 400 °C, 550 °C, 800 °C ve 1050 °C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybı sırasıyla %2.3, %5.7, %48.3 ve %63.8 olarak tespit edilmiştir. Mika+MgO oranı %20 olan karışım tasarımında 400 °C, 550 °C, 800 °C ve 1050 °C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybı sırasıyla %1.2, %1.7, %9.7 ve %14.5 olarak tespit edilmiştir. %40 mika+MgO kullanımlı karışım tasarımında ise 1050 °C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybının sadece %2.8 olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada, uygulama yerinde yüksek sıcaklığa maruz kalabilecek harç karışım tasarımında dayanım düşüşüne makul ölçüde izin verebilecek bir miktarda yarı pul boyutlu mika ve toz formda MgO'ün kullanımının uygunluğu belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Mika, Magnezya, Isı direnci, Hafif harç, Dayanım, Performans.

## Effect of Semi-Flake Mica and Micronized Magnesia on Strength Performance of Heat Resistant Lightweight Mortar

### Abstract

In this study, the effects of high temperatures up to 1050°C on the mechanical properties of ternary binder system containing calcium aluminate cement, white cement and anhydrite gypsum lightweight mortars containing different amounts of mica and magnesia were investigated. Before the mortar samples were exposed to high temperature, the hardened density, porosity, and compressive strength developments related to the curing time were determined. Then, the compressive strengths of the samples subjected to high temperature were analyzed. According to the analysis results, as the mica and magnesia usage rate increased, the hardened mortar unit volume mass decreased, and their porosity ratio increased. At the highest Mica+MgO powder ratio, unit volume mass value decreased by an average of 13.9% compared to the control mortar. Porosity increased by 5.7% - 52.9% depending on the use of mica. Especially until the mixture design with a total mica+MgO ratio of 24%, the strength values of the test samples after 28 days increased by 71.8% compared to the control mortar. In the control mixture samples, the loss of strength after temperature interactions at 400°C, 550°C, 800°C and 1050°C was determined as 2.3%, 5.7%, 48.3% and 63.8%, respectively. In the mixture design with a Mica+MgO ratio of 20%, the loss of strength after temperature interactions was determined as 1.2%, 1.7%, 9.7% and 14.5%, respectively. In the mixture design using 40% mica+MgO, the strength loss after 1050°C temperature interactions were determined to be only 2.8%. In this study, the suitability of using mica in half flake size and MgO in powder form in an amount that can reasonably allow strength reduction in mortar mix design that may be exposed to high temperatures at the application site was determined.

**Keywords:** Mica, Magnesia, Heat resistant, Lightweight mortar, Strength, Performance.

<sup>1</sup>İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, İzmir, Türkiye, [lutfullah.gunduz@ikcu.edu.tr](mailto:lutfullah.gunduz@ikcu.edu.tr)

<sup>2</sup>İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, İzmir, Türkiye, [sevketonur.kalkan@ikcu.edu.tr](mailto:sevketonur.kalkan@ikcu.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-2487-467X>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-0250-8134>



## 1. Giriş

Isı dirençli harçlar genellikle 1000°C veya biraz üzerinde sıcaklığa maruz kalabilecek ortamlarda uygulanacak harçlar olarak kabul edilebilir. Bu uygulama alanları arasında baca içi harç kaplamaları, fırın duvarlarının kaplanması, ateş çukuru halkalarının iç yüzeyleri, pizza fırınları veya kil baca astarları ve bir duman bacası odasının ayrıştırılması gibi baca uygulamaları, barbekü yapımı vb. uygulamalar sayılabilir. Bu uygulama alanlarında harç yüzeyleri değişken yüksek sıcaklık değerlerine maruz kalarak, sıcaklık etkisinde yüksek oranda deformasyon oluşturmayan, ısıya karşı dirençli özel harç tasarımlarına sahiptirler. Dünyada birçok uygulamalarda özellikle fırın duvarlarını kaplamak için en yaygın olarak kullanılan refrakter malzemeler, silika-alümina geomateryallerinden oluşmaktadır (Sadik, 2013).

Son yıllarda beton türevi ürünlere üstün özellikler katma amacı ile üçlü bağlayıcı sistemler üzerinde çalışmalar gerçekleştirilmektedir. Masif pelet benzeri kalsiyum alüminat hidratların (Gu ve ark., 1997; Gu ve Beaudoin, 1997; Xu ve ark., 2014) aşırı oluşumu nedeniyle, çoğu durumlarda Portland çimentosu (PC)-kalsiyum alümina çimentosu (CAC) karışımlarının basınç dayanımı CAC ilavesiyle önemli ölçüde azalabilmektedir. Kalsiyum alüminat bazlı çimentoların faz topluluklarını modifiye etmek için, termodinamik olarak kararlı hidratlar elde etmek için normal olarak kalsiyum sülfat (anhidrit, hemihidrat veya jips) üçüncü bağlayıcı olarak ilave edilmektedir (Georgin ve Prud'Homme, 2015; Xu ve ark., 2017). Bu şekilde masif etrenjit matriks içinde hızla oluşur. Bu, CAC, PC ve kalsiyum sülfat içeren üçlü bağlayıcıların, işlenebilirlik, hızlı kürlenme ve sertleşme, büzülme azaltma vb. mükemmel ve kontrol edilebilir performanslar sergilemesini sağlamaktadır. Ayrıca bu yönlerden dolayı, üçlü bağlayıcılar, tekil PC bağlayıcı ürünlere (Bizzozero ve Scrivener, 2015) göre nispeten daha yüksek maliyetlere rağmen, binalarda yapısal olmayan bitirme işlemleri için yaygın olarak uygulanmaktadır (Chang ve ark., 2008; Seifert ve ark., 2009; Onishi ve Bier, 2010) Ek olarak, CAC bazlı formülasyonların PC açısından zengin sistemlere göre daha avantajlı olduğu göz önüne alındığında (De Gasparo ve ark., 2009), kendiliğinden yayılan harç, yüksek teknoloji seramik yapıştırıcıları ve hızlı tamir malzemeleri (Onishi ve Bier, 2010; Torrén-Martín ve ark., 2013) oldukça tercih edilmektedir. Güncel olarak geliştirilen teknolojik malzeme bileşenlerine bakıldığında ısıya dayanıklı malzeme üretimlerinde magnezya-silika-alümina sentezli matris yapıların gelişim gösterdiği de görülmektedir. Isıya dayanıklı beton veya harç malzemelerin gelişiminde refrakter amaçlı çimentoların ana bağlayıcı malzeme olarak kullanımları da yaygın bir uygulamadır. Refrakter çimentolar, ateşe dayanıklı kalsiyum alüminatlı çimentolar olarak da bilinmektedir. Yüksek sıcaklığa, aşınmaya, kimyasal etkilere ve korozyona karşı dirençlidirler. Normal çimentolar ile mukayese edildiğinde benzer sertleşme ve priz süresine sahip olmasına rağmen, daha hızlı bir şekilde

mukavemet kazanır. Bileşimindeki kalsiyum alüminat, uygulama alanında ihtiyaç duyulan ısıya dayanıklı özelliklerin sağlanmasında önemli bir etki sağlar (Pundiene, 2011; El-Leathy, 2016).

Son yıllarda gerek ısı yalıtımı gerekse yüksek ısılara direnç gösterebilen harç malzemelerin geliştirilmesi inşaat endüstrisinde önem kazanmaktadır. Bu refrakter özellikli malzemeler, farklı amaçlar için fırınların ve ısıtım ünitelerinin teknik ve ekonomik performansının iyileştirilmesinde de kullanılmaktadır (Abyzov, 1981; Popov, 1984). Bu malzemeler genellikle metalik olmayan doğal ve insan yapımı malzemelerden veya alümina, ateş killeri, boksit, kromit, dolomit, manyezit, silisyum karbür, zirkonya ve diğer birçok bileşik gibi diğer bileşik ve minerallerin kombinasyonlarından yapılırlar (Anonim, 1987). Refrakter malzemeler 540°C üzerindeki sıcaklıklarda uzun süre kullanılabilirlerdir.

Isı dirençli harçlar çimento, kum, yüksek alümina içerikli kil ve kalsiyum alüminat gibi diğer özel bileşenlerin bir karışımı olarak yapılabilmektedir. Mika, doğal bir mineral olarak genellikle hidro alüminyum silikat bileşiği formundadır. Yüksek ısıya direnci sebebiyle birçok ev aletlerinin yapımında da yaygın kullanılabilen inorganik bir malzemedir (Dawy, 2002; Zanazzi, 2002; Shikova, 2019; Cai ve ark., 2021). Bununla birlikte doğal bir bileşik şeklinde kristalize formda magnezya da yüksek sıcaklığa dayanım kabiliyeti sebebiyle toz formunda birçok endüstriyel ürünlerin geliştirilmesinde kullanımı bilinmektedir (Mahdi, 2018; Wu ve ark., 2020; Jiang, 2022). Bu makalede, doğal yarı pul mika ve magnezyanın ana katkı materyali olarak ısı dirençli harç üretiminde kullanılmıştır. Ayrıca, özellikle üretilen hafif harçların farklı yüksek sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanımları hakkında kapsamlı bir araştırma çalışmasının özet bulguları sunulmaktadır. Araştırmanın ana odak noktası, mika ve magnezyanın hangi katkı oranlarında harç tasarımlarında kullanılabileceğini incelemek ve uygun oranların belirlenmesini araştırmaktır. Araştırma bulguları karşılaştırmalı olarak tartışılmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Test Örneklerinde Kullanılan Malzemeler

Isı dirençli hafif harç (IDHH) örneklerinin hazırlanmasında agrega, dolgu malzemesi, üçlü bağlayıcı ve kimyasal katkı olmak üzere 12 ayrı malzeme türü kullanılmıştır. Bu malzemelere ilişkin özet bilgi aşağıdaki alt bölümlerde verilmiştir.

IDHH test örneklerinin hazırlanmasında üçlü sistem formatında bağlayıcı bileşimi kullanılmıştır. Bağlayıcı malzemeler olarak refrakter çimento, anhidrit ve beyaz çimento kullanılmıştır. Refrakter çimento, Çimsa A.Ş. tarafından üretilen ISIDAÇ 40 (Anonim, 2022) kodlu teknik özellikleri TS EN 14647 standardına uygun kalsiyum alümina çimentosu ürünü piyasa

koşullarından temin edilerek kullanılmıştır. İçeriğindeki yüksek alümina varlığıyla Portland çimentolarının kullanımında sağlanabilen sıcaklık değerlerine rahatlıkla ulaşılabilir. Diğer taraftan, Portland çimentolarının bileşimindeki silikatlar genellikle 600°C ve üzerindeki sıcaklık etkileşimlerinde deforme olarak dağılma eğilimi gösterebilmektedir. Ancak, kalsiyum alüminat çimentosu ürünler, bunun aksine 1200°C'ye kadar sıcaklık etkileşimlerine dağılma göstermeden direnç özelliğine sahiptir. Bu bağlamda, kalsiyum alüminat çimentolu ürünler, uygun karışım tasarımları yapılması durumunda yüksek sıcaklık etkisinde refrakter özellikli ürünler olarak görülebilmektedir (Anonim, 2022). Üçlü sistemde ikinci bağlayıcı malzeme olarak Çimsa Süper Beyaz kodlu CEM 1 52.5R Beyaz Portland çimentosu piyasa koşullarından temin edilerek kullanılmıştır. Beyaz çimento EN 197-1 standardına uygun 28 günlük mukavemeti 52.5 MPa olan çimento türüdür. Beyaz çimento, bünyesinde yüksek oranda C<sub>3</sub>S ve C<sub>3</sub>A bileşikleri bulundurarak yüksek mukavemet performansı sağlar. Özellikle erken yaş dayanımı çok yüksektir ve hızlı üretime olanak sağlar. Düşük alkali içeriği ile düşük alkali çimento sınıfındadır. Alkali-agrega reaksiyonu riskini en aza indirir ve uzun süreli dayanıklılık sağlar. İnce öğütülmesi nedeniyle düşük geçirgenlik ve düşük su emme gibi üstün özellikler sağlar. Üçüncü bağlayıcı bileşen olarak ise toz formda anhidrit 250 mikron boyutunda piyasa koşullarından temin edilerek kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan mikro silika Antalya Bölgesi'nden temin edilmiştir. Kullanılan mikro silikanın XRF sonucuna göre SiO<sub>2</sub> içeriği % 93.42 olarak tespit edilmiştir. Harcın kıvamının ve işlenebilirliğinin sağlanması amacıyla melamin sülfonat bazlı toz formda bir süper akışkanlaştırıcı, tüm karışımdaki malzeme ağırlığının ağırlıkça %0.30'u kadar kontrol karışımı da dahil tüm karışımlarda sabit oranda kullanılmıştır. Bununla birlikte, harcın yapışma özelliğini geliştirmek amacıyla vinil asetat-Veova-akrilat esaslı ve polivinil alkol koruyuculu bir toz polimer, tüm karışımdaki malzeme ağırlığının ağırlıkça %0,30'u kadar kontrol karışımı da dahil tüm karışımlarda sabit oranda kullanılmıştır. Ayrıca, harcın uygulamada sarkma direncini iyileştirmek amacıyla tüm karışımdaki malzeme ağırlığının ağırlıkça %0,10'u kadar kontrol karışımı da dahil tüm karışımlarda sabit oranda metilhidroksietil selüloz kullanılmıştır. Bu bağlamda, melamin sülfonat bazlı toz akışkanlaştırıcı, vinil asetat-Veova-akrilat esaslı ve polivinil alkol koruyuculu bir toz polimer ve metilhidroksietil selüloz katkı olmak üzere üç kimyasalın miktarları toplamı tüm karışımlarda toz harcın toplam ağırlığının %0,70 olarak kullanılmıştır.

Ege Bölgesi Aydın ilinden maksimum tane boyutu 350 mikron olarak (tane boyutu 0-350 mikron aralığında) sınıflandırılmış şekilde tedarik edilen doğal mika minerali bu çalışmada “*yarı pul mika*” katkısı olarak kullanılmıştır. Mika, magmatik ve metamorfik kayalarda yaygındır ve bazen tortul kayalarda küçük pullar halinde bulunur (Nesse, 2000). Yarı pul mika, farklı fiziksel özelliklere sahip levhamsı bir yapıdadır. Kimyasal olarak kompleks bir bileşime sahip olup, hidro alüminyum silikat minerallerinden oluşmaktadır. Bu çalışmada kullanılan mikanın kimyasal içeriği XRF

analizine göre %58.18 SiO<sub>2</sub>, %24.38 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %3.24 LOI ve az miktarlarda TiO<sub>2</sub>, CaO, MgO, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O içermektedir. Çalışmada kullanılan yarı pul mikanın yığın yoğunluğu ortalama 600 kg/m<sup>3</sup>'tür. Bir diğer katkı materyali olarak toz formda normal piyasa koşullarından temin edilen magnezyum oksit (MgO) kullanılmıştır. Doğal haliyle beyaz renkli ve kristal şeklinde olup, magnezya olarak da bilinir. Ateşe dayanıklı endüstriyel ürünlerin üretiminde toz formda dolgu veya katkı malzemesi olarak kullanılmaktadır. Çalışma kapsamında kullanılan magnezyum oksit maksimum tane boyutu 125 mikron (tane boyutu 0-125 mikron aralığında) olarak sınıflandırılmış hazır toz formdadır.

## 2.2. Analizlerde Kullanılan Yöntem

Yarı pul boyutlu mika ve MgO kullanımıyla çimento esaslı ısı dirençli hafif harç (IDHH) örneklerinin hazırlanması amacıyla 9 ayrı karışım tasarımı yapılmıştır. Karışımlarda kullanılan malzeme ve kullanım miktarları Tablo 1'de verilmiştir.

**Tablo 1.** IDHH karışım bileşenleri ve kullanım miktarları (ağırlıkça %).

	Refrakter Çimento	Beyaz Çimento	Anhidrit Alçı	Yarı Pul Mika	MgO Tozu	Dolomit	Mikro Silika	Mikronize Kuvarsit	Genleşmiş Perlit	Kimyasal Katkılar	Su/Bağlayıcı
RF0	19	11	6	0	0	46.3	3	10	4	0.7	1.67
RF1	19	11	6	3	3	40.3	3	10	4	0.7	1.67
RF2	19	11	6	5	5	36.3	3	10	4	0.7	1.67
RF3	19	11	6	8	8	30.3	3	10	4	0.7	1.67
RF4	19	11	6	10	10	26.3	3	10	4	0.7	1.67
RF5	19	11	6	12	12	22.3	3	10	4	0.7	1.67
RF6	19	11	6	15	15	16.3	3	10	4	0.7	1.67
RF7	19	11	6	18	18	10.3	3	10	4	0.7	1.67
RF8	19	11	6	20	20	6.3	3	10	4	0.7	1.67

Bu çalışma kapsamında hazırlanan tüm IDHH test örneklerinde refrakter çimentonun baskın olarak uygulandığı üçlü sistem formatında bağlayıcı bileşimi kullanılmıştır. Kalsiyum alümina çimentosu karışımlarda refrakter çimento olarak değerlendirilmiştir. Üçlü sistemin elemanları olarak tüm karışımlarda %19 oranında refrakter çimento, %11 oranında beyaz çimento ve %6 oranında anhidrit alçı sabit oranlarda kullanılmıştır. Burada anhidrit alçı kullanımıyla test örneklerinin erken dayanım noktasına ulaşması amaçlanmıştır. Bu çalışmada beyaz çimento: refrakter çimento: anhidrit alçı oranı üçlü bağlayıcı sistemde ağırlıkça 30.6: 52.8: 16.7 olarak sabitlenmiştir. Literatürde PC-CAC-kalsiyum sülfat üçlü bağlayıcı sistemlerinde kullanım oranları ürünün kullanım amacına göre farklılıklar göstermektedir ve çalışmaların özellikle iki farklı grupta incelendiği görülmektedir (Torréns-Martín ve ark., 2013; Xu ve ark., 2017; Zhang ve ark., 2017; AzariJafari ve ark., 2019; Rego ve ark., 2021). Bunlar "PC-rich" olarak nitelendirilen Portland çimentosunun ağırlıkça daha yüksek

miktarda yer aldığı ve “CAC-rich” olarak nitelendirilen refrakter (kalsiyum alümina) çimentosunun ağırlıkça daha fazla yer aldığı karışımlardır. Bununla birlikte, kalsiyum sülfat kaynağının her iki tip karışımda da ağırlıkça en az miktarda olduğu görülmektedir. Bu sebeple, bu çalışmanın ana konsepti olan yüksek sıcaklık dayanımı göz önüne alındığında refrakter çimento üçlü bağlayıcı sistemde yüksek oranda kullanılmıştır.

Doğal mika ve MgO partiküllerinin IDHH harcı örneklerinin dayanım performansına etkisinin analizi amacıyla ilk önce içeriğinde doğal mika ve MgO malzeme bileşeni bulunmayan bir kontrol harcı tasarımı yapılmıştır. Kontrol harcı çalışmada “RF0” olarak kodlanmış olup, bileşiminde üçlü sistem bağlayıcının yanı sıra ana agrega materyali olarak 45 mikron boyutunda dolomit kayacı kullanılmıştır. Harç bileşiminde dolgu ve katkı malzemeleri olarak ağırlıkça %3 mikro silika, %4 genişmiş perlit, %10 oranında 250 mikron kuvars kumu kullanılmıştır.

Yarı pul boyutlu doğal mika (350 mikron) ve toz MgO’in IDHH dayanım özelliklerine etkisini analiz etmek amacıyla, kontrol karışımı haricinde 8 ayrı seri karışım tasarımı yapılmıştır. Her bir karışımda mika ve MgO miktarı ağırlıkça eşit olacak şekilde dolomit agrega miktarından düşülerek yeni karışım tasarımları oluşturulmuştur. Bu tasarımlarda mika ve MgO malzemeleri ağırlıkça eşit oranlarda olmak üzere, her bir malzeme %3, %5, %8, %10, %12, %15, %18 ve %20 oranlarında karışımlara ilave edilerek IDHH test örnekleri hazırlanmıştır. Karışım tasarımlarında her bir mika ve MgO varlığının ağırlıkça %20’den daha fazla oranda kullanılması durumunda, diğer katkı bileşenleri de dikkate alındığında karışımdaki toplam ince madde oranlı malzeme miktarı, bağlayıcı miktarı ihtiyacının optimum kullanım oranının çok üzerine çıkması sebebiyle mika+MgO oranı toplamı maksimum ağırlıkça %40 oranında sınırlandırılmıştır. Çalışma kapsamındaki örnekler “RF1” - “RF8” serisi olarak kodlanmış olup, tüm karışımlarda su/üçlü sistem bağlayıcı oranı 1,67’dir.

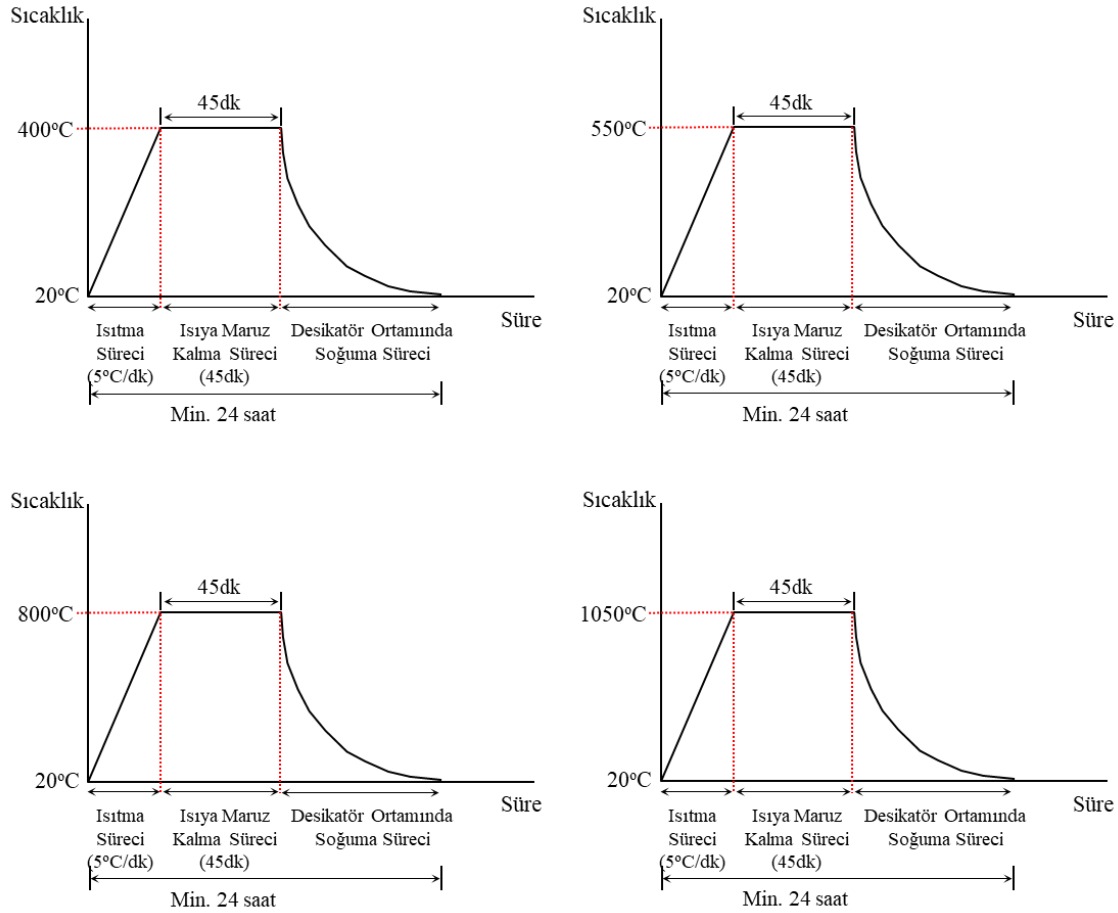
IDHH karışımlarında bulunan bağlayıcı bileşenler dahil tüm malzemeler öncelikle laboratuvar ortamında bulunan bir karıştırıcıda ortalama 3 dakika süreyle karıştırılarak toz formda homojen karışımlar elde edilmiştir. Toz formda her bir karışımın yığın yoğunluk değerleri belirlenerek kaydedilmiştir. İkinci aşamada karışımlar için belirlenmiş sabit su/bağlayıcı oranlarında toz karışıma su ilave edilerek ortalama 3 dakika süreyle karıştırılmıştır. Elde edilen yaş harç 2 dakika kadar dinlendirilerek, IDHH test örneklerinin hazırlanması için 50x50x50 mm boyutlu küp numune kalıplarına dolmaları yapılarak vibrasyon ile kalıp içerisine yerleşmeleri sağlanmıştır. Dökümü yapılmış karışımlar, döküm işleminden hemen sonra bileşiminde anhidrit alçı varlığı sebebiyle gerçekleşen hızlı sertleşme süreci zaman olarak gözlenmiş ve sertleşme periyotları belirlenerek kaydedilmiştir. Dökümden 24 saat sonra tüm test örnekleri kalıptan çıkartılarak %95 bağıl nem ve  $21\pm 1^{\circ}\text{C}$  sıcaklığa sahip nemli ve kapalı bir kür ortamında test gününe kadar küremeye bırakılmıştır.

Bu çalışma kapsamında hazırlanan örnekler test öncesi ortam neminde ve/veya ortam nemine ulaşmasını sağlayacak bir sıcaklığa maruz kalması amacıyla bir etüvde  $55\pm 5^{\circ}\text{C}$ ’de 24 saatlik süre ile

kurutulmuştur. Dayanım testlerinin tümü numunelerin etüv kurusu durumları için yapılmıştır. Her bir karışımdan 40 adet 50 mm'lik küp numune dökümü yapılarak, bu numunelerden 7, 14, 21 ve 28 gün kür sonrasında her bir seri karışım için 5'şer adedi basınç dayanım testlerine tabi tutulmuştur. Basınç dayanım testlerinde ASTM C109 (ASTM, 2020) ve TS EN 1015-11 (TS EN, 2020) standartlarında öngörülen prensipler uygulanmıştır. Ayrıca 28 gün kür sonrası sertleşmiş harç örneklerinin ASTM C642 (ASTM, 2021) standardına göre yığın yoğunluk ve geçirgen gözenek boşluk hacmi oranı değerleri standartta öngörülen yöntemle belirlenmiştir. Bu çalışma kapsamında test örneklerinin kuru yığın yoğunluk değerleri, "sertleşmiş harcın birim hacim kütle değeri" olarak ve geçirgen gözenek boşluk hacmi oranı değerleri ise "gözeneklilik değeri" olarak tanımlanarak irdelenmiştir. Gözeneklilik değeri ilgili standartta anlatıldığı şekilde, etüv kurusu, suya doymuş, suya doymuş ve kaynatılmış, suya doymuş-kaynatılmış-su içerisinde tartılmış numune ağırlıklarının ayrı ayrı tespit edilmesi ve standartta verilen formüllerde yerine koyulması ile tespit edilmektedir. Genellikle beton türevi ürünlerin birim ağırlık yönünden sınıflandırması taze ve sertleşmiş birim ağırlıkları ile değerlendirilmektedir. Beton karışımları da taze beton birim ağırlık değerleri üzerinden hesaplanmaktadır. Bu sebeple bu çalışmada da karma suyu sonrası yaş harcın birim hacim kütle ve sertleşmiş harcın birim hacim kütle değerleri tespit edilmiştir. Kompozit formdaki harç karışımları, karışım bileşenlerinin birim ağırlık değerleri bağlamında toz formda karışım işlemi sonrası oluşturduğu birim ağırlık değeri genellikle toz formda yığın yoğunluk değeri olarak tanımlanmaktadır. Bu yığın yoğunluk değeri, genellikle harcın karma suyu ilavesi ve karışım işlemi sonrası, harcın kıvamında oturma (çökme) oluşması sebebiyle genellikle daha yüksek birim hacim ağırlık değerine ulaşmaktadır. Yaş karışımı yapılmış harcın uygulama alanında tüketim miktarı belirlenmek istenildiğinde, karma işlemi sonrası elde edilen bu yaş birim hacim ağırlık değeri genel bir parametre olarak irdelenir. Ayrıca, toz formda yığın yoğunluk değeri ile yaş birim hacim ağırlık arasındaki fark, harcın elde edilmesinde kullanılan tüm malzeme bileşenlerinin tüketim miktarının tespitinde önemli bir faktör olarak ele alınmaktadır. İki yoğunluk değeri arasındaki fark azaldıkça, kullanım yerinde ihtiyaç duyulacak nihai harç miktarı için karışımdaki malzeme tüketim miktarı da azalmaktadır. Bu çalışmada üretilen harçların hafif harç kategorisinde değerlendirilebilmesi için TS EN 998-1 (2011) standardına göre SHBHK değerlerinin 1300 kg/m<sup>3</sup>'ten düşük olması gerekmektedir. Bu amaçla, 1300 kg/m<sup>3</sup> sertleşmiş birim ağırlık değeri üst limit olarak kabul edilmiştir.

Sertleşmiş hafif refrakter harcı örneklerinin sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım değerlerindeki değişim, ayrı bir seri uygulamayla analiz edilmiştir. Sıcaklık etkileşimi için çalışma kapsamında dört ayrı sıcaklık değeri uygulanmış olup sırasıyla 400°C, 550°C, 800°C ve 1050°C'dir. Yangın esnasında sıcaklığın 1200 °C'ye kadar çıkabileceği bilinmektedir. Ancak, Portland çimentosunun hidratasyonu sonucu oluşan CSH'nin 900 °C sıcaklık seviyesinde kimyasal olarak bağlı suyun kaybı ve CSH'nin tamamen ayrışması gerçekleşmektedir (Lin et al., 1996). Bununla birlikte, 800 °C civarında alüminli

refrakter beton türevi ürünlerde seramik bağ yapma eğilimi başlamaktadır (Khoury, 1992). Bu sebeple, bu çalışmada en yüksek sıcaklık değeri 800 ve 900 °C'den fazla ve 1200 °C'ye yakın olabilecek şekilde 1050 °C olarak uygulanmıştır. Çimento bağlayıcılı malzemelerin mekanik özelliklerinin, sıcaklık değerinin 300-350°C'nin üzerine çıktığında önemli ölçüde bozulmaya maruz kalabildiği ve sıcaklık değerinin 400°C civarlarına yükseldiğinde ise kırılma hale gelebildikleri rapor edilmiştir (Rambo et al., 2015; Feretti et.al., 2022). Bununla birlikte, çimentolu test örneklerinin yüksek sıcaklıklara maruz kalması şoklama etkisi oluşturabileceği ve böylece örneklerin dış yüzeylerinin yüksek sıcaklıklara ani temas etmesi sebebiyle genişlemeye çalışmasıyla iç gerilmeler oluşturarak mikro çatlakların oluşma ihtimali söz konusudur. Bu nedenle test örnekleri oda sıcaklığından itibaren bir fırın içerisinde 5 °C/dk ısıtma hızı ile deney sıcaklığına kadar ısıtılması sağlandı. Bu sıcaklık değeri fırının pik sıcaklık değeri olarak ele alındı ve fırın pik sıcaklık değerinde sabit tutulması sağlandı. Sonra her bir seri karışımdan 5'şer adet test örneği alınarak, 45 dakika boyunca sabit süreyle ulaşılan bu pik sıcaklığına maruz kalması sağlandı. Bu süre sonunda test örnekleri fırından alınarak bir desikatör ortamında nem almadan soğumaları sağlanarak basınç dayanım analizleri yapılmıştır. Şekil 1 test örnekleri için fırının ısıtma rejimlerini göstermektedir.



**Şekil 1.** Test edilen örneklerin ısıtma rejimleri.



Bu çalışma kapsamında hazırlanan tüm test örneklerinin 28 gün kür sonrası dört farklı 400°C, 550°C, 800°C ve 1050°C sıcaklık etkileşimleri sonucu yalnızca basınç dayanım değerlerindeki değişimler açısından analiz edilmiş olup, bu sıcaklık etkileşimlerine bağlı test örneklerinin diğer fiziksel ve yapısal özellik değişimleri ise bu çalışmada irdelenmemiştir. 28 gün kür sonrasında sertleşmiş test örneğinin basınç dayanım değeri ile fırında yüksek sıcaklığa maruz kalmış örneğin basınç dayanımı arasındaki fark, IDHH test örneklerinin dayanım performansı olarak irdelenmiştir. Ayrıca, mika ve MgO kullanımının harç performansına etkisinin sayısal büyüklüğü, sıcaklık etkisi sonrası elde edilen dayanım değerinin eşdeğer koşullarda test edilmiş kontrol harcı test örneklerinin değerleriyle mukayese edilerek tanımlanmıştır.

### 3. Bulgular ve Tartışma

IDHH test örneklerinin toz formda karışım öncesi yığın yoğunlukları, karma suyu sonrası yaş harcın birim hacim kütle “YHBHK”, 28 gün kür sonrası sertleşmiş harcın birim hacim kütle “SHBHK” ve gözeneklilik değerleri toplam karışımdaki Mika+MgO kullanım oranına göre Tablo 2’de verilmiştir. Ayrıca, ağırlıkça Mika+MgO miktarının bağlayıcı bileşenler hariç diğer tüm agregaların toplamına oranı (MM/A) Tablo 2’de verilmiştir.

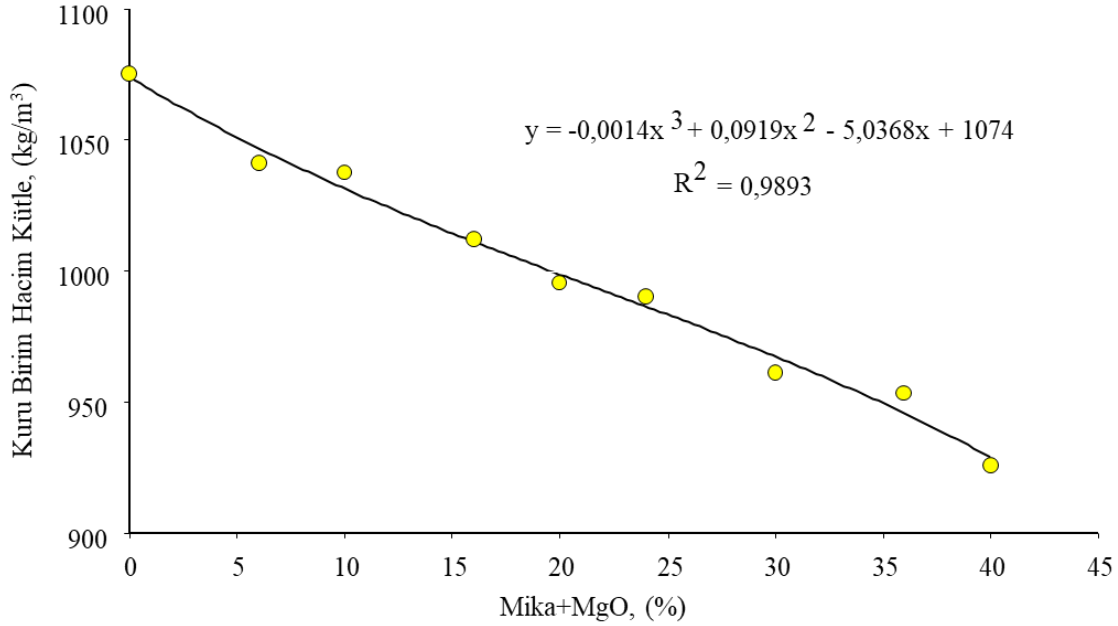
**Tablo 2.** IDHH test örneklerinin analiz bulguları.

Numune	Mika+MgO (ağırlıkça %)	MM/A	Toz Yığın Yoğunluk (kg/m <sup>3</sup> )	Yaş Harç Birim Hacim Kütle (kg/m <sup>3</sup> )	Sertleşmiş Harç Birim Hacim Kütle (kg/m <sup>3</sup> )	Gözeneklilik Oranı (%)
RF0	0	0.00	778	1502	1075	6.67
RF1	6	0.10	762	1472	1041	7.05
RF2	10	0.19	751	1452	1037	7.15
RF3	16	0.34	736	1423	1012	7.85
RF4	20	0.46	727	1404	995	8.95
RF5	24	0.61	717	1386	990	9.59
RF6	30	0.90	704	1360	961	9.74
RF7	36	1.32	691	1335	953	9.90
RF8	40	1.72	682	1318	926	10.20

#### 3.1. Yoğunluk ve Gözeneklilik

Kontrol harcı olarak tasarlanmış IDHH örneğinin ortalama toz yığın yoğunluğu 778 kg/m<sup>3</sup> olup, karma suyu sonrası YHBHK ve SHBHK değerleri sırasıyla 1502 kg/m<sup>3</sup> ve 1075 kg/m<sup>3</sup>’tür. Mika+MgO tozu katkılı IDHH örneklerinin toz yığın yoğunluğu 682 kg/m<sup>3</sup> - 762 kg/m<sup>3</sup> aralığındadır. Mika+MgO tozu katkı oranı arttıkça toz yığın yoğunluk değeri düşmekte olup, kontrol harcı

tasarımından daha hafif bir karışım oluşmaktadır. Benzer eğilim YHBHK değerleri için de görülmüştür. Mika+MgO tozu katkı oranının artma miktarına bağlı olarak YHBHK değerleri 1472 kg kg/m<sup>3</sup>'ten 1318 kg/m<sup>3</sup> değerine kadar düşmektedir. En yüksek Mika+MgO tozu katkı oranında kontrol harcı tasarımına göre YHBHK değerinde ortalama %12.3'lük bir hafifleme sağlanmıştır. Mika+MgO tozu katkı oranına bağlı tüm IDHH test numunelerinin karışım bileşenlerine bağlı 28 gün kür sonrasında etüv kurusu birim hacim kütle değerleri arasındaki değişim Şekil 2'de analiz edilmiştir.

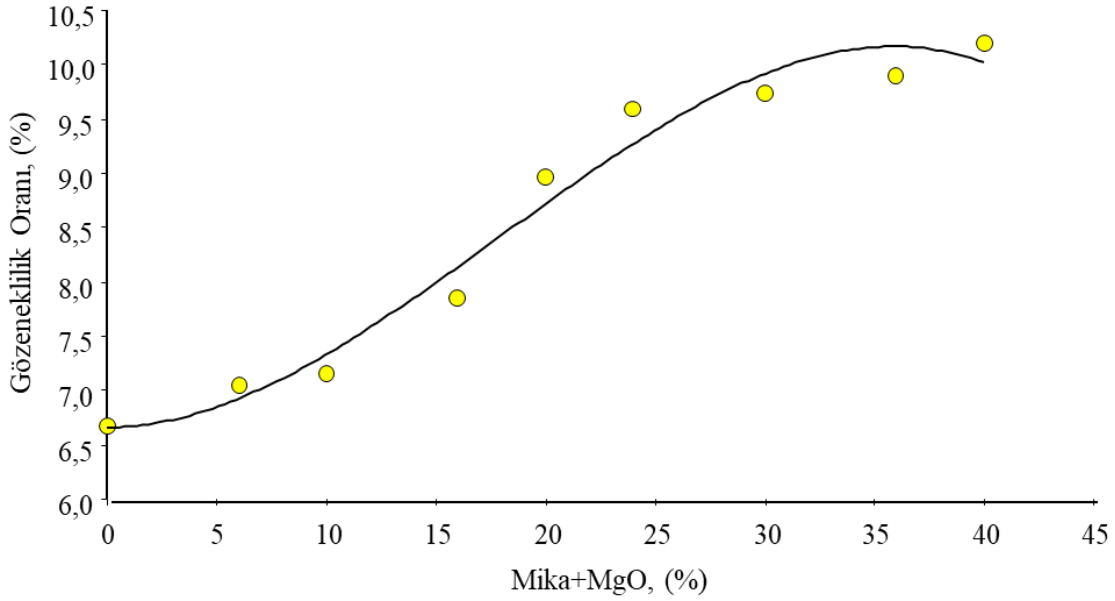


Şekil 2. IDHH test numunelerinin Mika+MgO oranına bağlı birim hacim kütle değişimi.

Mika+MgO tozu katkı oranının artma miktarına bağlı olarak SHBHK değerleri 1041 kg/m<sup>3</sup>'ten 926 kg/m<sup>3</sup> değerine kadar düşmektedir. Karışımda mika oranı arttıkça, mikanın çalışmada kullanılan boyutunun pulsu formu sebebiyle, harç matris yapısında yer yer pullar arası boşlukların oluştuğu düşünülen bir form kazandığı ve bu sebeple test örneğinin birim hacim kütle değerini azaltıcı bir etken oluşturduğu düşünülmektedir. Bu bağlamda, mika oranı arttıkça, matris yapı daha fazla oranda gözenekli bir form kazandığı ve yığın yoğunluk düşüşüyle birlikte malzemenin hafiflediği düşünülmüştür. MgO tozu boyutunun ise matris yapıda iyi düzeyde değerlendirilebilecek bir dolgu görevi üstlendiği de gözlenmiştir. En yüksek Mika+MgO tozu katkı oranında kontrol harcı tasarımına göre SHBHK değerinde ortalama %13,9 hafiflemiştir. Karışım tasarımlarında mika ve MgO tozu miktarları ağırlıkça eşdeğer oranlarda her bir seride artırımlı olarak kullanılmıştır. Ancak, bu tasarımlarda MgO tozu kullanılmaksızın MgO miktarının yerine de mika kullanımı düşünüldüğünde, boyutlanmış mikanın yığın yoğunluğunun toz MgO yığın yoğunluğundan daha düşük olması

sebebiyle çalışma bulgularında elde edilen SHBHK değerinde yaklaşık %8-%11 oran aralığında bir hafifleme olabileceği öngörülebilir.

Kontrol harcı olarak tasarlanmış sertleşmiş IDHH örneğinin gözeneklilik oranı ortalama %6.67'dir. IDHH test örneklerinin gözeneklilik oranları karışımdaki Mika+MgO kullanım oranına bağlı olarak %7.05 - %10.2 aralığında değişmiştir. Mika oranı arttıkça gözeneklilik oranı da artış eğilimindedir. Tüm test numunelerinin gözeneklilik değişimi ve karışımdaki mika+MgO miktarı ilişkisi Şekil 3'de analiz edilmiştir.

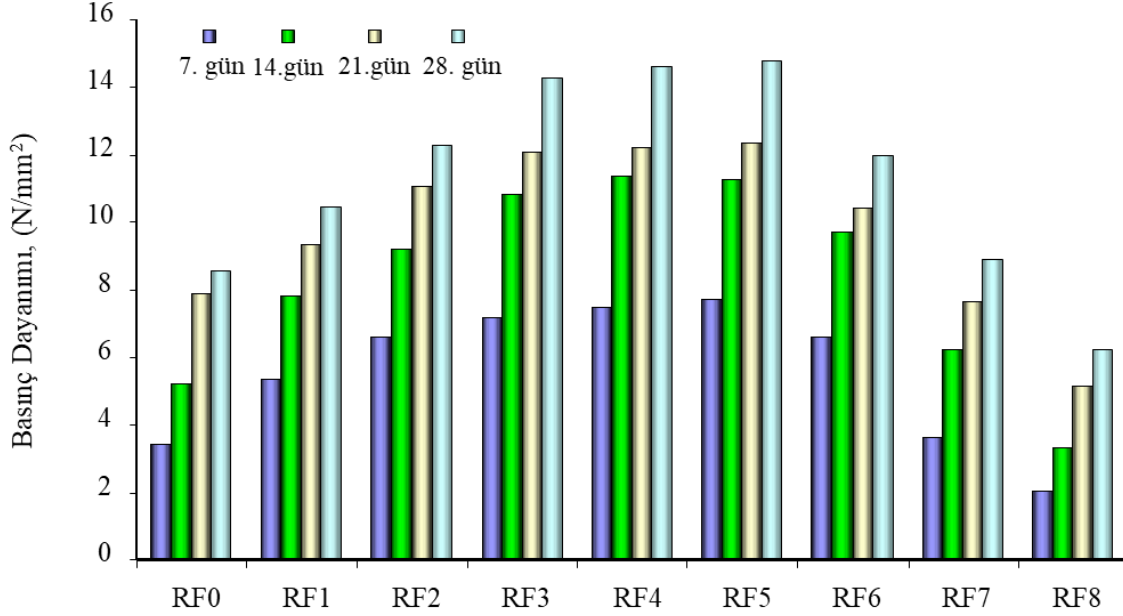


Şekil 3. IDHH test numunelerinin Mika+MgO oranına bağlı gözeneklilik ilişkisi.

Test örneklerinde mika+MgO miktarı arttıkça gözeneklilik oranı artmaktadır. Test örneklerinin analizinde mika içermeyen kontrol örneklerine kıyasla yarı pul boyutlu mika partiküllerinin varlığına bağlı olarak %5.7 - %52.9 oranlarında değişen daha gözenekli matris yapıların oluştuğu belirlenmiştir. Yüksek sıcaklık ortamına maruz kalacak harç uygulamalarında matris yapıda gözeneklilik miktarının düşük düzeylerde olması arzu edilir. Sıcaklık etkisiyle birlikte gözeneklerde bulunan durağan havanın ısınarak iç basınç artışına sebep olması, matris yapının mukavemetini düşürerek deformasyon oluşturmaktadır. Bu da bu harç ile yapılmış yapı elemanın sıcaklık etkisiyle dayanımının düşmesine neden olur. Ancak, malzeme bileşiminde sıcaklık ortamına direnci yüksek kimyasal bileşenlerin varlığı ve morfolojik yapısına da bağlı olmak koşuluyla, matris yapıdaki gözeneklilikte artış olmasına rağmen sıcaklık etkisi sonucu dayanımın değerlerinde daha düşük oranlarda kayıp oluşmuştur. Harç tasarımlarına bu özelliği kazandıran inorganik materyaller arasında mika ve MgO önemli bir yer tutmaktadır.

### 3.2. Basınç Dayanımı

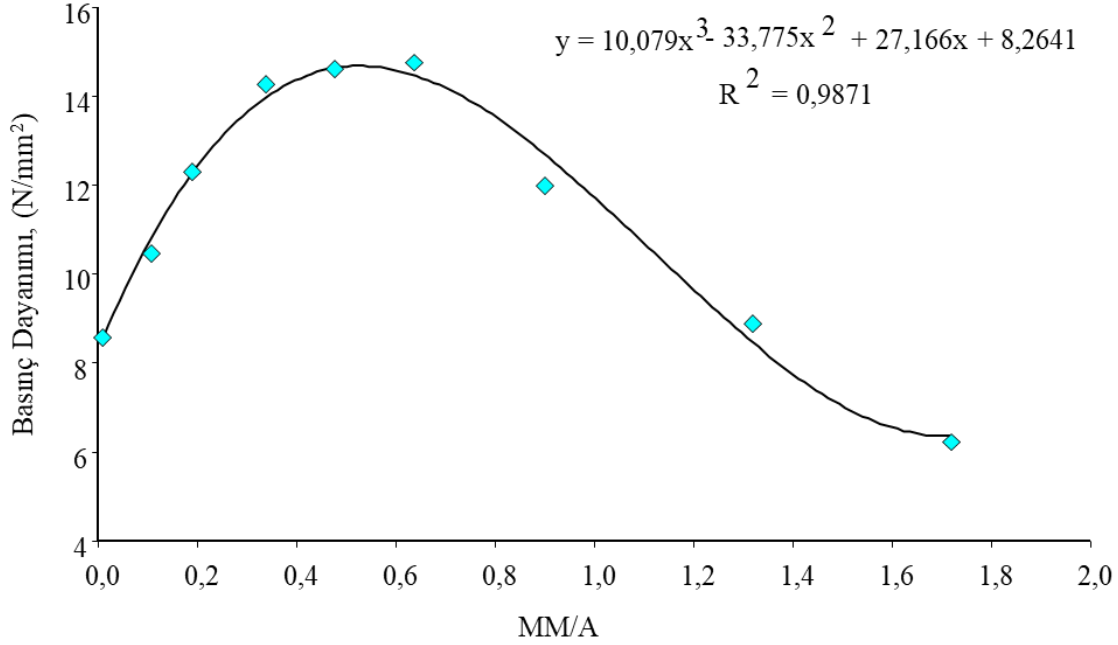
Tüm IDHH test örneklerinin 7, 14, 21 ve 28 gün kür sonrası basınç dayanım değerleri Şekil 4'te karşılaştırmalı olarak analiz edilmiştir.



Şekil 4. IDHH test numunelerinin basınç dayanım analizi.

Tasarımında mika ve MgO bulunmayan kontrol karışımı RF0'ın 7 – 28 günlük basınç dayanım değerleri 3.41 MPa'dan 8.59 MPa'a gelişim göstermiştir. RF0 karışımında bağlayıcı olarak üçlü sistemin kullanımıyla numune dökümlerinden sonra kısa zaman periyodunda erken mukavemet kazandığı gözlenmiş ve numunelerin dayanım kazanma olgusu 28 gün boyunca gelişim göstermiştir. Benzer olgu karışımlara mika ve MgO ilave edildiğinde de gözlenmiştir. Kontrol harcı örneklerinin dayanım değerleriyle mukayese edildiğinde mika ve MgO katkısı belirli orana kadar karışıma ilave edildiğinde dayanım değerlerinde artış olmuş, ancak daha ileri oranlarda mika+MgO kullanımının dayanımı genel bir eğilim olarak azaltmıştır. Özellikle mika+MgO toplam oranı %24 olan RF5 karışım tasarımına kadar, kontrol harcına göre IDHH örneklerinin 28 günlük dayanım değerleri sırasıyla (RF1, RF2, RF3, RF4 ve RF5 için) %21.8, %43.2, %66, %70.1 ve %71.8 oranlarında artarak gelişim göstermiştir. RF5 karışım tasarımından sonraki RF6 ve RF7 karışımlarında dayanımların düştüğü görülmekte olup, kontrol karışımı dayanım değerine göre değişimleri ise sırasıyla %39.7 ve %3.6 olarak belirlenmiştir. Ancak, mika+MgO toplam oranı %40 olan RF8 karışım tasarımında ise 28 gün kür sonrası basınç dayanımının kontrol örneği dayanımına göre %27.4 oranında düşerek, daha zayıf bir mukavemet değeri sağladığı tespit edilmiştir. Bu inceleme bulguları, harç karışım tasarımında mika ve MgO miktarı için optimum kullanım oranının belirlenmesi gerekliliğini

gündeme getirmektedir. Bu bağlamda çalışma kapsamında karışımda MM/A oran değerlerine bağlı 28 günlük basınç dayanım değişimi grafiksel olarak analiz edilmiş olup, elde edilen polinomun dönüm noktası optimum mika+MgO oranı olarak değerlendirilmiştir (Şekil 5).



Şekil 5. MM/A oran değerleri - basınç dayanım ilişkisi.

Şekil 5 irdelendiğinde, en yüksek basınç dayanımının RF5 kodlu örneklerde olduğu görülmektedir. Bu sebeple, Tablo 1 ve Şekil 5 birlikte irdelendiğinde, özellikle yarı pul boyutlu mika kullanımında optimum kullanım oranının %12 olduğu tespit edilmiştir. Bu orandan daha yüksek miktarda mika varlığı, harcın matris yapısında gözenek oluşumunu önemli ölçüde arttırdığı ve daha kırılğan bir karakteristik form kazandırdığı belirlenmiştir. Karışımlarda kullanılan MgO'in mikronize boyutta olması, dolgu materyali olarak da görev yapmasını sağlamıştır. Bu incelemede dayanım düşüşlerinin MgO toz katkı kaynaklı değil, mika partikülleri kaynaklı olduğu genel olarak gözlenmiştir. Bununla birlikte, karışım tasarımlarında mika yerine MgO miktarının ikame olarak ilave edilmesi durumu irdelendiğinde, karışımda mika oran artışına bağlı elde edilen dayanım düşüşlerinin giderilebileceği öngörülebilir. Bunda etken olan hususun, MgO miktarı, boyutu gereği daha iyi bir matris dolgusu yapabilmesi ve ayrıca priz sonrası daha yığın yoğunluğun artmasına paralel olarak dayanım değerinin de artma eğilimi gösterebileceği düşünülmektedir. Bu bağlamda, yüksek basınç dayanımı arzu edilen IDHH örneklerinin tasarımında ağırlıkça yüksek oranda mika kullanılmaması ya da tasarım bileşiminin MgO katkısıyla desteklenmesinin önem kazandığı anlaşılmaktadır. Bu bağlamda yapılan teknik bir değerlendirmede mika içermeyen ve mika miktarı yerine MgO katkısıyla destekli IDHH örneğinin basınç dayanımında yaklaşık %5-%8 oran aralığında bir artış eğilimi elde edilebileceği görülmüştür.

TS EN 998-1 standardında (TS EN, 2011) kaba ve ince sıva amaçlı kullanılacak harçlar kullanım amaçlarına göre 6 ayrı gruba ayrılmış olup, harçların TS EN 1015-11 standardına (TS EN, 2020) göre yapılmış 28 günlük basınç dayanım ( $\sigma_{28}$ ) sınırları 4 ayrı kategoride sınıflandırılmıştır (Tablo 3):

- Genel amaçlı kaba/ince sıva harcı, “GP”,  $\sigma_{28}$  Sınıfı: CS I – CS IV
- Hafif kaba/ince sıva harcı, “LW”,  $\sigma_{28}$  Sınıfı: CS I – CS III
- Renkli kaba sıva harcı, “CR”,  $\sigma_{28}$  Sınıfı: CS I – CS IV
- Dış kullanım için tek tabaka kaba sıva harcı, “OC”,  $\sigma_{28}$  Sınıfı: CS I – CS IV
- Yenileme harcı, “R”,  $\sigma_{28}$  Sınıfı: CS II
- Isı yalıtımı sağlayan harç, “T”,  $\sigma_{28}$  Sınıfı: CS I – CS II

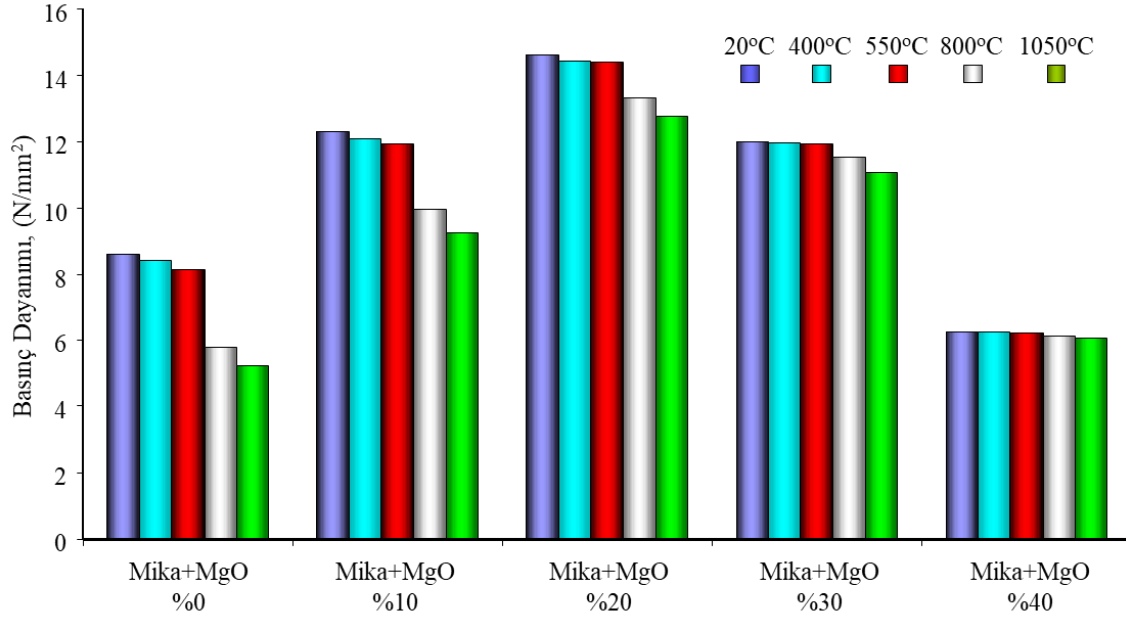
**Tablo 3.** Basınç dayanım özelliklerine göre sertleşmiş harç sınıfları (TS EN, 2011).

Sınıflar	28 günlük basınç dayanım değeri
CS I	0.4 - 2.5 MPa
CS II	1.5 - 5 MPa
CS III	3.5 – 7.5 MPa
CS IV	$\geq 6$ MPa

Burada belirtilen basınç dayanım sınıfları dikkate alındığında, IDHH test örneklerinde elde edilen dayanım değerlerinin tamamının CS IV sınıfı için öngörülen  $\geq 6$  MPa’lık değeri sağladığı görülmektedir. Bununla birlikte TS EN 998-1 standardı Tablo 2’de belirtilen sertleşmiş harçların sahip olması gerekli özellikler listesinde LW hafif kaba/ince sıva amaçlı harçlar için öngörülen birim hacim kütle değeri  $\leq 1300$  kg/m<sup>3</sup> olması belirtilmiştir. Bu bağlamda, çalışma kapsamındaki harçların basınç dayanımları TS EN 998-1 standardında (TS EN, 2011) kaba ve ince sıva amaçlı kullanılacak harçlar için sınır kabul edilen değerlerin üstündedir.

### 3.3. Sıcaklık Etkileşimi Sonrası Basınç Dayanımı

Mika ve MgO’in üçlü sistem bağlayıcılı harcın yüksek sıcaklığa karşı dayanımında etkinliğinin analizi amacıyla 4 ayrı sıcaklık değeri çalışma kapsamında analiz edilmiştir. Bu sıcaklık değerleri 400°C, 550°C, 800°C ve 1050°C’dir. Bununla birlikte IDHH test örneklerinin hazırlanmasını müteakip 28 gün kür sonunda test edilen basınç dayanım değerleri de çalışma kapsamında 20 °C’lik sıcaklık ortamında yapılan analiz bulguları, sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım değerlerinin kıyaslamasını yapabilmek amacıyla irdelenmiştir. Kontrol harcı örnekleriyle birlikte mika+MgO oranı %10, %20, %30 ve %40 olan karışımlara ait sıcaklık etkileşimi sonrası numunelerin basınç dayanım değerlerindeki değişim grafiksel olarak Şekil 6’da verilmiştir.



**Şekil 6.** Sıcaklık etkileşimlerine bağlı basınç dayanım analizi.

Şekil 6 irdelendiğinde görüldüğü üzere tüm test örneklerinin artan sıcaklık değerlerine maruz kaldığında farklılık arz eden değişken oranlarda dayanım değerlerinde azalma görülmektedir. Kontrol karışımı RF0 örneklerinde 400°C sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı %2.3 olup, maruz kalınan sıcaklık değeri arttıkça dayanım kaybı da artmaktadır. 550 °C, 800 °C ve 1050 °C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybı sırasıyla %5.7, %48.3 ve %63.8 olarak tespit edilmiştir. Bu analiz grubunda 550 °C'den sonra kontrol harcı matris yapısının bozunmaya uğrayarak hızla dayanım değerlerinin düştüğü ve özellikle 800 °C ve üzeri sıcaklık değerlerinde dayanım değerinin önemli ölçekte zayıfladığı görülmüştür. Kontrol örnekleri 800 °C ve üzeri sıcaklığa maruz kaldığında yukarıda da değinildiği üzere TS EN 998-1 standardına göre CS IV sınıfı için öngörülen  $\geq 6$  MPa'lık değer altına gerilediği belirlenmiştir.

Mika+MgO oranı %10 olan karışım tasarımında (RF2) 400°C sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı %2 iken, kontrol karışımına benzer şekilde maruz kalınan sıcaklık değeri arttıkça dayanım kaybı da artmaktadır. Ancak bu karışım tasarımı için elde edilen dayanım kaybı değerleri, kontrol harcı değerlerindeki kayıp değerinden daha düşük oranlarda gerçekleşmiştir. 550°C, 800°C ve 1050°C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybı sırasıyla %3.2, %23.5 ve %32.7 olarak tespit edilmiştir. Bu analiz grubunda da 550°C'den sonra %10 mika+MgO katkılı harcın matris yapısının bozunmaya uğrayarak görece daha düşük oranlarda dayanım değerlerinin düştüğü ve özellikle 800°C ve üzeri sıcaklık değerlerinde dayanım değeri düşüşünün belirginleştiği görülmüştür. %10 mika+MgO katkılı örneklerin 1050°C'de dahil yüksek sıcaklığa maruz kaldığında TS EN 998-1 standardına göre CS IV sınıfı için öngörülen  $\geq 6$  MPa'lık değeri sağladığı ve yüksek dayanıklılık özelliğini kaybetmediği belirlenmiştir. 800°C'ye maruz kalmış RF2 örneklerinin basınç dayanımı



eşdeğer sıcaklık için kontrol örneğine göre 1.72 kat dayanımı daha yüksektir. Sıcaklık değeri 1050°C'ye yükseldiğinde ise dayanımdaki bu değişim 1.77 kat olmuştur. %10 mika+MgO katkısıyla birlikte sıcaklık etkileşimi sonrası IDHH test örneklerinin dayanım değerlerinin kayba uğramasına rağmen, nihai dayanımlarının standardın öngördüğü dayanım limitlerini sağladığı açıkça görülmektedir.

Diğer bir grup seride mika+MgO oranı %20 olan karışım tasarımında (RF4) 400°C sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı %1.2 iken, diğer karışımlara benzer şekilde maruz kalınan sıcaklık değeri arttıkça dayanım kaybı da göreceli olarak artmıştır. Ancak bu karışım tasarımı için dayanım kaybı daha düşük bir eğilimle değişmektedir. 550°C, 800°C ve 1050°C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybı sırasıyla %1.7, %9.7 ve %14.5 olarak tespit edilmiştir. Bu analiz grubunda 800°C'den sonra %20 mika+MgO katkılı harcın matris yapısının bozunmaya uğrayarak görece daha düşük oranlarda dayanım değerlerinin düştüğü ve özellikle 1050°C sıcaklık değerlerinde dayanım değeri düşüşünün belirginleştiği görülmüştür. %20 mika+MgO katkılı örneklerin 1050°C'de dâhil yüksek sıcaklığa maruz kaldığında TS EN 998-1 standardına göre CS IV sınıfı için öngörülen  $\geq 6$  MPa'lık değeri sağladığı ve yüksek dayanıklılık özelliğini kaybetmediği belirlenmiştir. 800°C'ye maruz kalmış RF4 örneklerinin basınç dayanımı eşdeğer sıcaklık için kontrol örneğine göre 2.30 kat dayanımı daha yüksektir. Sıcaklık değeri 1050°C'ye yükseldiğinde ise dayanımdaki bu değişim 2.43 kat olmuştur.

Mika+MgO kullanım oranı %30 ve üzeri değerlere artırıldığında ise sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım düşüşlerinin giderek azaldığı ve katkı miktarına bağlı dayanımı koruyabilen bir karakteristik kazanmaya başladığı görülmüştür. Örneğin %30 mika+MgO kullanımlı karışım tasarımında 400°C, 550°C, 800°C ve 1050°C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybının sırasıyla %0.6, %0.7, %4.1 ve %8.5 olarak değişmiştir. 800°C'ye maruz kalmış RF6 örneklerinin basınç dayanımı eşdeğer sıcaklık için kontrol örneğine göre 1.99 kat, 1050°C'ye yükseldiğinde ise dayanımdaki bu değişim 2.11 kat olmuştur. Bu değişim eğiliminin %40 mika+MgO kullanımlı karışım tasarımında ise 400°C, 550°C, 800°C ve 1050°C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybının sırasıyla %0.1, %0.3, %1.9 ve %2.8 olarak değişmiştir. 800°C'ye maruz kalmış RF8 örneklerinin basınç dayanımı eşdeğer sıcaklık için kontrol örneğine göre 1.06 kat, 1050°C'ye yükseldiğinde ise dayanımdaki bu değişim 1.16 kat olmuştur. Khaliq ve Khan (2015) normal agrega ile üretilen betonlarda Portland çimentosu ve kalsiyum alümina çimentosunu ayrı ayrı kullanarak yüksek sıcaklıklardaki basınç dayanım kayıplarını tespit etmişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucuna göre kalsiyum alümina çimentolu betonun yüksek sıcaklıktaki basınç dayanımı kaybı Portland çimentosu ile üretilen betondan daha azdır. Ancak, 600 °C'lik sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda her iki beton türünün de benzer büyük dayanım kayıplarıyla karşılaştıklarını belirtmişlerdir. Benzer sonuçlar Abolhasani ve ark. (2021) tarafından da konvansiyonel agrega ve kalsiyum alümina

çimentosu ile üretilen betonlarda tespit edilmiştir. Mika ve magnezya gibi farklı dolgu veya agrega türlerinin önemi bu sonuç ile daha da ortaya çıkmaktadır. Yapılan bu deneysel çalışmada, Mika+MgO kullanım oranı arttıkça 600 °C üzerindeki sıcaklıklarda örneklerin dayanım kaybının azaldığı gözlemlenmiştir. Diğer bir değişle, karışıma ilave edilen mika ve MgO miktarı attıkça, harç matrisinin yüksek sıcaklıklara son derece dayanıklı bir karakteristik özellik kazandığını göstermiştir. Ancak, bu mika katkı oranının artmasına paralel olarak dayanım değerinin sayısal büyüklüğünde bir düşüş olduğu başlangıç test bulgularında tecrübe edinilmiştir. Burada üzerinde durulması önem arz eden husus, harç tasarımında kullanılacak optimum mika + MgO oranının yapılacak bir seri dayanım analizleri ile belirlenmesi ve maruz bırakılan her bir sıcaklık değişimi için dayanımdaki etkileşimin nasıl geliştiği ve standartlarda kullanım yeri açısından uygunluk kriterlerinin etüt edilmesi kaçınılmaz olmaktadır. Bu bağlamda çalışma kapsamında bağlayıcı bileşenler hariç mika+MgO kullanım miktarının karışımda yer alan diğer agrega toplamına oranı (MM/A)'na bağlı basınç dayanım değerlerindeki değişim “ $\Delta\sigma$ ”, maruz kalınan 400, 550, 800 ve 1050°C her bir sıcaklık değeri için ayrı ayrı grafiksel olarak analiz edilmiştir. Basınç dayanım değerlerindeki değişim maruz kalınan sıcaklık bağlamında “ $\Delta\sigma_{Ti}$ ”nın belirlenmesi için aşağıdaki eşitlikte belirtilen yaklaşım kullanılmıştır:

$$\Delta\sigma_{Ti} = [(\sigma_{28} - \sigma_{28\_Ti}) / \sigma_{28}] * 100$$

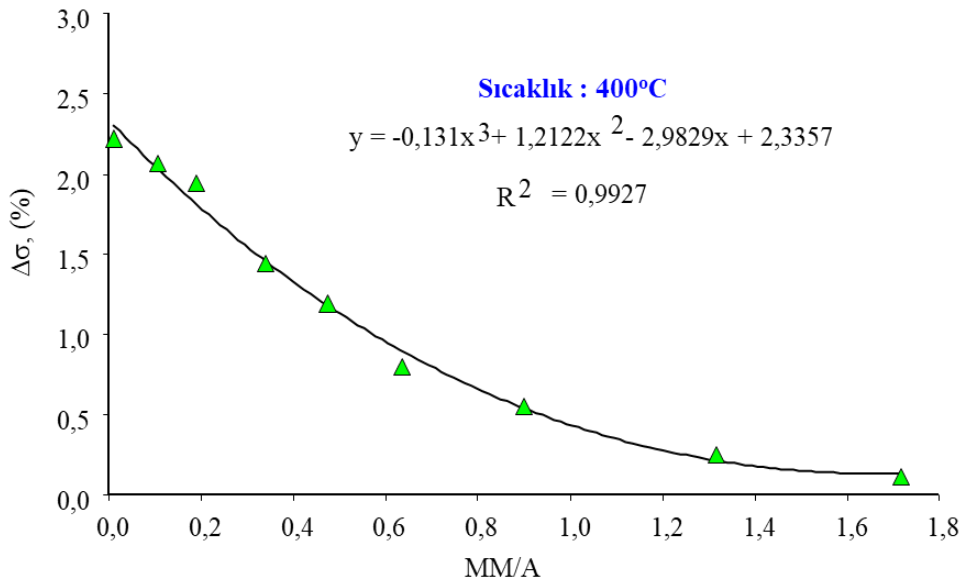
Burada;

$\Delta\sigma_{Ti}$  : Maruz kalınan sıcaklık etkisiyle basınç dayanımı değerindeki değişim, %,

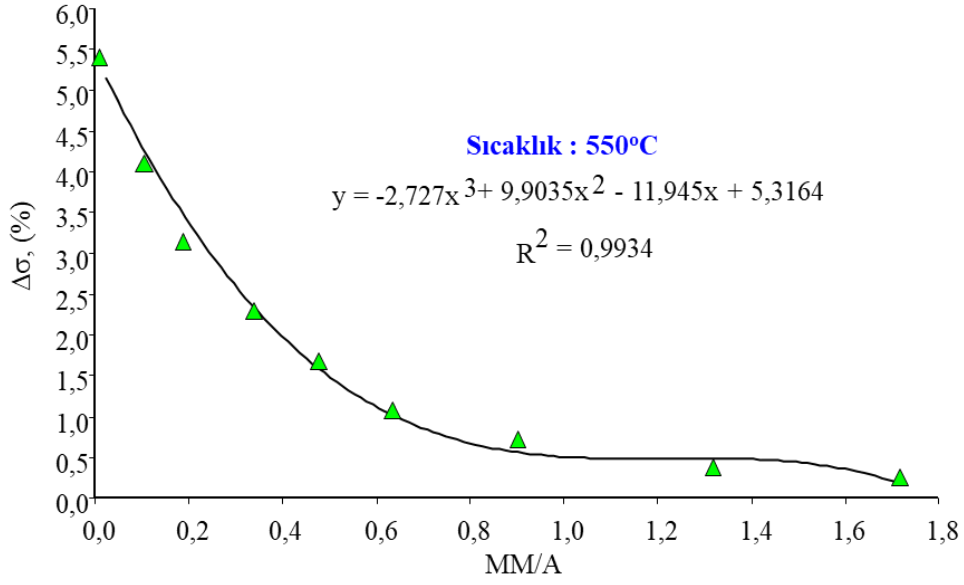
$\sigma_{28}$  : 28 gün kür sonrası test örneğinin basınç dayanım değeri, N/mm<sup>2</sup>;

$\sigma_{28\_Ti}$  : Ti °C sıcaklık değerinde etkileşim sonrası test örneğinin basınç dayanım değeri, N/mm<sup>2</sup>.

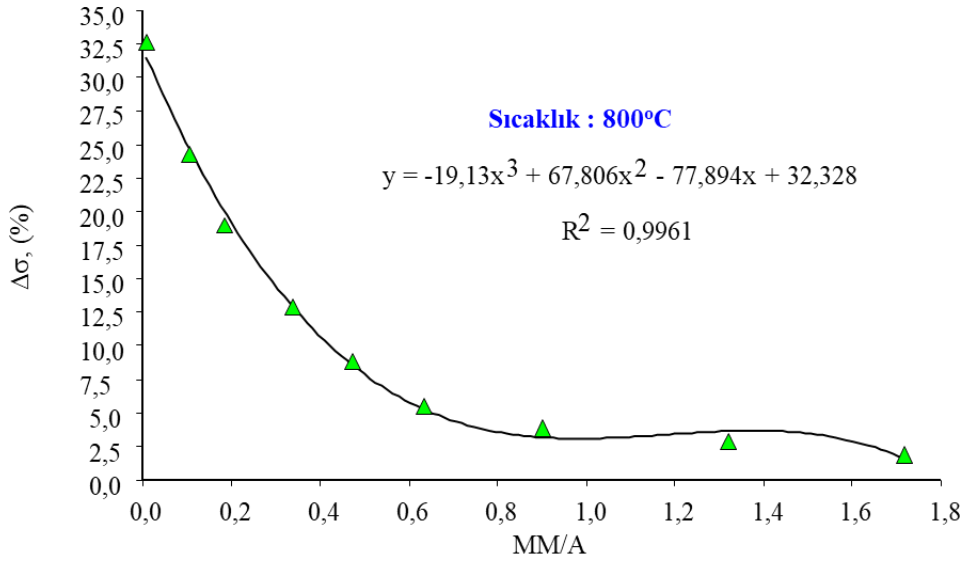
Bulgular Şekil 7 – Şekil 10’da sırasıyla verilmiştir.



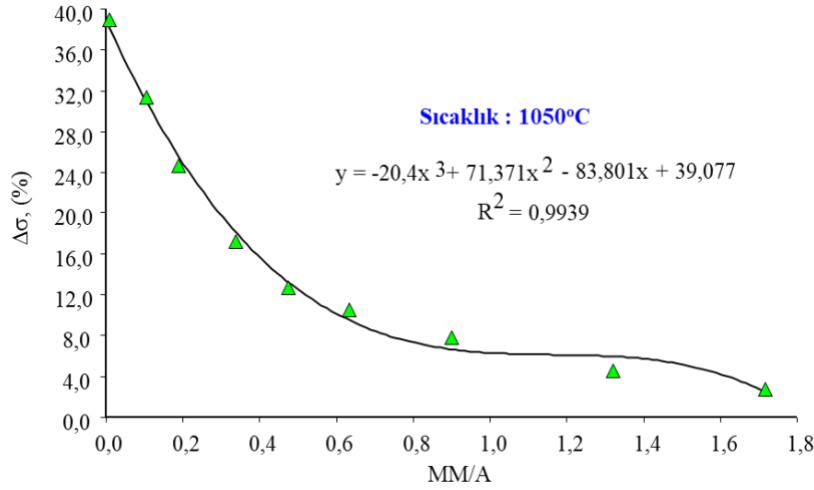
Şekil 7. MM/A ve basınç dayanım değişimi analizi (400°C etkileşiminde)



**Şekil 8.** MM/A ve basınç dayanım değişimi analizi (550°C etkileşiminde)



**Şekil 9.** MM/A ve basınç dayanım değişimi analizi (800°C etkileşiminde)



**Şekil 10.** MM/A ve basınç dayanım değişimi analizi (1050°C etkileşiminde)

Farklı sıcaklıklara maruz kalmış IDHH test örneklerinin MM/A oranına bağlı  $\Delta\sigma$  değişimleri incelendiğinde karışım tasarımında mika + MgO oranı arttıkça sıcaklık etkileşimi öncesi ve sonrası numunelerin ortalama dayanım değişimi polinomiyal bir eğilimle azalmaktadır. Yapılan test bulgularından sıcaklık etkileşimleri sonrası basınç dayanım değerlerinde önemli düşüşlerin olduğu ve test örneklerinin matris yapılarında mikro çatlaklar ve yer yer ayrışma şeklinde deformasyonların gelişebildiği de ayrı bir gözlem olmuştur. Bulgular ve deneysel gözlemler irdelendiğinde maksimum 400°C sıcaklığa maruz kalacak IDHH test örnekleri için MM/A kullanım oranının  $>0.12$  olduğu karışımlarda yukarıda söz konusu edilen olumsuzlukların ihmal edilebilecek büyüklüklerde olduğu gözlenmiştir. Bu bağlamda benzer olgu, maksimum 550°C sıcaklığa maruz kalacak IDHH test örneklerde MM/A kullanım oranı için  $>0.39$  olarak belirlenmiştir. Maksimum 800°C veya 1050°C sıcaklıklara maruz kalacak IDHH test örnekleri için ise MM/A kullanım oranlarının sırasıyla  $>1.69$  ve  $>1.73$  olması öngörülebilir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada, farklı miktarlarda mika ve magnezya içeren ısıdaç çimento, beyaz çimento ve anhidrit alçı içeren üçlü bağlayıcı sistemli hafif harçlarının mekanik özellikleri üzerine 20 °C'den 1050 °C'ye kadar olan yüksek sıcaklıkların etkileri araştırılmıştır. Deneysel analiz sonuçlarına göre:

1. En yüksek Mika+MgO tozu katkı oranında kontrol harcı tasarımına göre YHBHK değerinde ortalama %12.3'lük bir hafifleme sağlanmıştır. Test örneklerinin analizinde mika içermeyen kontrol örneklerine kıyasla yarı pul boyutlu mika partiküllerinin varlığına bağlı olarak %5.7 - %52.9 oranlarında değişen daha gözenekli matris yapıların olduğu belirlenmiştir.
2. Özellikle mika+MgO toplam oranı %24 olan RF5 karışım tasarımına kadar, kontrol

harcına göre IDHH örneklerinin 28 gün kür sonrası dayanım değerleri sırasıyla (RF1, RF2, RF3, RF4 ve RF5 için) %21.8, %43.2, %66, %70.1 ve %71.8 oranlarında artarak gelişim göstermiştir.

3. Çalışma kapsamında, yüksek sıcaklığa maruz kalmadan önce, normal hafif harç örneklerinde özellikle yarı pul boyutlu mika kullanımında optimum katkı kullanım oranının %12 olduğu tespit edilmiştir.
4. Yüksek sıcaklığa maruz bırakılan harç örneklerinde, kontrol karışımı RF0 örneklerinde 400°C sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı %2.3 olup, maruz kalınan sıcaklık değeri arttıkça dayanım kaybı da artmaktadır. 550 °C, 800 °C ve 1050 °C sıcaklık etkileşimleri sonrası dayanım kaybı sırasıyla %5.7, %48.3 ve %63.8 olarak tespit edilmiştir.
5. Mika+MgO oranı %10 olan karışım tasarımında (RF2) sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı sırasıyla %2, %3.2, %23.5 ve %32.7 olarak tespit edilmiştir. Mika+MgO oranı %20 olan karışım tasarımında sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı sırasıyla %1.2, %1.7, %9.7 ve %14.5 olarak tespit edilmiştir. Mika+MgO oranı %30 olan karışım tasarımında sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı sırasıyla %0.6, %0.7, %4.1 ve %8.5 olarak tespit edilmiştir. Mika+MgO oranı %40 olan karışım tasarımında sıcaklık etkileşimi sonrası dayanım kaybı sırasıyla sadece %0.1, %0.3, %1.9 ve %2.8 olarak tespit edilmiştir.

Bu analiz bulguları, karışıma ilave edilen mika ve MgO miktarı attıkça, harç matrisinin yüksek sıcaklıklara son derece dayanıklı bir karakteristik özellik kazandığını göstermiştir. Yüksek sıcaklıklara maruz kalabilecek, taşıyıcı olmayan uygulamalarda, beyaz çimento-kalsiyum alümina çimentosu-kalsiyum sülfat üçlü bağlayıcı sistemlerinde yüksek oranda mika+MgO kullanılabileceği bu çalışma çıktılarına göre önerilebilmektedir.

### **Teşekkür**

Bu kısımda çalışmada yardımları ya da destekleri bulunan kişi veya kişilere ya da kurumlara teşekkür edilebilir.

### **Yazarların Katkısı**

Yazarların çalışmaya katkısı: Lütfullah Gündüz %60, Şevket Onur Kalkan %40.

### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.




### Kaynaklar

- Abolhasani, A., Samali, B., & Aslani, F. (2021). Physicochemical, mineralogical, and mechanical properties of calcium aluminate cement concrete exposed to elevated temperatures. *Materials*, 14(14), 3855. <https://doi.org/10.3390/ma14143855>
- Abyzov, A. N. ve Kiryanova, L. A., (1981). Lightweight cellular and porous refractory concrete based on phosphate binding, *Concrete and reinforced concrete*, 12: 15-16.
- Anonim, 2022. Çimsa A.Ş., 2022, “Isıdaç 40 – Refrakter”, Teknik Bilgi dokümanı, Çimsa A.Ş.
- Anonim, 1987. “Refractories”, The Refractories Institute, 301 fifth Avenues Suite 1517.Pittsburgh, PA 15222, <http://www.pqcorp.com/portals/1/lit/Refractoriesbooklet.pdf>, Page 4- 6.
- ASTM, 2020. ASTM C109/C109M-20, Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens, ASTM International.
- ASTM, 2021. ASTM C642-21, Standard Test Method for Density, Absorption, and Voids in Hardened Concrete, ASTM International
- AzariJafari, H., Amiri, M. J. T., Ashrafian, A., Rasekh, H., Barforooshi, M. J., & Berenjjan, J. (2019). Ternary blended cement: An eco-friendly alternative to improve resistivity of high-performance self-consolidating concrete against elevated temperature. *Journal of Cleaner Production*, 223, 575-586. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.03.054>
- Bizzozero, J., & Scrivener, K. L. (2015). Limestone reaction in calcium aluminate cement–calcium sulfate systems. *Cement and Concrete Research*, 76, 159-169. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.019>
- Cai, Y., Meng, F., Liu, L., Liu, R., Cui, Y., Zheng, H., and Wang, F., (2021). The Effect of the Modification of Mica by High-Temperature Mechanochemistry on the Anticorrosion Performance of Epoxy Coatings. *Polymers*, 13: 378. <https://doi.org/10.3390/polym13030378>
- Chang, W., Wang, W., Liu, L., Zhang, J., Wang, L., & Pei, M. (2008). Effect of different polymer lattices on performance of their modified rapid hardening sulphoaluminate cement mortars. *Materials Research Innovations*, 12(3), 134-137. <https://doi.org/10.1179/143307508X333640>
- Dawy, M., (2002). Electrical Properties and Infrared Studies of Heated Mica Sheets. *Egypt. J. Sol.*, 25(1):137-152.
- De Gasparo, A., Herwegh, M., Zurbriggen, R., & Scrivener, K. (2009). Quantitative distribution patterns of additives in self-leveling flooring compounds (underlayments) as function of application, formulation and climatic conditions. *Cement and Concrete Research*, 39(4), 313-323. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.12.009>
- El-Leathy, A., Jeter, S., Al-Ansary, H., Abdel- Khalik, S., Golob, M., Danish, S. N., Saeed, N., Djajadiwinata, E., Al-Suhaibani, Z., (2016). Experimental measurements of thermal properties of high-temperature refractory materials used for thermal energy storage. *AIP Conference Proceedings* 1734, 050012 (2016); <https://doi.org/10.1063/1.4949110>
- Ferretti, F., Tilocca, A. R., Incerti, A., Mazzotti, C., & Savoia, M. (2022). Effects of Thermal Variations on the Tensile Behavior of FRCM Strengthening Systems. *J. Compos. Constr.*, 26, 4022067.
- Georgin, J. F., & Prud'Homme, E. (2015). Hydration modelling of an ettringite-based binder. *Cement and Concrete Research*, 76, 51-61. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.009>
- Gu, P., Beaudoin, J. J., Quinn, E. G., & Myers, R. E. (1997). Early strength development and hydration of ordinary Portland cement/calcium aluminate cement pastes. *Advanced Cement Based Materials*, 6(2), 53-58. [https://doi.org/10.1016/S1065-7355\(97\)00008-4](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(97)00008-4)

- Gu, P., & Beaudoin, J. J. (1997). Lithium salt-based additives for early strength-enhancement of ordinary Portland cement-high alumina cement paste. *Journal Of Materials Science Letters*, 16(9), 696-698.
- Jiang, T., Zhang, W., Liu, S., (2022). Performance Evaluation of a Full-Scale Fused Magnesia Furnace for MgO Production Based on Energy and Exergy Analysis. *Energies*, 15: 214. <https://doi.org/10.3390/en15010214>
- Khaliq, W., & Khan, H. A. (2015). High temperature material properties of calcium aluminate cement concrete. *Construction and Building Materials*, 94, 475-487. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.023>
- Khoury, G. A., (1992). Compressive strength of concrete at high temperatures: a reassessment. *Magazine of concrete Research*, 44(161), 291-309.
- Lin, W. M., Lin, T. D., Powers-Couche, L. J., (1996). Microstructures of fire-damaged concrete. *Materials Journal*, 93(3), 199-205.
- Mahdi, Z. H., (2018). Effect the addition of mgo powder on some properties of concrete. *Journal of Engineering and Applied Sciences*, 13(11): 1819-6608.
- Nesse, W. D., (2000). Introduction to mineralogy. New York: Oxford University Press. pp. 244–249. ISBN 9780195106916.
- Onishi, K., & Bier, T. A. (2010). Investigation into relations among technological properties, hydration kinetics and early age hydration of self-leveling underlayments. *Cement and Concrete Research*, 40(7), 1034-1040. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.03.004>
- Popov, O. N., Lisovskaya, G. P., Bogomol'nyi, M. Y., Krasnyi, L. E., Senatova, V. A., (1984). Calculation of the optimal variants of thermal insulation for glass-melting furnaces, *Glass and Ceramics*, 41: 113-115.
- Pundiene, I., Antonovich, V., Stonys, R., Demidova-Buiziniene, I., (2011). Development of refractory concrete for extreme conditions. 5th BalticConferenceonSilicateMaterials, IOP Publishing, *IOP Conf.Series:MaterialsScienceandEngineering* 25, 012001, doi:10.1088/1757-899X/25/1/012001
- Rambo, D. S., Silva, F. A., Filho, R. T., & Gomes, O. M. (2015). Effect of elevated temperatures on the mechanical behavior of basalt textile reinforced refractory concrete. *Mater. Des.* 65, 24–33.
- Rego, A. C. D. A., Cardoso, F. A., & Pileggi, R. G. (2021). Ternary system Portland cement-calcium aluminate cement-calcium sulfate applied to self-leveling mortar: a literature review. *Cerâmica*, 67, 65-82. <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132021673812929>
- Sadik, C., El Amrani, I. E., Albizane, A., (2013). Composition and refractory properties of Mixtures of Moroccan Silica-Alumina Geo-materials and Alumina. *New Journal of Glass and Ceramics*. Vol.3, Scientific Research, An Academic Publisher, 2013, USA, Page 59.
- Seifert, S., Neubauer, J., Goetz-Neunhoffer, F., & Motzet, H. (2009). Application of two-dimensional XRD for the characterization of the microstructure of self-leveling compounds. *Powder Diffraction*, 24(2), 107-111. <https://doi.org/10.1154/1.3132642>
- Shikova, T., (2019). Adhesive strength in a high voltage mica insulation system. E3S Web of Conferences 140, 11006, EECE-2019 <https://doi.org/10.1051/e3sconf/201914011006>
- Torréns-Martín, D., Fernández-Carrasco, L., & Blanco-Varela, M. T. (2013). Conduction calorimetric studies of ternary binders based on Portland cement, calcium aluminate cement and calcium sulphate. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 114, 799-807. <https://doi.org/10.1007/s10973-013-3003-9>
- TS EN 2011. TS EN 998-1, Kâgir harcı - Özellikler - Bölüm 1: Kaba ve ince sıva harcı, TSE, Ankara, s20.
- TS EN, 2020. TS EN 1015-11, Kâgir harcı - Deney metotları - Bölüm 11: Sertleşmiş harcın basınç ve eğilme dayanımının tayini, TSE, Ankara, s15.
- Wu, Q., Zou, Y., Gu, J., Xu, J., Ji, R., Wang, G., (2020). The Influence and Action Mechanization of Mineral Mixed Material on High Fluidity Potassium Magnesium Phosphate Cement (MKPC), *Journal of Composites Science*, 4(1): 29. doi:10.3390/jcs4010029
- Xu, L., Wang, P., De Schutter, G., & Wu, G. (2014). Effect of calcium aluminate cement variety on the hydration of portland cement in blended system. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 29, 751-756. DOI 10.1007/s11595-014-0991-7
- Xu, L., Wu, K., Rößler, C., Wang, P., & Ludwig, H. M. (2017). Influence of curing temperatures on the hydration of calcium aluminate cement/Portland cement/calcium sulfate blends. *Cement and Concrete Composites*, 80, 298-306. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.03.016>
- Zanazzi, P. F., Pavese, A., (2002). Behavior of Micas at High-Pressure and High-Temperature. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 46(1): 99-116. DOI:10.2138/rmg.2002.46.02.
- Zhang, X., He, Y., Lu, C., & Huang, Z. (2017). Effects of sodium gluconate on early hydration and mortar performance of Portland cement-calcium aluminate cement-anhydrite binder. *Construction and Building Materials*, 157, 1065-1073. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.153>



## Numerical Solution of Conformable Time Fractional Generalized Burgers Equation with Proportional Delay by New Methods

Abdullah KARTAL<sup>1</sup>, Halil ANAÇ<sup>2\*</sup>, Ali OLGUN<sup>3</sup>

### Abstract

By using two new methods, called the conformable fractional q-homotopy analysis transform method and the conformable Shehu homotopy perturbation method, the conformable time-fractional partial differential equations with proportional delay is analysed. The graphs of this equation's numerical solutions are drawn. According to numerical simulations, the proposed methods are effective and reliable.

**Keywords:** Conformable time fractional generalized Burgers equation, conformable q-homotopy analysis transform method, conformable Shehu homotopy perturbation method, proportional delay.

## Oransal Gecikmeli Uyumlu Zaman Kesirli Genelleştirilmiş Burgers Denklemine Yeni Yöntemlerle Sayısal Çözümü

### Öz

Uyumlu kesirli q-homotopi analiz dönüşümü yöntemi ve uyumlu Shehu homotopi pertürbasyon yöntemi olarak adlandırılan iki yeni yöntem kullanılarak, orantılı gecikmeli uyumlu zaman-fraksiyonel kısmi diferansiyel denklemler analiz edilmiştir. Bu denklemin sayısal çözümlerinin grafikleri çizilir. Sayısal simülasyonlara göre önerilen yöntemler etkili ve güvenilirdir.

**Anahtar Kelimeler:** Uyumlu zaman kesirli genelleştirilmiş Burgers denklemi, uyumlu q-homotopi analiz dönüşüm metodu, uyumlu Shehu homotopi pertürbasyon metodu, oransal gecikme.

<sup>1</sup>Kırıkkale University, Department of Mathematics, Kırıkkale, Turkey, [krtl.abdlh@gmail.com](mailto:krtl.abdlh@gmail.com)

<sup>2</sup>Gumushane University, Torul Vocational School, Gümüşhane, Turkey, [halilanac0638@gmail.com](mailto:halilanac0638@gmail.com)

<sup>3</sup>Kırıkkale University, Department of Mathematics, Kırıkkale, Turkey, [aliolgun71@gmail.com](mailto:aliolgun71@gmail.com)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-2763-7979>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-1316-3947>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0001-5365-4110>

## 1. Introduction

Fractional calculus (FC) is a generalization of integer order calculus to arbitrary order. It was reviewed in an early letter in 1695 between the great mathematicians Leibniz and L' Hospital. Many authors have begun to examine fractional calculus in recent years because of its capacity to provide an exact description for various types of non-linear phenomena. Fractional order differential equations are a generalization of classical differential equations with non-local and genetic material property consequences. Many senior academics examined and defined the concept of fractional calculus, and they defined revolutionary definitions of fractional calculus that laid the foundations for fractional calculus (Liouville, 1832; Riemann, 1896; Caputo, 1969; Miller and Ross, 1993; Podlubny, 1999; Baleanu et al., 2012; Povstenko, 2015, Ala, 2022; Ala and Shaikhova, 2022). Nowadays, fractional partial differential equations are widely used in the development of nonlinear models and the investigation of dynamical systems. The theory of fractional-order calculus has been associated to practical projects and has been used to evaluate and study many phenomena such as chaos theory (Baleanu et al., 2017), financial models (Sweilam et al., 2017), a noisy environment (Liu et al., 2015), optics (Esen et al., 2018), and others (Veerasha et al., 2019a; Caponetto et al., 2010; Prakash et al., 2019; Veerasha et al., 2019b). The solutions of fractional differential equations are critical in characterizing the characteristics of nonlinear problems that occur in nature. Because exact solutions to fractional differential equations representing non-linear phenomena are difficult to acquire, we employ a variety of analytical and numerical techniques.

The conformable fractional derivative is a simple and valuable tool. It also allows us to understand how to characterize the behavior of physical phenomena. When it comes to solving complicated problems, the conformable fractional derivative is an incredibly useful tool. This derivative was discovered to be more strong and attractive than those that came before it. Because differential equations with conformable fractional derivatives are easier to solve numerically than those with Riemann-Liouville or Caputo fractional derivatives, the conformable fractional derivative is very useful when modeling many physical problems. Different fractional-order models are used in engineering and applied sciences because they provide a more precise explanation of real-world scenarios. Numerous academics have already applied conformable fractional derivatives in a range of fields (Gao and Chi, 2020). The conformable fractional operator overcomes some of the limitations of the existing fractional operators and provides traditional calculus with properties such as the mean value theorem, the chain rule, the product of two functions, the derivative of the quotient of two functions, and Rolle's theorem (Kilbas et al., 2006; Debnath, 2003; Khalil et al., 2014; Abdeljawad, 2015).

This investigation deals with the numerical solution of conformable time-fractional partial differential equations with proportional delay defined by

$$\begin{cases} D_t^\alpha w(x, t) = \psi \left( x, w(\rho_0 x, \sigma_0 t), \frac{\partial w(\rho_1 x, \sigma_1 t)}{\partial x}, \dots, \frac{\partial^m w(\rho_m x, \sigma_m t)}{\partial x^m} \right), \\ w^{(k)}(x, 0) = \varphi_k(x). \end{cases} \quad (1)$$

where  $\rho_i, \sigma_i \in (0,1)$  for all  $i \in N$ ,  $\varphi_k$  is initial value,  $\psi$  differential operator and  $D_t^\alpha$  is conformable time-fractional operator.

The partial functional differential equations with proportional delays are a type of delay partial differential equation that come up in biology, medicine, population ecology, control systems, climate models, and complex economic macrodynamics (Wu, 1996; Keller, 2010).

The solution to (1) could be the voltage, temperature, densities of various particles, such as chemicals, cells, and so on. One notable application of the model, the Korteweg-de Vries (KdV) equation, in the study of shallow water waves is as follows:

$$D_t^\alpha w(x, t) + aww_x(\rho_0 x, \sigma_0 t) + w_{xxx}(\rho_1 x, \sigma_1 t) = 0, 0 < \alpha \leq 1, \quad (2)$$

where  $a$  is a constant. Another well-known model, the time fractional nonlinear Klein-Gordon equation with proportional delay, is used to describe nonlinear wave interaction in quantum field theory:

$$D_t^\alpha w(x, t) = w_{xx}(\rho_0 x, \sigma_0 t) - bw(\rho_1 x, \sigma_1 t) - F(w(\rho_2 x, \sigma_2 t)) + k(x, t), 1 < \alpha \leq 2, \quad (3)$$

where  $b$  is a constant,  $k(x, t)$  is a source term and  $F(w(\rho_2 x, \sigma_2 t))$  is a nonlinear function of  $w(x, t)$ .

To the best of my knowledge, there is minimal literature on methods for solving TFPDE with delay, such as the Chebyshev pseudospectral method (Zubik-Kawal, 2000), homotopy analysis method (Alkan, 2022), spectral collocation and waveform relaxation methods (Zubik-Kawal and Jackiewicz, 2006), and iterated pseudospectral method (Mead and Zubik-Kawal, 2005) for nonlinear delay partial differential equations. Using RDTM, Abazari and Ganji (2011) found approximate solutions to PDEs with proportional delay. Abazari and Kilicman (2014) used DTM to obtain analytical solutions to nonlinear integro-differential equations with proportional delay. Tanthanuch (2012) used a group analysis method to solve the non-homogeneous inviscid Burgers equation with proportional delay. Sakar et al. (2016) and Biazar ad Ghanbari (2012) used the homotopy perturbation method to find analytical solutions to TFPDE with proportional delay. Chen and Wang (2010) solved

a neutral functional-differential equation with proportional delays using the variational iteration method (VIM). Singh and Kumar (2017) used an additional variational iteration method (AVIM) to achieve an alternative approximate solution of the initial valued autonomous system of TFPDE with proportional delay. The primary reason for writing this paper is to propose two new methods: conformable  $q$ -homotopy analysis transform method (Cq-HATM) and conformable Shehu homotopy perturbation method (CSHPM). The second motivation is to use these novel methods to get numerical solutions for the conformable time-fractional partial differential equations with proportional delay.

The rest of the study is listed below. Section 2 presents basic concepts of conformable fractional calculus as well as Shehu transform (Maitama and Zhao, 2019). Section 3 introduces the conformable  $q$ -homotopy analysis transform method and conformable Shehu homotopy perturbation method. Section 4 shows an application for conformable time fractional partial differential equations with proportional delay. Section 5 presents the conclusion.

## 2. Preliminaries

We remember what conformable fractional calculus and the Shehu transform represent and how they should be used in this article.

**Definition 2.1 (Khalil et al., 2014; Abdeljawad, 2015; Gözütok and Gözütok, 2017)** Given a function  $f: [0, \infty) \rightarrow \mathbb{R}$ . Then, the conformable fractional derivative of  $f$  order  $\alpha$  is described by

$$T_{\alpha}(f)(x) = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{f(x + \varepsilon x^{1-\alpha}) - f(x)}{\varepsilon}, \quad (4)$$

for all  $x > 0, \alpha \in (0, 1]$ .

**Theorem 2.1 (Khalil et al., 2014; Abdeljawad, 2015; Gözütok and Gözütok, 2017).** Let  $\alpha \in (0, 1]$  and  $f, g$  be  $\alpha$ -differentiable at a point  $x > 0$ . Then

$$(i) T_{\alpha}(af + bg) = aT_{\alpha}(f) + bT_{\alpha}(g), \text{ for all } a, b \in \mathbb{R}, \quad (5)$$

$$(ii) T_{\alpha}(x^p) = px^{p-1}, \text{ for all } p \in \mathbb{R}, \quad (6)$$

$$(iii) T_{\alpha}(\lambda) = 0, \text{ for all constant functions } f(t) = \lambda, \quad (7)$$

$$(iv) T_{\alpha}(fg) = fT_{\alpha}(g) + gT_{\alpha}(f), \tag{8}$$

$$(v) T_{\alpha}\left(\frac{f}{g}\right) = \frac{gT_{\alpha}(f) - fT_{\alpha}(g)}{g^2}. \tag{9}$$

If  $f$  is differentiable, then the derivative of the polynomial  $t$  is obtained as

$$T_{\alpha}(f)(t) = t^{1-\alpha} \frac{d}{dt} f(t). \tag{10}$$

**Definition 2.2 (Khalil et al., 2014).** Let  $f$  be an  $n$  –times differentiable at  $x$ . Then, the conformable fractional derivative of  $f$  order  $\alpha$  is defined by:

$$T_{\alpha}(f)(x) = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{f^{([\alpha]-1)}(x + \varepsilon x^{([\alpha]-\alpha)}) - f^{([\alpha]-1)}(x)}{\varepsilon}, \tag{11}$$

for all  $x > 0, \alpha \in (n, n + 1], [\alpha]$  is the smallest integer greater than or equal to  $\alpha$ .

**Theorem 2.2 (Khalil et al., 2014).** Let  $f$  be an  $n$  –times differentiable at  $x$ . Then, it is obtained as

$$T_{\alpha}(f(x)) = x^{[\alpha]-\alpha} f^{([\alpha])}(x), \tag{12}$$

for all  $x > 0, \alpha \in (n, n + 1]$ .

**Definition 2.3 (Mittag-Leffler, 1903).**

The Mittag-Leffler function  $E_{\alpha}$  is given as follows:

$$E_{\alpha}(z) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{z^n}{\Gamma(n\alpha+1)}. \tag{13}$$

**Definition 2.4 (Benattia and Belghaba, 2021).** Let  $0 < \alpha \leq 1, f: [0, \infty) \rightarrow \mathbb{R}$  be real valued function. Then, the conformable fractional Shehu transform (CFST) of order  $\alpha$  of  $f$  is defined by

$${}_cS_{\alpha}[f(t)] = V_{\alpha}(s; u) = \int_0^{\infty} \exp\left(\frac{-st^{\alpha}}{u\alpha}\right) f(t)t^{\alpha-1} dt. \tag{14}$$

**Definition 2.5 (Benattia and Belghaba, 2021).** Let  $0 < \alpha \leq 1, f: [0, \infty) \rightarrow \mathbb{R}$  be real valued function. The conformable Shehu transform for the conformable fractional-order derivative of the function  $f(t)$  is described by

$$V_\alpha [T_\alpha f(t)](v) = \frac{s}{u} V_\alpha (s; u) - f(0). \tag{15}$$

### 3. The New Numerical Methods

In this section, we discuss concerning Cq-HATM and CSHPM in a few statements.

#### Case (i) Conformable q-Homotopy Analysis Transform Method

Now, to explain the main idea behind CFEDM, we consider the conformable fractional order nonlinear partial differential equation with proportional delay:

$${}_t T_\alpha w(x, t) + Mw(\rho_i x, \sigma_i t) + Nw(\rho_i x, \sigma_i t) = f(x, t), t > 0, n - 1 < \alpha \leq n, \tag{16}$$

where  $M$  is a linear operator,  $N$  is a nonlinear operator,  $f(x, t)$  is a source term,  $\rho_i, \sigma_i \in (0, 1)$  and  ${}_t T_\alpha$  is a conformable fractional derivative of order  $\alpha$ .

Applying the conformable Laplace transform to Eq. (16) and utilizing the initial condition, then Eq. (18) get

$$s \mathcal{L}_\alpha [w(x, t)] - w(x, 0) + \mathcal{L}_\alpha [Mw(\rho_i x, \sigma_i t)] + \mathcal{L}_\alpha [Nw(\rho_i x, \sigma_i t)] = \mathcal{L}_\alpha [f(x, t)]. \tag{17}$$

By simplifying the Eq. (17), we get

$$\mathcal{L}_\alpha [w(x, t)] - \frac{1}{s} w(x, 0) + \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha [Mw(\rho_i x, \sigma_i t)] + \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha [Nw(\rho_i x, \sigma_i t)] - \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha [f(x, t)] = 0. \tag{18}$$

With the help of HAM, we can describe the nonlinear operator for real function  $\varphi(x, t; q)$  as follows:

$$N[\varphi(x, t; q)] = \mathcal{L}_\alpha [\varphi(x, t; q)] - \frac{1}{s} \varphi(x, t; q) (0^+) + \frac{1}{s} (\mathcal{L}_\alpha [M\varphi(\rho_i x, \sigma_i t; q)])$$

$$+\mathcal{L}_\alpha[N\varphi(\rho_i x, \sigma_i t; q)] - \mathcal{L}_\alpha[f(x, t)]), \tag{19}$$

where  $q \in \left[0, \frac{1}{n}\right]$ .

We construct a homotopy as follows:

$$(1 - nq)\mathcal{L}_\alpha[\varphi(x, t; q) - w_0(x, t)] = hqH(x, t)N[\varphi(\rho_i x, \sigma_i t; q)], \tag{20}$$

where,  $h \neq 0$  is an auxiliary parameter and  $\mathcal{L}_\alpha$  represents conformable Laplace transform. For  $q = 0$  and  $q = \frac{1}{n}$ , the results of Eq. (20) are as follows:

$$\varphi(x, t; 0) = w_0(x, t), \varphi\left(x, t; \frac{1}{n}\right) = w(x, t), \tag{21}$$

Thus, by amplifying  $q$  from 0 to  $\frac{1}{n}$ , then the solution  $\varphi(x, t; q)$  converges from  $w_0(x, t)$  to the solution  $w(x, t)$ . Using the Taylor theorem around  $q$  and then expanding  $\varphi(x, t; q)$ , we get

$$\varphi(x, t; q) = w_0(x, t) + \sum_{i=1}^{\infty} w_m(x, t)q^m, \tag{22}$$

where

$$w_m(x, t) = \frac{1}{m!} \frac{\partial^m \varphi(x, t; q)}{\partial q^m} \Big|_{q=0}. \tag{23}$$

Eq. (22) converges at  $q = \frac{1}{n}$  for the appropriate  $w_0(x, t)$ ,  $n$  and  $h$ . Then, we get one of the solutions of the original nonlinear equation of the form

$$w(x, t) = w_0(x, t) + \sum_{m=1}^{\infty} w_m(x, t) \left(\frac{1}{n}\right)^m. \tag{24}$$

If we differentiate the zeroth order deformation Eq. (20)  $m$  –times with respect to  $q$  and we divide by  $m!$ , respectively, then for  $q = 0$ , we acquire

$$\mathcal{L}_\alpha[w_m(x, t) - k_m w_{m-1}(x, t)] = hH(x, t)\mathcal{R}_m(\vec{w}_{m-1}), \tag{25}$$



where the vectors are described by

$$\vec{w}_m = \{w_0(x, t), w_1(x, t), \dots, w_m(x, t)\}. \tag{26}$$

When Eq. (26) is applied to the inverse conformable Laplace transform, we get

$$w_m(x, t) = k_m w_{m-1}(x, t) + h\mathcal{L}_\alpha^{-1}[H(x, t)\mathcal{R}_m(\vec{w}_{m-1})], \tag{27}$$

where

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_m(\vec{w}_{m-1}) = & \mathcal{L}_\alpha[w_{m-1}(x, t)] - \left(1 - \frac{k_m}{n}\right)\frac{1}{s}w_0(x, t) + \frac{1}{s}\mathcal{L}_\alpha[Mw_{m-1}(\rho_i x, \sigma_i t) \\ & + H_{m-1}(x, t) - f(x, t)], \end{aligned} \tag{28}$$

and

$$k_m = \begin{cases} 0, & m \leq 1, \\ n, & m > 1. \end{cases} \tag{29}$$

Here,  $H_m$  is homotopy polynomial and presented as

$$H_m = \frac{1}{m!} \frac{\partial^m \varphi(x, t; q)}{\partial q^m} \Big|_{q=0} \quad \text{and} \quad \varphi(x, t; q) = \varphi_0 + q\varphi_1 + q^2\varphi_2 + \dots. \tag{30}$$

Using Eqs. (27) - (28), we get

$$\begin{aligned} w_m(x, t) = & (k_m + h)w_{m-1}(x, t) - \left(1 - \frac{k_m}{n}\right)\frac{1}{s}w_0(x, t) + h\mathcal{L}_\alpha^{-1} \left[ \left( \frac{1}{s}\mathcal{L}_\alpha[Mw_{m-1}(\rho_i x, \sigma_i t) \right. \right. \\ & \left. \left. + H_{m-1}(x, t) - f(x, t) \right) \right]. \end{aligned} \tag{31}$$

When q-HATM is used, the series solution is given by

$$w(x, t) = \sum_{i=0}^{\infty} w_m(x, t). \tag{32}$$

**Case (ii) Conformable Shehu Homotopy Perturbation Method (CSHPM)**

Now, to explain the main idea inside CSHPM, we consider the conformable time-fractional order nonlinear partial differential equation with proportional delay:

$${}_t T_\alpha w(x, t) + Mw(\rho_i x, \sigma_i t) + Nw(\rho_i x, \sigma_i t) = f(x, t), t > 0, n - 1 < \alpha \leq n, \tag{33}$$

with initial condition

$$w(x, 0) = a(x), \tag{34}$$

where  $M$  is a linear operator,  $N$  is a nonlinear operator,  $f(x, t)$  is a source term,  $\rho_i, \sigma_i \in (0,1)$  and  ${}_t T_\alpha$  is a conformable fractional derivative of order  $\alpha$ .

Applying the conformable fractional Shehu transform to Eq. (33) and using the initial condition, then we get

$$\frac{s}{u} {}_c S_\alpha [w(x, t)] - \sum_{m=0}^{k-1} w(x, 0) + {}_c S_\alpha [Mw(\rho_i x, \sigma_i t) + Nw(\rho_i x, \sigma_i t) - f(x, t)] = 0. \tag{35}$$

Eq. (35) is simplified, then we have

$${}_c S_\alpha [w(x, t)] - \frac{u}{s} a(x) + \frac{u}{s} {}_c S_\alpha [Mw(\rho_i x, \sigma_i t) + Nw(\rho_i x, \sigma_i t) - f(x, t)] = 0. \tag{36}$$

When Eq. (36) is rearranged, it is obtained as

$${}_c S_\alpha [w(x, t)] = \frac{u}{s} a(x) - \frac{u}{s} {}_c S_\alpha [Mw(\rho_i x, \sigma_i t) + Nw(\rho_i x, \sigma_i t) - f(x, t)]. \tag{37}$$

When the inverse conformable fractional Shehu transform is implemented to both sides of Eq. (37), we have

$$w(x, t) = A(x, t) - ({}_c S_\alpha)^{-1} \left\{ \frac{u}{s} {}_c S_\alpha [Mw(\rho_i x, \sigma_i t) + Nw(\rho_i x, \sigma_i t) - f(x, t)] \right\}, \tag{38}$$

where the term  $A(x, t)$  emerges from the in-homogeneous term and initial conditions.

Applying the homotopy perturbation method yields

$$w(x, t) = \sum_{n=0}^{\infty} p^n w_n(x, t). \tag{39}$$

Now, let the nonlinear term be represented as

$$Nw(x, t) = \sum_{n=0}^{\infty} p^n H_n(w), \tag{40}$$

where  $H_n(w)$  is defined by the form

$$H_n(w_0, w_1, \dots, w_n) = \frac{1}{n!} \frac{\partial}{\partial p^n} [N(\sum_{i=0}^{\infty} p^i w_i)]_{p=0}, n = 0, 1, 2, \dots \tag{41}$$

Substituting the Eqs. (39)-(40) into Eq. (38) , it is obtained as

$$\sum_{n=0}^{\infty} p^n w_n(x, t) = A(x, t) - p \left\{ ({}_c S_\alpha)^{-1} \left[ \frac{u}{s} {}_c S_\alpha \{ M \sum_{n=0}^{\infty} p^n w_n(\rho_i x, \sigma_i t) + \sum_{n=0}^{\infty} p^n H_n(w) \} \right] \right\}. \tag{42}$$

Eq. (42) is the combination of the conformable fractional Shehu transform and the homotopy perturbation method. The coefficients of the same power terms of  $p$  is compared, then we have the following iterations.

$$p^0: w_0(x, t) = A(x, t), \tag{43}$$

$$p^1: w_1(x, t) = - ({}_c S_\alpha)^{-1} \left\{ \frac{u}{s} {}_c S_\alpha [Mw_0(\rho_i x, \sigma_i t) + H_0(w)] \right\}, \tag{44}$$

$$p^2: w_2(x, t) = - ({}_c S_\alpha)^{-1} \left\{ \frac{u}{s} {}_c S_\alpha [Mw_1(\rho_i x, \sigma_i t) + H_1(w)] \right\}, \tag{45}$$

$$p^3: w_3(x, t) = - ({}_c S_\alpha)^{-1} \left\{ \frac{u}{s} {}_c S_\alpha [Mw_2(\rho_i x, \sigma_i t) + H_2(w)] \right\}, \tag{46}$$

⋮

Thus, the series solution of the equation is obtained in the form

$$w(x, t) = \lim_{p \rightarrow 1} \sum_{m=0}^{\infty} p^m w_m(x, t) = w_0(x, t) + w_1(x, t) + w_2(x, t) + \dots \tag{47}$$

#### 4. Applications

##### Example 4.1

Consider the conformable time-fractional generalized Burgers equation (CTFGBE) with proportional delay (Sakar et al., 2016)

$$\frac{\partial^\alpha w(x,t)}{\partial t^\alpha} = \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial w\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right)}{\partial x} w\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{1}{2} w(x,t), \tag{48}$$

where  $x, t \in [0,1], 0 < \alpha \leq 1$ ,

subject to initial condition

$$w(x, 0) = x. \tag{49}$$

**Case (i) Cq-HATM solution for CTFGBE**

Applying the conformable Laplace transform to Eq (48) and using Eq. (49), then we have

$$\mathcal{L}_\alpha [w(x, t)] = \frac{1}{s} w(x, 0) + \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha \left[ \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial w\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right)}{\partial x} w\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{1}{2} w(x, t) \right], \tag{50}$$

We define the nonlinear operators by using Eq. (50), as

$$N[\varphi(x, t; q)] = \mathcal{L}_\alpha [\varphi(x, t; q)] - \frac{1}{s} x - \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha \left[ \frac{\partial^2 \varphi(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial \varphi\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right)}{\partial x} \varphi\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{1}{2} \varphi(x, t) \right]. \tag{51}$$

By applying the proposed algorithm, the  $m - th$  order deformation equations are defined by

$$\mathcal{L}_\alpha [w_m(x, t) - k_m w_{m-1}(x, t)] = h \mathcal{R}_m [\vec{w}_{m-1}], \tag{52}$$

where

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_m [\vec{w}_{m-1}] &= \mathcal{L}_\alpha [\vec{w}_{m-1}(x, t)] - \left( 1 - \frac{k_m}{n} \right) \frac{1}{s} x - \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha \left[ \frac{\partial^2 w_{m-1}(x,t)}{\partial x^2} + \sum_{r=0}^{m-1} \frac{\partial w_r\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right)}{\partial x} \right. \\ &\times \left. w_{m-1-r}\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{1}{2} w_{m-1}(x, t) \right]. \end{aligned} \tag{53}$$

On applying inverse conformable Laplace transform to Eq. (52), then we have

$$w_m(x, t) = k_m w_{m-1}(x, t) + h \mathcal{L}_\alpha^{-1} \{ \mathcal{R}_m [\vec{w}_{m-1}] \}. \tag{54}$$

By the use of initial condition, then we get

$$w_0(x, t) = x. \tag{55}$$

To find the value of  $w_1(x, t)$ , putting  $m = 1$  in Eq. (54), then we obtain

$$w_1(x, t) = -hx \frac{t^\alpha}{\alpha}. \tag{56}$$

In the same way, if we put  $m = 2$  in Eq. (54), we can find the value of  $w_2(x, t)$

$$w_2(x, t) = -(n + h) \left( hx \frac{t^\alpha}{\alpha} \right) + xh^2 \left( \frac{2^{\alpha-1} + 1}{2^\alpha} \right) \frac{t^{2\alpha}}{2\alpha^2}. \tag{57}$$

Analogously, to find the value of  $w_3(x, t)$ , putting  $m = 3$  in Eq. (54), then we get

$$w_3(x, t) = -\frac{xh}{24\alpha^3} \left[ -18 \left( -\alpha 2^{-\alpha} + \frac{2\alpha}{3} + \frac{1}{6} \right) (n + h)ht^{2\alpha} + (2^{1-\alpha} + 64^{-\alpha} + 48^{-\alpha} + 1) \right. \\ \left. \times h^2 t^{3\alpha} + 24t^\alpha \alpha^2 (n + h)^2 \right]. \tag{58}$$

In this way, the other terms can be found. So, the Cq-HATM solution of Eq. (48) is given by

$$w(x, t) = w_0(x, t) + \sum_{m=1}^{\infty} w_m(x, t) \left( \frac{1}{n} \right)^m. \tag{59}$$

If we put  $\alpha = 1, n = 1, h = -1$  in Eq. (59), then the obtained results  $\sum_{m=1}^M w_m(x, t) \left( \frac{1}{n} \right)^m$  converges to the exact solution  $w(x, t) = xe^t$  of CTFGBE when  $M \rightarrow \infty$ .

**Case (ii) CSHPM solution for CTFGBE with proportional delay**

Applying the conformable Shehu transform to Eq (48) and using Eq. (49), then we get

$${}_cS_\alpha [w(x, t)] = x \frac{u}{s} + \frac{u}{s} {}_cS_\alpha \left[ \frac{\partial^2 w(x, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial w(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w \left( \frac{x}{2}, \frac{t}{2} \right) + \frac{1}{2} w(x, t) \right]. \tag{60}$$

Applying the inverse conformable Shehu transform to Eq (60), then we obtain

$$w(x, t) = x + (cS_\alpha)^{-1} \left\{ \frac{u}{s} cS_\alpha \left[ \frac{\partial^2 w(x, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial w(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{1}{2} w(x, t) \right] \right\}. \tag{61}$$

Now HPM is applied, then we have

$$\begin{aligned} \sum_{m=0}^{\infty} p^m w_m(x, t) = x + p \left[ (cS_\alpha)^{-1} \left\{ \frac{u}{s} cS_\alpha \left[ \frac{\partial^2}{\partial x^2} (\sum_{m=0}^{\infty} p^m w_m(x, t)) + \sum_{m=0}^{\infty} p^m H_m(w) \right. \right. \right. \\ \left. \left. \left. + \frac{1}{2} (\sum_{m=0}^{\infty} p^m w_m(x, t)) \right] \right\} \right]. \end{aligned} \tag{62}$$

We get to the first few components of  $H_m(w)$  by

$$H_0(w) = \frac{\partial w_0(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w_0\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right), \tag{63}$$

$$H_1(w) = \frac{\partial w_0(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w_1\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{\partial w_1(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w_0\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right), \tag{64}$$

$$H_2(w) = \frac{\partial w_0(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w_2\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{\partial w_1(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w_1\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right) + \frac{\partial w_2(x, \frac{t}{2})}{\partial x} w_0\left(\frac{x}{2}, \frac{t}{2}\right), \tag{65}$$

When we compare the coefficients of the same powers of  $p$ , we get

$$p^0: w_0(x, t) = x, H_0(w) = \frac{x}{2}, \tag{66}$$

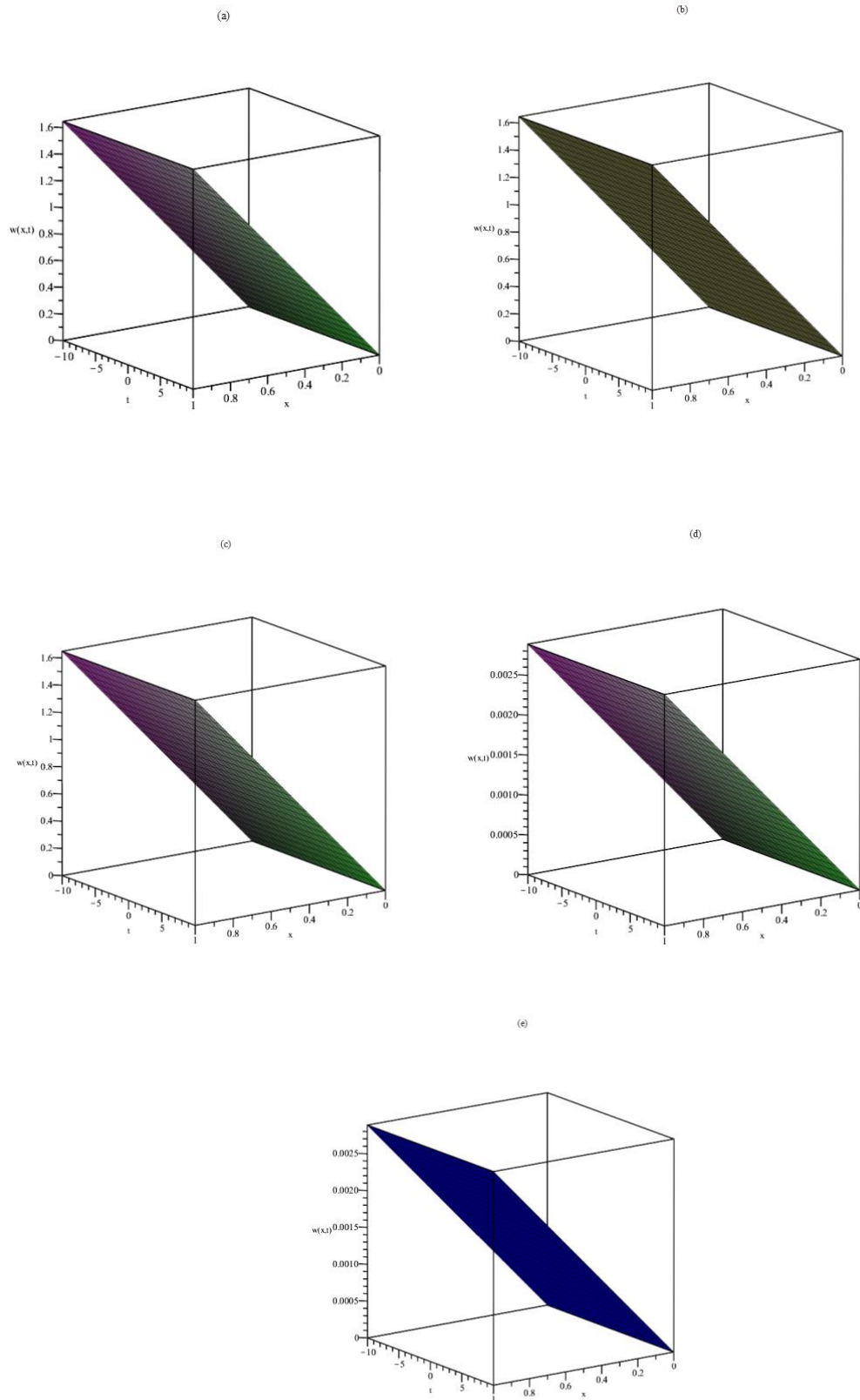
$$p^1: w_1(x, t) = x \frac{t^\alpha}{\alpha}, H_1(w) = \frac{xt^\alpha}{2\alpha 2^{2\alpha}}, \tag{67}$$

$$p^2: w_2(x, t) = \frac{x(2+2^\alpha)t^{2\alpha}}{2^{\alpha+2}\alpha^2}, H_2(w) = \frac{x(2+3 \cdot 2^\alpha)t^{2\alpha}}{2^{3\alpha+2}\alpha^2}, \tag{68}$$

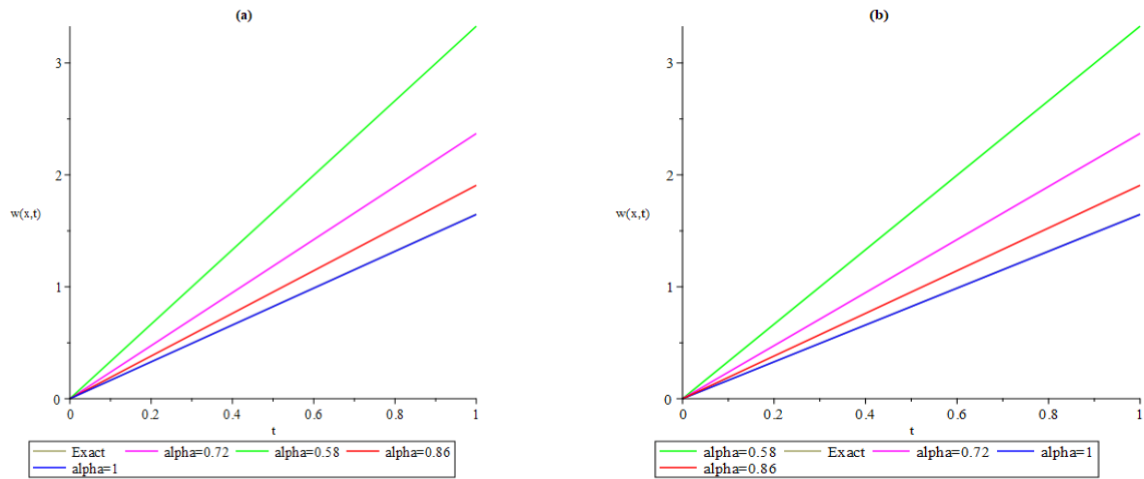
$$p^3: w_3(x, t) = \frac{x(2^2+3 \cdot 2^{\alpha+1}+2^{2\alpha+1}+2^{3\alpha})t^{3\alpha}}{3 \cdot 2^{3\alpha+3}\alpha^3}. \tag{69}$$

Consequently, the solution to Eq. (48) for CSHPM is given by

$$w(x, t) = x \left( 1 + \frac{t^\alpha}{\alpha} + \frac{(2+2^\alpha)t^{2\alpha}}{2^{\alpha+2}\alpha^2} + \frac{(2^2+3 \cdot 2^{\alpha+1}+2^{2\alpha+1}+2^{3\alpha})t^{3\alpha}}{3 \cdot 2^{3\alpha+3}\alpha^3} \right). \tag{70}$$



**Figure 1.** (a) Nature of Cq-HATM solution (b) Nature of CSHPM solution (c) Nature of exact solution (d) Nature of absolute error  $= |w_{exact} - w_{Cq-HATM}|$  (e) Nature of absolute error  $= |u_{exact} - u_{CSHPM}|$  for Ex. 4.1 at  $h = -1, n = 1, \alpha = 1$ .



**Figure 2.** (a) The comparison of the Cq-HATM solutions and exact solution (b) The comparison of the CSHPM solutions and exact solution for Ex. 4.1 at  $h = -1, n = 1, x = 0.5$  with distinct  $\alpha$ .

**Table 1.** Numerical solution for CTFGBE equation by Cq-HATM in Ex. 4.1 at  $h = -1, n = 1$  with distinct values of  $x$  and  $t$  for diverse  $\alpha$ .

$x$	$t$	$\alpha = 0.58$	$\alpha = 0.72$	$\alpha = 0.86$	$\alpha = 1$
0.25	0.25	0.5596460926	0.4216721924	0.3567107699	0.3209635416
	0.50	0.8321510022	0.5924122881	0.4766549579	0.4114583334
	0.75	1.1272272560	0.7884373466	0.6210788866	0.5253906249
	1.00	1.4474996720	1.0126616460	0.7935251184	0.6666666666
0.50	0.25	1.1192921850	0.8433443848	0.7134215400	0.6419270833
	0.50	1.6643020030	1.1848245760	0.9533099160	0.8229166666
	0.75	2.2544545150	1.5768746930	1.2421577730	1.0507812500
	1.00	2.8949993420	2.0253232910	1.5870502380	1.3333333340
0.75	0.25	1.6789382770	1.2650165760	1.0701323090	0.9628906249
	0.50	2.4964530070	1.7772368640	1.4299648740	1.2343750000
	0.75	3.3816817710	2.3653120400	1.8632366590	1.5761718760
	1.00	4.3424990130	3.0379849390	2.3805753540	2.0000000000

**Table 2.** Numerical solution for CTFGBE equation by CSHPM in Ex. 4.1 with distinct values of  $x$  and  $t$  for diverse  $\alpha$ .

$x$	$t$	$\alpha = 0.58$	$\alpha = 0.72$	$\alpha = 0.86$	$\alpha = 1$
0.25	0.25	0.5596460925	0.4216721923	0.3567107699	0.3209635417
	0.50	0.8321510022	0.5924122881	0.4766549580	0.4114583333
	0.75	1.1272272570	0.7884373465	0.6210788866	0.5253906250
	1.00	1.4474996710	1.0126616460	0.7935251183	0.6666666667
0.50	0.25	1.1192921850	0.8433443848	0.7134215399	0.6419270833
	0.50	1.6643020040	1.1848245760	0.9533099160	0.8229166667
	0.75	2.2544545150	1.5768746930	1.242157773	1.0507812500



	1.00	2.8949993430	2.0253232920	1.587050236	1.3333333330
0.75	0.25	1.6789382780	1.2650165770	1.070132310	0.9628906250
	0.50	2.4964530060	1.7772368640	1.429964874	1.2343750000
	0.75	3.3816817720	2.3653120400	1.863236659	1.5761718750
	1.00	4.3424990130	3.0379849390	2.3805753550	2.0000000000

**Table 3.** Comparison of Cq-HATM solution with HPM (Sakar et al., 2016) and the exact solution, when  $\alpha = 1$ .

$x$	$t$	Exact solution	Cq-HATM	HPM (Sakar et al., 2016)
0.25	0.25	0.3210063542	0.3209635416	0.3209635415
0.25	0.50	0.4121803178	0.4114583334	0.4114583335
0.25	0.75	0.5292500042	0.5253906249	0.5253906250
0.25	1.00	0.6795704570	0.6666666666	0.6666666665
0.50	0.25	0.6420127085	0.6419270833	0.6419270830
0.50	0.50	0.8243606355	0.8229166666	0.8229166670
0.50	0.75	1.0585000080	1.0507812500	1.0507812500
0.50	1.00	1.3591409140	1.3333333340	1.3333333330
0.75	0.25	0.9630190628	0.9628906249	0.9628906245
0.75	0.50	1.2365409530	1.2343750000	1.2343750000
0.75	0.75	1.5877500130	1.5761718760	1.5761718750
0.75	1.00	2.0387113710	2.0000000000	2.0000000000

**Table 4.** Comparison of CSHPM solution with HPM (Sakar et al., 2016) and the exact solution, when  $\alpha = 1$ .

$x$	$t$	Exact solution	CSHPM	HPM (Sakar et al., 2016)
0.25	0.25	0.3210063542	0.3209635417	0.3209635415
0.25	0.50	0.4121803178	0.4114583333	0.4114583335
0.25	0.75	0.5292500042	0.5253906250	0.5253906250
0.25	1.00	0.6795704570	0.6666666667	0.6666666665
0.50	0.25	0.6420127085	0.6419270833	0.6419270830
0.50	0.50	0.8243606355	0.8229166667	0.8229166670
0.50	0.75	1.0585000080	1.0507812500	1.0507812500
0.50	1.00	1.3591409140	1.3333333330	1.3333333330
0.75	0.25	0.9630190628	0.9628906250	0.9628906245
0.75	0.50	1.2365409530	1.2343750000	1.2343750000
0.75	0.75	1.5877500130	1.5761718750	1.5761718750

0.75	1.00	2.0387113710	2.0000000000	2.0000000000
------	------	--------------	--------------	--------------

**Table 5.** Comparison of absolute error between Cq-HATM, CSHPM, and HPM (Sakar et al., 2016) for Ex. 4.1 with  $\alpha = 1$ .

$x$		$t$				
		0.025	0.050	0.075	0.1	
Cq-HATM	0.25	$4.10 \times 10^{-9}$	$6.570 \times 10^{-8}$	$3.3460 \times 10^{-7}$	$1.0629 \times 10^{-6}$	
		CSHPM	$4.20 \times 10^{-9}$	$6.570 \times 10^{-8}$	$3.3470 \times 10^{-7}$	$1.0628 \times 10^{-6}$
		HPM	$4.20 \times 10^{-9}$	$6.550 \times 10^{-8}$	$3.3480 \times 10^{-7}$	$1.0630 \times 10^{-6}$
Cq-HATM	0.50	$8.40 \times 10^{-9}$	$1.313 \times 10^{-7}$	$6.6930 \times 10^{-7}$	$2.1256 \times 10^{-6}$	
		CSHPM	$8.40 \times 10^{-9}$	$1.313 \times 10^{-7}$	$6.6930 \times 10^{-7}$	$2.1257 \times 10^{-6}$
		HPM	$8.50 \times 10^{-9}$	$1.310 \times 10^{-7}$	$6.6950 \times 10^{-7}$	$2.1260 \times 10^{-6}$
Cq-HATM	0.75	$1.27 \times 10^{-8}$	$1.970 \times 10^{-7}$	$1.0038 \times 10^{-6}$	$3.1885 \times 10^{-6}$	
		CSHPM	$1.27 \times 10^{-8}$	$1.970 \times 10^{-7}$	$1.0038 \times 10^{-6}$	$3.1885 \times 10^{-6}$
		HPM	$1.28 \times 10^{-8}$	$1.965 \times 10^{-7}$	$1.0042 \times 10^{-6}$	$3.1890 \times 10^{-6}$

**Example 4.2**

Consider the conformable time-fractional partial differential equation with proportional delay (Sakar et al., 2016)

$$\frac{\partial^\alpha w(x,t)}{\partial t^\alpha} = \frac{\partial^2 w(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w(x, \frac{t}{2}) - w(x, t), \tag{71}$$

where  $x, t \in [0,1], 0 < \alpha \leq 1$ ,  
subject to initial condition

$$w(x, 0) = x^2. \tag{72}$$

**Case (i) Cq-HATM solution for Eq. (71)**

Applying the conformable Laplace transform to Eq (71) and using Eq. (72), then we have

$$\mathcal{L}_\alpha [w(x, t)] = \frac{1}{s} w(x, 0) + \frac{1}{s} \mathcal{L}_\alpha \left[ \frac{\partial^2 w(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w(x, \frac{t}{2}) - w(x, t) \right], \tag{73}$$

We define the nonlinear operators by using Eq. (73), as

$$N[\varphi(x, t; q)] = \mathcal{L}_\alpha[\varphi(x, t; q)] - \frac{1}{s}x^2 - \frac{1}{s}\mathcal{L}_\alpha\left[\frac{\partial^2 w_r(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} \varphi\left(x, \frac{t}{2}\right) - \varphi(x, t)\right]. \tag{74}$$

By applying the proposed algorithm, the  $m - th$  order deformation equations are defined by

$$\mathcal{L}_\alpha[w_m(x, t) - k_m w_{m-1}(x, t)] = h\mathcal{R}_m[\vec{w}_{m-1}], \tag{75}$$

where

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_m[\vec{w}_{m-1}] = & \mathcal{L}_\alpha[\vec{w}_{m-1}(x, t)] - \left(1 - \frac{k_m}{n}\right)\frac{1}{s}x^2 - \frac{1}{s}\mathcal{L}_\alpha\left[\sum_{r=0}^{m-1} \frac{\partial^2 w_r(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_{m-1-r}\left(x, \frac{t}{2}\right) \right. \\ & \left. - w_{m-1}(x, t)\right]. \end{aligned} \tag{76}$$

On applying inverse conformable Laplace transform to Eq. (75), then we have

$$w_m(x, t) = k_m w_{m-1}(x, t) + h\mathcal{L}_\alpha^{-1}\{\mathcal{R}_m[\vec{w}_{m-1}]\}. \tag{77}$$

By the use of initial condition, then we get

$$w_0(x, t) = x^2. \tag{78}$$

To find the value of  $w_1(x, t)$ , putting  $m = 1$  in Eq. (77), then we obtain

$$w_1(x, t) = -hx^2 \frac{t^\alpha}{\alpha}. \tag{79}$$

In the same way, if we put  $m = 2$  in Eq. (77), we can find the value of  $w_2(x, t)$

$$w_2(x, t) = -(n + h) \left(hx^2 \frac{t^\alpha}{\alpha}\right) + x^2 h^2 \left(\frac{4-2^\alpha}{2^\alpha}\right) \frac{t^{2\alpha}}{2\alpha^2}. \tag{80}$$

Analogously, to find the value of  $w_3(x, t)$ , putting  $m = 3$  in Eq. (77), then we get

$$w_3(x, t) = -\frac{8x^2 h}{3\alpha^3} \left[ -\frac{3(2^{-\alpha} - \frac{1}{8})(n+h)h\alpha t^{2\alpha}}{2} + 8^{-\alpha} t^{3\alpha} h^2 + \frac{3t^\alpha \alpha^2 (n+h)^2}{8} \right]. \tag{81}$$

In this way, the other terms can be found. So, the Cq-HATM solution of Eq. (71) is given by

$$w(x, t) = w_0(x, t) + \sum_{m=1}^{\infty} w_m(x, t) \left(\frac{1}{n}\right)^m. \tag{82}$$

If we put  $\alpha = 1, n = 1, h = -1$  in Eq. (82), then the obtained results  $\sum_{m=1}^M w_m(x, t) \left(\frac{1}{n}\right)^m$  converges to the exact solution  $w(x, t) = x^2 e^t$  of Eq. (71) when  $M \rightarrow \infty$ .

**Case (ii) CSHPM solution for Eq. (71)**

Applying the conformable Shehu transform to Eq. (71) and using Eq. (72), then we get

$${}_cS_{\alpha}[w(x, t)] = \frac{u}{s} x^2 + \frac{u}{s} {}_cS_{\alpha} \left[ \frac{\partial^2 w(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w(x, \frac{t}{2}) - w(x, t) \right]. \tag{83}$$

Applying the inverse conformable Shehu transform to Eq (83), then we obtain

$$w(x, t) = x^2 + ({}_cS_{\alpha})^{-1} \left\{ \frac{u}{s} {}_cS_{\alpha} \left[ \frac{\partial^2 w(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w(x, \frac{t}{2}) - w(x, t) \right] \right\}. \tag{84}$$

Now HPM is applied, then we have

$$\sum_{m=0}^{\infty} p^m w_m(x, t) = x^2 + p \left[ ({}_cS_{\alpha})^{-1} \left\{ \frac{u}{s} {}_cS_{\alpha} \left[ \sum_{m=0}^{\infty} p^m H_m(w) - (\sum_{m=0}^{\infty} p^m w_m(x, t)) \right] \right\} \right]. \tag{85}$$

We get to the first few components of  $H_m(w)$  by

$$H_0(w) = \frac{\partial^2 w_0(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_0(x, \frac{t}{2}), \tag{86}$$

$$H_1(w) = \frac{\partial^2 w_0(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_1(x, \frac{t}{2}) + \frac{\partial^2 w_1(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_0(x, \frac{t}{2}), \tag{87}$$

$$H_2(w) = \frac{\partial^2 w_0(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_2(x, \frac{t}{2}) + \frac{\partial^2 w_1(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_1(x, \frac{t}{2}) + \frac{\partial^2 w_2(x, \frac{t}{2})}{\partial x^2} w_0(x, \frac{t}{2}), \tag{88}$$

$$\vdots \tag{89}$$

When we compare the coefficients of the same powers of  $p$ , we get

$$p^0: w_0(x, t) = x^2, H_0(w) = 2x^2, \tag{90}$$

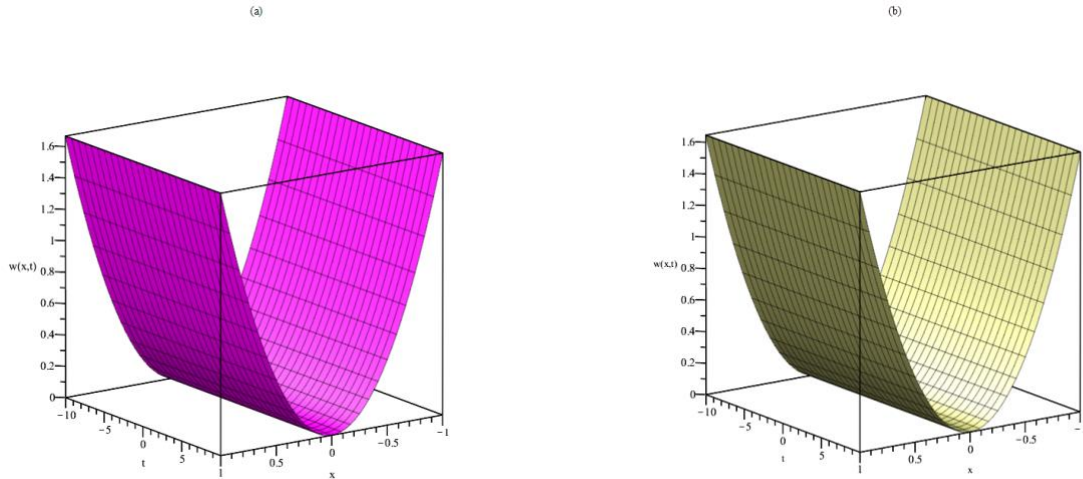
$$p^1: w_1(x, t) = x^2 \frac{t^\alpha}{\alpha}, H_1(w) = \frac{4x^2 t^\alpha}{\alpha 2^\alpha}, \tag{91}$$

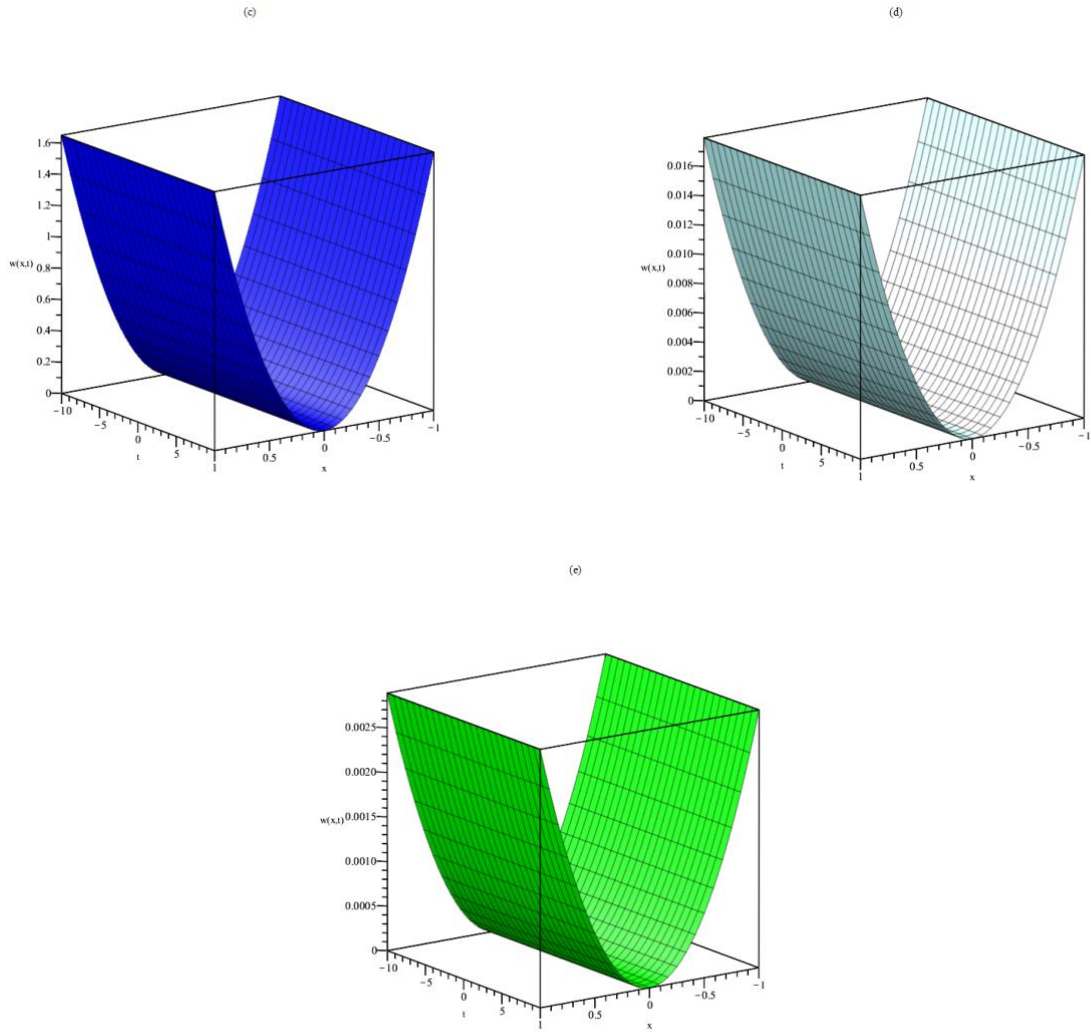
$$p^2: w_2(x, t) = \frac{x^2(4-2^\alpha)t^{2\alpha}}{2^{\alpha+1}\alpha^2}, H_2(w) = \frac{16x^2 t^{2\alpha}}{2^{3\alpha+1}\alpha^2}, \tag{92}$$

$$p^3: w_3(x, t) = \frac{x^2(2^4-4 \cdot 2^{2\alpha}+2^{3\alpha})t^{3\alpha}}{3 \cdot 2^{3\alpha+1}\alpha^3}. \tag{93}$$

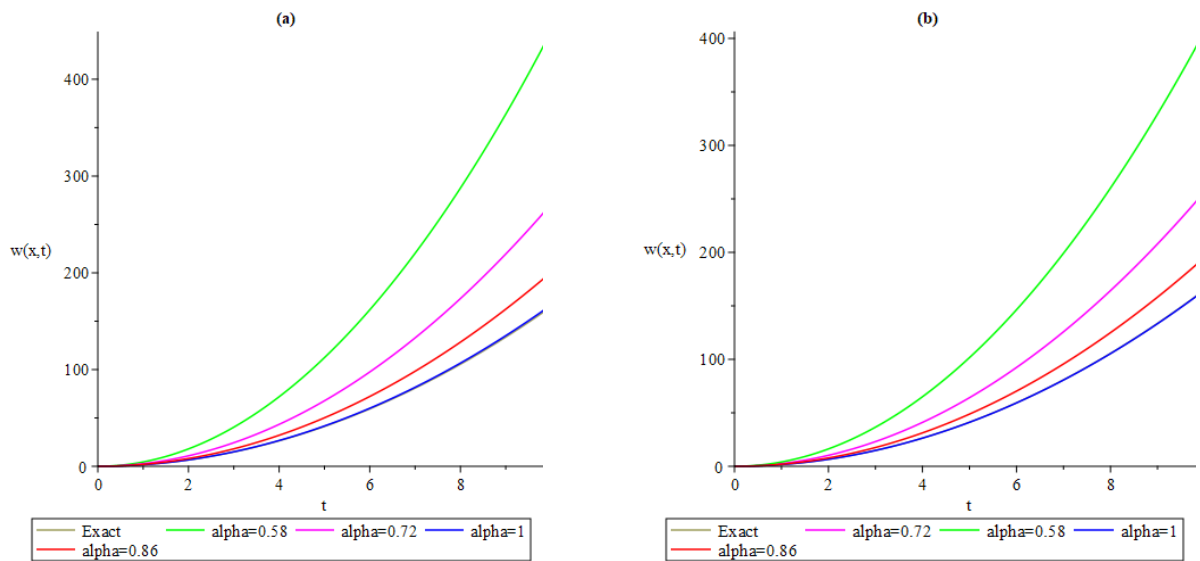
Consequently, the solution to Eq. (71) for CSHPM is given by

$$w(x, t) = x^2 \left( 1 + \frac{t^\alpha}{\alpha} + \frac{(4-2^\alpha)t^{2\alpha}}{2^{\alpha+1}\alpha^2} + \frac{(2^4-4 \cdot 2^{2\alpha}+2^{3\alpha})t^{3\alpha}}{3 \cdot 2^{3\alpha+1}\alpha^3} \right). \tag{94}$$





**Figure 3.** (a) Nature of Cq-HATM solution (b) Nature of CSHPM solution (c) Nature of exact solution (d) Nature of absolute error= $|w_{exact} - w_{Cq-HATM}|$  (e) Nature of absolute error= $|u_{exact} - u_{CSHPM}|$  for Ex. 4.2 at  $h = -1, n = 1, \alpha = 1$ .



**Figure 4.** (a) The comparison of the Cq-HATM solutions and exact solution (b) The comparison of the CSHPM solutions and exact solution for Ex. 4.2 at  $h = -1, n = 1, x = 0.5$  with distinct  $\alpha$ .

**Table 6.** Numerical solution for Eq. (71) by Cq-HATM in Ex. 4.2 at  $h = -1, n = 1$  with distinct values of  $x$  and  $t$  for diverse  $\alpha$ .

$x$	$t$	$\alpha = 0.58$	$\alpha = 0.72$	$\alpha = 0.86$	$\alpha = 1$
0.25	0.25	0.1648194122	0.1111928264	0.09047262722	0.0804036458
	0.50	0.2808111960	0.1692915562	0.1253087786	0.1041666666
	0.75	0.4202222715	0.2436397434	0.1711188328	0.1357421874
	1.00	0.5816624291	0.3353252558	0.2298608781	0.1770833334
0.50	0.25	0.6592776490	0.4447713057	0.3618905088	0.3216145834
	0.50	1.1232447840	0.6771662248	0.5012351148	0.4166666666
	0.75	1.6808890850	0.9745589741	0.6844753311	0.5429687500
	1.00	2.3266497160	1.3413010230	0.9194435124	0.7083333334
0.75	0.25	1.4833747100	1.0007354380	0.8142536449	0.7236328126
	0.50	2.5273007640	1.5236240050	1.127779008	0.9375000000
	0.75	3.7820004430	2.1927576920	1.540069495	1.2216796870
	1.00	5.2349618610	3.0179273020	2.068747902	1.5937500000

**Table 7.** Numerical solution for Eq. (71) by CSHPM in Ex. 4.2 with distinct values of  $x$  and  $t$  for diverse  $\alpha$ .

$x$	$t$	$\alpha = 0.58$	$\alpha = 0.72$	$\alpha = 0.86$	$\alpha = 1$
0.25	0.25	0.1568008432	0.1091969740	0.08992121464	0.0802408854
	0.50	0.2540263556	0.1603717952	0.1220116639	0.1028645833
	0.75	0.3659862465	0.2222251252	0.1617335037	0.1313476562
	1.00	0.4921916428	0.2954615189	0.2101461204	0.1666666667
0.50	0.25	0.6272033731	0.4367878960	0.3596848585	0.3209635417
	0.50	1.0161054230	0.6414871809	0.4880466560	0.4114583333
	0.75	1.4639449850	0.8889005011	0.6469340150	0.5253906250
	1.00	1.9687665710	1.1818460750	0.8405844816	0.6666666667
0.75	0.25	1.4112075890	0.9827727661	0.8092909317	0.7221679688
	0.50	2.2862372010	1.4433461570	1.0981049760	0.9257812500
	0.75	3.2938762180	2.0000261280	1.4556015340	1.1821289060
	1.00	4.4297247850	2.6591536700	1.8913150830	1.5000000000

**Table 8.** Comparison of Cq-HATM solution with HPM (Sakar et al., 2016) and the exact solution, when  $\alpha = 1$ .

$x$	$t$	Exact solution	Cq – HATM	HPM (Sakar et al., 2016)
0.25	0.25	0.0802515885	0.0804036458	0.0824381510
	0.50	0.1030450794	0.1041666666	0.1126302084
	0.75	0.1323125011	0.1357421874	0.1555175781
	1.00	0.1698926142	0.1770833334	0.2135416666

0.50	0.25	0.3210063542	0.3216145834	0.3297526040
	0.50	0.4121803178	0.4166666666	0.4505208335
	0.75	0.5292500042	0.5429687500	0.6220703125
	1.00	0.6795704570	0.7083333334	0.8541666665
0.75	0.25	0.7222642971	0.7236328126	0.7419433590
	0.50	0.9274057149	0.9375000000	1.0136718750
	0.75	1.1908125100	1.2216796870	1.3996582030
	1.00	1.5290335280	1.5937500000	1.9218750000

**Table 9.** Comparison of CSHPM solution with HPM (Sakar et al., 2016) and the exact solution, when  $\alpha = 1$ .

$x$	$t$	Exact solution	CSHPM	HPM (Sakar et al., 2016)
0.25	0.25	0.0802515885	0.0802408854	0.0824381510
	0.50	0.1030450794	0.1028645833	0.1126302084
	0.75	0.1323125011	0.1313476562	0.1555175781
	1.00	0.1698926142	0.1666666667	0.2135416666
0.50	0.25	0.3210063542	0.3209635417	0.3297526040
	0.50	0.4121803178	0.4114583333	0.4505208335
	0.75	0.5292500042	0.5253906250	0.6220703125
	1.00	0.6795704570	0.6666666667	0.8541666665
0.75	0.25	0.7222642971	0.7221679688	0.7419433590
	0.50	0.9274057149	0.9257812500	1.0136718750
	0.75	1.1908125100	1.1821289060	1.3996582030
	1.00	1.5290335280	1.5000000000	1.9218750000

**Table 10.** Comparison of absolute error between Cq-HATM, CSHPM, and HPM (Sakar et al., 2016) for Example 4.2 with  $\alpha = 1$ .

$x$	$t$	$t$			
		0.025	0.050	0.075	0.1
<b>Cq-HATM</b>	<b>0.25</b>	$1.61 \times 10^{-7}$	$1.28 \times 10^{-6}$	$4.31 \times 10^{-6}$	$1.01 \times 10^{-5}$
	<b>CSHPM</b>	$1.05 \times 10^{-9}$	$1.64 \times 10^{-8}$	$8.36 \times 10^{-8}$	$2.65 \times 10^{-7}$
	<b>HPM</b>	$1.97 \times 10^{-5}$	$8.00 \times 10^{-5}$	$1.82 \times 10^{-4}$	$3.27 \times 10^{-4}$
<b>Cq-HATM</b>	<b>0.50</b>	$6.46 \times 10^{-7}$	$5.14 \times 10^{-6}$	$1.72 \times 10^{-5}$	$4.06 \times 10^{-5}$
	<b>CSHPM</b>	$4.20 \times 10^{-9}$	$6.57 \times 10^{-8}$	$3.34 \times 10^{-7}$	$1.06 \times 10^{-6}$
	<b>HPM</b>	$7.90 \times 10^{-5}$	$3.20 \times 10^{-4}$	$7.29 \times 10^{-4}$	$1.31 \times 10^{-3}$
<b>Cq-HATM</b>	<b>0.75</b>	$1.27 \times 10^{-8}$	$1.15 \times 10^{-5}$	$3.87 \times 10^{-5}$	$9.13 \times 10^{-4}$
	<b>CSHPM</b>	$1.27 \times 10^{-8}$	$1.47 \times 10^{-7}$	$7.52 \times 10^{-7}$	$2.39 \times 10^{-6}$
	<b>HPM</b>	$1.28 \times 10^{-8}$	$7.20 \times 10^{-4}$	$1.64 \times 10^{-3}$	$2.95 \times 10^{-3}$



## 5. Results and Discussion

For the conformable time-fractional generalized Burgers equation (CTFGBE) with proportional delay, the graphs of the temperature  $w(x, t)$  which is obtained by Cq-HATM for different values of  $\alpha = 0.58, \alpha = 0.72, \alpha = 0.86$ , and  $\alpha = 1$  are drawn in Table 1. Table 2 depicts the graphs of the temperature  $w(x, t)$  acquired by CSHPM for different values of  $\alpha = 0.58, \alpha = 0.72, \alpha = 0.86$ , and  $\alpha = 1$ . In Table 3, the Cq-HATM solution for  $\alpha = 1$  is compared to the exact solution and the HPM solution in (Sakar et al., 2016). In the same way, Table 4 compares the CSHPM solution for  $\alpha = 1$  to the exact solution and the HPM solution in (Sakar et al., 2016). In Table 5, the difference between Cq-HATM, CSHPM, and HPM and the exact solution is calculated as the absolute error. The absolute error for Cq-HATM, CSHPM, and HPM are all almost the same, as shown in Table 5. Figure 1 shows 3D graphs of Cq-HATM solution, CSHPM solution, the exact solution, the absolute error for Cq-HATM, and the absolute error for CSHPM for  $\alpha = 1$ . The behavior of Cq-HATM and CSHPM solutions of CTFGBE is depicted in Figure 2 via 2D graphs for different  $\alpha$  values. For Eq. (71), the graphs of the temperature  $w(x, t)$  that Cq-HATM gets for different values of  $\alpha = 0.58, \alpha = 0.72, \alpha = 0.86$ , and  $\alpha = 1$  are shown in Table 6. In the same way, Table 7 shows graphs of the temperature  $w(x, t)$  evaluated by CSHPM for different values of  $\alpha = 0.58, \alpha = 0.72, \alpha = 0.86$ , and  $\alpha = 1$ . In Table 8, the Cq-HATM solution for  $\alpha = 1$  is compared to the exact solution and the HPM solution from (Sakar et al., 2016). In the same way, Table 9 compares the CSHPM solution for  $\alpha = 1$  to both the exact solution and the HPM solution in (Sakar et al., 2016). In Table 10, the absolute error is the difference between Cq-HATM, CSHPM, and HPM and the exact solution. It has been observed from Table 10 that the suggested methods generate considerably smaller errors than HPM. Figure 3 shows 3D graphs of the exact solution, the Cq-HATM solution, the CSHPM solution, the absolute error for Cq-HATM, and the absolute error for CSHPM of Eq. (71) when  $\alpha = 1$ . Figure 4 depicts the behavior of Cq-HATM and CSHPM solutions of Eq. (71) for various values of  $\alpha$  via 2D graphs.

## 6. Conclusion

In this paper, conformable time-fractional partial differential equations with proportional delay are analyzed by using Cq-HATM and CSHPM. Besides, the graphs of the solutions of these equations for the different  $\alpha$  values have been obtained in MAPLE software. It is observed that the general construction of the surface graphs generated by the Maple software, for Ex. 4.1 varies. It is observed that the general structure of the surface graphs generated by the Maple software, for Ex. 4.2, differs. It may be determined that the newly proposed methods for solving nonlinear conformable time-fractional partial differential equations with proportional delay are both beneficial and efficient.

## Authors' Contributions

All authors contributed equally to the study.

## Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.

## Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

## References

- Abazari, R., and Ganji, M. (2011). Extended two-dimensional DTM and its application on nonlinear PDEs with proportional delay. *International Journal of Computer Mathematics*, 88(8), 1749–1762.
- Abazari, R., and Kılıçman, A. (2014). Application of differential transform method on nonlinear integro-differential equations with proportional delay. *Neural Computing and Applications*, 24(2), 391–397.
- Abdeljawad, T. (2015). On conformable fractional calculus. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 279, 57-66.
- Ala, V. (2022). New exact solutions of space-time fractional Schrödinger-Hirota equation. *Bulletin of the Karaganda University Mathematics Series*, 107(3).
- Ala, V., and Shaikhova, G. (2022). Analytical Solutions of Nonlinear Beta Fractional Schrödinger Equation Via Sine-Cosine Method. *Lobachevskii Journal of Mathematics*, 43(11), 3033-3038.
- Alkan, A. (2022). Improving homotopy analysis method with an optimal parameter for time-fractional Burgers equation. *Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 4(2), 117-134.
- Baleanu, D., Diethelm, K., Scalas, E., and Trujillo, J. J., (2012). *Fractional Calculus: Models and Numerical Methods*. Boston, USA: World Scientific.
- Baleanu, D., Wu, G. C., and Zeng, S. D., (2017). Chaos analysis and asymptotic stability of generalized Caputo fractional differential equations. *Chaos Solitons Fractals*, 102, 99–105.
- Benattia, M. E., and Belghaba, K. (2021). Shehu conformable fractional transform, theories and applications. *Cankaya University Journal of Science and Engineering*, 18(1), 24-32.
- Biazar, J., and Ghanbari, B. (2012). The homotopy perturbation method for solving neutral functional-differential equations with proportional delays. *Journal of King Saud University-Science*, 24 (1), 33–37.
- Caponetto, R., Dongola, G., Fortuna, L., and Gallo, A., (2010). New results on the synthesis of FO-PID controllers. *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulation*, 15, 997–1007.
- Caputo, M., (1969). *Elasticità e Dissipazione*. Bologna, Italy: Zanichelli.
- Chen, X., and Wang, L. (2010). The variational iteration method for solving a neutral functional-differential equation with proportional delays. *Computers and Mathematics with Applications*, 59(8), 2696-2702.
- Debnath, L. (2003). Recent applications of fractional calculus to science and engineering. *International Journal of Mathematics and Mathematical Sciences*, 2003(54), 3413-3442.
- Esen, A., Sulaiman, T. A., Bulut, H., and Baskonus, H. M., (2018). Optical solitons to the space-time fractional (1+1)-dimensional coupled nonlinear Schrödinger equation. *Optik*, 167, 150–156.
- Gao, F., and Chi, C. (2020). Improvement on conformable fractional derivative and its applications in fractional differential equations. *Journal of Function Spaces*, 2020, 5852414.
- Gözütok, N. Y., and Gözütok, U. (2017). Multivariable conformable fractional calculus. arXiv preprint arXiv:1701.00616.

- Keller, A. A. (2010). Contribution of the delay differential equations to the complex economic macrodynamics. *WSEAS Transactions on Systems*, 9(4), 358–371.
- Kilbas, A. A., Srivastava, H. M., and Trujillo, J. J., (2006). *Theory and applications of fractional differential equations*. Amsterdam: Elsevier B.V.
- Khalil, R., Al Horani, M., Yousef, A., and Sababheh, M., (2014). A new definition of fractional derivative. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 264, 65-70.
- Liouville, J. (1832). Mémoire sur quelques questions de géométrie et de mécanique et sur un nouveau genre de calcul pour résoudre ces questions. *Ecole polytechnique*, 13, 71-162.
- Liu, D. Y., Gibaru, O., Perruquetti, W., and Laleg-Kirati, T. M., (2015). Fractional order differentiation by integration and error analysis in noisy environment. *IEEE Transactions on Automatic Control*, 60, 2945–2960.
- Maitama, S., and Zhao, W., (2019). New integral transform: Shehu transform a generalization of Sumudu and Laplace transform for solving differential equations. arXiv preprint arXiv:1904.11370.
- Mead, J., and Zubik-Kawal, B., (2005). An iterated pseudospectral method for delay partial differential equations. *Applied Numerical Mathematics*, 55(2), 227–250.
- Miller, K. S., and Ross, B., (1993). *An Introduction to Fractional Calculus and Fractional Differential Equations*. New York, NY: Wiley.
- Mittag-Leffler, G. M. (1903). Sur la nouvelle fonction  $E_\alpha(x)$ . *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences*, 137, 554-558.
- Podlubny, I., (1999). *Fractional Differential Equations*. New York, NY: Academic Press.
- Povstenko, Y., (2015). *Linear Fractional Diffusion-Wave Equation for Scientists and Engineers*. New York, NY: Birkhäuser.
- Prakash, A., Veerasha, P., Prakasha, D. G., and Goyal, M., (2019). A homotopy technique for fractional order multi-dimensional telegraph equation via Laplace transform. *The European Physical Journal Plus*, 134, 1–18.
- Riemann, G. F. B., (1896). *Versuch einer allgemeinen Auffassung der Integration und Differentiation*. Leipzig, Germany: Gesammelte Mathematische Werke.
- Sakar, M. G., Uludag, F., and Erdogan, F., (2016). Numerical solution of time-fractional nonlinear PDEs with proportional delays by homotopy perturbation method. *Applied Mathematical Modelling*, 40(13-14), 6639–6649.
- Singh, B. K., and Kumar, P., (2017). Fractional variational iteration method for solving fractional partial differential equations with proportional delay. *International Journal of Differential. Equations*, 2017, 5206380.
- Sweilam, N. H., Hasan, M. M. A., and Baleanu, D., (2017). New studies for general fractional financial models of awareness and trial advertising decisions. *Chaos Solitons Fractal*, 104, 772–784.
- Tanthanuch, J. (2012). Symmetry analysis of the nonhomogeneous inviscid Burgers equation with delay. *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulation*, 17(12), 4978–4987.
- Veerasha, P., Prakasha, D. G., and Baskonus, H. M., (2019a). Novel simulations to the time-fractional Fisher's equation. *Mathematical Sciences*, 13(1), 33-42.
- Veerasha, P., Prakasha, D. G., and Baskonus, H. M., (2019b). New numerical surfaces to the mathematical model of cancer chemotherapy effect in Caputo fractional derivatives. *Chaos*, 29, 013119.
- Wu, J., (1996). *Theory and Applications of Partial Functional Differential Equations*. New York, NY: Springer.
- Zubik-Kawal, B. (2000). Chebyshev pseudospectral method and waveform relaxation for differential and differential-functional parabolic equations. *Applied Numerical Mathematics*, 34(2-3), 309-328.
- Zubik-Kawal, B., and Jackiewicz, Z., (2006). Spectral collocation and waveform relaxation methods for nonlinear delay partial differential equations. *Applied Numerical Mathematics*, 56(3-4), 433–443.

## Efficiency Ranking of Journals in Turkey with DEA and DR/DEA Methods

Mervenur SÖZEN<sup>1\*</sup>, Çağlar SÖZEN<sup>2</sup>

### Abstract

Today, all countries publish many scientific studies in order to make progress in a scientific sense and plan for the future. Many criteria, such as impact factor, citation count, and article impact score, have been developed to measure, compare, and rank the quality of journals in which these studies are published. These criteria are used for purposes such as academic promotion, hiring, publication support, project support, and scholarships. It is extremely important to evaluate the quality standards of journals published in any field objectively in order to determine their quality and improve their standards. In this study, effective analysis was performed on certain journals published in Turkey using suitable input and output variables selected from these criteria. The efficiency scores of the journals were calculated using the Data Envelopment Analysis method and Discriminant Ratio Data Envelopment Analysis was applied. The journals were ranked according to the efficiency scores obtained. The efficiency scores obtained using Discriminant Ratio Data Envelopment Analysis were found to give better results in evaluating the performance of journals. In addition, the obtained efficiency scores were compared with the journal rankings given by Journal Citation Reports. As a result of this study, the importance of evaluating the performance of journals using objective criteria has once again been emphasized.

**Keywords:** Data Envelopment Analysis, Discriminant Ratio, Discriminant Ratio/Data Envelopment Analysis.

## VZA ve DO/VZA Yöntemleri ile Türkiye'deki Dergilerin Etkinlik Sıralaması

### Öz

Günümüzde tüm ülkeler, bilimsel anlamda ilerleme kaydetmek ve geleceğe yönelik planlamalar yapmak amacıyla birçok bilimsel çalışma yayınlamaktadır. Bu çalışmaların yer aldığı dergilerin niteliğini ölçmek, karşılaştırmak ve sıralamak amacıyla geliştirilen etki faktörü, atıf sayısı, makale etki puanı gibi birçok kriter geliştirilmiştir. Bu kriterler akademik yükseltme, işe alma, yayın destekleme, proje destekleri, burslar gibi amaçlar için kullanılmaktadır. Hangi alanda olursa olsun yayınlanan dergilerin kalite standartlarının belirlenip, niteliklerinin artması için objektif kriterlerle değerlendirilmesi son derece önemlidir. Bu çalışmada, Türkiye'de yayınlanan belirli dergiler ele alınarak, kriterlerden seçilen uygun girdi ve çıktı değişkenleriyle etkinlik analizi yapılmıştır. Veri zarflama analizi yöntemi ve diskriminant oranı veri zarflama analizi uygulanarak, dergilerin etkinlik skorları hesaplanmıştır. Elde edilen etkinlik skorlarına göre dergiler sıralanmıştır. Diskriminant oranı veri zarflama analizi yöntemi, dergilerin performansının değerlendirilmesinde daha iyi sonuçlar vermiştir. Ayrıca, elde edilen etkinlik skorları, Journal Citation Reports tarafından verilen dergi sıralamaları ile de karşılaştırılmıştır. Bu çalışma sonucunda, dergilerin performanslarının objektif kriterler kullanılarak değerlendirilmesinin önemi bir kez daha vurgulanmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Veri Zarflama Analizi, Diskriminant Oranı, Diskriminant Oranı/Veri Zarflama Analizi.

<sup>1</sup>Ondokuz Mayıs University, Department of Statistics, Samsun, Turkey, [mervenur.pala1@gmail.com](mailto:mervenur.pala1@gmail.com)

<sup>2</sup>Giresun University, Department of Finance and Banking, Giresun, Turkey, [caglar.sozen@giresun.edu.tr](mailto:caglar.sozen@giresun.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0001-5603-5382>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-3732-5058>

## 1. Introduction

In today's academic world, there is a significant emphasis on the publication of scientific research in academic journals. With the aim of increasing their publication records, researchers often submit their studies to journals that prioritize speed over quality. This trend, unfortunately, raises concerns about the overall quality of scientific research despite the increasing quantity. It is important to remember that the quality, accuracy, and reliability of scientific studies should be the top priority, as these are the factors that contribute to the advancement of knowledge in a particular field. Therefore, it is essential to utilize effective methods to evaluate the efficiency of scientific journals and their published research, enabling researchers, universities, and funding agencies to make informed decisions regarding academic promotion, hiring, publication support, project support, and scholarships.

There are many criteria for comparing the performance of academic journals. These criteria are impact factor, five-year impact factor, urgency index, self-factor score, number of articles, and article impact score. Impact Factor is a quantitative tool used to rank and compare journals. It shows the average frequency of articles referenced in a journal within a given year or period (Tamilselven and Balasubramanian, 2012). The five-year impact factor refers to the number of citations to the journal's articles published within five years to determine the longer-term impact of a journal (Sevinç and Zeren, 2015). The Immediacy index indicates the average number of citations in the year of publication of a journal. The self-factor score is a scoring system that shows the importance of a scientific publication. The self-factor score of a journal is a criterion that shows its contribution to the scientific world. The article impact score refers to the average impact score of a journal article within the scope of Journal Citation Reports (JCR) in the first five years after publication.

Determining the effectiveness of journals has been the subject of numerous studies in the literature. Mingers et al. (2012) proposed the use of the h-index as a measure of research quality for a journal. Tüselmann et al. (2015) employed DEA and Random Forests method to combine journal rankings, while Petković et al. (2015), Tüselmann et al. (2016), and Rosenthal and Weiss (2017) utilized DEA to rank journals. Vana et al. (2016) used paired comparisons and adaptive lasso estimators to rank journals, and Chen et al. (2021) used integer DEA for the same purpose. Liu (2020) evaluated journals using h-type indices and journal impact factor, and Dias and Kadziński (2022) derived Composite Indicators of Benefit of Doubt (BoD) from DEA for comprehensive rankings of journals.

Considering the criteria individually may be misleading in evaluating the performance of journals. Therefore, when evaluating the performance of journals, considering all the criteria at the same time allows us to obtain more reliable results. In this study, the Data Envelopment Analysis

(DEA) method was applied to the appropriate input and output variables selected from the criteria and the relative effectiveness scores of the journals were calculated. Then, new efficiency scores were obtained by Discriminant Ratio Data Envelopment Analysis (DR/DEA) method. The journals were ranked according to the efficiency scores obtained from DEA and DR/DEA. The obtained efficiency rankings were compared with the rankings in the JCR and the correlations between them were examined.

By combining various criteria and using robust evaluation methods, this study provides a more comprehensive and reliable assessment of the performance of academic journals. This can assist academics in selecting the appropriate journals to publish their research and help improve the overall quality of scientific publications.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Data Envelopment Analysis

DEA is a nonparametric efficiency measurement technique developed to measure the relative efficiency of Decision-Making Units (DMU) responsible for converting input to output (Ramanathan, 2003). This technique allows for determining how to effectively use the available resources to create the outputs of the DMUs (Yolalan, 1993).

In cases where it is difficult to convert a large number of inputs and a large number of outputs into a weighted input or output set, DEA is a mathematical programming-based technique that produces quite valid and meaningful results (Ulucan, 2000; Thanassoulis et al., 2004).

Suppose that  $n$  decision-making units ( $j = 1, \dots, n$ ) use different amounts of  $m$  inputs ( $i = 1, \dots, m$ ) to produce different  $s$  outputs ( $r = 1, \dots, s$ ). Let's assume that the DMU ( $j = 1, \dots, n$ ) uses different amounts of  $m$  inputs ( $i = 1, \dots, m$ ). Especially  $j$ -th DMU ( $DMU_j$ ),  $r$ -th when generating the  $y_{rj}$  amount of the output  $i$ -th consumes  $x_{ij}$  amount of the input. Suppose that  $x_{ij} \geq 0$ ,  $y_{rj} \geq 0$ , and also that each DMU has at least one positive input and positive output value. The DEA handles the observed inputs and outputs and selects the values of the input and output effects for a special DMU. In other words, efficiency DEA defines the ratio of the total effect of outputs to the total input effect (Luptacik, 2010).

In an observation set consisting of  $n$  number of DMUs using  $m$  number of inputs, producing  $s$  number of outputs, the ratio model for the input is expressed as follows.

$$\max \quad h_0(u, v) = \frac{\sum_{r=1}^s y_{r0} u_r}{\sum_{i=1}^m x_{i0} v_i}$$

$$\begin{aligned} \text{constraints } & \frac{\sum_{r=1}^s y_{rj} u_r}{\sum_{i=1}^m x_{ij} v_i} \leq 1 \quad j = (1, \dots, n) \\ & u_r \geq \varepsilon \quad r = (1, \dots, s) \\ & v_i \geq \varepsilon \quad i = (1, \dots, m) \end{aligned} \tag{1}$$

In the model,  $u_r$  represents the weight of the  $r$ -th output, and  $v_i$  represents the weight of the  $i$ -th input.

Where  $x_{ij} > 0$ ,  $j$ -th used by DMU in production  $i$ -th represents the amount of input. If  $y_{rj} > 0$ ,  $r$ -th obtained as a result of production shows the amount of output (Charnes et al., 1978).

When the (1) model is considered as a whole, it is seen that the ratio desired to be maximized in the objective function is also included in the constraints. Therefore, the value of the objective function should be  $0 < h_0 \leq 1$  (Lorcu, 2008). If  $h_0 = 1$  DMU is efficient, if  $h_0 < 1$  DMU is not efficient. Inefficient DMUs show lower performance compared to efficient ones, so the scores here are relative efficiency values.

## 2.2. Two Groups Discriminant Ratio Analysis

Classical two-group discriminant analysis (Morrison, 1976) does not distinguish between input and output variables. It determines a ratio function between the linear combination of the outputs and the linear combination of the inputs, rather than the linear combination of inputs and outputs expressed by an equation as in classical linear discriminant analysis. This ratio function may be similar to the efficiency ratio in DEA. However, while the weights given to inputs and outputs in DEA vary from unit to unit, common weights are used in the discriminant analysis of ratios. This means that discriminant analysis of ratios determines weights such that the ratio score function optimally discriminates between two groups of observations on a one-dimensional scale (efficiency and inefficiency units predicted by DEA (Sinuany and Friedman, 1998)).

Instead of the classical linear discriminant score, the ratio expressed below is used.

$$T_j = \sum_{r=1}^s u_r y_{rj} / \sum_{i=1}^m v_i x_{ij} \quad j = (1, \dots, n) \tag{2}$$

The average of the ratio score of the efficiency and inefficiency groups is expressed as follows.

$$\bar{T}_1 = \sum_{j=1}^{n_1} T_j / n_1 \tag{3}$$

$$\bar{T}_2 = \sum_{j=n_1+1}^n T_j / n_2 \tag{4}$$

$n_1$  and  $n_2$  are the number of efficiency and inefficiency units in the DEA model, respectively, and the weighted average of all units ( $n = n_1 + n_2$ ) is expressed as  $\bar{T} = (n_1\bar{T}_1 + n_2\bar{T}_2)/n$ .

Common weights  $v_i$  ( $i = 1, \dots, m$ ) and  $u_r$  ( $r = 1, \dots, s$ ), the between-group variance of  $T$   $SS_B(T)$ , and within-group variance of  $T$   $SS_W(T)$  ratio is found with the help of the following equations as maximum.

$$\max_{u_r, v_i} \lambda = \max_{u_r, v_i} \frac{SS_B(T)}{SS_W(T)} \quad (5)$$

$$SS_B(T) = \frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2} (\bar{T}_1 - \bar{T}_2)^2 \quad (6)$$

$$SS_W(T) = \sum_{j=1}^{n_1} (T_j - \bar{T}_1)^2 + \sum_{j=n_1+1}^n (T_j - \bar{T}_2)^2 \quad (7)$$

The objective function  $SS_B(D)/SS_W(D)$  is the well-known discriminant criterion and  $D$  is the linear combination of variables in classical discriminant analysis, where  $D$  is the ratio between two linear combinations ( $T$ ).

### 2.3 Discriminant Ratio Data Envelopment Analysis (DR/DEA)

In the DR/DEA method, which has a multi-stage process, firstly, the classical DEA method is used to separate the units as efficient and inefficient. In the second stage, two-group discriminant analysis of the combined ratios of inputs and outputs is applied to the two groups obtained from the previous stage. Then, based on the combined input and output weights, new efficiency scores  $j = (1, \dots, n)$  are obtained for each unit.

$$T_j = \frac{\sum_{r=1}^s u_r y_{rj}}{\sum_{i=1}^m v_i x_{ij}} \quad j = (1, \dots, n) \quad (8)$$

Thus, when scaling units, the rank of the highest scoring unit is 1, for example,  $R_{T(1)} = 1$ , and the rank of the lowest scoring unit is  $n$ , for example,  $R_{T(n)} = n$  (Sinuany-Stern and Friedman, 1998).

### 3. Findings and Discussion

The aim of this study was to evaluate the academic performance of 57 scientific journals published in Turkey within the Science Citation Index (SCI) and Emerging Sources Citation Index (ESCI) using objective criteria. To achieve this, the study utilized the DEA and DR/DEA methods, based on data from the Journal Citation Reports 2018. Output variables such as impact factor, five-year impact factor, urgency index, self-factor score, and article impact score were considered, while the number of articles was used as the input variable (Rosenthal and Weiss, 2017).



First, the efficiency scores of the journals were calculated by using the DEA method with the determined input-output variables. The weights given to the inputs and outputs obtained from DEA are as in Table 1.

**Table 1.** Weights given to inputs and outputs in DEA

Journals	u	v <sub>1</sub>	v <sub>2</sub>	v <sub>3</sub>	v <sub>4</sub>	v <sub>5</sub>
Atmospheric Pollution Research	0,0019	0	0,2175	0	128,93	0
Journal of Sports Science and Medicine	0,0020	0	0	0	238,09	0
Annals of Hepatology	0,0018	0	0	0,1859	203,74	0
Diagnostic and Interventional Radiology	0,0024	0	0,2736	0	162,20	0
Journal of Clinical Research in Pediatric Endocrinology	0,0030	0	0,3438	0	203,75	0
International Journal of Hematology and Oncology	0,0059	0	0,6818	0	381,67	0
Turkish Journal of Agriculture and Forestry	0,0022	0,1308	0	0	235,08	0
Turkish Journal of Earth Sciences	0,0055	0	0,9097	0	0	3,36
Turkish Journal of Botany	0,0021	0	0	0,2153	235,84	0
Balkan Medical Journal	0,0028	0	0	0,2725	298,56	0
Records of Natural Products	0,0027	0	0	0,3176	280,03	0
Turkish Journal of Chemistry	0,0021	0	0	0,2120	232,28	0
Turkish Journal of Gastroenterology	0,0021	0	0	0,2032	222,68	0
Anatolian Journal of Cardiology	0,0015	0	0	0,1504	164,80	0
Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences	0,0017	0	0	0,1699	186,15	0
New Perspectives on Turkey	0,0192	0	0	0	0	2,81
Turkish Journal of Biology	0,0018	0	0	0	212,50	0
Acta Orthopaedica et Traumatologica Turcica	0,0019	0	0	0	209,73	0
Turkish Neurosurgery	0,0012	0	0	0,1243	136,25	0
Joint Diseases and Related Surgery	0,0057	0,6135	0	1,7114	0	0
Turkish Journal of Hematology	0,0039	0	0	0,4583	404,12	0
Experimental and Clinical Transplantation	0,0012	0	0	0,1198	131,28	0
Turkish Journal of Zoology	0,0016	0	0	0	185,54	0
Turkish Journal of Field Crops	0,0053	0	0	0	605,51	0
Archives of Neuropsychiatry	0,0028	0	0	0	326,45	0
Hacettepe Journal of Mathematics and Statistics	0,0019	0	0	0,1914	209,69	0
Turkish Journal of Trauma & Emergency Surgery	0,0020	0	0	0	227,98	0
Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences	0,0008	0	0	0	93,0026	0
Turkish Journal of Psychiatry	0,0056	0	0	0	636,30	0
Turkish Journal of Medical Sciences	0,0008	0	0	0	100,55	0
Journal of International Advanced Otology	0,0029	0	0	0	328,35	0
Bulletin of Mikrobiyoloji	0,0030	0	0	0	341,29	0
Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University	0,0020	0	0	0,2445	215,59	0
Ecology	0,0082	0	0	0	0	0
Turkish Journal of Entomology	0,0049	0	0	0	554,80	0

Turkish Journal of Veterinary & Animal Sciences	0,0016	0	0	0	189,92	0
Turkish Journal of Mathematics	0,0019	0	0	0,1870	204,90	0
Education and Science	0,0017	0	0	0,1717	188,09	0
Turkish Journal of Pediatrics	0,0016	0	0	0	184,63	0
Psychiatry and Clinical Psychopharmacology	0,0158	0	0	0,7155	0	0
Journal of the Faculty of Veterinary Medicine, Kafkas University	0,0012	0	0	0,1202	131,76	0
Journal of Agricultural Sciences	0,0040	0	0	0	459,69	0
Anatolian Journal of Psychiatry	0,0024	0	0	0,2850	251,34	0
Veterinary Journal of Ankara University	0,0036	0	0	0	409,55	0
Turkish Journal of Biochemistry	0,0026	0	0	0	300,33	0
Journal of Thermal Science and Technology	0,0064	0	0	0	0	0
Turkish Journal of Psychology	0,0151	0	0	0	0	0
Archives of Rheumatology	0,0043	0	0	0,1968	0	0
Journal of Textile and Apparel	0,0036	0	0	0	0	0
Turkish Journal of Physical Medicine and Rehabilitation	0,0030	0	0	0	339,23	0
Journal of The Entomological Research Society	0,0060	0	0	0	0	0
Turkish Journal of Civil Engineering	0,0102	0	0	0,4600	0	0
International Relations	0,0074	0	0	0	0	0
Turkish Journal of Geriatrics	0,0035	0	0	0	0	0
TODAIE's Review of Public Administration	0,0082	0	0	0	0	0
Bilig	0,0038	0	0	0	0	0
Turkish Journal of Thoracic and Cardiovascular Surgery	0,0013	0	0	0	0	0

By considering the weights given to the inputs and outputs obtained from the first stage, the combined ratios of output and input variables, ratios based on the DR/DEA method, were calculated. Thus, effectiveness scores were obtained for each journal. Efficiency scores obtained from DEA and DR/DEA are as in Table 2.

**Table 2.** Efficiency scores from DEA and DR/DEA

Journals	DEA	DR/DEA
Atmospheric Pollution Research	1	0,5063
Journal of Sports Science and Medicine	1	0,5155
Annals of Hepatology	0,8393	0,4146
Diagnostic and Interventional Radiology	0,7595	0,3964
Journal of Clinical Research in Pediatric Endocrinology	0,79432	0,4182
International Journal of Hematology and Oncology	1	0,4044
Turkish Journal of Agriculture and Forestry	0,5867	0,2751
Turkish Journal of Earth Sciences	0,9948	0,4637
Turkish Journal of Botany	0,5291	0,2563
Balkan Medical Journal	0,4800	0,2433
Records of Natural Products	0,4687	0,2276
Turkish Journal of Chemistry	0,3106	0,1559
Turkish Journal of Gastroenterology	0,4245	0,2076
Anatolian Journal of Cardiology	0,3790	0,1741
Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences	0,3583	0,1664
New Perspectives on Turkey	1	0,7046

Turkish Journal of Biology	0,2851	0,1334
Acta Orthopaedica et Traumatologica Turcica	0,3925	0,1868
Turkish Neurosurgery	0,3283	0,1486
Joint Diseases and Related Surgery	0,3823	0,1810
Turkish Journal of Hematology	0,4968	0,2224
Experimental and Clinical Transplantation	0,3209	0,1459
Turkish Journal of Zoology	0,3732	0,1726
Turkish Journal of Field Crops	0,3219	0,1587
Archives of Neuropsychiatry	0,3139	0,1465
Hacettepe Journal of Mathematics and Statistics	0,3103	0,1420
Turkish Journal of Trauma & Emergency Surgery	0,2602	0,1202
Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences	0,1489	0,0657
Turkish Journal of Psychiatry	0,3065	0,1498
Turkish Journal of Medical Sciences	0,2304	0,1004
Journal of International Advanced Otolaryngology	0,3223	0,1535
Bulletin of Mikrobiyoloji	0,2326	0,1037
Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University	0,1293	0,0545
Ecology	0,4297	0,1444
Turkish Journal of Entomology	0,3005	0,1414
Turkish Journal of Veterinary & Animal Sciences	0,2187	0,0927
Turkish Journal of Mathematics	0,2853	0,1293
Education and Science	0,1398	0,0612
Turkish Journal of Pediatrics	0,2458	0,1020
Psychiatry and Clinical Psychopharmacology	<b>1</b>	0,3489
Journal of the Faculty of Veterinary Medicine, Kafkas University	0,1646	0,0702
Journal of Agricultural Sciences	0,2352	0,0963
Anatolian Journal of Psychiatry	0,1317	0,0483
Veterinary Journal of Ankara University	0,2177	0,0829
Turkish Journal of Biochemistry	0,1416	0,0537
Journal of Thermal Science and Technology	0,3333	0,0788
Turkish Journal of Psychology	0,7878	0,0860
Archives of Rheumatology	0,2392	0,0758
Journal of Textile and Apparel	0,1884	0,0527
Turkish Journal of Physical Medicine and Rehabilitation	0,1634	0,0606
Journal of The Entomological Research Society	0,3170	0,0978
Turkish Journal of Civil Engineering	0,5398	0,1078
International Relations	0,3851	0,0388
Turkish Journal of Geriatrics	0,1843	0,0277
TODAIE's Review of Public Administration	0,4297	0,0394
Bilig	0,1984	0,0301
Turkish Journal of Thoracic and Cardiovascular Surgery	0,0687	0,0143

The efficiency analysis involved the use of input-oriented CCR model to calculate the efficiency in DEA, which resulted in an efficiency value of 1 for Atmospheric Pollution Research, Journal of Sports Science and Medicine, International Journal of Hematology-Oncology, New Perspectives on Turkey, Psychiatry, and Clinical Psychopharmacology journals, indicating their effectiveness. However, to obtain a more comprehensive evaluation, the DEA and DR/DEA efficiency rankings were calculated. In the DEA efficiency ranking, journals with the same efficiency score were given the same sequence number, based on their effectiveness. On the other hand, the efficiency ranking with DR/DEA was based on the score of the unit with the highest rank being taken as 1, while the unit with the lowest score was ranked 57. The event rankings obtained and the journal rankings obtained from JCR are as in Table 3.

**Table 3.** DEA, DR/DEA and JCR rankings

<b>Journals</b>	<b>DEA</b>	<b>DR/DEA</b>	<b>JCR</b>
Atmospheric Pollution Research	1	3	1
Journal of Sports Science and Medicine	1	2	2
Annals of Hepatology	3	6	3
Diagnostic and Interventional Radiology	6	8	4
Journal of Clinical Research in Pediatric Endocrinology	4	5	5
International Journal of Hematology and Oncology	1	7	6
Turkish Journal of Agriculture and Forestry	7	10	7
Turkish Journal of Earth Sciences	2	4	8
Turkish Journal of Botany	9	11	9
Balkan Medical Journal	11	12	10
Records of Natural Products	12	13	11
Turkish Journal of Chemistry	29	22	12
Turkish Journal of Gastroenterology	15	15	13
Anatolian Journal of Cardiology	19	18	14
Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences	21	20	15
New Perspectives on Turkey	1	1	16
Turkish Journal of Biology	34	31	17
Acta Orthopaedica et Traumatologica Turcica	16	16	18
Turkish Neurosurgery	23	25	19
Joint Diseases and Related Surgery	18	17	20
Turkish Journal of Hematology	10	14	21
Experimental and Clinical Transplantation	26	27	22
Turkish Journal of Zoology	20	19	23
Turkish Journal of Field Crops	25	21	24
Archives of Neuropsychiatry	28	26	25
Hacettepe Journal of Mathematics and Statistics	30	29	26
Turkish Journal of Trauma & Emergency Surgery	35	33	27
Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences	48	46	28
Turkish Journal of Psychiatry	31	24	29
Turkish Journal of Medical Sciences	40	37	30
Journal of International Advanced Otolaryngology	24	23	31
Bulletin of Mikrobiyoloji	39	35	32
Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University	52	49	33
Ecology	14	28	34
Turkish Journal of Entomology	32	30	35
Turkish Journal of Veterinary & Animal Sciences	41	40	36
Turkish Journal of Mathematics	33	32	37
Education and Science	50	47	38
Turkish Journal of Pediatrics	36	36	39
Psychiatry and Clinical Psychopharmacology	1	9	40
Journal of the Faculty of Veterinary Medicine, Kafkas University	46	45	41
Journal of Agricultural Sciences	38	39	42
Anatolian Journal of Psychiatry	51	52	43
Veterinary Journal of Ankara University	42	42	44
Turkish Journal of Biochemistry	49	50	45
Journal of Thermal Science and Technology	22	43	46
Turkish Journal of Psychology	5	41	47
Archives of Rheumatology	37	44	48
Journal of Textile and Apparel	44	51	49
Turkish Journal of Physical Medicine and Rehabilitation	47	48	50
Journal of The Entomological Research Society	27	38	51
Turkish Journal of Civil Engineering	8	34	52
International Relations	17	54	53
Turkish Journal of Geriatrics	45	56	54
TODAIE's Review of Public Administration	13	53	55
Bilig	43	55	56
Turkish Journal of Thoracic and Cardiovascular Surgery	53	57	57

#### **4. Conclusions and Recommendations**

The study findings reveal the significance of employing various techniques to assess the efficiency of scientific journals, given that different methods can result in varying rankings. The DEA and DR/DEA approaches allow for a comprehensive and holistic evaluation of criteria, leading to more realistic outcomes. Looking at the order of scientific journals included in the study, Atmospheric Pollution Research is effective in DEA, while it is in third place in DR/DEA. While the Journal of Sports Science and Medicine is effective in DEA, it ranks second in the DR/DEA ranking. While the International Journal of Hematology-Oncology is effective in DEA, it is in seventh place in the DR/DEA ranking. While New Perspectives on Turkey is effective in DEA, it also ranks first in the DR/DEA ranking. While Psychiatry and Clinical Psychopharmacology is effective in DEA, it ranks ninth in the DR/DEA ranking.

DEA and DR/DEA methods, which are used in determining the efficiency rankings of scientific journals, allow the criteria to be handled and evaluated holistically and enable us to reach more realistic results.

The correlation value between the efficiency rankings obtained by DEA and DR/DEA method was obtained as 0.8156. The correlation value between JCR journal rankings and DEA effective rankings was 0.6053, and the correlation value between JCR journal rankings and DR/DEA efficiency rankings was 0.8885. Therefore, the relationship between efficiency rankings in DR/DEA method and JCR journal rankings is higher than the DEA efficiency ranking and better represents the journal ranking.

In conclusion, the study highlights the importance of using multiple methods to evaluate the efficiency of scientific journals, as different methods can lead to different rankings. By employing DEA, DR/DEA, and JCR journal rankings, a more comprehensive understanding of the efficiency of scientific journals can be achieved.

#### **Authors' Contributions**

All authors contributed equally to the study.

#### **Statement of Conflicts of Interest**

There is no conflict of interest between the authors.

#### **Statement of Research and Publication Ethics**

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

## References

- Charnes, A., Cooper, W.W., and Rhodes, E. (1978). Measuring the efficiency of decision making units. *European Journal of Operational Research*, 2(6), 429-444.
- Chen, K., Ren, X. T., and Yang, G. L. (2021). A novel approach for assessing academic journals: Application of integer DEA model for management science and operations research field. *Journal of Informetrics*, 15(3), 101176.
- Dias, L. C., and Kadziński, M. (2022). Meta-Rankings of Journals Publishing Multiple Criteria Decision Aiding Research: Benefit-of-Doubt Composite Indicators for Heterogeneous Qualitative Scales. In *Intelligent Decision Support Systems: Combining Operations Research and Artificial Intelligence- Essays in Honor of Roman Slowiński* (pp. 245-268). Cham: Springer International Publishing.
- Liu, Z. (2020). Evaluating Special Education Journals with H-type Indices and Journal Impact Factors. *Library Philosophy and Practice*, 1-14.
- Lorcu, F. (2008). Veri zarflama analizi ile Türkiye ve Avrupa Birliği ülkelerinin sağlık alanındaki etkinliklerinin değerlendirilmesi. (Doctoral dissertation, İstanbul Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü İşletme Anabilim Dalı). İstanbul.
- Luptacik, M. (2010). Mathematical optimization and economic analysis. Springer, New York.
- Mingers, J., Macri, F., and Petrovici, D. (2012). Using the h-index to measure the quality of journals in the field of business and management. *Information Processing & Management*, 48(2), 234-241.
- Morrison, D. F. (1976). *Multivariate Statistical Methods* (2nd edition). McGraw-Hill, New York.
- Petković, J., Jovanović, M., Jakšić, M. L., Marinković, S., and Djordjević, M. (2015). Ranking technology forecasting journals by using data envelopment analysis. *Management: Journal of Sustainable Business and Management Solutions in Emerging Economies*, 20(76), 49-61.
- Ramanathan, R. (2003). *An introduction to data envelopment analysis: A tool for Performance Measurement*. Sage Publications, New Delhi.
- Rosenthal, E. C., and Weiss, H. J. (2017). A data envelopment analysis approach for ranking journals. *Omega*, 70, 135-147.
- Sevinç, E. B., and Zeren, E. (2015). SSCI Kapsamındaki Dergilerin Kamu Yönetimi Alanına Katkısı Üzerine Bir Değerlendirme. *Optimum: Journal of Economics & Management Sciences/Ekonomi ve Yönetim Bilimleri Dergisi*, 2(2).
- Sinuanay-Stern, Z., and Friedman, L. (1998). DEA and the discriminant analysis of ratios for ranking units. *European Journal of Operational Research*, 111(3), 470-478.
- Tamilselven, N., and Balasubramanian, S. (2012). Journal impact factor (JIF) in digital era. *International Journal of Library and Information Science*, 1(1), 1-14.
- Thanassoulis, E., Portela, M. C., and Allen, R. (2004). Incorporating value judgment in DEA. In *Handbook on Data Envelopment Analysis* (pp. 119-147). Kluwer Academic Publisher, New York.
- Tüselmann, H., Sinkovics, R. R., and Pishchulov, G. (2015). Towards a consolidation of worldwide journal rankings—a classification using random forests and aggregate rating via data envelopment analysis. *Omega*, 51, 11-23.
- Tüselmann, H., Sinkovics, R. R., and Pishchulov, G. (2016). Revisiting the standing of international business journals in the competitive landscape. *Journal of World Business*, 51(4), 487-498.
- Ulucan, A. (2000). Şirket performanslarının ölçülmesinde veri zarflama analizi yaklaşımı: Genel ve sektörel bazda değerlendirmeler. *Hacettepe Üniversitesi İİBF Dergisi*, 18, 405-418.
- Vana, L., Hochreiter, R., and Hornik, K. (2016). Computing a journal meta-ranking using paired comparisons and adaptive lasso estimators. *Scientometrics*, 106, 229-251.
- Yolalan, R. (1993). İşletmeler Arası Görel Etkinlik Ölçümü. MPM Yayınları, Ankara.

## Biyomimetik Bir Yaklaşım ile $\beta$ -TCP/Kitosan için EPD Kaplama

Yasemin TABAK<sup>1\*</sup> 

### Öz

Bu çalışmada, biyomalzeme uygulamalarında kullanılmak üzere, elektroforetik kaplama yöntemi (EPD) ile fonksiyonel derecelendirilmiş  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı seramik altlık üzerine kaplama denemeleri yapılmıştır. Kaplama çözeltisi trikalsiyum fosfat (TCP), jelatin, kitosan, asetik asit ve su ile hazırlanmıştır. Çözeltinin hazırlanması Süspansiyon-1 ve Süspansiyon-2'nin hazırlanması şeklinde iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk olarak kitosan ve asetik asit 5 saat boyunca karıştırılmıştır. Buna paralel olarak TCP ve su 4 saat boyunca karıştırılmış, TCP ve su karışımına jelatin ilave edildikten sonra 1 saat daha karıştırılmıştır. Hazırlanan bu iki karışım birleştirilerek Süspansiyon 1 oluşturulmuştur. Ardından Süspansiyon 1 karışımı 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Süspansiyon 2'nin hazırlanması için ise TCP, jelatin ve su karışımı 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Güç kaynağının katot (-) kutbuna bağlanmış olan  $\text{Si}_3\text{N}_4$  malzeme ve anot kutbuna (+) bağlanmış olan paslanmaz çelik malzeme, birbirlerine paralel duracak şekilde kaplama çözeltisi içerisine daldırılmıştır. Sonrasında güç kaynağından 30 V voltaj uygulanarak kaplama uygulaması yapılmıştır. Kaplama esnasında çözeltilerin karıştırılmasına devam edilmiş olup; 3 farklı denemede hazırlanan kaplama uygulamalarında elektrotlar arası mesafe 0,5 cm, uygulama süresi sırasıyla 1 dk, 2dk ve 3dk olarak denenmiştir. Kaplanan numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan mikroyapı analizlerinde uygulama esnasındaki parametrelerin kaplama kalınlıklarına etkisi incelenmiştir. X-ışını difraksiyonu (XRD) ile kaplanmış ve kaplanmamış numuneler karşılaştırılmıştır. Yapay vücut sıvısı (SBF) içerisinde 21 gün bekletilen kaplanmış numunelerin SEM ve XRD analiz sonuçları irdelendiğinde biyouyumlu kaplamaların geliştirildiği görülmüştür. Kaplamalı numunelere yüzey pürüzlüğü, temas açısı ve FTIR analizleri yapılarak kaplamanın etkileri incelenmiştir. Yapılan analizler sonucu en iyi kaplama EPD-4 koduna sahip numune olduğu görülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** Elektroforetik kaplama, Silisyum nitrid, TCP, Kitosan.

## EPD Coating for $\beta$ -TCP/ Chitosan Using a Biomimetic Approach

### Abstract

In this study coating trials are carried out on a functionally graded  $\text{Si}_3\text{N}_4$  based ceramic substrate by electrophoretic deposition (EPD) method, for biomaterial applications. Coating solution is prepared in two stages, as Suspension 1 and Suspension 2, using tricalcium phosphate (TCP), gelatine, chitosan, acetic acid, and water. Initially chitosan and acetic acid are mixed for 5 hours, and TCP and water are mixed for 4 hours. The latter is mixed for 1 more hour after addition of gelatine. Suspension 1 is formed by combining these two mixtures which is then mixed for 2 hours. On the other hand, Suspension 2 is prepared by mixing TCP, gelatine and water for 2 hours. The  $\text{Si}_3\text{N}_4$  material is connected the negative terminal of the power supply as cathode and stainless steel material is connected to the positive terminal as anode. They are submerged into the coating solution as positioned parallel to each other. Coating process is carried out by applying 30 V potential between the electrodes that are kept 0,5 cm apart. Solution is continuously stirred during the process and three coating trials are carried out for 1, 2 and, 3 min. duration times. Coated samples are examined by scanning electron microscope (SEM) to investigate the effect of coating parameters on the coating thicknesses. X-ray diffraction (XRD) studies are performed to compare the coated and uncoated samples. Coated samples are kept in simulated body fluid (SBF) for 21 days and their SEM and XRD data revealed the achievement of biocompatible coatings. The effects of the coating were investigated by making surface roughness, contact angle and FTIR analyzes on the coated samples. As a result of the analyses made, it was seen that the sample with the best coating EPD-4 code.

**Keywords:** Electrophoretic deposition, Silicon nitride, TCP, Chitosan.

<sup>1</sup>TÜBİTAK Marmara Research Center, The Vice Presidency of Materials Technologies, Kocaeli, Türkiye, yasemin.tabak@tubitak.gov.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-4912-8828>

## 1. Giriş

Biyomimetik, doğal biyolojik sistemlerin yapısını ve işlevini taklit edebilen pratik malzeme ve sistemler tasarlamak için doğadan ilham alınan bilim alanıdır (Sarıkaya ve ark, 2003). Doğadaki modelleri inceleyerek var olan bu eşsiz tasarımlardan esinlenerek insanlığın problemlerine çözümler bulmaya çalışan bir bilim dalı (biyomimetik) olarak ortaya çıkmaktadır. Grekçede (Yunanca) bios (hayat) ve mimemisis (taklit) olarak nitelenmektedir. Biyomimetik bir dünyada, güneşi ve basit bileşikler kullanan hayvanlar ve bitkilerin yaptığı gibi, toprakta tamamen çözünebilir lifleri, seramikleri, plastikleri ve kimyasal maddeleri kullanarak üretim yaparız. Doğa her durumda, modeller sağlayacaktır; yapraklardan kopyalanan güneş pilleri, örümcek ağı tarzında örülmüş çelik lifler, sedeften yararlanılarak oluşturulmuş kırılmaz seramikler, çayırdaki yetişen uzun otlardan esinlenen uzun ömürlü tahıllar, hücreler gibi sinyal veren bilgisayarlar üretilmiştir. Biyomimetikler doğal dünyada neyin işlediğini ve daha da önemlisi neyin varlığını devam ettirdiğini keşfetmemizi sağlamamıza yaramaktadır (Benyus, 2022).

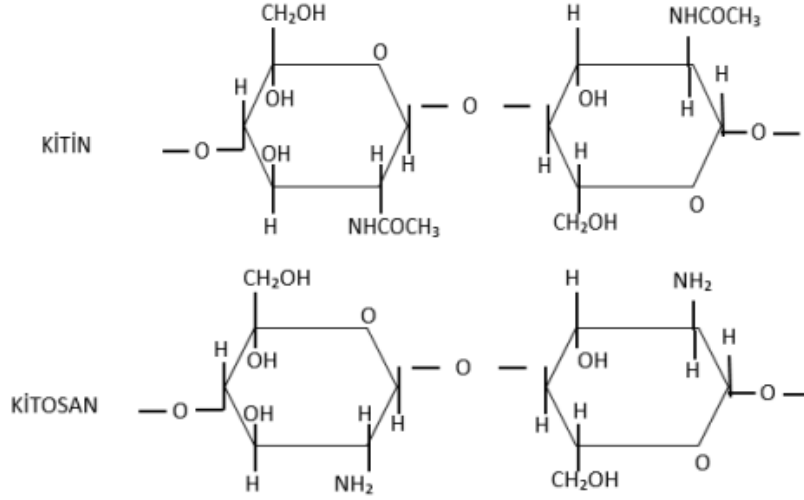
Sentetikten doğal polimerlere kadar birçok biyolojik olarak parçalanabilen plastik kaynağı vardır. Sentetik polimerler yenilenemeyen petrol kaynaklarından elde edilirken, polisakkaritler ve proteinler gibi doğal polimerler yıllık olarak yenilenebilir kaynaklardan büyük miktarlarda elde edilebilir (Zullo ve ark, 2009). Biyopolimerlerin yenilenebilir, ayrışabilir olmaları, doğada bol miktarda bulunmaları ve düşük maliyetle elde edilmeleri en büyük avantajlarıdır. Sentetik plastiklerin çevresel etkisini en aza indirebilecek biyopolimerlerin kullanımına artan bir ilgi var (Barbin ve ark, 2015). Son yıllarda çevre kirliliği ve küresel ısınmadan dolayı, petrokimyasal polimerlerden farklı olarak çevreye minimum zararı bulunan çevre dostu biyopolimerler üzerinde çalışılmakta ve bu konu geliştirilmektedir. Biyobozunur polimerlerin (biyopolimer) büyük miktarı organizmaların büyüme döngüleri sırasında kimyasal veya biyolojik olarak sentezlenmektedir.

Polisakkaritler arasında, selülozdan (yeryüzünde en çok bulunan biyopolimer) sonra, kitosan, geniş kapsamlı çevresel uygulamalar için tercih edilen ikinci biyopolimerdir (Abbasi ve ark, 2023). Kitosan da biyobozunur bir biyopolimer olup toksik olmaması, biyoyumlu olması ve doğal olarak elde edilebilmesi sebebi ile endüstriyel ve akademik alanlardaki birçok çalışma alanında yaygın olarak kullanılmaktadır (Cankaya, 2016).

Kitosan, doğada en çok bulunan ikinci polisakkarit olan kitinin deasetilasyonu sonucu elde edilmektedir. Kitin doğada, böcekler ve örümcekler gibi omurgasızların dış iskeletinde, fungi ve bazı alglerin ise hücre duvarlarında bulunmaktadır. Kitin, tekrarlayan N-asetil-D-glukozamin alt birimlerin bağı ile bağlanmasından oluşmuş bir homopolimerdir. Kitosan ise, N-glukozamin ve Nasetil glukozamin birimlerinin glikozidik bağları ile bir araya gelmesinden oluşan lineer bir polisakkarittir. Kitosan biyobozunurluk ve biyoyumluluk özelliklerine sahiptir. Bununla birlikte



antibakteriyel, antifungal ve yara iyileştirici gibi özelliklere de sahiptir. Kitosanın bozunma ürünleri toksik, antijenik ve kanserojenik değildir. Kitosan kemiğin hücre dışı matrisinin yapısında yer alan glikozamino glikanlara benzemektedir. Bu sebeple in-vitro ortamlardaki kemik doku mühendisliği uygulamalarında etkin bir şekilde kullanılmaktadır (Tunçay, 2013; Sunal 2015; Güven 2006) Şekil 1’de Kitin ve kitosanın kimyasal yapısı verilmiştir.



Şekil 1.Kitinin ve Kitosanın kimyasal yapısı. (Kurtuluş 2020)

Trikalsiyum fosfat (TCP) ise,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  kimyasal formülüne sahip olup; fizyolojik ortamda çözünebilen ve implantasyon sırasında kemik ile değiştirilebilen biyolojik olarak bozunabilir bir biyoseramiktir. TCP'nin en yaygın olanları  $\alpha$  ve  $\beta$  polifromlarıdır. TCP'nin Ca/P atomik oranı 1,50'dir (Gür 2018). B-trikalsiyum fosfat ( $\beta$ -TCP), en çok kullanılan ve güçlü sentetik kemik aşısı ikamesidir. Bu sadece osteokondüktif değil, aynı zamanda osteoindüktiftir (Bohner 2020). B-trikalsiyum fosfat ( $\beta$ -TCP,  $\beta$ - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ), kemik rejenerasyonu için en çekici biyomalzemelerden biridir ve  $\beta$ -TCP makrogözenekli yapı iskeleleri, hem hücre çoğalması hem de mekanik destek için çok umut vericidir (Somer, 2023). Jelatin ise, kolajen proteinlerinin hidrolitik ayrılması ile üretilen bir polipeptittir. Peptit bağları ile bir araya gelmiş 19 amino asitten oluşmaktadır. Trikalسيوم fosfat (TCP) seramikleri gözenekli ve emilebilen malzemelerden biridir. TCP in vivo olarak çözülebilen ve bifazik seramiklerde olduğu gibi biyorezorpsiyonu kolaylaştırabilen, biyolojik olarak emilebilir bir Ca-P'dir (Rey ve ark, 2017).

Doğal bir polimer olan jelatin, derinin, kemiklerin ve bağ dokusunun ana bileşeni olan bir protein olan doğal kolajenin kontrollü asit veya alkalın hidrolizi ile elde edilir (Jätariu ve ark, 2011). Jelatin, doğası bozulmuş kolajen olarak kabul edilir. Jelatin, denatüre olması nedeniyle nispeten düşük antijeniteye sahiptir ve kollajenden çok daha ucuzdur (Lien ve ark,2008). Son zamanlarda,

kombine jelatin ve kitosan malzemeleri, ilaç taşıyıcıları ve ilaç salımı gibi biyomedikal uygulamalarda ve doku mühendisliği yapı iskelelerinde büyük ilgi görmüştür (Wang ve ark, 2015).

Bu çalışmada kitosan,  $\beta$ -TCP ve sığır jelatini elektroforetik biriktirme tekniği yöntemi ile silisyum nitrür esaslı altık malzeme üzerine kaplanması üzerine çalışılmıştır. Elektroforetik biriktirme tekniği ilk olarak 1808 yılında Rus bilim adamı Ruess tarafından sudaki kil parçacıklarının elektrik alan etkisiyle meydana gelen hareketini gözlemlemesiyle keşfedilmiştir. EPD tekniğinin ilk pratik kullanımı ise ABD' de 1933 yılında bir platin katot üzerine toria parçacıklarının biriktirilmesiyle gerçekleştirilmiştir. 1980 li yıllarda ise EPD seramik alanında kullanılmaya başlamıştır (Bahçepınar, 2020). Elektroforetik biriktirme (EPD) esasen iki aşamalı bir süreçtir. İlk adımda, bir sıvı içinde asılı duran parçacıklar, süspansiyona bir elektrik alanı uygulayarak (elektroforez) bir elektrota doğru hareket etmeye zorlanır. İkinci adımda, parçacıklar elektrotlardan birinde toplanır ve üzerinde tutarlı bir tortu oluşturur. İşlemin yalnızca bir toz kompaktı verdiğine dikkat edilmelidir ve bu nedenle elektroforetik çökeltmeyi bir yoğunlaştırma adımı takip etmelidir. Bu kaplama için tamamen yoğun bir malzeme elde etmek için sinterleme veya kütleme gibi aşama gerekebilmektedir (Van der Biest, 1999). Literatürde EPD kaplama üzerine birçok çalışma olmasına rağmen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine EPD kaplanmasına yönelik az sayıda yayın mevcuttur.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine TCP-Kitosan EPD kaplanmasına yönelik ise çalışma bulunmamaktadır (Boccaccini ve ark., 2010, Esmaili ve ark., 2023, Uchiskoshi ve ark., 2000, Lessing ve ark., 2000, Varlık 2021, Simchi ve ark., 2009, Heise ve ark., 2019, Yamashita ve ark., 2002, Pishbin ve ark., 2014). Dolayısı ile biyoaktivitesi olan  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine  $\beta$ -TCP/kitosanın EPD yöntemi ile kaplanması yenilikçi bir çalışmadır. EPD kaplamanın kolay uygulanabilirliği ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine kaplamanın tutunabilirliği hücre büyümesi için elverişli ortam yaratacağından çalışmanın literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

## 2. Materyal ve Metot

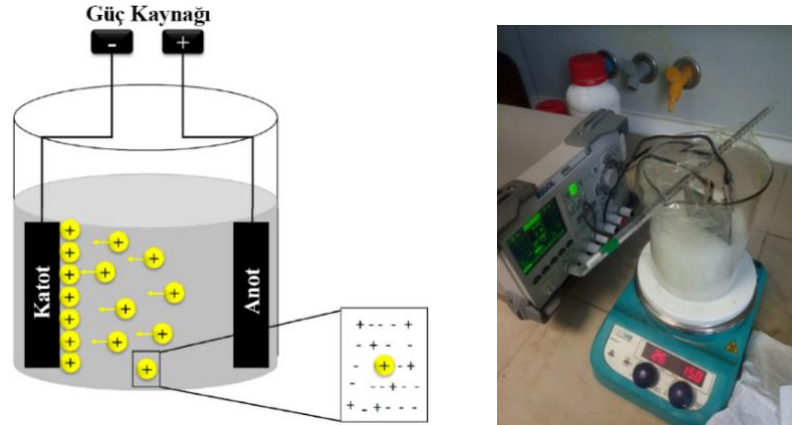
### 2.1. Materyal

Deneysel çalışmalar kapsamında başlıca kullanılan hammaddeler kitosan (Alfa Aesar™ Chitosan, 85% deacetylated) ,  $\beta$ -TCP ( $\geq\beta$  phase phase basis %98 Sigma-Aldrich), hücre kültürüne uygun özellikteki sığır jelatini (Sigma-Aldrich/TypeB BioReagent) ve asetik asettir.

### 2.2. Metot

Bu çalışmada, elektroforetik kaplama yöntemi (EPD) ile biyomalzeme uygulamalarında kullanılmak üzere fonksiyonel derecelendirilmiş  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı seramik altlık üzerine kaplama

uygulaması denenmiştir. Kaplama çözeltisi TCP, jelatin, kitosan, asetik asit ve su ile hazırlanmıştır. Çözeltinin hazırlanması süspansiyon-1 ve süspansiyon-2'nin hazırlanması şeklinde iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk olarak kitosan ve asetik asit 5 saat boyunca karıştırılmıştır. Buna paralel olarak TCP ve su 4 saat boyunca karıştırılmış, TCP ve su karışımına jelatin ilave edildikten sonra 1 saat daha karıştırılmıştır. Hazırlanan bu iki karışım birleştirilerek Süspansiyon 1 oluşturulmuştur. Ardından Süspansiyon 1 karışımı 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Süspansiyon 2'nin hazırlanması için ise TCP, jelatin ve su karışımı 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Güç kaynağının katot (-) kutbuna bağlanmış olan  $\text{Si}_3\text{N}_4$  malzeme ve anot kutbuna (+) bağlanmış olan çelik malzeme, birbirlerine paralel duracak şekilde kaplama çözeltisi içerisine daldırılmıştır. Sonrasında güç kaynağından 30 V voltaj uygulanarak kaplama uygulaması yapılmıştır. Kaplama esnasında çözeltilerin karıştırılmasına devam edilmiş olup; 3 farklı denemede hazırlanan kaplama uygulamalarında diyetolar arası mesafe 0,5 cm, uygulama süresi sırasıyla 1 dk, 2dk ve 3dk olarak denenmiştir. Kaplanan numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan mikroyapı analizlerinde uygulama esnasındaki parametrelerin kaplama kalınlıklarına etkisi incelenmiştir. Şekil 2'de TCP-Kitosan EPD kaplamanın gösterimi verilmiştir.



Şekil 2. TCP-Kitosan EPD kaplama gösterimi.

Süspansiyon 1'de 100 ml 'lik bir beher içerisinde reçetedeki miktarda kitosan ve asetik asit, manyetik karıştırıcı ile oda sıcaklığında 300 rpm hızda 5 saat karıştırılmış olup; 250 ml 'lik bir beher içerisinde reçetedeki miktarda TCP ve Su, manyetik karıştırıcı ile oda sıcaklığında 300 rpm hızda 1 saat karıştırılmıştır. Sonrasında bu karışıma reçetedeki miktarda jelatin ilave edilmiş ve 4 saat daha aynı şekilde karıştırılmıştır. İki ayrı beherde hazırlanan karışımlar 500 ml 'lik tek bir beherde birleştirilmiş, bu şekilde oluşturulan Süspansiyon 1, manyetik karıştırıcı ile oda sıcaklığında 300 rpm hızda 2 saat karıştırılmıştır. Tablo 1'de Süspansiyon 1'e ait reçete verilmiştir.

**Tablo 1.** Süspansiyon 1.

Malzeme	Miktar
Jelatin	0,032 gr
Kitosan	1,563 gr
TCP	2,344 gr
Asetik Asit	17,25 ml
Su	250 ml

Daha sonra süspansiyon 2 hazırlanmış olup 250 ml 'lik bir beher içerisinde reçetede ki miktarda TcP, Jelatin ve Su, önce manyetik karıştırıcı ile oda sıcaklığında 300 rpm hızda 2 saat karıştırılmıştır. Süspansiyon 2'ye ait reçete Tablo 2'de verilmiştir. Daha önce hazırlanmış olan Süspansiyon 1 ve Süspansiyon 2, 500 ml'lik tek bir beher içerisinde birleştirildi. Bu çözelti tüm numuneler için 19 saat süreyle oda sıcaklığında 300 rpm hızda manyetik bir karıştırıcı ile karıştırılmıştır.

**Tablo 2.** Süspansiyon 2.

Malzeme	Miktar
Jelatin	2,5 gr
TCP	2,5 gr
Su	250 ml

Kaplama malzemesi olarak kullanılan silisyum nitürür esaslı seramik parça UBE marka biyo grade nitelikte  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozu kullanılarak elde edilmiştir. XRD analiz sonucunda  $\alpha$  fazının yoğunlukta olduğu görülmekte olup; XRF analizinde ise ağırlıkça %39,938 N elementi, ağırlıkça %60,062 Si elementi varlığından bahsedilmektedir. Optimum koşullarda fonksiyonel derecelendirilmiş olarak üretilen silisyum nitürür esaslı altlığın biyoaktif kaplamasının yapılabilmesi için sinterleme işlemi yapılan numunenin kaplama öncesinde yüzey pürüzlülüğünün artırılarak adezyon kuvvetinin üzerindeki olumlu etkisi için Merck marka Ortofosforik Asit (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) (%85) kullanılmıştır. Numuneler ortofosforik asit içerisine atılmış ve 180°C kaynama noktasına kadar ısıtılmıştır. 1 saat kaynatılan ortofosforik asitle dağlama yapılan yüzeyler uygun sıcaklıkta destile su ile iyice durulanmış, daha sonra fırında 24 saat 200°C'de 1°C/dk hızda kurutulmuştur. Ardından asit uzaklaştırılmıştır.

Dağlama işlemi; ters akış soğutma yöntemiyle kurulan düzenekte gerçekleştirilmiştir. Ters Akış Soğutmalı Cihaz, sıvı konsantrasyonunun sabit tutulmasını sağlayan ısıtılmış bir sıvı sisteminden gaz buharlaşmasının suyla soğutulmasını sağlayan bir düzendir. Isı ölçerli manyetik karıştırıcı tablası, kristalizasyon kabı, cam balon, kondenser, ayaklıklılı tutucu, plastik hortum ve oyuncak balon kullanılarak sistem kurulmuştur. Isıtılan sıvı cam balona konur ve kondenser ile birleştirilmiş ve tutucuyla sabitlenmiştir. Kristalizasyon kabına silikon yağı, gliserin, sıvı parafin gibi bir sıvı dökülerek belli bir seviyeye kadar doldurulmuştur. Cam balonun ağzı bir tıpa ile kapatılmıştır. Şekil 3'de ters akış soğutmalı dağlama düzeneği ve kurutma işlemi gösterilmektedir.



**Şekil 3.** Kaplama öncesi numunelerin dağlanma ve kuruma aşaması.

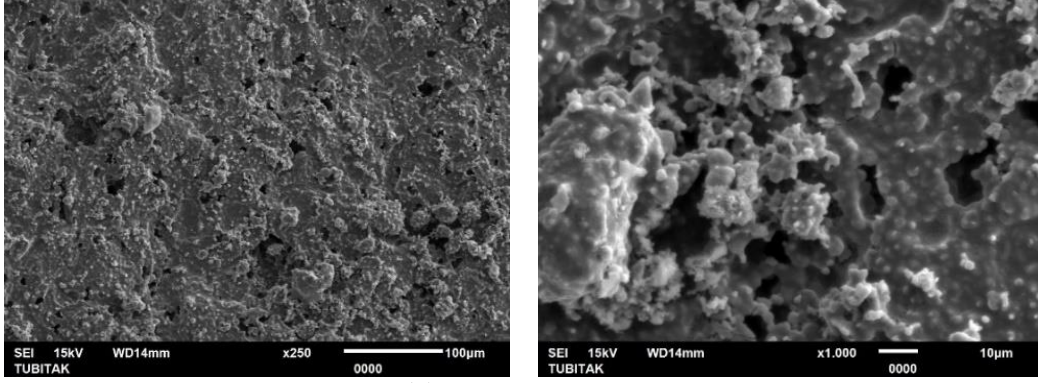
Kurutulan ve asit uzaklaştırılan numuneleri EPD yöntemiyle kaplanmak  $\beta$ -TCP, kitosan ve jelatin kaplaması için reçetedeki Süspansiyon 1 ve 2 ayrı beherlerde hazırlanarak birleştirilmiştir ve EPD karışımı hazırlanmıştır. Jelasyon oluşumu için 19 saat manyetik karıştırılmıştır. Reçete insan kemiğini taklit edecek şekilde ağırlıkça % 65 inorganik, % 35 organik bileşimler olacak şekilde geliştirilmiştir.  $\beta$ -TCP, HAP'a (Hidroksiapatit) göre 10 kat daha biyobozunabilir özelliktedir. Kitosan ise doğal polimer olup  $\beta$ -TCP ile biyoyumluluğu arttırmaktadır. Jelatin ise bir protein olup film oluşturma özelliğine sahiptir (Fang ve ark., 2019; Puvaneswary ve ark., 2016; Gómez-Estaca ve ark., 2011; Maji ve ark., 2018)

**Tablo 3.** 1.5X Hızlandırılmış SBF (Yapay Vücut Sıvısı) Reçetesi (Jalota ve ark., 2008)

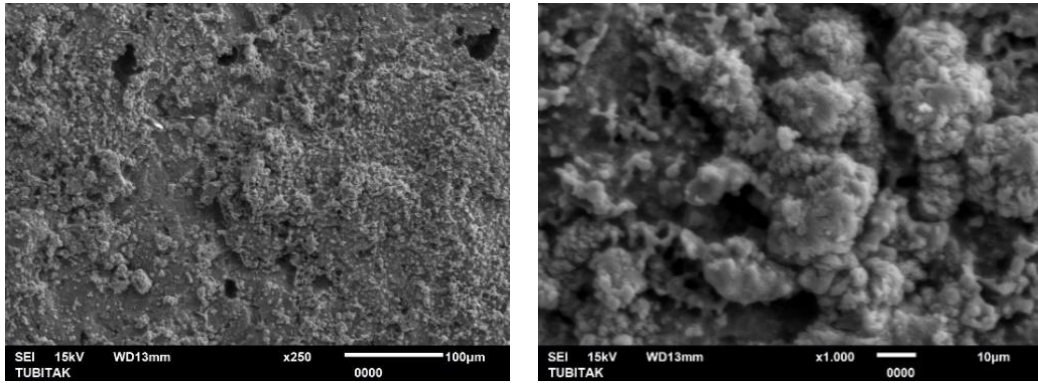
Sıra	Malzeme	Miktar
1	NaCl	9,8184 gr
2	NaHCO <sub>3</sub>	3,4023 gr
3	KCl	0,5591 gr
4	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,2129 gr
5	MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,4574 gr
6	1 M HCl	15 ml
7	CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,5513 gr
8	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,1065 gr
9	TRIS	9,0855 gr
10	1 M HCl	50 ml

### 3. Bulgular ve Tartışma

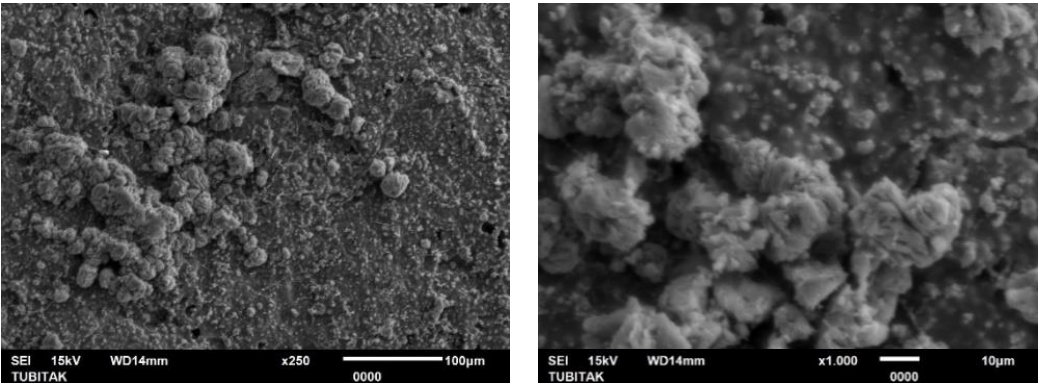
EPD ile  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı altlık üzerine yapılan  $\beta$ -TCP/kitosan 4 farklı kaplama denemesi yapılmıştır. Şekil 4'te (a) EPD-1, (b) EPD-2 ve (c) EPD-3 kaplamalarına ait SEM görüntüleri, Şekil 5'te EPD-4 nolu kaplamaya ait SEM görüntüleri verilmiştir.



(a) EPD-1 20V 1 dk



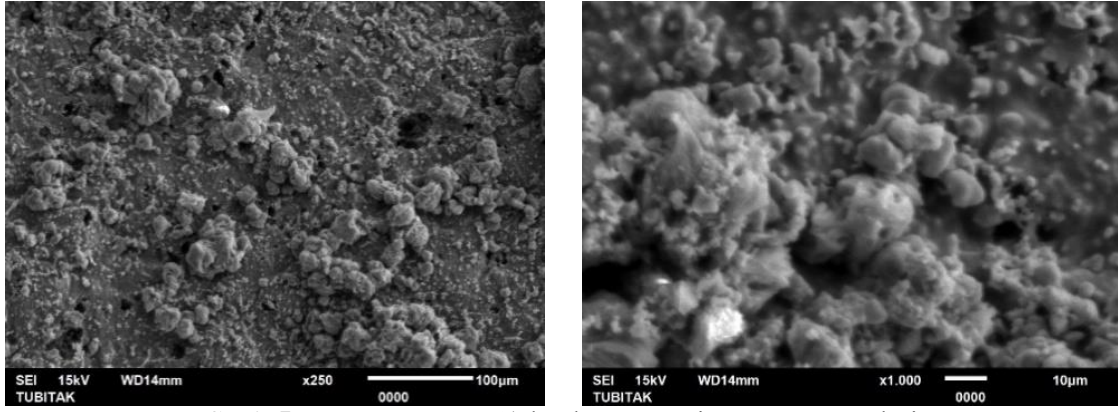
(b) EPD-2 30V 1 dk



(c) EPD-3 30V 2 dk

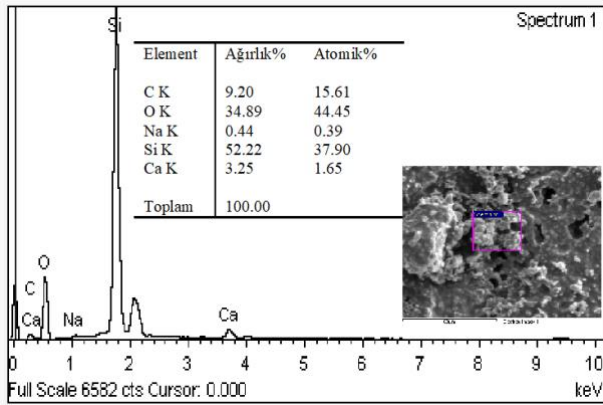
Şekil 4. (a) EPD-1, (b) EPD-2 ve (c) EPD-3 kaplamalarına ait SEM görüntüleri



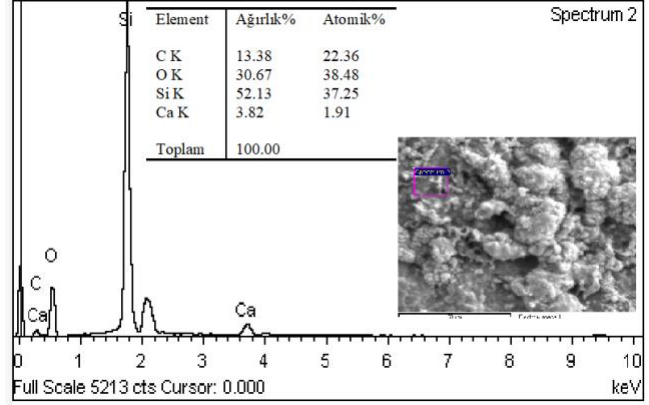


Şekil 5. EPD-4 (30V 3 dk) kaplamasına ait SEM görüntüleri

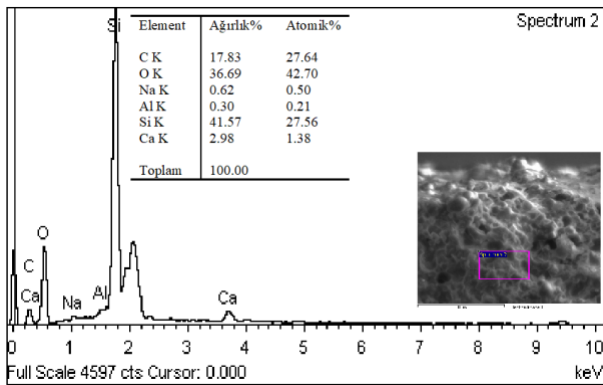
Elde edilen kaplamalar kendi aralarında kıyaslandıklarında EPD-4 kodu ile verilen 30V ile 3dk ile kaplanan  $\beta$ -TCP/kitosan esaslı EPD kaplamasının literatürdeki  $\beta$ -TCP-Kitosan oluşumuna ait görüntüler ile benzeşmekte olduğu görülmüştür. Dolayısıyla kaplamanın başarılı şekilde elde edildiği söylenebilir (Mina ve ark., 2015; Mahjoup ve ark 2014). Şekil 6'da ise kaplama numunelerine ait EDS sonuçları verilmiştir. EDS sonuçları genel olarak benzerlik göstermiş olsa da noktasal olarak analiz alındığı için lokal bölgelere göre miktarca yüzdelerde farklılıklar mevcuttur.



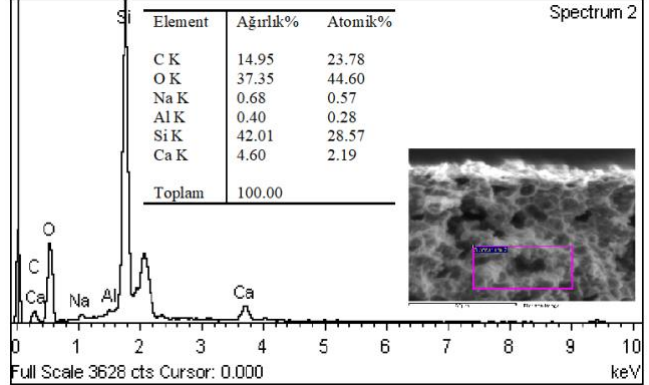
(a) EPD-2 20V 1 dk



(b) EPD-2 30V 1 dk



(c) EPD-3 30V 2 dk

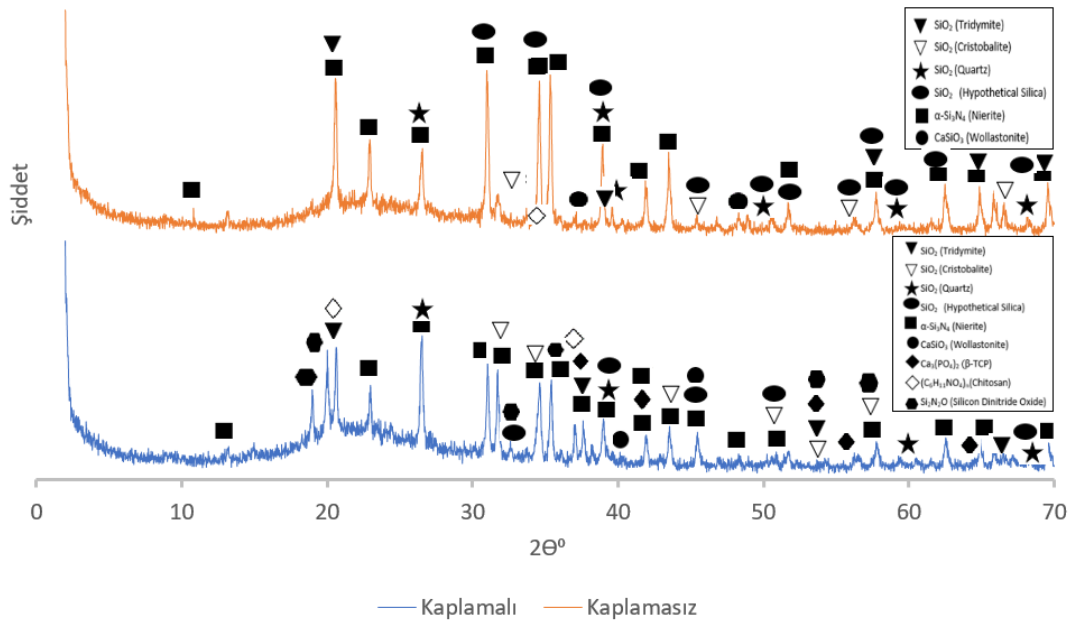


(d) EPD-3 30V 3 dk

Şekil 6. (a) EPD-1, (b) EPD-2 ve (c) EPD-3 (d) EPD-4 nolu kaplamalarına ait EDS sonuçları

Elde edilen EPD-4 nolu kaplamanın biyolojik olarak aktivitesini test etmek için insan kan plazmasını taklit eden iyon oranlarına sahip su bazlı çözelti olan SBF (Yapay Vücut Sıvısı); 1.5X şeklinde Tablo 3’te verilen reçeteye göre üretilmiştir. ile 21 gün boyunca hızlandırılmış yapay vücut sıvısı içinde tutulmuştur. Öncesinde ve sonrasında XRD testi yapılmıştır.

SBF sıvıları, biyoaktif yüzeyler üzerinde apatit mineralini oluşturma yeteneğine sahiptirler. Bu çalışmada, S. Jolata ve arkadaşları tarafından geliştirilen “1.5X Tas-SBF” olarak adlandırılan “hızlandırılmış” SBF hazırlanmıştır (Jalota ve ark., 2008). Hızlandırılmış SBF sıvısının hazırlanmasında Sodyum Klorit (NaCl), Sodyum Bikarbonat (NaHCO<sub>3</sub>), Potasyum Klorit (KCl), Dipotasyum Hidrojen Fosfat (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>), Magnezyum Klorit Hekzahidrat (MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O), Kalsiyum Klorür Dihidrat (CaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O) (Ekstra Saf), Sodyum Sülfat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (Susuz), TRIS (Hidroksimetil Aminometan), Hidroklorik Asit (HCl) ve destile su kullanılmıştır. SBF çözeltisi hazırlanırken ortam sıcaklığı 36-37 °C civarında tutulmuş ve pH kontrolü de gerçekleştirilmiştir. 1 lt SBF sıvısı hazırlamak için öncelikle 700 ml saf su 36 °C’ye ısıtılır ardından gerekli kimyasallar sırasıyla suya eklenerek ortam sıcaklığı ve pH kontrolüyle çözelti üzerine su eklenerek 1 lt’ye tamamlanır. Son olarak hazırlanan SBF sıvısının pH değeri 7.4’tür ve insan vücudunun pH değerine yakındır.



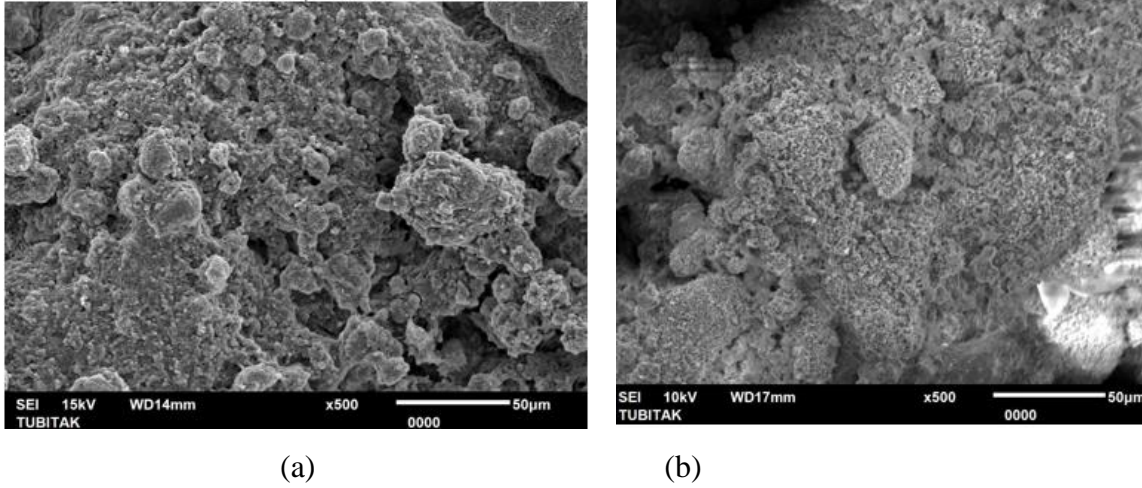
**Şekil 7.** SBF (Yapay Vücut Sıvısı) İçinde 21 Gün Bekletilmiş Kaplamalı (EPD-4) ve Kaplamasız Numuneye Ait XRD Analiz Grafiği

Kaplama sonrası numuneye XRD, 21 gün SBF’de bekleyen kaplamalı ve kaplamasız şahit numuneye numuneye XRD yapılmış olup XRD grafiği Şekil 7’de verilmiştir. SBF’de bekletilmiş kaplanmış ve kaplanmamış numunelerin XRD analizlerinin tümünde Tridimit, Kristobalit, Quartz,



Hypothetical Silica, Nierite ve Wollastonite gözlenmiş olup; kaplanmış ve SBF’de bekletilmiş numunelerde ise ekstra faz olarak  $\beta$ -TCP, Chitosan ve Silisyum Dinitrit Oksit ( $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ) gözlenmiştir.

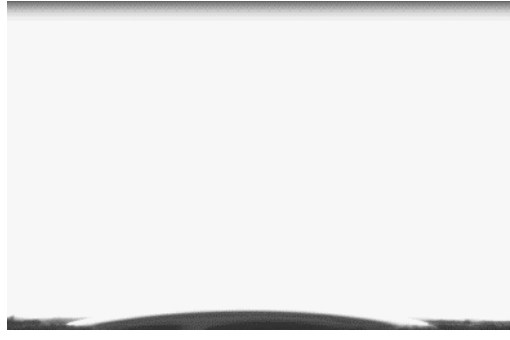
Şekil 8’da SBF’de 21 gün bekletilmiş EPD-4 kodlu kaplanmış (a) ve kaplanmamış (b) numunelere ait SEM görüntüleri görülmekte olup kaplanmış numunenin hücre büyümeye daha elverişli bir yapı oluşturduğunu söylemek mümkündür.



**Şekil 8.** SBF (Yapay Vücut Sıvısı) İçinde 21 Gün Bekletilmiş (a) Kaplanmış/EPD-4 (b) Kaplanmamış Numuneye Ait Farklı Büyütmelerde SEM Görüntüleri 500x

Ayrıca, yapı iskelelerinin hidrofiliği temas açısı yöntemi ile ölçülmüştür. Pürüzlü yüzeylerin ıslanabilirliği, hem kimyasal bileşim hem de katı yüzeyin geometrik yapısı ile kontrol edilebilecek önemli bir özelliktir. Bir sıvı damlası pürüzlü bir yüzeye temas ettiğinde, damlacık ya yayılır ya da bırakıldığı gibi kalır, her iki durumda da sıvı ile yüzey arasında bir açı oluşmaktadır. Temas açısı ölçümleri pürüzlü yüzeyin ıslanabilirliğini karakterize etmek için yaygın olarak kullanılmaktadır (Demir, 2019). Temas açısı ölçümleri Kruss DSA100 cihazı ile ölçülmüştür. En iyi ıslatma açısını veren numune de EPD-4 kodlu numune olup ortalama değer  $50,92 \pm 0,1$  olup literatür ile uyum göstermektedir (Siddiqui M.A, 2014).

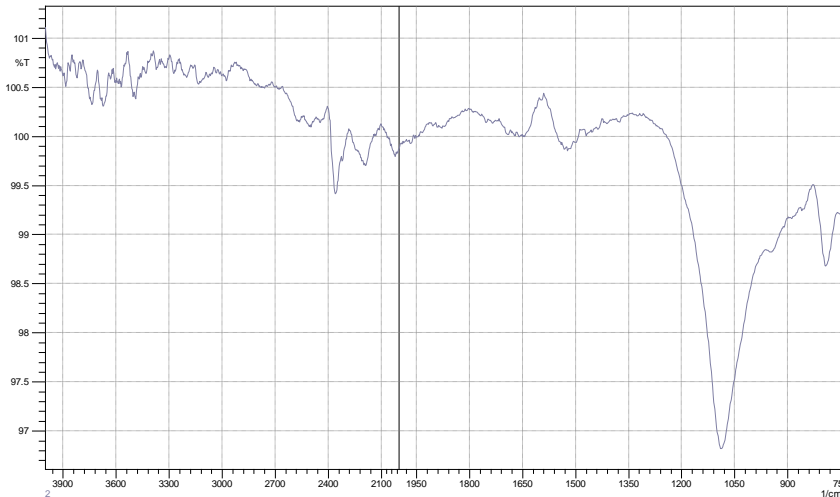
EPD-4 kodlu numuneye ait örnek ölçüm görüntüsü Şekil 9’da verilmiş olup hidrofilik karakter göstermektedir (Yuan ve Lee, 2013). Yüzeydeki damla temas açısı cihazının kamerası ile kaydedilmiştir ve kaydedilen görüntü kullanılarak yapı iskelelerinin temas açıları belirlenmiştir. Her bir iskele yüzeyi üzerinde 6 noktada analiz yapılmış ve sonuçta ortaya çıkan temas açısı görüntüleri ortalama değer olarak sunulmuştur. Kitosan-jelatin polimerik karışımlar için ise çapraz bağlama ve jelatin miktarı artışı ile hidrofilik davranışın arttığı, temas açılarının küçüldüğü görülmüştür (Hasırcı ve ark; 2010).



**Şekil 9.** EPD-4 nolu numunenin temas açısı ölçümü

Yüzey pürüzlüğünün ölçülebilmesi amacı ile DEKTAM 6M Stylus Profiler cihazında ölçüm yapılmıştır. Her bir numune için 6'şar ölçüm yapılmış olup en iyi yüzey pürüzlülüğü değeri EPD-4 kodlu numunede elde edilmiştir. EPD-4 kodlu numune için ortalama Ra değeri  $5,8 \pm 0,1$  olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü değerleri birbirleri ile uyumlu olup yüzey pürüzlülüğünün ıslatma açısı üzerine etkisi önemsiz seviyededir. Elde edilen yüzey pürüzlülük değeri doku uyumu için elverişlidir. Yüzey alanını artırması nedeni ile doku tutunmasına yardımcı olmaktadır (Qingfeng Z., ve ark., 2008).

FTIR analizi Shimadzu marka cihazda  $750-4000 \text{ cm}^{-1}$  bant aralığında gerçekleştirilmiştir. Şekil 10'da EPD-4'e ait FTIR grafiği verilmiş olup; daha literatürde önce  $\beta$ -TCP/kitosan ( $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2 + \text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4$ ) üzerine yapılmış olan analiz sonuçları ile benzerlik göstermektedir (Caicedo J.C. ve ark., 2020). Elde edilen FTIR sonuçları kaplamanın hücre tutunmasına olanak sağlayacak nitelikte olduğunu desteklemektedir (Zan Q. ve ark. 2007).



**Şekil 10.** EPD-4 kodlu kaplama numunesine ait FTIR grafiği

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Elde edilen kaplamalar kendi aralarında kıyaslandıklarında EPD-4 kodu ile verilen 30V ile 3dk ile kaplanan  $\beta$ -TCP/kitosan esaslı EPD kaplamanın literatürdeki  $\beta$ -TCP-Kitosan oluşumuna ait görüntüler ile benzeşmekte olduğu görülmüştür.

SBF'de bekletilmiş kaplanmış ve kaplanmamış numunelerin XRD analizlerinin tümünde Tridimit, Kristobalit, Quartz, Hypothetical Silica, Nierite ve Wollastonite gözlenmiş olup; kaplanmış ve SBF'de bekletilmiş numunelerde ise ekstra faz olarak  $\beta$ -TCP, Chitosan ve Silisyum Dinitrit Oksit ( $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ) gözlenmiştir.

Yapı iskelelerinin hidrofiliği temas açısı yöntemi ile ölçülmüştür. Her bir iskele yüzeyi üzerinde 6 noktada analiz yapılmış ve sonuçta ortaya çıkan temas açısı görüntüleri ortalama değer olarak sunulmuştur. En iyi ıslatma açısını veren numune de EPD-4 kodlu numune olup ortalama değer  $50,92 \pm 0,1$  olup literatür ile uyum göstermekte olup hidrofilik karakter göstermektedir. Kitosan-jelatin polimerik karışımlarda çapraz bağlama ve jelatin miktarı artışı ile hidrofilik davranışın arttığı, temas açılarının küçüldüğü görülmüştür.

Yüzey pürüzlülüğünün ölçülebilmesi amacı her bir numune için 6'şar ölçüm yapılmış olup en iyi yüzey pürüzlülüğü değeri EPD-4 kodlu numunede elde edilmiştir. EPD-4 kodlu numune için ortalama Ra değeri  $5,8 \pm 0,1$  olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü değerleri birbirleri ile uyumlu olup yüzey pürüzlülüğünün ıslatma açısı üzerine etkisi önemsiz seviyededir. Elde edilen yüzey pürüzlülük değeri doku uyumu için elverişlidir. Yüzey alanını arttırması nedeni ile doku tutunmasına yardımcı olmaktadır.

EPD-4'e ait FTIR grafiği verilmiş olup; daha literatürde önce  $\beta$ -TCP/kitosan ( $\beta$ - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 + \text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4$ ) üzerine yapılmış olan analiz sonuçları ile benzerlik göstermektedir. Elde edilen FTIR sonuçları kaplamanın hücre tutunmasına olanak sağlayacak nitelikte olduğunu desteklemektedir.

Literatürde EPD kaplama üzerine birçok çalışma olmasına rağmen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine EPD kaplanmasına yönelik az sayıda yayın mevcuttur.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine TCP-Kitosan EPD kaplanmasına yönelik ise çalışma bulunmamaktadır. Dolayısı ile biyoaktivitesi olan  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine  $\beta$ -TCP/kitosanın EPD yöntemi ile kaplanması yenilikçi bir çalışmadır. EPD kaplamanın kolay uygulanabilirliği ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  altık üzerine kaplamanın tutunabilirliği hücre büyümesi için elverişli ortam yaratacağından çalışmanın literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Bu çalışmanın gelecek aşamalarında ise MTT ve LDH testleri gibi biyolojik testlerin yapılarak biyolojik özelliklerinin değerlendirilmesi, Micro CT ve sıvı porozimetre analizlerinin yapılmasıyla birlikte gözeneklilik bakımından fonksiyonel derecelendirilmiş geçişin analizinin yapılması

öngörülmektedir. Ayrıca antibakteriyel özelliklerin belirlenmesi amacı ile ISO 22916 standardına göre testlerin yapılması planlanmaktadır.

### Teşekkür

TÜBİTAK MAM- Slovakya Bilimler Akademisi (SAS) ile uluslararası ikili iş birliği projesi olan "120N266" kodlu projeye teşekkürlerimi sunarım.

### Yazarların Katkısı

Bu çalışmada diğer yazarların katkısı bulunmamaktadır.

### Çıkar Çatışması Beyanı

Bu çalışmada işbirliği yapılan kişi ve şirketler arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### Kaynaklar

- Bohner, M. Santoni, B.L.G. Döbelin N., (2020).  $\beta$ -tricalciumphosphatefor bone substitution: Synthesisandproperties, *ActaBiomaterialia*, 113(1), 23-41<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.06.022>
- Somers N, Jean, F, Lasgorceix, M, Preux. N, Delmotte C , Boilet L , Petit, F, Leriche. A, (2023),Fabrication of doped  $\beta$ -tricalciumphosphatebioceramicsby Direct Ink Writing for bone repair applications, *Journal of the European Ceramic Society*, 43 (2), 629-638
- Kurtuluş, G. Vardar F., (2020), Kitosanın Özellikleri, Uygulama Alanları, Bitki Sistemlerine Etkileri, *Int. J. Adv. Eng. PureSci.*, 32(3): 258-269 DOI: 10.7240/jeps.635430
- Fang C.-H., Lin Y.-W., Sun J.-S., Lin F.-H., (2019), "The chitosan/tri-calcium phosphate biocomposite bone cement promotes better osteo-integration: an in vitro and in vivo study", *Journal of Orthopaedic Surgery and Research*, 14(162).
- Puvaneswary S., Talebian S., Raghavendran H. B., Murali M. R., Mehrali M., Afifi A. M., Kasim N. H. B. A., Kamarul T., (2015), "Fabrication and in vitro biological activity of TCP-Chitosan-Fucoidancomposite for bone tissue engineering", *Carbohydrate Polymers*, 134, 799-807.
- Gómez-Estaca J., Gómez-Guillén M.C., Fernández-Martín F., Montero P., (2011), "Effects of gelatin origin, bovine-hide and tuna-skin, on the propertiesof compound gelatinechitosan films", *Food Hydrocolloids*, 25, 1461-1469.
- Maji K., DasguptaS., PramanikK., BissoyiA., (2018), "Preparation and characterization of gelatin-chitosan-nano $\beta$ -TCP basedscaffold for orthopaedic application", *Materials Science & Engineering C*, 86, 83-94.
- Mahjoub H., Sarosi C., Orasan C, Saplontai P. A., SEM characterisation of a tricalcium phosphate – chitosan,-PMMA cement, (2014) *Key Engineering Materials* 1662-9795, 614, 47-51

doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.614.47

- Mina A., Castano A., CaiCedo J.C., Caicedo H.H., Aguilar Y., (2015), Determination of physical properties for  $\beta$ -TCP + chitosan biomaterial obtained on metallic 316L substrates, *Materials Chemistry and Physics* 160 296e307, <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2015.04.041>
- Jalota, S., Bhaduri S.B., Tas A.C., (2008), "Using a synthetic body fluid (SBF) solution of 27 mm HCO<sub>3</sub> to make bone substitutes more osteointegrative", *Mater. Sci. Eng. C*, 28, 129–140.
- Benyus, J.M., (2022). *Biyomimikri, İhamımı Doğadan Alan İnovasyon*. İstanbul, Vizyon Basımevi.
- Bahçepınar A. İ., (2020), EPD Yöntemi ile HA Kaplama İşleminde Kumlamının Kaplamanın Yüzey Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Manisa.
- Tunçay Ö.E., (2013), *Biyomimetik Yöntemle Bor Katkılı Doku İskelelerinin Geliştirilmesi ve Kemik Dokum Mühendisliğindeki Etkinliklerinin Araştırılması*, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara.
- Sunal E., (2015), *Development of Chitosan/Nanohydroxyapatite/Pcl Barrier Membranes for Periodontal Regeneration*, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara.
- Güven S., (2006), *Integrated Biomimetic Scaffolds for Soft Tissue Engineering*, Yüksek Lisans Tezi, Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Ankara.
- Gür V., (2018), *Farklı Sıcaklıklarda Üretilen Kobalt Katkılı Hidroksiapatitlerin Kristal Yapı ve Morfolojilerinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Elazığ.
- Van der Biest O.O., Vandepierre L.J., *Electrophoretic Deposition of Materials Annu. Rev. Mater. Sci.* 1999. 29, 327–52
- Çankaya N., Sökmen Ö., *Kitosan-Kil Biyonomkompozitleri*, *Politeknik Dergisi*, (2016). 19(3), 283-295.
- Sarikaya M., Tamerle, C., Jen A.Y., Schulten K., Baneyx F., *Molecular biomimetics: nanotechnology through biology. Nature Materials*, (2003), 2, 577–585 <https://doi.org/10.1038/nmat964>
- Zullo R., Iannace S., *The effects of different starch sources and plasticizers on film blowing of thermoplastic starch: Correlation among process, elongational properties and macromolecular structure*, *Carbohydrate Polymers*, (2009), 77(2), 376-383, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861709000307>
- Abbasi A., Khatoon F., Ikram S., *A review on remediation of dye adulterated system by ecologically innocuous "biopolymers/natural gums-based composites"*, *International Journal of Biological Macromolecules*, (2023), 231, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813023001162>
- Barbin, D. F., Valous, N. A., Dias, A. P., Camisa, J., Hirooka, E. Y., Yamashita, F., *VIS–NIR spectroscopy as a process analytical technology for compositional characterization of film biopolymers and correlation with their mechanical properties*, *Materials Science and Engineering: C*, (2015), 56, 274–279. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0928493115301648>
- Rey C., Combes C., Drouet C., Grossin D., Bertrand G., Soulié J., *1.11 Bioactive Calcium Phosphate Compounds: Physical Chemistry*, *Comprehensive Biomaterials II*, (2017), 1, 244-290 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035818101717>
- Jătariu (Cadinoiu) A.N., Popa M., Curteanu S., Peptu C.A., *Covalent and ionic co-cross-linking—An original way to prepare chitosan–gelatin hydrogels for biomedical applications*, *Journal of Biomedical Materials Research Part of A*, (2011), 98A(3), 342-350. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.33122>
- Lien S.M., Li W.T., Huang T.J., *Genipin-crosslinked gelatin scaffolds for articular cartilage tissue engineering with a novel crosslinking method*, *Materials Science and Engineering: C*, (2008), 28(1), 36-43, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0928493106003912>
- Wang Y., Guo X., Pan R., Han D., Chen T., Geng Z., Xiong Y., Chen Y., *Electrodeposition of chitosan/gelatin/nanosilver: A new method for constructing biopolymer/nanoparticle composite films with conductivity and antibacterial activity*, *Materials Science and Engineering: C*, (2015), 53, 222-228.
- Demir M., (2019), *Yönlendirilmiş Doku Rejenerasyonuna Yönelik PCL/Kitosan İçeren Formülasyonların Geliştirilmesi*, Yüksek Lisans Tezi, TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi
- Yuan, Y., & Lee, T. R. (2013). *Contact angle and wetting properties*. In *Surface science techniques*, 3-34. Springer Berlin Heidelberg.
- Siddiqui N., (2014), *Development of Chitosan Based Composite Matrices for Bone Tissue Engineering*, PhD Thesis, Biotechnology And Medical Engineering, National Institute Of Technology Rourkela, India.
- Hasırıcı N., Işıklı C., Küçükürhan A., *Kitosan (2010), Jelatin Yapıların Doku Mühendisliği Amaçlı 2-D ve 3-D Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Biyoyoumluluk Özelliklerinin İncelenmesi*, *Proje Raporu*

- Qingfeng Z., Wang C., Dong L., Cheng P., Tian J., (2008), Effect of surface roughness of chitosan-based microspheres on cell adhesion, *Applied Surface Science* 255(2):401–403, DOI: 10.1016/j.apsusc.2008.06.074
- Caicedo J.C., Caicedo H.H., Ramirez-Malule H., (2020), Structural and chemical study of  $\beta$ -Tricalcium phosphate-chitosan coatings, *Materials Chemistry and Physics*, 240, 122251.
- Zan Q., Wang C., Dong L., Liu R., Tian J., (2007), Preparation and Characterization of Biodegradable  $\beta$ -TCP-based Composite Microspheres as Bone Tissue Engineering Scaffolds, *Key Engineering Materials*, 1662-9795, 336-338, 1646-1649 doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.336-338.1646
- Boccaccini A. R., Keim S., Ma R., Li Y. and Zhitomirsky I., (2010), Electrophoretic deposition of biomaterials, *J. R. Soc. Interface* 7, S581–S613, doi:10.1098/rsif.2010.0156.focus.
- Esmaeili, Mohmmad Mahdi and Hassanzadeh Nemati, Nahid and Joupari, Morteza Daliri (2023), Surface Modification of Ti6Al4V Alloy with Si3N4/Nd Coating: Study of Microstructure, Hardness and Corrosion Behavior, [doi.org/10.2139/ssrn.4354242](https://doi.org/10.2139/ssrn.4354242)
- Uchiskoshi T., Fukada Y., Suziki T., Nicholson P.S., (2000), Fabrication of Silicon Nitride Ceramics by EPD, *Journal of Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 47, 9.
- Lessing P. A., Erickson A. W., Kuerth D. C., (2000), Electrophoretic deposition [EPD] applied to reaction joining of silicon carbide and silicon nitride ceramics, *Journal of Materials Science* 35, 2913 – 2925.
- Varlık Ö., TiB<sub>2</sub>-Kitosan Kompozitlerin EPD Yöntemi ile Kaplanmasının Araştırılması (2021), Yüksek Lisans Tezi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Eskişehir Eskişehir Teknik Üniversitesi.
- Simchi A., Pishbin F., Boccaccini A.R., Electrophoretic deposition of chitosan, (2009), *Materials Letters*, 63,26, 2253-2256.
- Heise S., Forster C., Heer S., Qi H., Zhou J., Virtanen S., Lu T., Boccaccini A.R., (2019), Electrophoretic deposition of gelatine nanoparticle/chitosan coatings, *Electrochimica Acta*, 307, 318-325.
- Yamashita K., Yonehara E., Ding X., Nagai M, Umegaki T., Matsuda M., (2002), Electrophoretic coating of multilayered apatite composite on alumina ceramics, *Journal of Biomedical Materials Research*,
- Pishbin F., Mourin V., Flor S., Kreppel S., Salih V., Ryan M.R., Boccaccini A.R., (2014), Electrophoretic Deposition of Gentamicin-Loaded Bioactive Glass/ Chitosan Composite Coatings for Orthopaedic Implants, [dx.doi.org/10.1021/am5014166](https://doi.org/10.1021/am5014166), *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 6, 8796–8806.

## Investigation of the Usability Limestone Sources for Production of Concrete in Çankırı, Türkiye

Houssein Hassan WABER<sup>1</sup>, Abdoulrazack Djama ABDILLAH<sup>2</sup>, Ahmet KAPLAN<sup>3</sup>,  
Başak VARLI BİNGÖL<sup>4</sup>, Ender SARIFAKIOĞLU<sup>5\*</sup>

### Abstract

In this study, the usability of limestone extracted from two different aggregate quarries located in Çankırı province as concrete aggregate was investigated. For this purpose, aggregate samples were taken from the two quarries and on the samples taken, sieve analysis, specific gravity, water absorption, bulk density, very fine material content, flakiness index, methylene blue, disintegration strength, abrasion resistance, freeze-thaw, alkali-silica reactivity, acid soluble sulfate and total sulfur tests were carried out. As a result, the results of the tests performed on aggregates obtained from the limestone quarries around Çapar village (Şabanözü, Çankırı), Seydiköy (Eldivan, Çankırı) and Doğu district (Korgun) were compared with the limit values given in the standards and the usability of these limestone as concrete aggregates was determined. According the tests performed on the aggregates it can be clearly seen that, that all properties of these aggregates are suitable according to the EN standards.

**Keywords:** Limestone, Quarries, Aggregate, Aggregate usability tests.

## Çankırı'da Bazı Kireçtaşı Agrega Kaynaklarının Betonda Kullanılabilirliğinin Araştırılması

### Öz

Bu çalışmada, Çankırı ilinde bulunan iki agrega ocağından çıkarılan kireçtaşlarının beton agregası olarak kullanılabilirliği araştırılmıştır. Bu amaçla iki ocağın agrega numuneleri alınmış ve alınan numuneler üzerinde elek analizi, özgül ağırlık, su emme, yığın yoğunluğu, çok ince malzeme içeriği, yassılık endeksi, metilen mavisi, parçalanma mukavemeti, aşınma direnci, donma-çözülme, alkali-silika reaktivitesi, asitte çözülebilen sülfat, toplam kükürt testleri yapılmıştır. Sonuç olarak, Çapar köyü (Şabanözü, Çankırı), Seydiköy (Eldivan, Çankırı) ve Doğu mahallesi (Korgun) agrega ocaklarından elde edilen agregalar üzerinde yapılan deneylerin sonuçları, standartlarda verilen sınır değerlerle karşılaştırılmıştır ve kireçtaşlarının betonda kullanılabilirliği belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Kireçtaşı, Taşocakları, Agrega, Agrega kullanılabilirlik testleri.

<sup>1</sup>Çankırı Karatekin University, Civil Engineering Department, Çankırı, Türkiye, [houshassan97@gmail.com](mailto:houshassan97@gmail.com)

<sup>2</sup>Çankırı Karatekin University, Civil Engineering Department, Çankırı, Türkiye, [a.razzack99@gmail.com](mailto:a.razzack99@gmail.com)

<sup>3</sup>Çankırı Karatekin University, Civil Engineering Department, Çankırı, Türkiye, [ahmetkapllan@gmail.com](mailto:ahmetkapllan@gmail.com)

<sup>4</sup>Çankırı Karatekin University, Civil Engineering Department, Çankırı, Türkiye, [basakvarlibingol@karatekin.edu.tr](mailto:basakvarlibingol@karatekin.edu.tr)

<sup>5</sup>Çankırı Karatekin University, Civil Engineering Department, Çankırı, Türkiye, [enders@karatekin.edu.tr](mailto:enders@karatekin.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0001-5929-4814>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-0243-0904>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0002-9303-9136>

<sup>4</sup><https://orcid.org/0000-0002-7934-7482>

<sup>5</sup><https://orcid.org/0000-0001-6930-000X>

## 1. Introduction

Concrete is the most used building material in the construction industry. It is obtained by adding water, binder (cement), aggregate and, if necessary, additives. Aggregate is present in the concrete in a very large proportion by volume (Akman, 1990; Poitevin, 1999).

In this period where the construction industry is developing rapidly, the need for concrete and therefore aggregate has increased considerably. It is known that it is very important in terms of the development of the country's economy and the development of existing resources. For that, the use of new aggregates resources has been researched by many researchers and presented to the use of the industry with positive results.

The properties of concrete, which has a non - homogenous internal structure, are determined by the materials that compose it. The quality of the aggregates, which account for approximately 75% of the concrete volume, has a significant impact on the performance and stability of the concrete. It is general knowledge that suitable aggregates must be used in order to produce quality concrete.

Considering the cost of concrete, the fact that aggregate is cheaper than cement makes aggregate a cost-effective and natural filler for concrete. It prevents the volume change of the concrete in the cement paste that hardens as aggregate, skeleton and filling material, increases its resistance against environmental effects and helps the concrete to reach the required strength with its own strength as well as its cheap cost. Limestone is mostly used as concrete aggregate (Koçabay, 1991; Yaşar and Erdoğan, 2003; Gezer, 2009; Tutmaz and Karaman, 2010; Altınsoy et al. 2017).

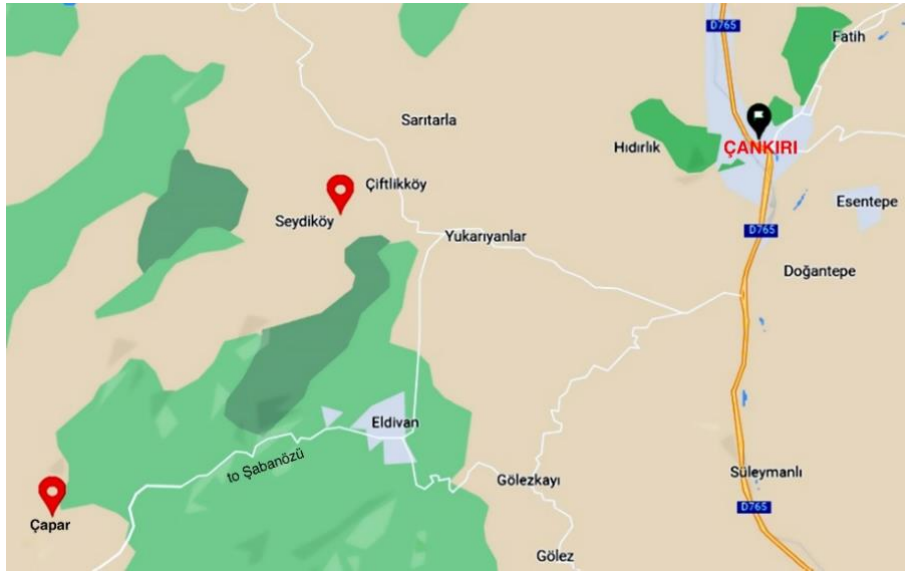
In this study, the conformity of the crushed stones produced in two different aggregate quarries in Çankırı province with the TS 706 EN 12620 concrete aggregates standard was investigated. The Seydiköy (Eldivan, Çankırı) limestone quarries are about 20 km from the center of Çankırı, 10 km from Eldivan while Çapar village (Şabanözü, Çankırı) limestone quarries are 30 km from Çankırı city center and 12 km from Şabanözü. The limestone quarries of Doğu district are in the Korgun surroundings, far of 20 km from Çankırı.

## 2. Geology Information

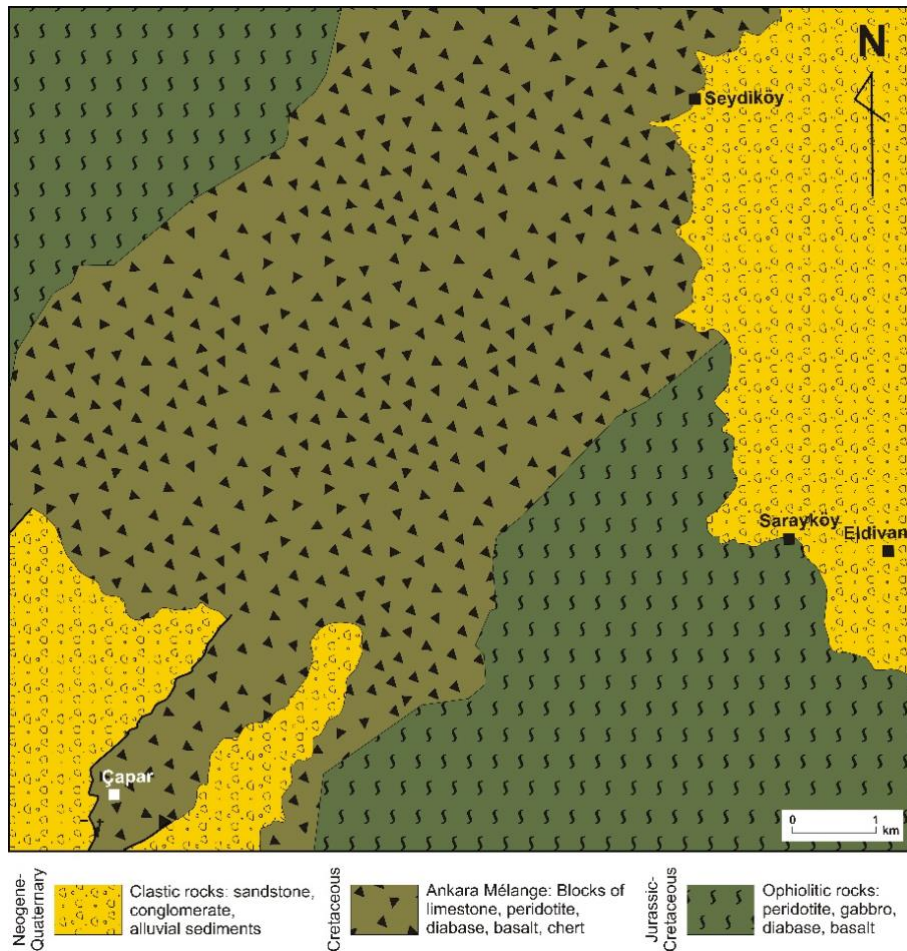
The Cretaceous aged Ankara Mélange is commonly observed around the cities of Çankırı-Çorum-Ankara. The quarries located in Eldivan and Şabanözü districts to the west-southwest of Çankırı were opened in the limestone (L) megablocks of the Ankara Mélange. The size of the limestone blocks ranges from a few meters to several kilometers. The Ankara Mélange also contains blocks of basalt (B), diabase, serpentinite (S) and chert (Figure 1-3). Limestone megablocks, in which



the quarries are located, are gray-light gray in color or light pinkish gray in color and have a massive appearance. It is cracked-fractured or karst cavities in places.



**Figure 1.** Location on the Seydiköy and Çapar quarries.



**Figure 2.** The map of general geology in the study area (simplified from Sarıfakıoğlu et al. 2011).



**Figure 3.** The blocks of Ankara Mélange (B: basalt, L: limestone, S: serpentinite, M: mudstone)

### 3. Materials and Method

#### 3.1. Materials

The samples used in the experiments were taken from quarries near Çapar village (Şabanözü, Çankırı), Seydiköy village (Eldivan, Çankırı) and Doğu district (Korgun). The Samples were procured in accordance with TS 706 EN 12620 standards. The location of the quarries from which the samples were taken is given in Figure 1 and the view of the quarry in the field is given in Figures 4 (a–d). The samples obtained from these aggregate quarries are symbolized as E-1 (Limestone from Şabanözü), E-2 (Limestone from Eldivan) and E-3 (Doğu district, Korgun) (Figure 4).





**Figure 4.** a) E-1 (Limestone aggregates from Şabanözü); b) E-3 (Limestone aggregates, Doğu district, Korgun); c) E-2 (Limestone aggregates from Eldivan)



**Figure 5.** a, b) Views of the Çapar village quarries; c, d) Views of the Seydiköy quarries.

### 3.2. Method

In the limestone quarry, the rocks blasted with dynamite and crushed by construction equipment are loaded onto dump trucks with loader crawler buckets and brought to the crushing-screening facility for size reduction and crushed for using in concrete.

In order to determine the physical, mechanical and chemical properties of the limestone aggregates to be used in preparing concrete specimens according to TS 706 EN 12620 standard. The physical, mechanical and chemical laboratory experiments of this study were carried out in the laboratories of Bulutsan Cement Factory (Çankırı). The laboratory experiments of this study and the standards for these experiments are presented in Table 1.



**Table 1.** Experiments and related standards

Name of the Experiments	Experiment Standards
Grain size distribution	TS EN 933-1
Grain density and water absorption rate	TS EN 1097-6
bulk density	TS EN 1097-3
Very thin material content	TS EN 933-1
Flakiness index	TS EN 933-3
Methylene blue	TS EN 933-9
Los Angeles experiment	TS EN 1097-2
Freeze and thaw resistance	TS EN 1367-1
Alkali silica reactivity (ASR)	TS 13516
Determination of acid-soluble sulfate	TS EN 1744-1
Determination of total Sulphur content	TS EN 1744-1

### 3.2.1. Grain Size Distribution (Sieve Analysis)

The aggregate pile contains grains of varying sizes. Granulometric or sieve analysis is used to evaluate how an aggregate pile should be arranged based on grain size (Figure 6). The granulometric composition indicates the percentage of the aggregate material whose dimensions are within certain limits. Granulometry has a great influence on concrete compaction, strength, durability and the volume of mixing water.



**Figure 6.** Sieve analysis for determining the particle size distribution.

### 3.2.2. Grain Density and Water Absorption Rate

It was made to determine the specific gravity and water absorption rates of the aggregate, which were realized in accordance with TS EN 1097-6 standards. It was carried out by the pycnometer method for aggregate grains. Three experiments were repeated in the laboratory, and the results are given in Table 3 for coarse and fine aggregates. In general, the weights of normal aggregates are 2.4-2.8 mg/m<sup>3</sup>; If the specific gravity is less than 2.4 mg/m<sup>3</sup>, they are light aggregates (Bahattin, 2000). The water absorption rate value is 0.3%-0.4% for coarse aggregate and 0.5%-1.2% for fine aggregate.

### 3.2.3. Bulk Density

It is performed to determine the bulk density value of dry aggregates, which was carried out in accordance with TS EN 1097-3 standards. It was repeated on three samples in the laboratory, and the results are given in Table 4. The coarse aggregates of 11.2-22.4 mm were found to be 1347 kg/m<sup>3</sup> for Çapar village and 1312 kg/m<sup>3</sup> for Seydiköy village. Fine aggregate between 0-4 mm was found to be 1596 kg/m<sup>3</sup> for Çapar village and 1420 kg/m<sup>3</sup> for Seydiköy village. Similar values were found for the aggregates in the Doğu district (Korgun) to those around Çapar village. Loose bulk density is closely related to the grain shape and density of the aggregate. As the rate of defective particles in the aggregate increases, the amount of void increases and the loose bulk density decreases. Since the porous aggregate will adversely affect the resistance of the concrete against external factors, the voids of the concrete can be reduced by making use of the intergranular void volume and the grain granulometry curve to prevent this.

### 3.2.4. Very Fine Material Content

The very fine material content is considered harmless if the total fine material content of the fine aggregate is less than 3% according to TS 706 EN 12620 or another value specified in accordance with the legislation applicable in the place where the aggregate is used. If the very fine material content reaches high ratios, it causes negative effects such as decrease in concrete strength, increase in water requirement in concrete, workability of concrete and shrinkage of concrete. It was carried out according to the method described in the TS EN 933-1 standard.

### 3.2.5. Flakiness Index

The shape of the aggregate particles directly affects the workability of fresh concrete. The upper limit for the flakiness index is 55% and aggregates are not permitted to exceed this value. Determination of the flatness index of aggregates is an important property for aggregates with a grain size between 4 mm and 80 mm. In order to determine the shape of the aggregate particles, the shape index test was carried out according to TS EN 933-3.

### 3.2.6. Methylene Blue

This test was carried out to determine the methylene blue index (MB) of fine aggregates and carried out in accordance with TS EN 933-9 standards. The methylene blue test is used to determine the amount of clay in the aggregate. The maximum value specified in this test, which only applies to fine aggregates, is 1.5%. The material above this value is considered to contain too much clay and cannot be used in the production of concrete. The value of methylene blue, which is the expression in grams of the dye consumed per kilogram, was found to be 25 ml for the Seydiköy village aggregate and 15 ml of methylene blue solution were sufficient to detect the presence of clay in the limestone sample from the Çapar village quarry (Figure 7).



**Figure 7.** The methylene blue test on investigated aggregates.

### 3.2.7. Los Angeles Test

This test was carried out to determine the fragmentation resistance of coarse aggregates, and was realized in accordance with TS EN 1097-2 standards. The wear of the coarse aggregate is determined by the Los Angeles machine using an abrasive load. According to the TS 706 EN 12620 standard in concrete aggregates, the abrasion resistance that occurs as a result of the rotation of the drum for 500 revolutions should be maximum 50%.

### 3.2.8. Freeze and Thaw Resistance

The determination of the resistance of the aggregate when exposed to freezing and thawing effects with Magnesium Sulphate ( $Mg_2SO_4$ ) solution was made in accordance with TS EN 1367-1 standards.

### 3.2.9. Alkali Silica Reactivity (ASR)

Alkali silica reactivity (ASR) is the reaction of reactive silica in concrete aggregates with hydroxyl and alkali ions in the pore solution of hydrated cement paste. This reaction causes the formation of alkali-silica gel, which expands under the influence of moisture in the concrete. Tensile stresses that occur as a result of expansion in concrete lead to cracking (Kambiz, 2013). The higher the alkali content of the concrete, the higher the ASR potential. The increase in ASR causes the effects of sulfate, natural frost, freezing and thawing to increase rapidly (Arslan, 2001).

Many standards have been developed for the determination of alkali-aggregate reactivity. Test Method: Determination of alkali-silica reactivity of TS EN 13516 aggregates by accelerated method of mortar sticks. The ASR test was carried out according to the ASTM C 1260-94 standard and evaluated according to the limitations given in the standard.

It has been carried out in accordance with TS EN 13516 standards and has been evaluated according to the limitations given in the standard.

- If the 16-day expansion is  $<0.1$ , the aggregate is harmless,
- Aggregate is potentially harmful if expansion over 16 days is  $>0.2\%$ ,
- Experiment if expansion over 16 days  $\leq 0.1\% - 0.2\% \geq$ . It is extended to 28 days and petrographic analysis of the aggregate should be done,

With experience, the elongation of limestone aggregates as a function of the expansion resulting from the reaction that can form with the cement paste has been determined.



### 3.2.10. Determination of Acid-Soluble Sulfate

The sulfates extracted from the aggregate test sample piece with dilute hydrochloric acid are determined by the gravimetric method. The sulfate ion content is expressed as a percent by mass of the aggregate. Sulphates in aggregates can cause damage to concrete. Under certain conditions, other sulfur compounds present in aggregates can be reduced in concrete to form sulfates. Acid-soluble sulphates have been determined according to TS EN 1744-1 standard.

### 3.2.11. Determination of Total Sulfur Content

An aggregate test sample piece is treated with bromine and nitric acid to convert the sulfur compound present to sulfates. The sulfates are precipitated as BaSO<sub>4</sub> and weighed. The sulfur content is expressed as a percentage by mass of the aggregate.

## 4. Results

### 4.1. Grain Size Distribution (Sieve Analysis)

The particle size distribution was carried out in accordance with TS EN 933-1 standards. The results of the particle size distribution of the aggregate samples are shown in Table 2. Following the sieving analysis, the granulometry curves of the aggregate to be used in the concrete were drawn (Figure 8). The particle size curves resulting from the sieve analysis are within the particle size curve limits of TS 706 EN 12620 standards. According to these results, it was determined that they are suitable for aggregates in terms of particle size.

**Table 2.** The results of particle size distribution of the aggregates from Çapar village (Şabanözü), Seydiköy (Eldivan) and Doğu district (Korgun).

Sieve size (mm)	Aggregate size (mm)				
	Şabanözü	Eldivan	Doğu district	Lower limit	Upper limit
31.5	100	100	100	100	100
22.4	89	89	99	78	100
16	80	84	83	75	90
11.2	63	69	69	55	78
8	55	59	57	46	66
5.6	47	51	45	40	59
4	40	44	36	34	52
2	30	34	27	22	40
1	17	24	20	14	30
0.5	11	18	15	8	24
0.25	6	10	11	5	18
0.063	3	4	6	0	7

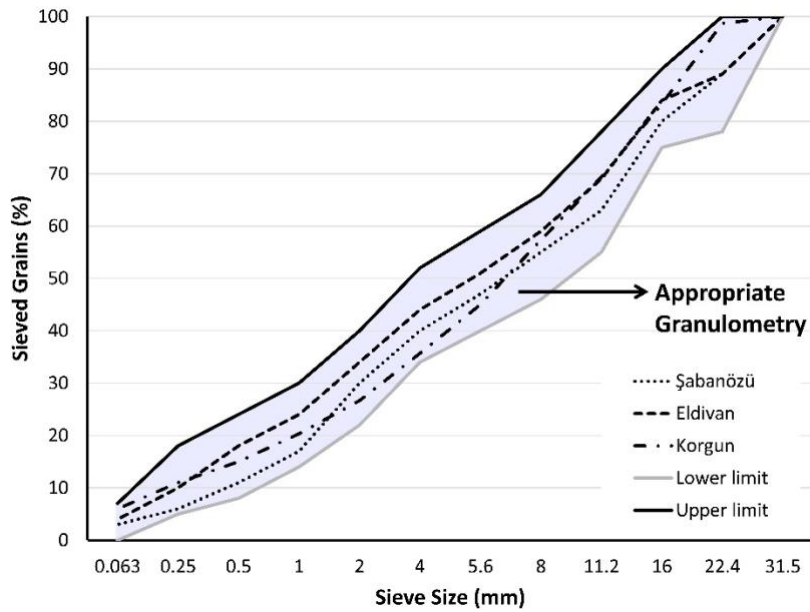


Figure 8. Sieve analysis curves.

#### 4.2. Grain Density and Water Absorption Rate

As a result of the tests, the following values were found, the specific gravity and water absorption rate were calculated by taking the average of these values, and then compared with the limit values given in the standards, the specific gravity and water absorption rate of the aggregates remained within the limit values. It shows that the aggregate is suitable according to TS EN 1097-6 Standards (Table 3).

Table 3. Specific gravity and water absorption rates of coarse and fine aggregates.

Quarry	Aggregate class (mm)	Specific gravity found ( $Mg/m^3$ )			Average	Found water absorption rate %			Average
		1. Experiment	2. Experiment	3. Experiment		1. Experiment	2. Experiment	3. Experiment	
Çapar	0-4	2.71	2.71	2.71	2.71	0.56	0.56	0.56	0.56
	4-12	2.73	3.19	3.06	2.99	0.43	2.09	0.10	0.86
	12-25	2.74	2.28	2.98	2.66	0.40	0.33	0.45	0.39
Seydiköy	0-4	2.81	2.70	2.74	2.75	0.67	0.50	0.50	0.55
	4-12	2.81	2.73	2.76	2.76	0.40	0.40	0.40	0.40
	12-25	2.80	2.75	2.77	2.77	0.50	0.23	0.23	0.32
Doğu district	0-4	2.81	2.80	2.81	2.81	1.43	1.46	1.44	1.44
	4-12	2.80	2.81	2.81	2.81	1.04	0.90	0.94	0.96
	12-25	2.80	2.80	2.80	2.80	0.71	0.65	0.54	0.63

#### 4.3. Bulk Density

The following values were found as a result of the three tests, and the average of these values are then compared with the limit values given in the standards and show that the aggregates comply with TS EN 1097-3 Standard (Table 4).

**Table 4.** Bulk density values.

Quarry	Aggregate Class (mm)	Results				Standard Requested (Kg/m <sup>3</sup> )
		1. Experiment	2. Experiment	3. Experiment	Average	
Çapar	0-4	1.596	1.598	1.595	1.596	<1.740
	11.2-22.4	1.347	1.347	1.348	1.347	<1.418
Seydiköy	0-4	1.420	1.420	1.420	1.420	<1.740
	11.2-22.4	1.312	1.312	1.312	1.312	<1.418
Doğu district	0-4	1.596	1.598	1.595	1.596	< 1.740
	11.2-22.4	1.347	1.347	1.348	1.347	<1.418

#### 4.4. Very Fine Material Content

The values found at the end of the very fine matter content test are given in Table 5. The contents of very fine materials were found to be f 1.5 for coarse aggregates and f 22 for fine materials, depending on the category concerned. As it is less than 4% in coarse aggregates and less than 22% in fine aggregates, they have therefore been found to comply with TS 706 EN 12620.

**Table 5.** Very fine material content value.

Quarry	Aggregate Class (mm)	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	0-4	18.25	22
	11.2-22.4	0.97	4
Seydiköy	0-4	15.09	22
	11.2-22.4	0.4	4
Doğu district	0-4	18.25	22
	11.2-22.4	0.97	4

#### 4.5. Flakiness Index

According to the test results, the flakiness index was found to be 14% for Çapar village, 14.6% for Seydiköy and 10% for Doğu district quarries. According to the test results, the determination of the flakiness index was found to be below the specified standard limit value and complies with TS EN 933-3 standards (Table 6).

**Table 6.** Values with flakiness index and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	14	15
Seydiköy	14.6	15
Doğu district	10	15

#### 4.6. Methylene Blue

As the limit value of methylene blue (MB) (%) is 1.5, this indicates that the aggregates do not contain fines. In addition, the low value of the very fine matter content supports the methylene blue result (Table 7).

**Table 7.** Methylene Blue found values and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	1	1.5
Seydiköy	0.6	1.5
Doğu district	2	1.5

#### 4.7. Los Angeles Test

Experiment results found that the Los Angeles coefficient was 25% for the Çapar village and Doğu district quarries and 30% for of Seydiköy quarries. According to TS EN 12620 standards, LA25 and LA30 categories were determined to be suitable. With these values, the limestone samples are under the limit values and the concrete can be used in production (Table 8).

**Table 8.** Los Angeles Test found value and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	25	50
Seydiköy	30	50
Doğu district	25	50

#### 4.8. Freeze and Thaw Resistance

The freeze-thaw resistance values of the sample with a size of 10-14 mm were found to be 2% on average for aggregates from Çapar village and Doğu district quarries and 4% on average for the Seydiköy aggregates. They are respectively in the F2 and F4 categories according to the TS EN 12620 standards. These values are less than or equal to the value of 4% specified as the upper limit in the standards (Table 9).

**Table 9.** The freeze-thaw resistance values and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	2	4
Seydiköy	4	4
Doğu district	2	4

#### 4.9. Alkali Silica Reactivity (ASR)

The average expansion rate over 16 days was found to be 0.063% for Çapar village and Doğu district aggregates and 0.023% for aggregates from the Seydiköy quarries according to the mortar stick test method. Since these expansion values are less than 0.1%, they are in the safe zone in terms of alkaline silica value (Table 10).

**Table 10.** Alkali silica reactivity test values and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	0.063	0.1
Seydiköy	0.023	0.1
Doğu district	0.063	0.1

#### 4.10. Determination of Acid-Soluble Sulfate

The acid-soluble sulfate content is 0.0425% for Çapar village and Doğu district quarries, 0.0011% for Seydiköy quarries by mass and are in AS02 category. The amount of sulphate soluble in acid should not exceed 0.8% by mass. In the evaluation made according to the TS 706 EN 12620 standard, the aggregates are suitable for use in terms of the amount of sulfate soluble in acid (Table 11).

**Table 11.** The acid-soluble sulfate test values and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	0.0425	0.8
Seydiköy	0.0011	0.8
Doğu district	0.0425	0.8

#### 4.11. Determination of Total Sulfur Content

Total sulfur was determined according to TS EN 1744-1 Article 11 and was found as 0.0452% for Çapar village and Doğu district, and 0.136% for Seydiköy aggregates. These values are below the 2% limit value given in TS 706 EN 12620 and are suitable for use in terms of sulfur content Table 12.

**Table 12.** Total sulfur test values and Standard limit.

Quarry	Result (%)	Standard Limit (%)
Çapar	0.0452	2
Seydiköy	0.136	2
Doğu district	0.0452	2

## 5. Discussion

Limestones are widespread in Turkey. The construction industry utilizes these natural resources for aggregates.

The usability of the aggregate types obtained from different sources within the borders of Çankırı province was examined in line with the standards. In this direction, the sieve analysis has shown that the aggregates from Eldivan is closer to the upper limit, specified in the specification. This shows that the fine aggregate ratio is higher than the aggregates obtained from other sources. All aggregates specific gravities are very close to each other. Significant differences are seen in the methylene blue test results. Aggregates from Doğu Distinct includes more clay and silt. The obtained values were found to be quite close to the other experiments.

Limestone aggregates from Ceyhan (Adana), Çelebili (Mersin), Hafik (Sivas) and Tokat regions were found to be suitable for concrete construction (Kocabay, 1991; Gezer, 2009; Yaşar and Erdoğan, 2003; Tutmaz and Karaman, 2010). The contribution of this study to the literature is to emphasize that the studied aggregate types can be used in concrete mixes.

## 6. Conclusions and Recommendations

In this study, in which the usability of the limestones around Çapar village (Şabanözü, Çankırı), Seydiköy village (Eldivan, Çankırı) and Doğu district (Korgun) as aggregate was investigated, it was determined that the physical, mechanical and chemical properties of the limestones were in accordance with the standards.

The results obtained from the study are summarized below:

- The densities of the limestone determined as a result of the tests were found to be: E-1: 2.66-2.71 mg/m<sup>3</sup>; E-2: 2.75-2.77 mg/m<sup>3</sup> and E-3: 2.81-2.80 mg/m<sup>3</sup>. They are deemed suitable according to TS EN 1097-6 standards.
- As a result of the experiment carried out in the study, the values of the water absorption rate of the limestone samples were: E-1: 0.39-0.56%; E-2: 0.32-0.55% and E-3: 0.63-1.44%. They are deemed suitable according to TS EN 1097-6 standards.
- Bulk Density values of the limestone sample were found to be: E-1: 1.347-1.596 mg/m<sup>3</sup>; E-2: 1.312-1.420 mg/m<sup>3</sup> and E-3: 1.347-1.596 mg/m<sup>3</sup>. They are deemed suitable according to TS EN 1097-3 standards.
- The Very Fine Material Content values of the limestone samples were found to be: E-1: 0.97-18.25%; E-2: 0.4-15.09% and E-3: 0.97-18.25%. They are deemed suitable according to TS EN 933-1 standard.

- The values of the flatness index of the limestone samples as a result of the experiment carried out in the study were found to be: E-1: 14.6%; E-2: 14% and E-3: 10%. They are deemed suitable according to TS EN 933-3 standards.
- The methylene blue values of limestone that we applied as a result of the experiment carried out in the study turned out to be: E-1: 0.6%; E-2: 1% and E-3: 2%. They are deemed suitable according to TS EN 933-9 standards.
- The Los Angeles shear strength (LA) values of the limestone sample were found to be: E-1: 25%; E-2: 30% and E-3: 25%. They are deemed suitable according to TS EN 1097-2 Standards.
- The Freeze-Thaw Resistance value of the limestone sample we applied was found to be: E-1: 2%; E-2: 4% and E-3: 2%. They are deemed suitable according to TS EN 1367-1 Standards.
- The Alkali-Silica Reactivity value of the limestone sample was found to be: E-1: 0.063%; E-2: 0.023% and E-3: 0.063%. They are deemed suitable according to TS 13516 Standards.
- Acid Soluble Sulphate value of the limestone sample was found to be: E-1: 0.0452%; E-2: 0.0011% and E-3: 0.0452%. They are deemed suitable according to TS EN 1744-1 Standards.
- The Total Sulfur value of the limestone sample we applied was found to be: E-1: 0.0452%; E-2: 0.136% and E-3: 0.00452%. They are deemed suitable according to TS EN 1744-1 Standards.

According to the standards, it is proved that two different aggregate quarries located in Çankırı province are usable in concrete mixes. Additional studies can be addressed as comparison of the strength of mixtures prepared by aggregates that is from disparate quarries. Thus, the strength in the concrete mixture will be more clear. However, the feasibility of using materials obtained from the construction waste as an alternative to new aggregate sources may also investigate in future studies.

### **Acknowledgment**

We would like to thank BULUTSAN Cement Factory (Çankırı) for the opportunities provided to carry out laboratory experiments during this study. We would like to thank Selin Kalkan, Editor of The Black Sea Journal of Sciences, and two referees for improving the manuscript.

## Authors' Contributions

All authors contributed equally to the study.

## Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.

## Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

## References

- Akman M.S. (1990). *Yapı Malzemeleri*. İTÜ İnşaat Fakültesi yayını, sayı.1408, İstanbul, 162s.
- Altınsoy, F., Karahan, N. Ş., Çankaya, R. ve Karabayır, A. (2017). *Çanakkale Elmacık yöresi kalker taşlarının beton agregası olarak uygunluğunun araştırılması*. Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 3(1): 48-58.
- Arslan, M. (2001). *Beton (Dökümü, kalıpları, kusurları, dayanıklılığı)*. İstanbul: Atlas Yayınları.
- Bahattin, K. (2000). *Betonun dayanım ve durabilitesini sağlayan parametreler*. Mühendislik Bilimleri Dergisi, 6, 78-85.
- Gezer, B. B. (2009). *Mersin İli Çelebili Köyü İçmeler Mevkiinde Yüzeyleyen Kireçtaşlarının Beton Ve Asfalt Agregası Olarak Kullanılabilirliğinin İncelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Kocabay, N. 1991. *Sivas-Hafik Ocağındaki Agreganın Beton Yapımında Kullanılabilirliğinin Araştırılması*. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 40 s.
- Kambiz, R. (2013). *Betonda alkali-silis reaksiyonu bir derleme (Çağrılı Bildiri)*. Beton 2013 Hazır Beton Kongresi, (pp. 289-311). İstanbul.
- Poitevin, P. (1999). *Limestone aggregate concrete, usefulness and durability*. Cement and Concrete Composites, 21: 89-97.
- Sarıfakıoğlu, E., Sevin, M., Esirtgen, E., Bilgiç, T., Duran, S., Parlak, O., Karabalık, N.N., Alemdar, S., Dilek, Y., and Uysal, İ. (2011). *Çankırı-Çorum Havzasını Çevreleyen Ofiyolitik Kayaçların Jeolojisi: Petrojenezi, Tektoniği ve Cevher İçerikleri*. MTA Derleme Rapor No: 11449, Ankara (yayımlanmamış).
- Şimşek, O. (2020). *Beton ve Beton Teknolojisi*. Altıncı Baskı. Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- Tutmaz and Karaman, 2010. *Utilization Possibility of Natural Aggregate Resources in Central Town of Tokat as Concrete Aggregate*. Journal of Tekirdag Agricultural Faculty, 7 (1), 71-83.
- TS EN 12620. (2003). *Beton agregaları*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 1097-2. (2000). *Agregaların mekanik ve fiziksel özellikleri için deneyler bölüm 2: Parçalanma direncinin tayini için metotlar*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 1097-3. (1999). *Agregaların fiziksel ve mekanik özellikleri için deneyler bölüm 3: Gevşek yığın yoğunluğunun ve boşluk hacminin tayini*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 1097-6. (2002). *Agregaların mekanik ve fiziksel özellikleri için deneyler bölüm 6: Tane yoğunluğu ve su emme oranının tayini*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 1367-1. (2008). *Agregaların ısı ve bozunma özellikleri için deneyler bölüm 1: Donmaya ve çözülmeye karşı direncin tayini*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 1744-1. (2013). *Agregaların kimyasal özellikleri için deneyler bölüm 1: Kimyasal analiz*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 932-2. (1999). *Agregaların genel özellikleri için deneyler bölüm 2: Laboratuvar numunelerin azaltılması metodu*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.



- TS EN 933-1. (2012). *Agregaların geometrik özellikleri için deneyler bölüm 1: Tane büyüklüğü dağılımı tayini – eleme yöntemi*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 933-3. (2012). *Agregaların geometrik özellikleri için deneyler bölüm 3: Tane şekli tayini – yassılık endeksi*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS EN 933-9. (2014). *Agregaların geometrik özellikleri için deneyler bölüm 9: İnce tanelerin tayini – metilen mavisi deneyi*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- TS 13516. (2012). *Agregaların potansiyel alkali reaktivitesinin tayini (harç çubuğu yöntemi)*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.
- Yaşar, E. and Erdoğan, Y. 2003. *Usability of Ceyhan (Adana) Limestone as Aggregate in Concrete*. III Ulusal Kırmataş Sempozyumu. 3-4 December 2003, Istanbul. Proceedings, 205-211.

## Columnar TiO<sub>2</sub> Thin Films Decorated with Cu Nanoclusters Prepared by Photocatalytic Deposition for Enhanced Photocatalytic Performance under UV Illumination

Salih VEZIROGLU<sup>1\*</sup> 

### Abstract

TiO<sub>2</sub> photocatalyst is a promising material for different kinds of applications, including air and water purification, hydrogen production, and self-clean surfaces. It is usually combined with other materials to improve its charge separation as well as its activation under solar illumination. However, using such an approach is not suitable for practical photocatalytic applications because noble metals are too expensive. Therefore, cost-effective metals (e.g., copper, nickel, etc.) should be also considered instead of noble metals. In this study, we prepared photocatalytically active TiO<sub>2</sub> thin films decorated with copper (Cu) nanoclusters (NCs) to improve the charge separation. Here, the metallic Cu NCs were deposited on TiO<sub>2</sub> thin surface by a photocatalytic deposition process (under ultraviolet (UV) illumination). The morphology, size, and surface coverage of Cu NCs on TiO<sub>2</sub> were varied by controlling the UV illumination time. Results showed that the optimum surface coverage (3.04 %) leads to a remarkable increase in photocatalytic performance compared to bare TiO<sub>2</sub>. However, depositing more Cu NCs with bigger sizes and higher surface coverage (7.08 %) decreased the overall photocatalytic activity. This might be due to the blocking of UV light incoming to the TiO<sub>2</sub> thin film by bigger Cu NCs on the surface. The presented Cu-TiO<sub>2</sub> hybrid system would be a good alternative to conventional co-catalyst systems which are composed of expensive metals (Au, Ag, Pt, etc.) and TiO<sub>2</sub> structures.

**Keywords:** photocatalyst, TiO<sub>2</sub>, thin film, Cu, nanoclusters, photocatalytic deposition

## UV Aydınlatma Altında Gelişmiş Fotokatalitik Performans için Fotokatalitik Biriktirme ile Hazırlanan Cu Nanokümlerle Süslenmiş Sütunlu TiO<sub>2</sub> İnce Filmler

### Öz

Fotokatalizör TiO<sub>2</sub>, hava ve su arıtma, hidrojen üretimi ve kendi kendini temizleyen yüzeyler dahil olmak üzere farklı uygulama türleri için umut verici bir malzemedir. Genellikle yük ayrımını ve güneş ışığı altında aktivasyonunu iyileştirmek için soy metaller ile birleştirilir. Ancak, bu yöntem kullanılan soy metallerin çok pahalı olmalarından dolayı pratik fotokatalitik uygulamalar için uygun değildir. Bu çalışmada, bakır (Cu) nanokümleri (NK) ile süslenmiş fotokatalitik olarak aktif TiO<sub>2</sub> ince filmler hazırlanmıştır. Burada, metalik Cu NC'ler TiO<sub>2</sub> ince yüzeyi üzerine fotokatalitik biriktirme (ultraviyole (UV) aydınlatma altında) işlemi ile biriktirilmiştir. TiO<sub>2</sub> üzerindeki Cu NK'lerin morfolojisi ve yüzey kaplaması UV aydınlatma süresi değiştirilerek edilerek kontrol edilmiştir. Sonuçlar, optimum yüzey kaplamasının (%3,04) çıplak TiO<sub>2</sub>'ye kıyasla fotokatalitik aktivitede önemli bir artışa yol açtığını göstermiştir. Bununla birlikte, daha büyük boyutlara ve daha yüksek yüzey kaplamasına (%7,08) sahip daha fazla Cu NK biriktirmek genel fotokatalitik aktiviteyi azaltmaktadır. Bunun nedeni, TiO<sub>2</sub> ince filmine gelen UV ışığının yüzeydeki daha büyük Cu NK'ler tarafından engellenmesi olabilir. Cu-TiO<sub>2</sub> hibrit sistemi, pahalı metaller (Au, Ag, Pt, vb.) ve TiO<sub>2</sub> yapılarından oluşan geleneksel eş katalizör sistemlerine iyi bir alternatif olabilir.

**Anahtar Kelimeler:** fotokatalizör, TiO<sub>2</sub>, ince film, Cu, nanokümler, fotokatalitik biriktirme

<sup>1</sup> Chair for Multicomponent Materials, Institute of Materials Science, Faculty of Engineering, Kiel University (CAU), Kaiserstr. 2, 24143 Kiel, Germany, [sve@tf.uni-kiel.de](mailto:sve@tf.uni-kiel.de)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-1310-6651>

## 1. Introduction

The current energy crisis and environmental problems are of great concern to the world. In terms of sustainable solutions, photocatalysis has been proposed as a potential candidate for these critical problems (Bramhaiah and Bhattacharyya, 2022; Ng et al., 2021; Rajendran et al., 2020). Photocatalysis is a process whereby light energy is used to enable the oxidation-reduction of chemical compounds, such as those used in air and water purification, degradation of organic pollutants, production of hydrogen fuel, and other energy-producing or energy-storing compounds (Kundu et al., 2020; Mao et al., 2012). Numerous photocatalysts have been used for these applications, including  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{WO}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ,  $\text{BiPO}_4$ , etc. (Belver et al., 2019; Hong et al., 2016; Kuru, 2020). However, titanium (IV) oxide ( $\text{TiO}_2$ ) is a widely used semiconductor due to its high activity, earth abundance, low cost, no toxicity, and high stability (Fujishima et al., 2008; Fujishima and Honda, 1972). Thus, incorporating  $\text{TiO}_2$  into energy conversion, storage systems, and water remediations is an attractive and promising idea (Etacheri et al., 2015; Tsui and Zangari, 2014). However,  $\text{TiO}_2$  has not been considered an efficient photocatalyst for practical applications due to its wide bandgap (rutile: 3.0 eV and anatase: 3.2 eV), which can be only activated by ultraviolet (UV) light and fast recombination of photoexcited charge carriers (electrons and holes) (Hanaor and Sorrell, 2011). In general, decreasing the size of  $\text{TiO}_2$  particles from micro- to nanoscale generally increases the active surface area due to the high surface-to-volume ratio (Hoffmann et al., 1995). This also decreases the time needed for migration to surface sites, which leads to getting a high chance for further reactions without recombination. However, the cost-efficient and safe recovery of nano-sized  $\text{TiO}_2$  nanoparticles from reaction media is still a difficult process (Tang et al., 2013). Furthermore, agglomeration of these nanoparticles decreases photocatalytic activity and light absorption of  $\text{TiO}_2$  (Pellegrino et al., 2017; Qutub et al., 2022). Immobilized  $\text{TiO}_2$  nanoparticles, such as thin films, would be a promising candidate for practical indoor and outdoor photocatalytic applications (Nalajala et al., 2019). However, thin film photocatalysts show a relatively low surface area compared to nanoparticle-based photocatalysts. Therefore, their surface properties need to be improved to eliminate this critical problem. Recently, we have developed a new way to improve the surface area of  $\text{TiO}_2$  thin films through the creation of nano-crack networks in sputtered films (Ghori et al., 2018; Henkel et al., 2018; Vahl et al., 2019). Besides only improving the surface properties of  $\text{TiO}_2$  thin films, an effective photogenerated charge separation (electrons and holes) can also promote the use of these films in various indoor and outdoor photocatalytic applications (Veziroglu et al., 2019).

To improve the effective electron and hole separation in  $\text{TiO}_2$  thin films, researchers have turned to a variety of techniques such as doping of metal and non-metals (Chen et al., 2011; Kuru and Narsat, 2019), loading of metallic particles (Ghori et al., 2018; Meng et al., 2019), and coupling with

other semiconductors (forming heterostructure) (Low et al., 2017; Veziroglu et al., 2020). The loading of metallic particles to TiO<sub>2</sub> thin film surface is one of the most common approaches due to not only increasing the light absorption properties from UV to visible region but also increasing the lifetime of photogenerated charge carriers by trapping the electrons (Yang et al., 2013). Well-controlled metallic particles on TiO<sub>2</sub> thin film surface can be achieved by various synthesis methods including chemical (Rubtsov et al., 2021), physical (Sriubas et al., 2021), and photochemical processes (Mendoza-Diaz et al., 2020). Among others, the photochemical process (e.g., photodeposition or photocatalytic deposition) gives proper control of the size, shape, and distribution of deposited metallic particles as well as strong chemical adhesion between TiO<sub>2</sub> thin film surfaces (Wenderich and Mul, 2016). Recently, we developed a technique to fabricate metallic (Au, Ag, etc.) micro (Shondo et al., 2021; Shondo et al., 2022; Veziroglu et al., 2018) and nanostructures (Shondo et al., 2022; Veziroglu et al., 2019; Veziroglu et al., 2020; Veziroglu et al., 2020) on TiO<sub>2</sub> thin film surface by using a photocatalytic deposition process. Initial results showed that there is a clear relationship between the size, shape, and distribution of metallic structures (e.g, Au, Ag, etc.) and achieving higher photocatalytic activity (Wenderich and Mul, 2016). In general, noble metal ions are easily reduced as metallic particles onto TiO<sub>2</sub> thin film surface by photocatalytic deposition process due to their low reduction potential (or activation energy), however, they are not suitable for practical indoor and outdoor applications due to low availability and their high price.

Among different metallic candidates for TiO<sub>2</sub> thin film modification, copper (Cu) is a highly promising material both under artificial (UV) and solar irradiation (Stucchi et al., 2016). For example, in comparison to other well-known noble metals (Au, Pt, and Ag) as extremely efficient co-catalysts of TiO<sub>2</sub>, Cu, as a consequence of abundant transition metal, is an inexpensive material that is 100 times and 6000 times cheaper than Ag and Au, respectively (Bhanushali et al., 2015). In addition to this, Cu is in the same group of the periodic table as Au and Ag and shows similar properties due to its electronic configuration (Janczarek and Kowalska, 2017). Therefore, one can expect similar performance from Cu to increase the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> photocatalysts with higher useability for practical applications. Recently, Li et. al. synthesized Cu/TiO<sub>2</sub> nanocomposites by a one-pot sol-gel method and reported that the optimal Cu loading (0.5 wt%) on the composite surface is crucial to achieving higher photocatalytic activity (Li et al., 2010). Similarly, Wu et al showed that photocatalytic activity can be enhanced up to 10-fold by optimum loading of % Cu (~1.2 wt%). They pointed out that Cu particles can be oxidized (CuO<sub>x</sub>) during photocatalytic reactions, which might negatively affect the photocatalytic activity (Wu, 2004). Valentina et al prepared CuO nanoparticles embedded into TiO<sub>2</sub> by water-in-oil microemulsion process and reported that the combined presence of the Cu/CuO<sub>x</sub> species influences the band gap and some of the positive aspects of the hybrid system that can account for the superior performance (Gombac et al., 2010). Similarly, Yu et al. showed that

the quantum size effect of CuO clusters alters its energy levels in the CuO-TiO<sub>2</sub> hybrid system, which would be beneficial for electron transfer during the reaction and enhances the photocatalytic activity (Yu et al., 2011). Bandara et al. showed that higher catalytic activity and increased stability of CuO-TiO<sub>2</sub> also derive from an efficient charge transfer process between two components (Bandara et al., 2005). Various research studies have been reported on Cu-modified TiO<sub>2</sub>, however, in most cases, Cu may co-exist in both forms (metallic - Cu<sup>0</sup> and oxides - Cu<sup>1+</sup> or Cu<sup>2+</sup>). The diversity of forms provides difficulty in clearly understanding the role of Cu in the Cu-TiO<sub>2</sub> hybrid structure during the photocatalytic reaction. Therefore, a statement that the nature of Cu species in TiO<sub>2</sub> photocatalysis is still not fully understood, which may need more investigation.

In the present study, we have proposed a method for the preparation of a highly active Cu-TiO<sub>2</sub> thin film photocatalyst. Photocatalytic deposition under (UV illumination) was used to deposit Cu nanoclusters (NCs) on columnar TiO<sub>2</sub> thin films. We used different UV irradiation time intervals (from 10 min to 30 min) to control the morphology and size of the deposited Cu NCs and their surface coverage. Here, a stable Cu-TiO<sub>2</sub> hybrid system allows us to better understand the role of Cu in the photocatalytic reaction. Our results showed that the optimum amount of Cu content (4.61 %) showed superior photocatalytic activity under UV illumination. This hybrid system would be a good alternative to conventional co-catalyst systems which are composed of expensive metals (Au, Ag, Pt, etc.) and TiO<sub>2</sub> structure.

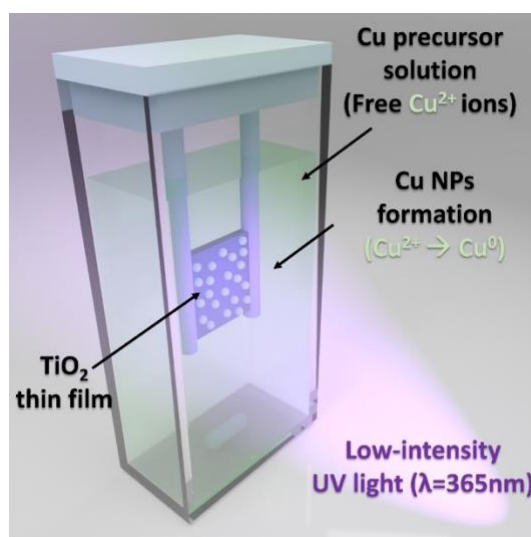
## **2. Materials and Methods**

### **2.1. The preparation of TiO<sub>2</sub> thin films**

The TiO<sub>2</sub> thin films were deposited using reactive pulsed DC magnetron sputtering from metallic titanium (Ti) target (2 inch, Goodfellow, 99.99%) in the presence of argon (Ar) and oxygen (O<sub>2</sub>) as process and reactive gas respectively (Ghori et al., 2018). Silicon wafer pieces (Si, 10 x 10 mm) were used as substrate. Before the TiO<sub>2</sub> deposition process, we basically achieved a base pressure of 10<sup>-5</sup> Pa by using a rotary and a turbo molecular pump. Afterward, the Ti target surface was cleaned by pure Ar plasma (for 15 min) followed by a conditioning phase of 5 min with both Ar (250 sccm) and O<sub>2</sub> (10 sccm) flow. Here, a magnetron output power of 90W was fixed during the conditioning and deposition phases. To achieve a homogenous TiO<sub>2</sub> film (thickness: 900 nm), the sample holder was rotated with constant speed during the deposition process. After deposition, we heat-treated the TiO<sub>2</sub> thin film samples for 1 h at 650 °C in an oven before quenching them with air.

## 2.2. The synthesis of Cu NCs on TiO<sub>2</sub> thin films

As shown schematically in Figure 1, the photocatalytic deposition method was used to decorate TiO<sub>2</sub> thin films with Cu NCs. The starting material, Cu solution (in % HNO<sub>3</sub>) was purchased from Carl Roth, Germany. An aqueous solution of copper precursor ( $0.8 \times 10^{-3}$  mol/L) was filled into a quartz cell. The prepared TiO<sub>2</sub> thin films were then immersed in precursor solution and UV-illuminated ( $4.5 \text{ mW/cm}^2$ ,  $\lambda = 365 \text{ nm}$ ) for different time intervals (from 10 min to 30 min). Finally, to remove the solution remaining on the TiO<sub>2</sub> thin film surface, the samples were rinsed with deionized water (H<sub>2</sub>O) and dried with air after UV irradiation.



**Figure 1.** Schematic illustration of the photocatalytic deposition process to fabricate TiO<sub>2</sub> thin films decorated with Cu NCs.

## 2.3. Materials characterization

Scanning electron microscopy (SEM, Supra55VP-Carl Zeiss) was used to analyze the surface morphology and structure of the prepared Cu-TiO<sub>2</sub> thin films. The MATLAB-based MIPAR TM software was utilized to investigate the particle size and distribution on the thin film surface. The chemical composition and surface chemistry of the Cu-TiO<sub>2</sub> sample were examined by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS, Omicron Nano-Technology GmbH). All binding energies (BE) were calibrated to the C1s peak at 285.0 eV based on the absorbed carbon over the sample surface.

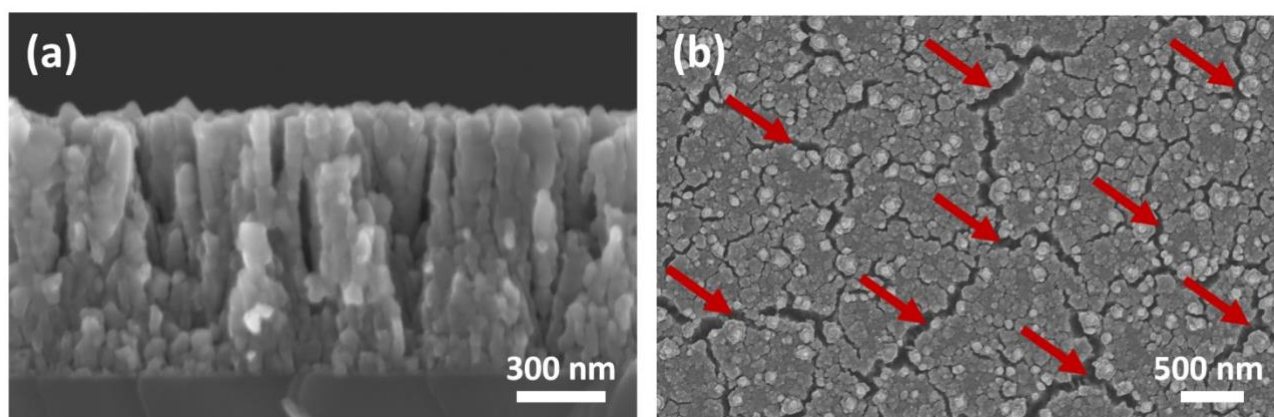
## 2.4. Photocatalytic activity analysis

The photocatalytic degradation of methylene blue (MB) solution, which is the most common material as a test dye, was used to measure the photocatalytic performance of bare TiO<sub>2</sub> and Cu-TiO<sub>2</sub> thin

films. (Houas, 2001). Initially, the prepared thin film samples were dipped into 6.5 mL MB aqueous solution (10  $\mu\text{mol/L}$ ). Then, the MB solution was stirred (by magnetic pill) and illuminated by UV light (4.5  $\text{mW/cm}^2$ ,  $\lambda = 365 \text{ nm}$ ) for 6 hours (240 min). Finally, the change in the absorption at 664.5 nm was collected by using a UV-Vis spectrophotometer (StellarNet BLUE-Wave Miniature Spectrometer with SL5-DH light source).

### 3. Findings and Discussion

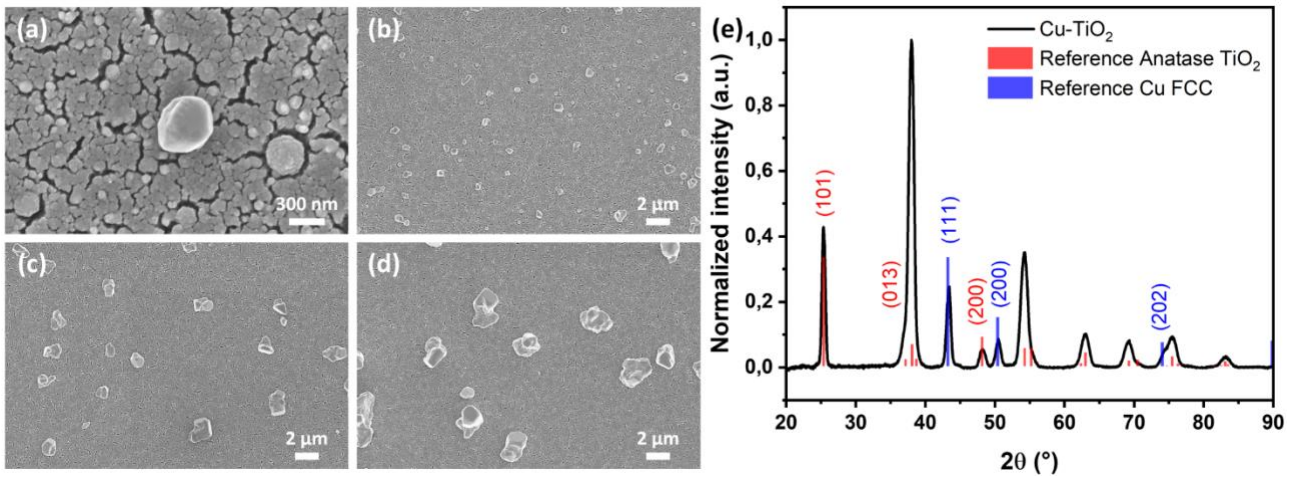
A cross-section and top-view SEM images of  $\text{TiO}_2$  thin film are shown in Figure 2. It can be clearly seen, the  $\text{TiO}_2$  thin film shows a typical sputter-deposited layer morphology with a columnar type of structure (Figure 2a). Here the most noticeable observation is the randomly distributed nanocrack network on the  $\text{TiO}_2$  surface (represented with red arrows in Figure 2b), which has been reported earlier (Henkel et al., 2018). This well-distributed nano crack network enhances the active surface area, which significantly improves the photocatalytic activity of  $\text{TiO}_2$  thin films (Vahl et al., 2019; Veziroglu et al., 2019).



**Figure 2.** (a) Cross-section and (b) top-view SEM image of columnar  $\text{TiO}_2$  thin film which is prepared by DC reactive magnetron sputtering.

After the photocatalytic deposition at different time intervals (10, 20, and 30 min), well-distributed Cu NCs were observed on the  $\text{TiO}_2$  thin film surface (Figure 3). As one can easily see differences in the morphology (Figure 3a–d), the UV illumination time (called deposition time) clearly affects not only the shape and size but also the distribution density of the deposited Cu NCs.

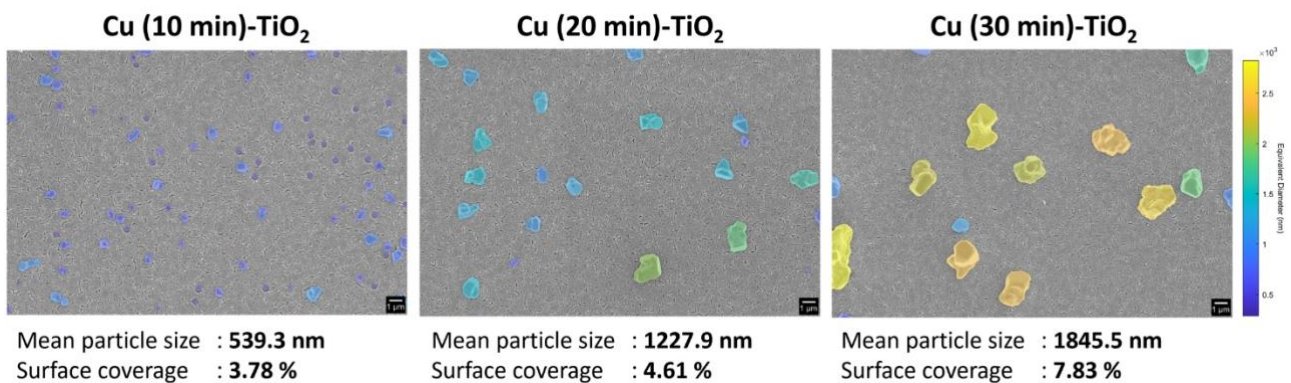




**Figure 3.** SEM images of Cu-TiO<sub>2</sub> thin film samples which are prepared by photocatalytic deposition process for (a), (b) 10 min, (c) 20 min, and (d) 30 min. (e) XRD pattern of Cu-TiO<sub>2</sub> thin film sample with corresponding reference peaks for anatase TiO<sub>2</sub> and Cu fcc.

**Figure 3e** represents the XRD pattern of the prepared Cu-TiO<sub>2</sub> thin film. The XRD results showed that the main diffraction peaks at 25.4 (101), 38.2 (013), and 48.3 (200) are observed in the patterns corresponding anatase crystalline structure of TiO<sub>2</sub> (JCPDS 21-1272) (Antić et al., 2012). The other XRD diffraction peaks at 43.4 (111), 50.5 (200) and 74.2 (202) match well with the reference Cu-faced centered cubic (fcc) (JCPDS 851326) (Tian et al., 2014).

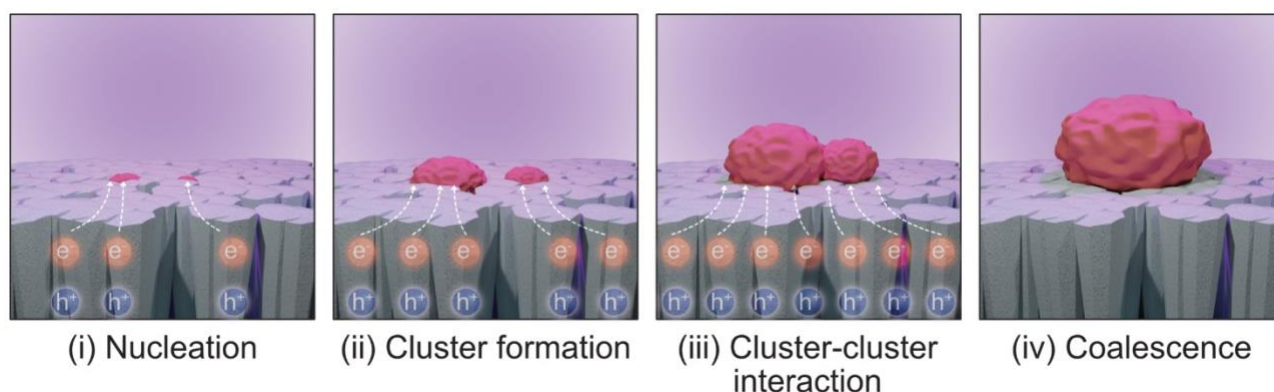
To better understand the changes in particle size distribution and surface coverage of deposited Cu NCs on thin film surfaces, MIPAR image analysis software was used to analyze the SEM images of samples, which were deposited at different time intervals (Figure 4). The results show that short deposition time (e.g., 10 min) leads to the creation of many nucleation points with relatively small Cu NCs (mean particle size: 539.3 nm). However further UV illumination (e.g., 30 min) can drastically increase the size of clusters from 539.3 nm to 1845.5 nm as well as mainly covering almost 7.83 % of the TiO<sub>2</sub> thin film surface.



**Figure 4.** Particle size distribution and surface coverage analysis of Cu-TiO<sub>2</sub> samples prepared at different time durations.



As shown schematically in Figure 5, UV irradiation generates charge carriers (electrons and holes) on a columnar TiO<sub>2</sub> thin film. First, photo-excited electrons directly reduce Cu ions (Cu<sup>2+</sup>) in an aqueous solution to stable Cu NCs. (nucleation). Extra UV irradiation produces more photo-excited electrons, which transfer to reduce more Cu<sup>2+</sup> ions onto already growing Cu NCs (cluster formation) (Veziroglu et al., 2020; Veziroglu et al., 2020). However, further UV irradiation starts cluster-cluster interaction of Cu NCs, which might combine the individual Cu NCs as a big cluster (coalescence) on the surface. Here, the photocatalytic performance of the TiO<sub>2</sub> thin film and the duration of UV irradiation play a significant role in the size, morphology, and distribution of the deposited Cu NCs on the TiO<sub>2</sub> surface. (Wenderich and Mul, 2016).

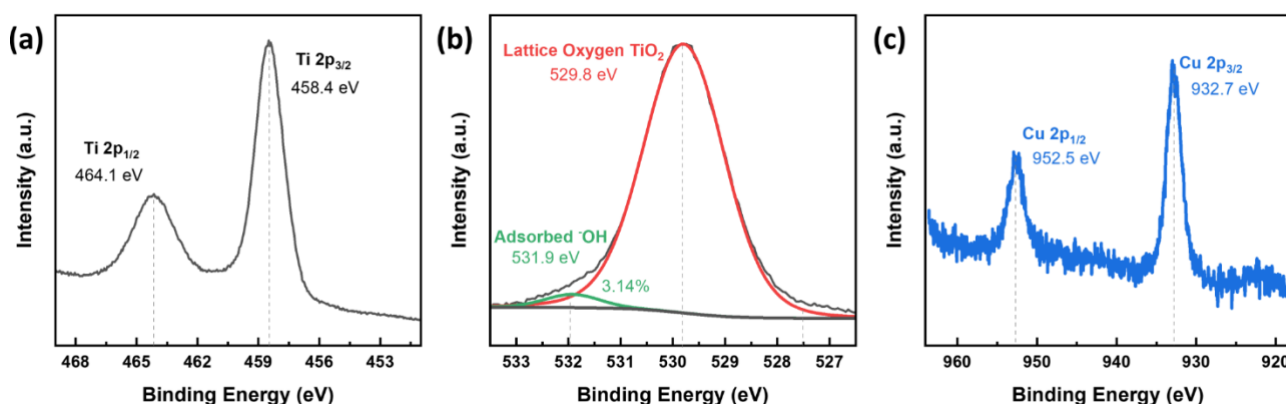


**Figure 5.** Schematic representation of step-by-step (from nucleation to coalescence) photocatalytic deposition process to fabricate Cu-TiO<sub>2</sub> thin film.

To distinguish the chemical state on the surface, XPS spectra of the Cu (10 min)-TiO<sub>2</sub> thin film were examined as given in Figure 6. Figure 6a shows the peak positions of the Ti 2p<sub>1/2</sub> and the Ti 2p<sub>3/2</sub> peak on the binding energy (BE) scale that can be extracted. The Ti 2p<sub>1/2</sub> and the Ti 2p<sub>3/2</sub> positions are found to be at 464.1 eV and 458.4 eV respectively (Du et al., 2021). The difference in the binding energy (5.7 eV) can be ascribed to Ti<sup>4+</sup> which indicates TiO<sub>2</sub> (Sánchez-Zambrano et al., 2022). Combing this finding with the fact that the Ti 2p spectrum does not display any significant subpeaks, the XPS result indicates that the thin film surface is most likely consisting of fully oxidized TiO<sub>2</sub>.

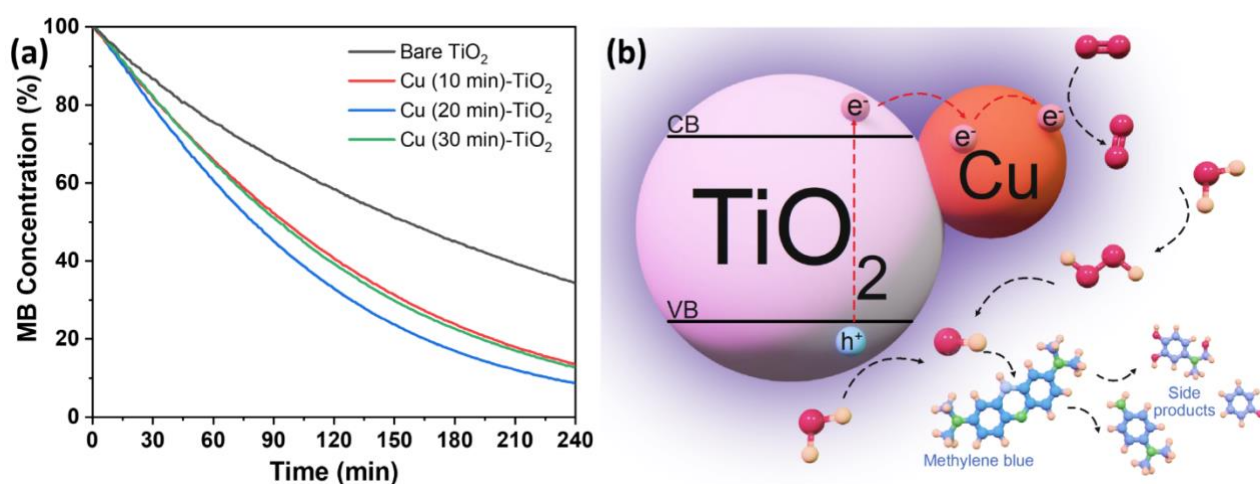
The peak position for the O 1s is at about 529.8 eV, which is due to the O<sub>2</sub> in the lattice structure of TiO<sub>2</sub>. However, the peak, at 531.9 eV, can be described as adsorbed oxygen (hydroxy groups, etc.) on the sample surface (Figure 6b). Figure 6c shows that the two main peaks of Cu 2p (at 932.7 and 952.5 eV) can be assigned to the binding energy of Cu 2p<sub>3/2</sub> and Cu 2p<sub>1/2</sub>, respectively (Miller and Simmons, 1993; Zhang, 2017). In general, it is significantly challenging to identify the copper (I) oxide (Cu<sub>2</sub>O) and metallic copper (Cu) by the XPS peaks of Cu 2p<sub>3/2</sub> and Cu 2p<sub>1/2</sub>. Because the binding energies of these peaks are very close. However, there are no satellite peaks around 942 and

962 eV, which are assigned to Cu<sub>2</sub>O or CuO structures (Vasquez, 1998b, 1998a; Wu et al., 2006; Zhang, 2017). Therefore, these XPS results validate that the Cu NCs on the TiO<sub>2</sub> surface are in metallic form (Cu<sup>0</sup>) (Eskandarloo et al., 2015).



**Figure 6.** High-resolution XPS spectra of (a) Ti 2p, (b) O 1s, and (c) Cu 2p.

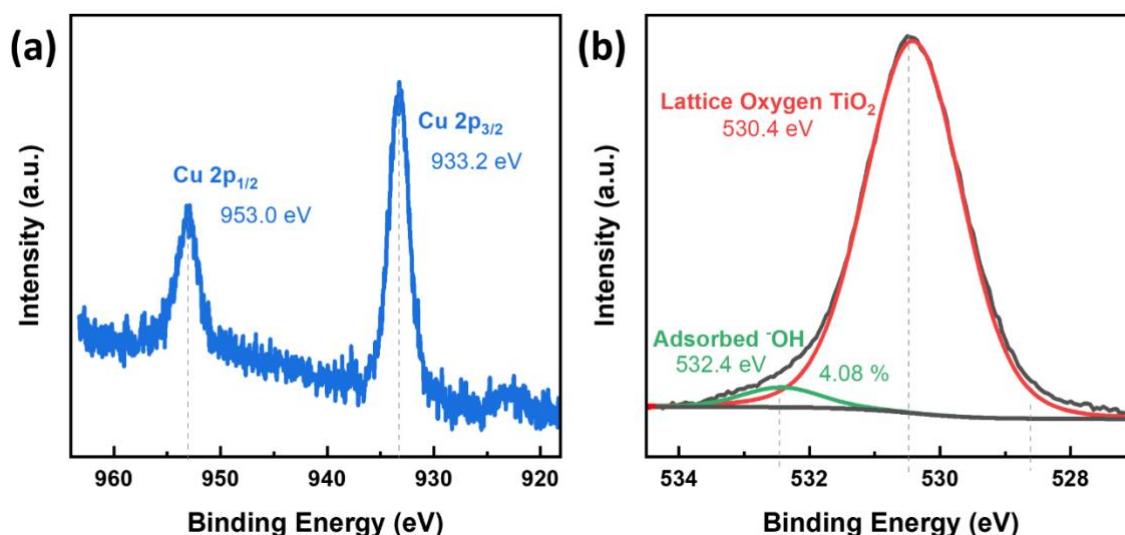
For the investigation of the photocatalytic performance, the bare TiO<sub>2</sub> and Cu-TiO<sub>2</sub> samples were tested for their degradation ability of the methylene blue (MB) solution under UV illumination for 6 hours (240 minutes) (Figure 7a). It can be clearly seen that MB concentration decreases over time due to a fast photocatalytic reaction. Here, all Cu-TiO<sub>2</sub> samples showed significantly higher activities in comparison to bare TiO<sub>2</sub>. However, Cu (20 min)-TiO<sub>2</sub> exhibited superior photocatalytic activity compared to the rest of the samples, which were decorated with Cu NCs at different photodeposition times. We observed that Cu (20min)-TiO<sub>2</sub> achieved about 2.15 times higher activity (90 % degradation for 240 min) in comparison to bare TiO<sub>2</sub> (42 % degradation for 240 min).



**Figure 7.** (a) Comparison of photocatalytic MB degradation by using bare TiO<sub>2</sub> and Cu-TiO<sub>2</sub> (with varied photodeposition times) photocatalysts (b) Schematic representation of the photocatalytic degradation mechanism of MB by Cu-TiO<sub>2</sub> photocatalyst under UV illumination.

Here, the positive effect of Cu NCs on the overall photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> can be explained by the optimal amount of Cu NCs (after 20 min of photodeposition), which can effectively separate the photo-excited electrons and holes pairs and reduce the recombination of these charge carriers for higher efficiency (Eskandarloo et al., 2015). However, a further increase in the content of Cu NCs causes a reduction of overall photocatalytic activity. Especially, at 30 min photodeposition, the photocatalytic activity of the sample has a slight decrease. This might be due to an increase in the opacity and light scattering of the sample which was reported by Yu et al. earlier (Yu et al., 2002, 2011). Another possible explanation might be also (i) partial blocking of the TiO<sub>2</sub> thin film surface due to an excessive amount of Cu NCs and (ii) deterioration of the photocatalytic properties of Cu NCs due to their particle size enlargement (Veziroglu et al., 2020; Yu et al., 2011). As discussed before, the photocatalytic performance of the Cu-TiO<sub>2</sub> sample on the degradation of MB is mainly affected by the enhanced separation and transportation of photogenerated charge carriers. Here, Cu NCs on the TiO<sub>2</sub> surface act as promoters for trapping of photogenerated electrons, as a consequence, the lifetime of photogenerated holes of TiO<sub>2</sub> is prolonged (Eskandarloo et al., 2015; Heciak et al., 2013; Wang et al., 2012). Based on our observation, we propose a potential mechanism for photocatalytic degradation of MB by TiO<sub>2</sub> structure decorated Cu NCs (Figure 7b). When UV illumination starts the photogenerated electrons are transferred rapidly from the valance band (VB) to the conduction band (CB) of TiO<sub>2</sub>. Subsequently, they create holes behind (at VB). These electrons, at CB, are transferred from TiO<sub>2</sub> to Cu NCs due to the Schottky barrier between two structures (Zhang, 2017). Here, adsorbed oxygen (O<sub>2</sub>) on the Cu NCs can react with these electrons to form superoxide radicals, which significantly improve the degradation of MB. At the same time, the holes left in the VB of TiO<sub>2</sub> also react with water (H<sub>2</sub>O) molecules to form hydroxyl radicals (\*OH<sup>-</sup>). These hydroxyl radicals attract and degrade the MB molecules to small and harmless organic molecules (side products).

To check the stability of Cu NCs on the TiO<sub>2</sub> surface, we performed the photocatalytic MB degradation process for 16 hours and then we investigated the chemical composition of the sample surface by XPS analysis. Figure 8a shows that (like before the MB test) two main peaks of the Cu 2p (at 933.2 and 953.0 eV) can be assigned to the binding energy of Cu 2p<sub>3/2</sub> and Cu 2p<sub>1/2</sub>, respectively. There is only a 0.7 eV shift in the binding energy after long UV illumination, which might be resulted from additional carbon leftover on the surface after the photodegradation of MB to carbon-based products. However, we haven't observed any additional XPS peak around 940 eV which might be assigned as oxide form. Additionally, O 1s XPS spectra show there is no significant change in the oxygen content of the sample. Only the amount of the absorbed O<sub>2</sub> groups on the sample surface increased from 3.14 % to 4.08 % (Figure 8b). These results show that Cu NCs are highly stable over the TiO<sub>2</sub> surface after a long photocatalytic degradation process.



**Figure 8.** High-resolution XPS spectra of (a) Cu 2p and (b) O 1s after photocatalytic reaction for 16 hours.

#### 4. Conclusions and Recommendations

In conclusion, we have fabricated a highly active Cu-TiO<sub>2</sub> hybrid photocatalyst (stable Cu NCs on columnar TiO<sub>2</sub> thin film) by photocatalytic deposition (under UV illumination) of Cu<sup>2+</sup> ions. Our results showed that decorating columnar TiO<sub>2</sub> thin film with Cu NCs with an optimum surface coverage (4.6 %) significantly improved the photocatalytic performance, due to trapping the electrons on TiO<sub>2</sub>, which reduces the recombination of photogenerated electrons and holes. However, an excessive amount of Cu NCs (7.83%) on the TiO<sub>2</sub> surface reduces the overall photocatalytic performance. These clusters might act as a recombination center as well as block the UV light which is exposed to the surface of the TiO<sub>2</sub> thin film. Additionally, the deposited Cu NCs showed good stability after a long photocatalytic degradation process. The Cu-TiO<sub>2</sub> hybrid system would be a good alternative to conventional co-catalyst systems which compose of expensive metals (Au, Ag, Pt, etc.) and TiO<sub>2</sub> structure. Such a concept can be easily extended for various photocatalytic applications including photocatalytic solar water splitting (production of hydrogen as fuel) due to its high efficiency (compared to individual components) and cost-effectiveness (compared to noble metal-based co-catalysts). Besides such benefits, the photodeposition of Cu NC's can be easily combined in preparation of bimetallic structures (Au-Cu or Au-Pt) as well as the fabrication of a Z-scheme photocatalytic systems (called artificial photosynthesis) for better photocatalytic performance in energy and environmental issues.

## Acknowledgments

Salih Veziroglu thanks to current and former members of the Chair for Multicomponent Materials at the Institute of Materials Science - Kiel University especially to Prof. Dr. Franz Faupel and Prof. Dr. O. Cenk Aktas to their continuous support of this research. This study was presented in 2<sup>nd</sup> International Symposium on Characterization (ISC'22) 22-25 September 2022, Turkey.

## Authors' Contributions

Salih Veziroglu: Experimental, Investigation, Formal analysis, Visualization, Writing - review and editing.

## Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.

## Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

## References

- Antić, Ž., Krsmanović, R. M., Nikolić, M. G., Marinović-Cincović, M., Mitrić, M., Polizzi, S., and Dramićanin, M. D. (2012). Multisite luminescence of rare earth doped TiO<sub>2</sub> anatase nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 135(2–3), 1064–1069. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2012.06.016>
- Bandara, J., Udawatta, C. P. K., and Rajapakse, C. S. K. (2005). Highly stable CuO incorporated TiO<sub>2</sub> catalyst for photocatalytic hydrogen production from H<sub>2</sub>O. *Photochemical and Photobiological Sciences*, 4(11), 857–861. <https://doi.org/10.1039/b507816d>
- Belver, C., Bedia, J., Gómez-Avilés, A., Peñas-Garzón, M., and Rodriguez, J. J. (2019). Chapter 22—Semiconductor Photocatalysis for Water Purification. In S. Thomas, D. Pasquini, S.-Y. Leu, and D. A. Gopakumar (Eds.), *Nanoscale Materials in Water Purification* (pp. 581–651). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813926-4.00028-8>
- Bhanushali, S., Ghosh, P., Ganesh, A., and Cheng, W. (2015). 1D Copper Nanostructures: Progress, Challenges and Opportunities. *Small*, 11(11), 1232–1252. <https://doi.org/10.1002/smll.201402295>
- Bramhaiah, K., and Bhattacharyya, S. (2022). Challenges and future prospects of graphene-based hybrids for solar fuel generation: Moving towards next generation photocatalysts. *Materials Advances*, 3(1), 142–172. <https://doi.org/10.1039/D1MA00748C>
- Chen, X., Liu, L., Yu, P. Y., and Mao, S. S. (2011). Increasing Solar Absorption for Photocatalysis with Black Hydrogenated Titanium Dioxide Nanocrystals. *Science*, 331(6018), 746–750. <https://doi.org/10.1126/science.1200448>

- Du, Y., Zheng, Z., Chang, W., Liu, C., Bai, Z., Zhao, X., and Wang, C. (2021). Trace Amounts of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nano-Particles Modified TiO<sub>2</sub> Nanorod Arrays for Boosted Photoelectrocatalytic Removal of Organic Pollutants in Water. *Nanomaterials*, 11(1), 214. <https://doi.org/10.3390/nano11010214>
- Eskandarloo, H., Badiei, A., Behnajady, M. A., and Mohammadi Ziarani, G. (2015). Photo and Chemical Reduction of Copper onto Anatase-Type TiO<sub>2</sub> Nanoparticles with Enhanced Surface Hydroxyl Groups as Efficient Visible Light Photocatalysts. *Photochemistry and Photobiology*, 91(4), 797–806. <https://doi.org/10.1111/php.12455>
- Etacheri, V., Di Valentin, C., Schneider, J., Bahnemann, D., and Pillai, S. C. (2015). Visible-light activation of TiO<sub>2</sub> photocatalysts: Advances in theory and experiments. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 25, 1–29. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2015.08.003>
- Fujishima, A., and Honda, K. (1972). Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature*, 238(5358), Article 5358. <https://doi.org/10.1038/238037a0>
- Fujishima, A., Zhang, X., and Tryk, D. A. (2008). TiO<sub>2</sub> photocatalysis and related surface phenomena. *Surface Science Reports*, 63(12), 515–582. <https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2008.10.001>
- Ghori, M. Z., Veziroglu, S., Henkel, B., Vahl, A., Polonskyi, O., Strunskus, T., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2018). A comparative study of photocatalysis on highly active columnar TiO<sub>2</sub> nanostructures in-air and in-solution. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 178, 170–178. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2018.01.019>
- Ghori, M. Z., Veziroglu, S., Hinz, A., Shurtleff, B. B., Polonskyi, O., Strunskus, T., Adam, J., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2018). Role of UV Plasmonics in the Photocatalytic Performance of TiO<sub>2</sub> Decorated with Aluminum Nanoparticles. *ACS Applied Nano Materials*, 1(8), 3760–3764. <https://doi.org/10.1021/acsanm.8b00853>
- Gombac, V., Sordelli, L., Montini, T., Delgado, J. J., Adamski, A., Adami, G., Cargnello, M., Bernal, S., and Fornasiero, P. (2010). CuO<sub>x</sub>-TiO<sub>2</sub> Photocatalysts for H<sub>2</sub> Production from Ethanol and Glycerol Solutions. *The Journal of Physical Chemistry A*, 114(11), 3916–3925. <https://doi.org/10.1021/jp907242q>
- Hanaor, D. A. H., and Sorrell, C. C. (2011). Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials Science*, 46(4), 855–874. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-5113-0>
- Heciak, A., Morawski, A. W., Grzmil, B., and Mozia, S. (2013). Cu-modified TiO<sub>2</sub> photocatalysts for decomposition of acetic acid with simultaneous formation of C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> hydrocarbons and hydrogen. *Applied Catalysis B: Environmental*, 140–141, 108–114. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2013.03.044>
- Henkel, B., Vahl, A., Aktas, O. C., Strunskus, T., and Faupel, F. (2018). Self-organized nanocrack networks: A pathway to enlarge catalytic surface area in sputtered ceramic thin films, showcased for photocatalytic TiO<sub>2</sub>. *Nanotechnology*, 29(3), 035703. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/aa9d35>
- Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., and Bahnemann, D. W. (1995). Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 95(1), 69–96. <https://doi.org/10.1021/cr00033a004>
- Hong, J. W., Wi, D. H., Lee, S.-U., and Han, S. W. (2016). Metal–Semiconductor Heteronanocrystals with Desired Configurations for Plasmonic Photocatalysis. *Journal of the American Chemical Society*, 138(48), 15766–15773. <https://doi.org/10.1021/jacs.6b10288>
- Houas, A. (2001). Photocatalytic degradation pathway of methylene blue in water. *Applied Catalysis B: Environmental*, 31(2), 145–157. [https://doi.org/10.1016/S0926-3373\(00\)00276-9](https://doi.org/10.1016/S0926-3373(00)00276-9)
- Janczarek, M., and Kowalska, E. (2017). On the Origin of Enhanced Photocatalytic Activity of Copper-Modified Titania in the Oxidative Reaction Systems. *Catalysts*, 7(11), 317. <https://doi.org/10.3390/catal7110317>
- Kundu, S., Bramhaiah, K., and Bhattacharyya, S. (2020). Carbon-based nanomaterials: In the quest of alternative metal-free photocatalysts for solar water splitting. *Nanoscale Advances*, 2(11), 5130–5151. <https://doi.org/10.1039/D0NA00569J>
- Kuru, M. (2020). The Effect of Thickness on Photocatalytic Performance in MgZnO Thin Films. *Sakarya University Journal of Science*, 575–584. <https://doi.org/10.16984/saufenbilder.645104>
- Kuru, M., and Narsat, H. (2019). The effect of heat treatment temperature and Mg doping on structural and photocatalytic activity of ZnO thin films fabricated by RF magnetron co-sputtering technique. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30(20), 18484–18495. <https://doi.org/10.1007/s10854-019-02202-2>
- Li, Y., Wang, W.-N., Zhan, Z., Woo, M.-H., Wu, C.-Y., and Biswas, P. (2010). Photocatalytic reduction of CO<sub>2</sub> with H<sub>2</sub>O on mesoporous silica supported Cu/TiO<sub>2</sub> catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental*, 100(1), 386–392. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2010.08.015>

- Low, J., Yu, J., Jaroniec, M., Wageh, S., and Al-Ghamdi, A. A. (2017). Heterojunction Photocatalysts. *Advanced Materials*, 29(20), 1601694. <https://doi.org/10.1002/adma.201601694>
- Mao, S. S., Shen, S., and Guo, L. (2012). Nanomaterials for renewable hydrogen production, storage and utilization. *Progress in Natural Science: Materials International*, 22(6), 522–534. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2012.12.003>
- Mendoza-Diaz, M.-I., Cure, J., Rouhani, M. D., Tan, K., Patnaik, S.-G., Pech, D., Quevedo-Lopez, M., Hungria, T., Rossi, C., and Estève, A. (2020). On the UV–Visible Light Synergetic Mechanisms in Au/TiO<sub>2</sub> Hybrid Model Nanostructures Achieving Photoreduction of Water. *The Journal of Physical Chemistry C*, 124(46), 25421–25430. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.0c08381>
- Meng, A., Zhang, L., Cheng, B., and Yu, J. (2019). Dual Cocatalysts in TiO<sub>2</sub> Photocatalysis. *Advanced Materials*, 31(30), 1807660. <https://doi.org/10.1002/adma.201807660>
- Miller, A. C., and Simmons, G. W. (1993). Copper by XPS. *Surface Science Spectra*, 2(1), 55–60. <https://doi.org/10.1116/1.1247725>
- Nalajala, N., Patra, K. K., Bharad, P. A., and Gopinath, C. S. (2019). Why the thin film form of a photocatalyst is better than the particulate form for direct solar-to-hydrogen conversion: A poor man's approach. *RSC Advances*, 9(11), 6094–6100. <https://doi.org/10.1039/c8ra09982k>
- Ng, K. H., Lai, S. Y., Cheng, C. K., Cheng, Y. W., and Chong, C. C. (2021). Photocatalytic water splitting for solving energy crisis: Myth, Fact or Busted? *Chemical Engineering Journal*, 417, 128847. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.128847>
- Pellegrino, F., Pellutiè, L., Sordello, F., Minero, C., Ortel, E., Hodoroaba, V.-D., and Maurino, V. (2017). Influence of agglomeration and aggregation on the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Applied Catalysis B: Environmental*, 216, 80–87. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.05.046>
- Qutub, N., Singh, P., Sabir, S., Sagadevan, S., and Oh, W.-C. (2022). Enhanced photocatalytic degradation of Acid Blue dye using CdS/TiO<sub>2</sub> nanocomposite. *Scientific Reports*, 12(1), Article 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-09479-0>
- Rajendran, S., Naushad, Mu., Ponce, L. C., and Lichtfouse, E. (Eds.). (2020). *Green Photocatalysts for Energy and Environmental Process* (Vol. 36). Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-17638-9>
- Rubtsov, S., Musin, A., Zinigrad, M., Kalashnikov, A., and Danchuk, V. (2021). New Strategy for Creating TiO<sub>2</sub> Thin Films with Embedded Au Nanoparticles. *Coatings*, 11(12), Article 12. <https://doi.org/10.3390/coatings11121525>
- Sánchez-Zambrano, K. S., Hernández-Reséndiz, M., Gómez-Rodríguez, C., García-Quiñonez, L. V., Aguilar-Martínez, J. A., Rodríguez-Castellanos, E. A., Verdeja, L. F., Fernández-González, D., and Castillo-Rodríguez, G. A. (2022). XPS Study on Calcining Mixtures of Brucite with Titania. *Materials*, 15(9), 3117. <https://doi.org/10.3390/ma15093117>
- Shondo, J., Veziroglu, S., Stefan, D., Mishra, Y. K., Strunskus, T., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2021). Tuning wettability of TiO<sub>2</sub> thin film by photocatalytic deposition of 3D flower- and hedgehog-like Au nano- and microstructures. *Applied Surface Science*, 537, 147795. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.147795>
- Shondo, J., Veziroglu, S., Tjardts, T., Fiutowski, J., Schröder, S., Mishra, Y. K., Strunskus, T., Rubahn, H., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2022). Selective Adsorption and Photocatalytic Clean-Up of Oil by TiO<sub>2</sub> Thin Film Decorated with p-V<sub>3</sub>D<sub>3</sub> Modified Flowerlike Ag Nanoplates. *Advanced Materials Interfaces*, 9(14), 2102126. <https://doi.org/10.1002/admi.202102126>
- Shondo, J., Veziroglu, S., Tjardts, T., Sarwar, T. B., Mishra, Y. K., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2022). Nanoscale Synergetic Effects on Ag–TiO<sub>2</sub> Hybrid Substrate for Photoinduced Enhanced Raman Spectroscopy (PIERS) with Ultra-Sensitivity and Reusability. *Small*, 2203861. <https://doi.org/10.1002/sml.202203861>
- Sriubas, M., Kavaliūnas, V., Bočkutė, K., Palevičius, P., Kaminskas, M., Rinkevičius, Ž., Ragulskis, M., and Laukaitis, G. (2021). Formation of Au nanostructures on the surfaces of annealed TiO<sub>2</sub> thin films. *Surfaces and Interfaces*, 25, 101239. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2021.101239>
- Stucchi, M., Bianchi, C. L., Pirola, C., Cerrato, G., Morandi, S., Argirusis, C., Sourkouni, G., Naldoni, A., and Capucci, V. (2016). Copper NPs decorated titania: A novel synthesis by high energy US with a study of the photocatalytic activity under visible light. *Ultrasonics Sonochemistry*, 31, 295–301. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.01.015>
- Tang, Y., Zhang, G., Liu, C., Luo, S., Xu, X., Chen, L., and Wang, B. (2013). Magnetic TiO<sub>2</sub>-graphene composite as a high-performance and recyclable platform for efficient photocatalytic removal of



- herbicides from water. *Journal of Hazardous Materials*, 252–253, 115–122. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.02.053>
- Tian, Y., Chang, B., Fu, J., Zhou, B., Liu, J., Xi, F., and Dong, X. (2014). Graphitic carbon nitride/Cu<sub>2</sub>O heterojunctions: Preparation, characterization, and enhanced photocatalytic activity under visible light. *Journal of Solid State Chemistry*, 212, 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2014.01.011>
- Tsui, L., and Zangari, G. (2014). Titania Nanotubes by Electrochemical Anodization for Solar Energy Conversion. *Journal of The Electrochemical Society*, 161(7), D3066. <https://doi.org/10.1149/2.010407jes>
- Vahl, A., Veziroglu, S., Henkel, B., Strunskus, T., Polonskyi, O., Aktas, O. C., and Faupel, F. (2019). Pathways to Tailor Photocatalytic Performance of TiO<sub>2</sub> Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering. *Materials*, 12(17), 2840. <https://doi.org/10.3390/ma12172840>
- Vasquez, R. P. (1998a). Cu<sub>2</sub>O by XPS. *Surface Science Spectra*, 5(4), 257–261. <https://doi.org/10.1116/1.1247881>
- Vasquez, R. P. (1998b). CuO by XPS. *Surface Science Spectra*, 5(4), 262–266. <https://doi.org/10.1116/1.1247882>
- Veziroglu, S., Ghorri, M. Z., Kamp, M., Kienle, L., Rubahn, H.-G., Strunskus, T., Fiutowski, J., Adam, J., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2018). Photocatalytic Growth of Hierarchical Au Needle Clusters on Highly Active TiO<sub>2</sub> Thin Film. *Advanced Materials Interfaces*, 5(15), 1800465. <https://doi.org/10.1002/admi.201800465>
- Veziroglu, S., Ghorri, M. Z., Obermann, A., Röder, K., Polonskyi, O., Strunskus, T., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2019). Ag Nanoparticles Decorated TiO<sub>2</sub> Thin Films with Enhanced Photocatalytic Activity. *Physica Status Solidi (a)*, 216(14), 1800898. <https://doi.org/10.1002/pssa.201800898>
- Veziroglu, S., Hwang, J., Drewes, J., Barg, I., Shondo, J., Strunskus, T., Polonskyi, O., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2020). PdO nanoparticles decorated TiO<sub>2</sub> film with enhanced photocatalytic and self-cleaning properties. *Materials Today Chemistry*, 16, 100251. <https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2020.100251>
- Veziroglu, S., Obermann, A.-L., Ullrich, M., Hussain, M., Kamp, M., Kienle, L., Leißner, T., Rubahn, H.-G., Polonskyi, O., Strunskus, T., Fiutowski, J., Es-Souni, M., Adam, J., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2020). Photodeposition of Au Nanoclusters for Enhanced Photocatalytic Dye Degradation over TiO<sub>2</sub> Thin Film. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12(13), 14983–14992. <https://doi.org/10.1021/acsami.9b18817>
- Veziroglu, S., Röder, K., Gronenberg, O., Vahl, A., Polonskyi, O., Strunskus, T., Rubahn, H.-G., Kienle, L., Adam, J., Fiutowski, J., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2019). Cauliflower-like CeO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> hybrid nanostructures with extreme photocatalytic and self-cleaning properties. *Nanoscale*, 11(20), 9840–9844. <https://doi.org/10.1039/C9NR01208G>
- Veziroglu, S., Ullrich, M., Hussain, M., Drewes, J., Shondo, J., Strunskus, T., Adam, J., Faupel, F., and Aktas, O. C. (2020). Plasmonic and non-plasmonic contributions on photocatalytic activity of Au-TiO<sub>2</sub> thin film under mixed UV-visible light. *Surface and Coatings Technology*, 389, 125613. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125613>
- Wang, H.-K., Yi, C.-Y., Tian, L., Wang, W.-J., Fang, J., Zhao, J.-H., and Shen, W.-G. (2012). Ag-Cu bimetallic nanoparticles prepared by Microemulsion method as catalyst for epoxidation of styrene. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 4:1-4:8. <https://doi.org/10.1155/2012/453915>
- Wenderich, K., and Mul, G. (2016). Methods, Mechanism, and Applications of Photodeposition in Photocatalysis: A Review. *Chemical Reviews*, 116(23), 14587–14619. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.6b00327>
- Wu. (2004). Enhanced TiO<sub>2</sub> photocatalysis by Cu in hydrogen production from aqueous methanol solution. *International Journal of Hydrogen Energy*, 29(15), 1601–1605. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2004.02.013>
- Wu, C.-K., Yin, M., O'Brien, S., and Koberstein, J. T. (2006). Quantitative Analysis of Copper Oxide Nanoparticle Composition and Structure by X-ray Photoelectron Spectroscopy. *Chemistry of Materials*, 18(25), 6054–6058. <https://doi.org/10.1021/cm061596d>
- Yang, J., Wang, D., Han, H., and Li, C. (2013). Roles of Cocatalysts in Photocatalysis and Photoelectrocatalysis. *Accounts of Chemical Research*, 46(8), 1900–1909. <https://doi.org/10.1021/ar300227e>
- Yu, J., Hai, Y., and Jaroniec, M. (2011). Photocatalytic hydrogen production over CuO-modified titania. *Journal of Colloid and Interface Science*, 357(1), 223–228. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2011.01.101>



- Yu, J., Yu, J. C., and Zhao, X. (2002). The Effect of SiO<sub>2</sub> Addition on the Grain Size and Photocatalytic Activity of TiO<sub>2</sub> Thin Films. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 24(2), 95–103. <https://doi.org/10.1023/A:1015258105966>
- Zhang, P., Song, T., Wang, T., Zeng, H. (2017). Enhancement of hydrogen production of a Cu–TiO<sub>2</sub> nanocomposite photocatalyst combined with broad spectrum absorption sensitizer Erythrosin B. *RSC Advances*, 7. 17873-17881. <https://doi.org/10.1039/C6RA27686E>

## Moleküler Yerleştirme Yöntemi ile Kanabidiolün Reseptör-Ligant Etkileşiminin İncelenmesi

Emre Fatih EDİZ<sup>1\*</sup>, Meltem DEMİREL KARS<sup>2</sup>

### Öz

Kanabidiol, CB1 ve CB2 reseptörlerine düşük bağlanma eğilimine (afiniteye) sahip ve psikoaktif özellikleri olmayan bir kanabinoiddir. Ayrıca G proteinine bağlı reseptörler, serotonin reseptörleri ve opioid reseptörleri ile de aktivite göstermektedir. Bu nedenle kanabidiol uzun zamandır anksiyete, depresyon, refrakter epilepsi gibi nöronal hastalıkların, Parkinson, Alzheimer hastalığı, amiotrofik lateral skleroz gibi sinir sistemi hastalıklarının, enflamatuvar bozukluklar gibi bağışıklık sistemi hastalıklarının tedavisinde kullanılmaktadır. Ayrıca opioid reseptörleri ile güçlü aktivitesi sayesinde yoksunluk sendromu tedavisinde de kullanılmaktadır. Bu çalışmada iki klasik kanabinoid reseptörü olan CB1 ve CB2, bunlara ilaveten literatür taramaları sonucunda, İnsan Delta-Opioid Reseptörü ( $\delta$ -OP), Nosiseptin/Orfanin FQ reseptör (G protein-coupled receptor 55 - GPR55), Vanilloid Reseptörü (Transient receptor potential vanilloid receptor1 -TRPV1) ve Serotonin 1A reseptörü (5-HT1A) tercih edilmiştir. Yapılan moleküler yerleştirme çalışmaları sonucunda CBD'nin CB1, CB2,  $\delta$ -OP, GPR55, TRPV1 ve 5-HT1A reseptörleri için önemli afiniteye sahip bir molekül olduğu gösterilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Kanabidiol, ligant, reseptör, moleküler yerleştirme.

## Investigation of Receptor-Ligand Interaction of Cannabidiol by Molecular Docking Method

### Abstract

Cannabidiol is a cannabinoid that has low affinity for CB1 and CB2 receptors and does not have psychoactive properties. It also exhibits activity with G protein-coupled receptors, serotonin receptors and opioid receptors. Therefore, cannabidiol has been used for a long time in the treatment of neuronal diseases such as anxiety, depression, refractory epilepsy, nervous system diseases such as Parkinson's disease, Alzheimer's disease, amyotrophic lateral sclerosis, and immune system diseases such as inflammatory disorders. In this study, two classical cannabinoid receptors, CB1 and CB2, and Human Delta-Opioid Receptor ( $\delta$ -OP), Nociceptin/Orphanin FQ receptor (G protein-coupled receptor 55 - GPR55), Vanilloid Receptor (Transient receptor potential vanilloid receptor1 -TRPV1) and Serotonin 1A receptor (5-HT1A) were selected in addition to the so called receptors, as a result of literature review. As a result of molecular docking studies, it has been revealed that CBD is a molecule with significant affinity for CB1, CB2,  $\delta$ -OP, GPR55, TRPV1 and 5-HT1A receptors.

**Keywords:** Cannabidiol, ligand, receptor, molecular docking.

<sup>1</sup>Necmettin Erbakan Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Nanobilim ve Nanomühendislik ABD, Konya, Türkiye, [emrefatihediz@gmail.com](mailto:emrefatihediz@gmail.com)

<sup>2</sup>Necmettin Erbakan Ü., Mühendislik Fakültesi, Biyomedikal Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye, [meltemdkars@gmail.com](mailto:meltemdkars@gmail.com)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-0259-4298>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-7300-4075>

## 1. Giriş

*Cannabis sativa L.* yüzyıllardır tıbbi ve eğlence amacıyla kullanılan Cannabaceae familyasına ait ve içeriğinde 85 fitokanabinoid içeren tek yıllık otsu bir bitkidir. En çok bulunan fitokanabinoidler  $\Delta^9$ - tetrahidrokanabinol, kanabinol ve kanabidioldür (CBD) (Maroon ve Bost, 2018). Etnobotanik çalışmalara göre CBD analjezik, anksiyolitik, antidepresan, antiemetik, antiglokomatöz, antiinflamatuvar, anti-kanser, bronkodilatatör, hipnotik, immünoşüpresif ve normolipidemik gibi çok çeşitli etkilere sahiptir (Kogan ve Mechoulam, 2007). CBD'nin yararlı etkileri sayesinde yeni ilaçların keşfi için CBD üzerine yoğun araştırmalar yapılmaktadır (Silvestro ve ark., 2019).

Bir ilacın keşfi, klinik çalışmaları ve ticarileştirilmesi ortalama olarak 12 yıl sürmekte ve ekonomik olarak yaklaşık 1,8 milyar ABD doları maliyetindedir. İlaç endüstrileri ve akademik araştırmacılar hem düşük maliyet hem de zamandan tasarruf etmek için bilgisayar ortamında moleküler yerleştirme uygulamalarını tercih etmektedirler. Moleküler yerleştirme ile etken maddenin ilaç potansiyeli ve etkileşimini tespit edildiği gibi yan etkiler ve etken toksisitesinin tespiti için de kullanılmaktadır (Crampon ve ark., 2022).

CB1 ve CB2 kanabinoid reseptörleri yaklaşık 20 yıl önce tanımlanan G proteini eşli reseptör (GPCR) ailesinin üyeleridir (Howlett ve Abood, 2017). Hafıza ve öğrenme, bağımlılık bozuklukları, motor disfonksiyonu, şizofreni ve bipolar, depresyon ve anksiyete bozukluklarında kanabinoid reseptörlerinin etkileri mevcuttur. Hücre içi kanabinoid reseptörlerinin aktivasyonu ile indüklenen sinyal iletimi nörotransmitter salınımını inhibe etmektedir (Cortez ve ark., 2020). Ayrıca karaciğer ve yağ dokularında, kalp ve damar dokularında, üreme sistemi dokularında ve kemik dokularında da kanabinoid reseptörleri temel mekanizmaları düzenlenmektedir (Howlett ve ark., 2010). Liu ve arkadaşları çalışmalarında karaciğer farklılaşmasında işlevsel CB1 ve CB2 reseptör sinyal iletimi gerektiğini bildirmişlerdir (Liu ve ark., 2016). Opioid reseptörleri olan İnsan Delta Opioid reseptörü ( $\delta$ -OP) ve Nosisiptin/Orfanin FQ reseptörü (GPR55) G-proteini eşli reseptörlerin 1 A sınıfı  $\gamma$  alt ailesine ait reseptörlerdir. Endojen veya ekzojen ligandlar tarafından bu reseptörlerin aktivasyonu ağrı kesici ve sakinleştirici etki göstermektedir (Wu ve ark., 2012; Jimenez-Vargas ve ark., 2020). Ayrıca yapılan çalışmalarda İnsan Delta Opioid reseptörünün hedeflenmesi migren tedavisi için ümit vermektedir (Dripps ve ark., 2020). TRPV1 (Transient receptor potential vanilloid receptor1) ise, seçici olmayan bir iyon kanal proteindir. TRPV1 migren ve kronik obstruktif solunum hastalıklarında meydana gelen travma ya da enfeksiyon sonucu ortaya çıkmaktadır (Tütüncü ve Özfiliz, 2011). 5-HT 1A reseptörü, beyin sapındaki rafe çekirdeklerinde yaygın olarak bulunan G-protein eşli bir reseptördür. Merkezi sinir sistemi, öğrenme ve hafıza, serotonerjik aktivite, nörogelişimsel süreçte özgü nöronal göç, nörit büyümesi ve sinaps oluşumunda çok önemli bir rol oynadığı düşünülmektedir (Savitz ve ark., 2009).

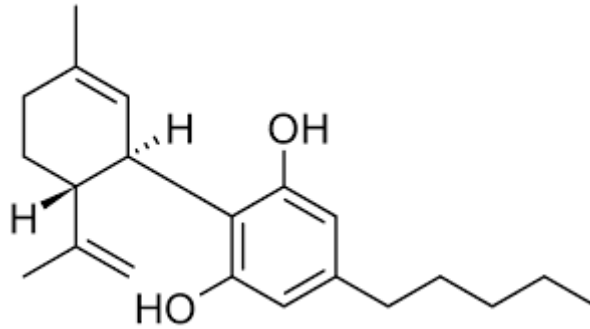
Bu çalışmada, psikoaktif olmayan bir kanabinoid olan CBD'nin çeşitli reseptörlerle etkileşimi incelenmiştir. In silico analizleri için moleküler yerleştirme kullanılmıştır ve bu molekülün reseptörler üzerinde yapısal davranışları, afinite ve toksisitesi değerlendirilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Reseptörler Ve Ligandın Hazırlanması

CB1, CB2,  $\delta$ -OP, GPR55, TRPV1 ve 5-HT1A reseptörlerinin kristalografik yapısı Protein Veri Bankasından (PDB) elde edilmiştir (Berman, 2000). Reseptörlere ait erişim numaraları sırasıyla 5U09, 5ZTY, 4EA3, 4N6H, 3J5Q ve 7E2Y ve çözünürlükleri sırasıyla 2.60 Å, 2.80 Å, 3.01 Å, 1.80 Å, 3.80 Å ve 3.00 Å'dur.

Protein Veri Bankasından elde edilen PDB formatındaki proteinlerden AutoDockTools-1.5.7 yazılımı kullanılarak su molekülleri kaldırıldı, hidrojen atomları ve Kollman yükleri eklenerek optimizasyon yapıldı. Hidrojen atomlarının eklenmesi ve yük gruplarının nötralizasyonundan sonra pdbqt formatında çıktı dosyaları alındı. CBD PubChem veri tabanlarından (cannabidiol 644019) alındı. CBD'nin moleküler yapısı Şekil 1'de gösterildi. Moleküler yerleştirme işlemi öncesi ligandın enerji minimizasyonu ve Hartree-Fock teori seviyesindeki geometri optimizasyonu PerkinElmer Chemdraw V.22.0.0.22 ile yapıldı.



Şekil 1. Kannabidiol moleküler yapısı

### 2.2. Moleküler Yerleştirme

Moleküler yerleştirme Autodock Vina v1.1.2 ile gerçekleştirildi. Grid box (ızgara kutucuğu) değerleri ve merkez koordinat değerleri Tablo 1'de verildi. Hazırlanan reseptörler ve ligand moleküler yerleştirme işleminden sonra Pymol Edu v.2.5.4 programı ile reseptör-ligand bağlanma pozisyonları görselleştirildi ve BIOVIA Discovery Studio 2021 yazılımı ile oluşan bağ yapıları 2B görsel olarak tespit edildi (Suttithumsatid ve ark., 2022).

**Tablo 1.** Grid box değerleri ve merkez koordinat değerleri.

Reseptör Adı	Kodu	Merkez Koordinat Değerleri (X, Y, Z)	Grid Box Değerleri (X, Y, Z)
CB1	5U09	9, -9, -18	55, 58, 80
CB2	5ZTY	4, -4, -28	43, 57, 87
δ-OP	4EA3	-3, -78, -68	48, 39, 85
GPR55	4N6H	21, -36, 23	44, 94, 77
TRPV1	3J5Q	-25, 17, 8	46, 82, 88
5-HT1A	7E2Y	97, 89, 64	38, 35, 66

### 2.3. Farmakokinetik/ADMET Profilinin Belirlenmesi

CBD'nin farmakokinetik özelliklerini değerlendirmek için Swiss Institute of Bioinformatics çevrimiçi yazılımı SwissADME kullanılarak ADMET (absorpsiyon, dağılım, metabolizma, atılım ve toksisite) profilleri belirlenmiştir (Daina ve ark., 2017). CBD SMILES zinciri CCCCC1cc(O)c(c(c1)O)C1C=C(C)CCC1C(=C)C olarak PubChem OEChem V2.3.0 yazılımı ile hesaplandı. Çevrim içi yazılıma CBD'nin kanonik SMILES zinciri eklenerek kan-beyin bariyeri geçirgenliği, Log Kp değeri ve P-glikoproteinlere bağlanma değerleri, inhibitör sitokrom P450 (CYP450), klirens ve hacim dağılımı, Lipinski kuralı ve biyoyararlanım gibi parametreler tahmin edildi. Ayrıca, GUSAR-Online web tabanlı sunucu kullanılarak CBD'ye ait in siliko toksisitesi OECD projesine dayalı olarak farelerde oral uygulama öldürücü doz LD<sub>50</sub> tahminleri değerlendirildi (Lagunin ve ark., 2011).

### 3. Bulgular ve Tartışma

CBD molekülü 6 farklı CB1, CB2, δ-OP, GPR55, TRPV1 ve 5-HT1A reseptörüne moleküler yerleştirme ile bağlanmış ve bağlanma enerjileri hesaplanmış olup her reseptör için en yüksek afiniteye sahip değerler Tablo 2'de gösterilmiştir.

**Tablo 2.** CBD'nin hedef reseptörlere moleküler yerleştirme sonuçları

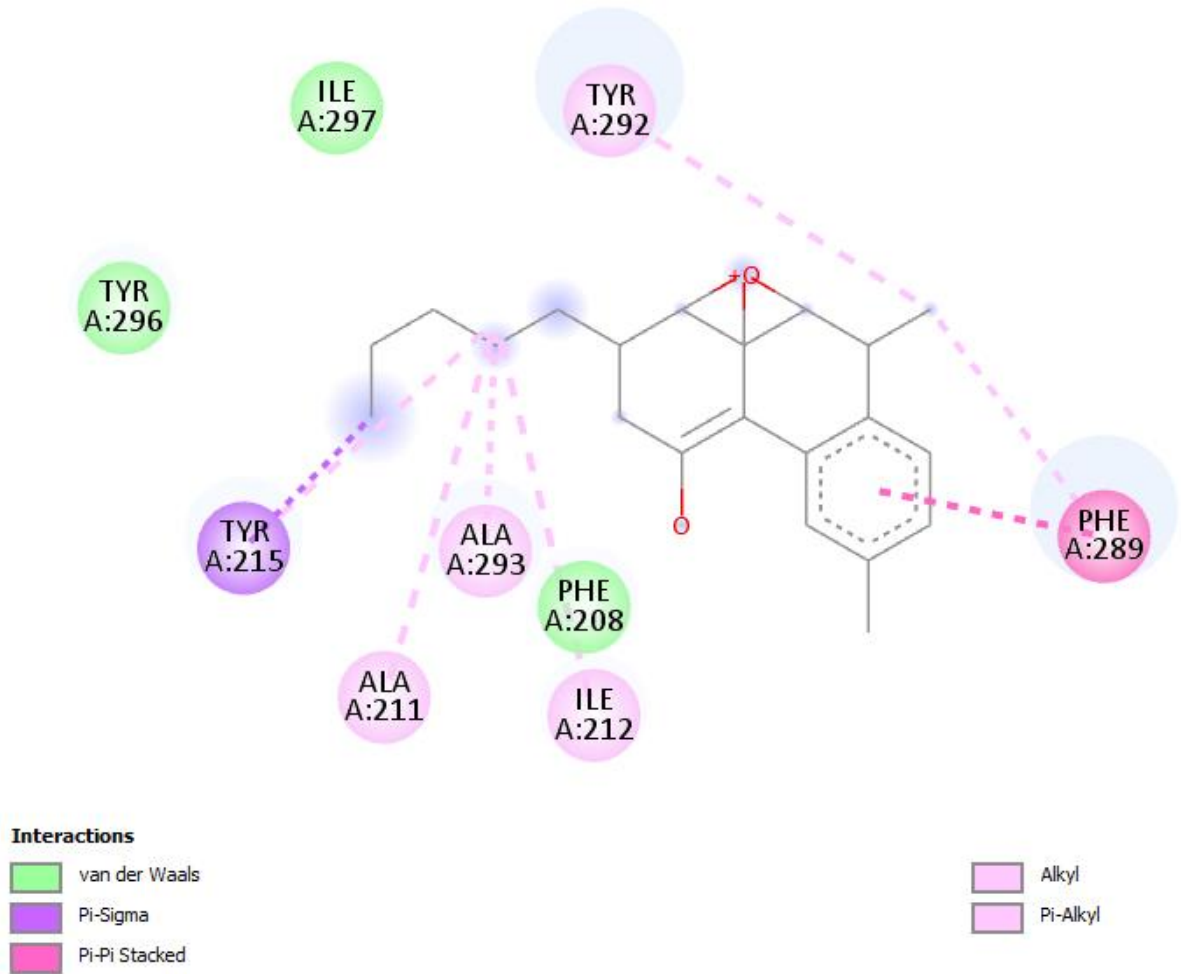
Reseptör Kodu	Reseptör Adı	Bağlanma Enerjisi (Kcal/mol)	Etkileşimler	Etkileşim türü
5U09	CB1	-9.3	ILE A:297, TYR A:292, TYR A:296, TYR A:215, ALA A:211, ALA A:293, PHE A:208, ILE A:212, PHE A:289	Van Der Waals, Pi-Sigma, Pi-Pi Yığılı, Alkil, Pi-Alkil
5ZTY	CB2	-9.8	LEU A:167, TYR A:190, TRP A:194, TRP A:172, VAL A:164, SER A:193, PHE A:200, PHE A:197, LEU A:196	Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil
4N6H	$\delta$ -OP	-8.8	TRP A:207, A5P A:210, 5ER A:206, PHE A:202, MET A:199, LEU A:200, LY5 A:214, TYR A:129, LEU A:125, A5P A:128, LEU A:300, HI5 A:301, TYR A:109, ILE A:304	Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil, Olumsuz Pozitif-Pozitif Etkileşimi
4EA3	GPR55	-9.0	ILE A:219, TYR A:131, GLN A:291, GLN A:286, GLN A:208, ILE A:204, GLY A:287, GLY A:212, VAL A:283, ALA A:216, PHE A:215, GLN A:280, PHE A:220, PHE A:220, LEU A:284	Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil, Konvensiyonel Hidrojen Bağı
7E2Y	5-HT1A	-7.2	PHE B:278, PHE B:234, SER B:191, CYS B:233, ARG B:150, HIS B:62, PHE B:151, LEU B:192, PRO B:107, PRO B:194, PRO B:236, VAL B:320	Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil, Konvensiyonel Hidrojen Bağı, Pi-Katyon
3J5Q	TRPV1	-8.8	TRY D:401, ASP D:707, GLU D:513, TYR D:495, GLY D:492, PHE D:488, PHE D:516, ARG D:491, TYR D:555, TYR D:554, ALA D:400	Van Der Waals, Pi-Alkil

CB1 reseptörüne karşı CBD'nin en yüksek afiniteye sahip tutunma pozisyonu Şekil 2'de gösterilmiştir. CBD CB1 reseptörüne -9,3 Kcal/mol ile bağlanmıştır.



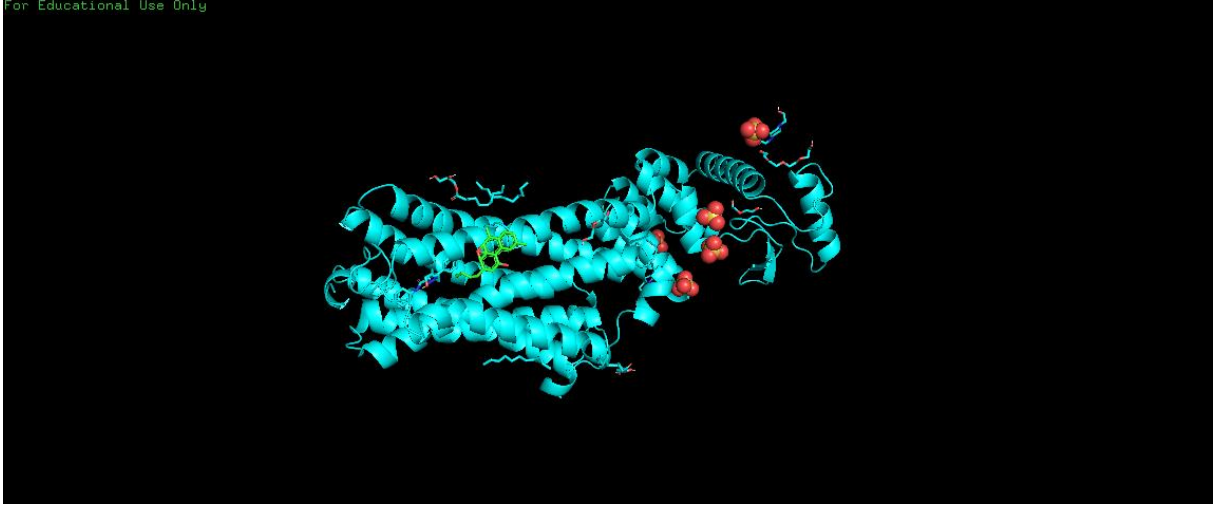
Şekil 2. En yüksek enerjiye sahip kanabidiol analogunun CB1 reseptörüne karşı etkileşimi

CBD İzolösün 297, Tirozin 296 ve Fenilalanin 208 ile Van Der Waals bağı, Tirozin 215 ile Pi Sigma bağı, Alanin 211 Alanin 293 ve İzolösün 212 ile Pi Alkil bağı, Fenilalanin 289 ile Pi-Pi yığın bağı ve Tirozin 292 ile Alkil bağı yapmıştır ve Şekil 3'te gösterilmiştir.



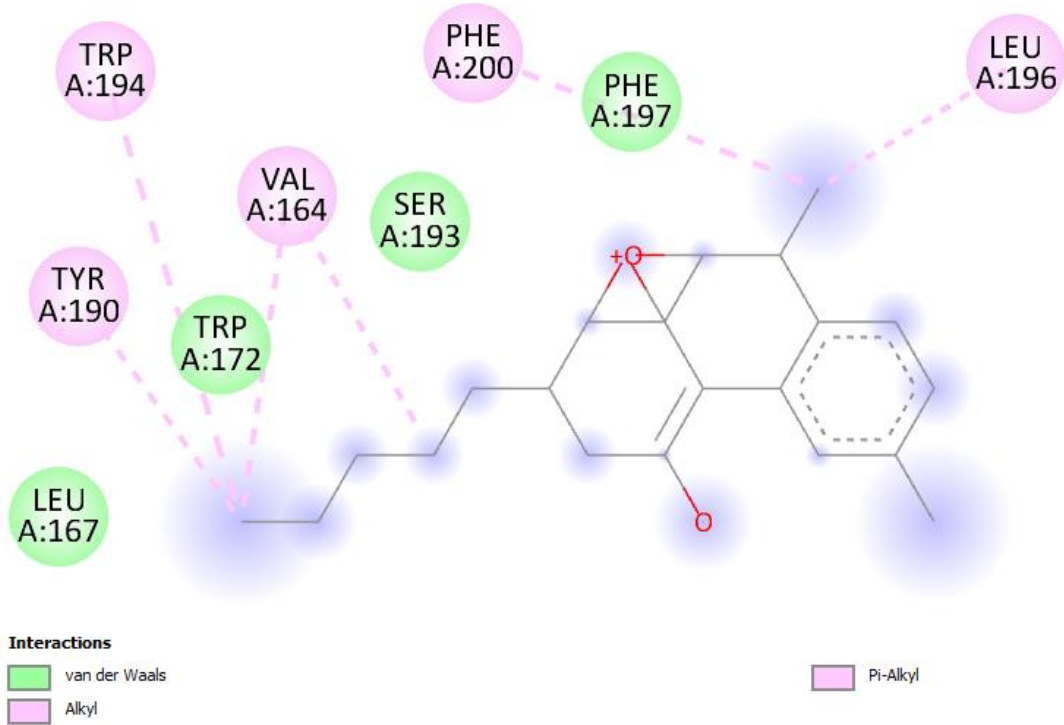
Şekil 3. CBD'nin CB1 reseptörüne bağlanma etkileşimlerinin iki boyutlu gösterimi

CB2 reseptörüne karşı CBD'nin en yüksek afiniteye sahip tutunma pozisyonu Şekil 4'te gösterilmiştir. CBD CB2 reseptörüne -9,8 Kcal/mol ile bağlanmıştır.



Şekil 4. En yüksek enerjiye sahip kanabidiol analogunun CB2 reseptörüne karşı etkileşimi

CBD, CB2 reseptörü ile Lösin 167 Triptofan 172 Serin 193 ve Fenilalanin 197 ile Van Der Waals, Tirozin 190 Triptofan 194 Fenilalanin 200 ve Lösin 196 ile Alkil bağı, Valin 164 ile Pi-Alkil bağı yapmıştır ve Şekil 5'te gösterilmiştir.



Şekil 5. CBD'nin CB2 reseptörüne bağlanma etkileşimlerinin iki boyutlu gösterimi

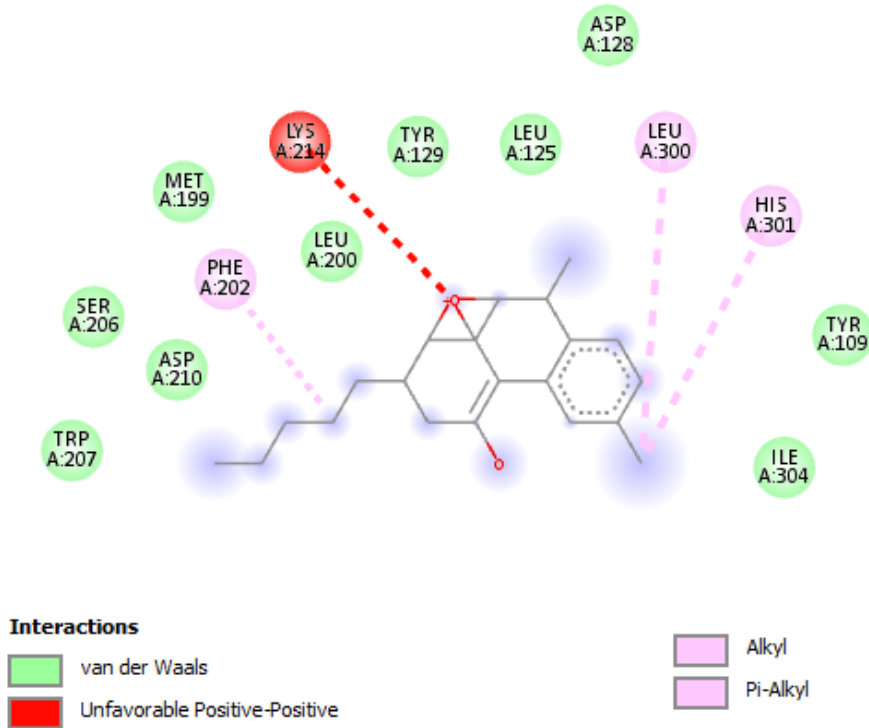


Human Delta-Opioid reseptörüne karşı CBD'nin en yüksek afiniteye sahip tutunma pozisyonu Şekil 6'da gösterilmiştir. CBD CB2 reseptörüne -8,8 Kcal/mol ile bağlanmıştır.



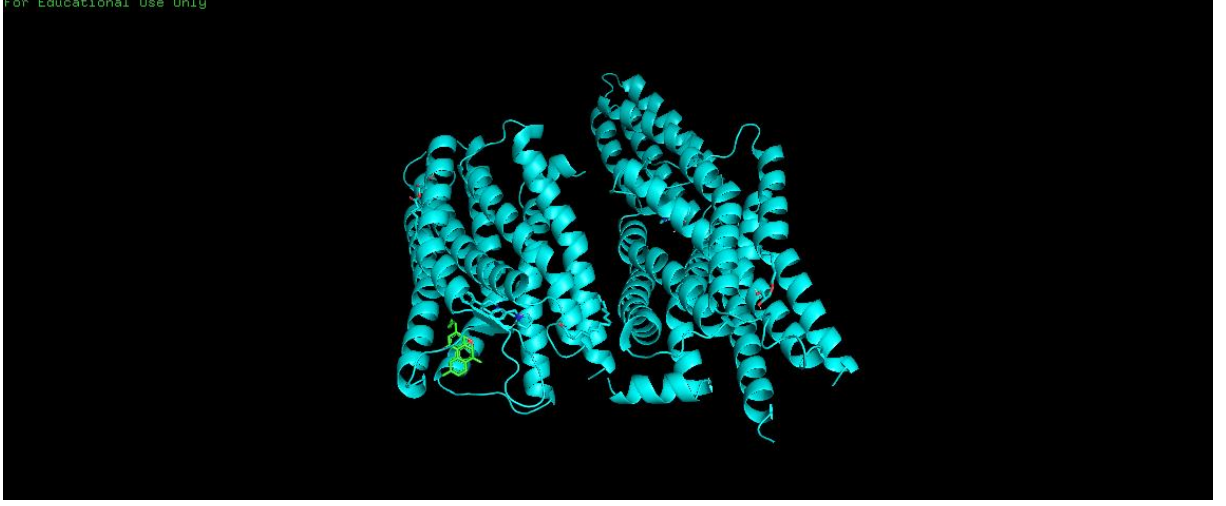
**Şekil 6.** En yüksek enerjiye sahip kanabidiol analogunun İnsan Delta-Opioid reseptörüne karşı etkileşimi

CBD, İnsan Delta-Opioid reseptörü ile Lizin 214 ile Olumsuz Pozitif-Pozitif etkileşimi, Triptofan 207 Serin 206 Aspartat 210 ve 128 Metiyonin 199 Lösin 200 ve 125 Tirozin 129 ve 109 İzolösin 304 Van Der Waals bağı, Fenilalanin 202 ile Alkil bağı ve Lösin 300 ve Histidin 301 ile Pi Alkil bağı yapmıştır ve Şekil 7'de gösterilmiştir.



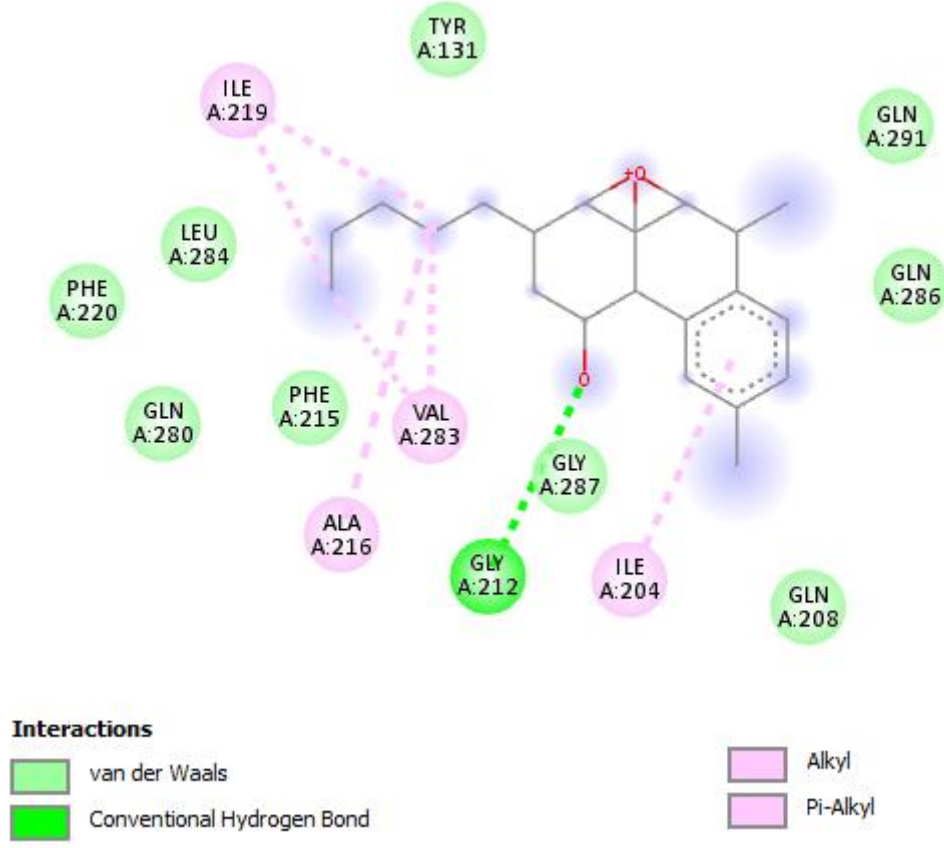
**Şekil 7.** CBD'nin Human Delta-Opioid reseptörüne bağlanma etkileşimlerinin iki boyutlu gösterimi

N-OFQ Opioid reseptörüne karşı CBD'nin en yüksek afiniteye sahip tutunma pozisyonu Şekil 8'de gösterilmiştir. CBD CB2 reseptörüne -9,0 Kcal/mol ile bağlanmıştır.



**Şekil 8.** En yüksek enerjiye sahip kanabidiol analogunun N-OFQ Opioid reseptörüne karşı etkileşimi

CBD, N-OFQ Opioid reseptörü ile Glisin 212 Konvensiyonel Hidrojen bağı, Glutamin 208 ve 280 ve 291 Glisin 287 ve 286 Fenilalanin 215 ve 220 Lösin 284 Tirozin 131 ile Van Der Waals bağı, Alanin 216 İzölösün 204 ile Alkil bağı ve İzölösün 219 Valin 283 ile Pi Alkil bağı yapmıştır ve Şekil 9'da gösterilmiştir.



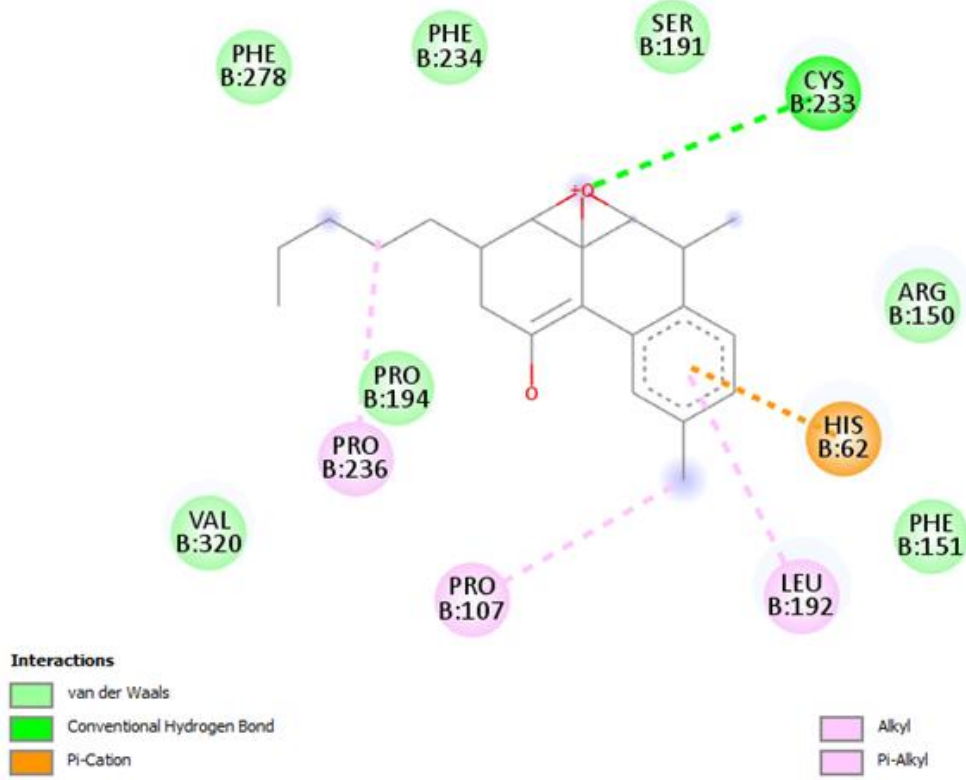
**Şekil 9.** CBD'nin N-OFQ Opioid reseptörüne bağlanma etkileşimlerinin iki boyutlu gösterimi

Serotonin 1A reseptörüne karşı CBD'nin en yüksek afiniteye sahip tutunma pozisyonu Şekil 10'da gösterilmiştir. CBD Serotonin 1A reseptörüne -7,2 Kcal/mol ile bağlanmıştır.



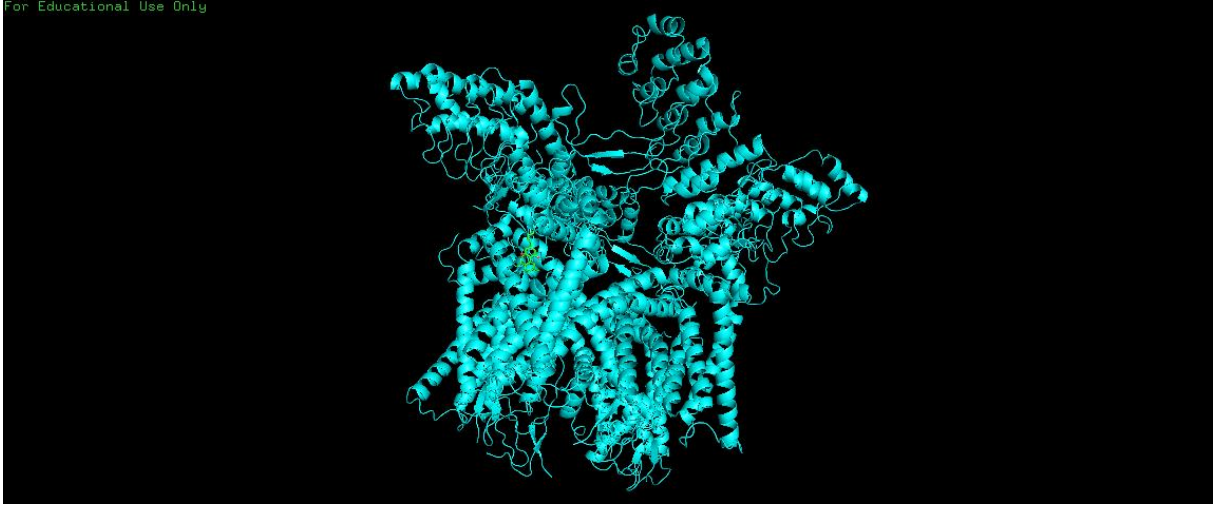
**Şekil 10.** En yüksek enerjiye sahip kanabidiol analogunun Serotonin 1A (5-HT1A) reseptörüne karşı etkileşimi

CBD, Serotonin 1A reseptörü ile Histidin 62 ile Pi Katyon bağı, Sistein 233 ile Konvensiyonel Hidrojen bağı, Fenilalanin 278 234 151 Serin 191 Arjinin 150 Valin 320 Prolin 194 ile Van Der Waals bağı, Prolin 107 ve 192 ile Alkil bağı ve Lösin 192 ile Pi Alkil bağı yapmıştır ve Şekil 11’de gösterilmiştir.



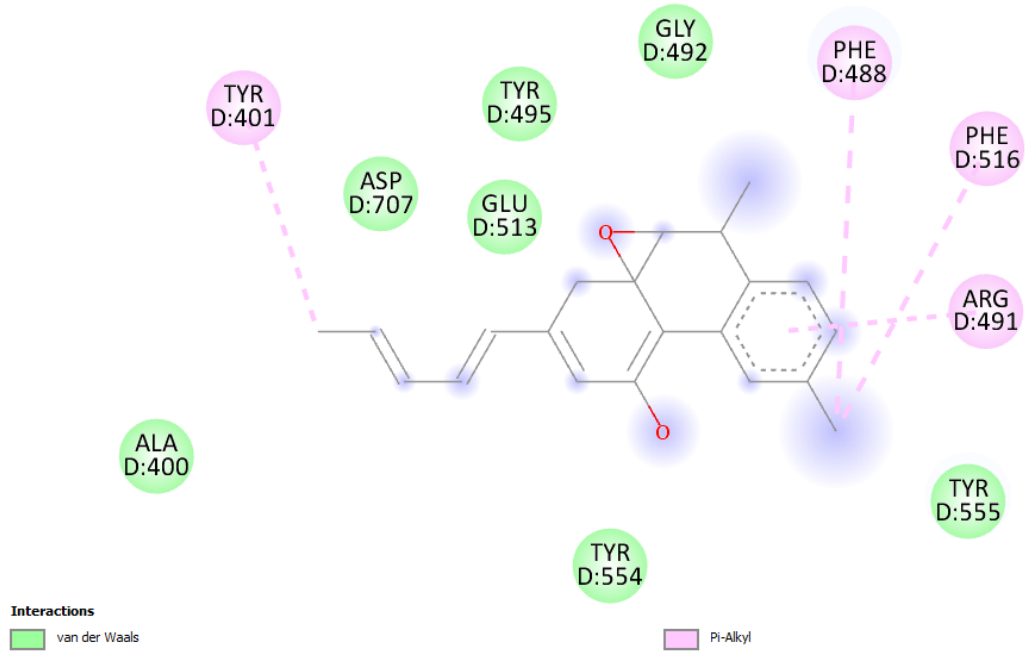
Şekil 11. CBD'nin Serotonin 1A (5-HT1A) reseptörüne bağlanma etkileşimlerinin iki boyutlu gösterimi

TRPV1 reseptörüne karşı CBD'nin en yüksek afiniteye sahip tutunma pozisyonu Şekil 12’de gösterilmiştir. CBD TRPV1 reseptörüne -8,8 Kcal/mol ile bağlanmıştır.



**Şekil 12.** En yüksek enerjiye sahip kanabidiol analogunun TRPV1 reseptörüne karşı etkileşimi

CBD, TRPV1 reseptörü ile Alanin 400 Aspartat 707 Glutamat 513 Tirozin 495 554 ve 555 Glisin 492 ile Van Der Waals bağı, Tirozin 401 Fenilalanin 488 ve 516 Arjinin 491 ile Pi Alkil bağı yapmıştır ve Şekil 13’te gösterilmiştir.



**Şekil 13.** CBD'nin TRPV1 reseptörüne bağlanma etkileşimlerinin iki boyutlu gösterimi

CBD'nin potansiyel olarak ilaç benzeri bir bileşik olarak kabul edilip edilmeyeceğini belirlemek için yapılan Farmakokinetik/ADMET profili sonuçları Tablo 3’te listelenmiştir.

**Tablo 3.** SwissADME ve GUSAR çevrimiçi tahmini ile CBD'nin ADMET parametreleri ve akut oral toksisitesi.

Parametre	Kanabidiol (CBD)
Kan beyin bariyeri (BBB) geçirgenliği	BBB+
Gastrointestinal ilaç Emilimi (GI-DA)	GI-DA+
P-glikoprotein (P-gp) substratı	Substratsız
CYP1A2 inhibitörü	İnhibitörü yok
CYP2C19 inhibitörü	Var
CYP2C9 inhibitörü	Var
CYP2D6 inhibitörü	Var
CYP3A4 inhibitörü	Var
Günlük $K_p$ (cilt geçirgenliği)	-3,59 cm/sn
Lipsinki Kuralı	Kabul edilebilir
( $MW \leq 500$ , $\log P \leq 5$ , $HBD \leq 5$ , $HBA \leq 10$ )	MLOGP>4.15
Biyoyararlanım Puanı	0,55
Rat LD <sub>50</sub> öldürücü doz (mg/Kg) / OECD Sınıfı	799,2 / (IV)

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

CBD'nin CB1, CB2,  $\delta$ -OP, GPR55, TRPV1 ve 5-HT1A reseptörleri için bağlanma serbest enerjileri sırasıyla -9.3, -9.8, -8.8, -9.0, -7.2 Kcal/mol olarak hesaplanmıştır. Antistio Aviz-Amador ve arkadaşları LS-61176, CBD ve Tetrahidrokannabinol'ün (THC) CB1 ve CB2 kannabinoid reseptörleri üzerindeki biyolojik aktivitesini tahmin etmek için yaptıkları çalışmada moleküler yerleştirme yöntemi ile LS-61176, CBD ve THC'nin CB1 kannabinoid reseptörüne bağlanma serbest enerjileri sırasıyla -9.9 Kcal/mol, -8.5 Kcal/mol ve -9.4 Kcal/mol olarak, CB2 kannabinoid reseptörüne bağlanma serbest enerjileri ise sırasıyla -10.7 Kcal/mol, -9.3 Kcal/mol ve -10.4 Kcal/mol olarak hesaplamışlardır (Aviz-Amador ve ark., 2021). Çalışmamızda CBD ile CB1 ve CB2 bağlanma serbest enerjileri sırasıyla -9,3 ve -9,8 Kcal/mol olarak hesaplanmış olup, Aviz-Amador ve arkadaşlarının bulgularına benzer bağlanma etkileşimleri sergiledikleri söylenebilir. Wiwit Suttithumsatid ve arkadaşları THC ve CBD'nin a-glukosidaz hedef proteini ile etkileşimlerini moleküler yerleştirme yöntemi ile incelemiş ve a-glukosidaz reseptörü ile THC'nin bağlanma serbest enerjisini -7.5 Kcal/mol, CBD'nin bağlanma serbest enerjisini -6.9 Kcal/mol olarak hesaplamışlardır. Bahsi geçen çalışmada CBD ve THC'nin iyi bir a-glukosidaz inhibitörü potansiyeline sahip olabileceği gösterilmiştir (Suttithumsatid ve ark., 2022).

Çalışmamızda CBD'nin etkileşime girdiğinde en fazla enerji uyumu gösterdiği reseptörler CB2 ve CB1 reseptörleri olarak tespit edilmiştir. GPR55 ve TRPV1 reseptörleri ile de yüksek uyum ve benzer afinite göstermiştir. Bağlanma eğilimi bu iki reseptör arasında büyük farklılıklar göstermemektedir. En düşük etkileşim ise 5-HT1A reseptörü ile gerçekleşmiştir. Franzen ve arkadaşları dişi ratlar üzerinde yaptıkları denemelerde CBD'nin şartlanılmış korkunun ifadesini, 5-

HT1A'yı aktive ederek azalttığını göstermişlerdir (Franzen ve ark., 2023). Anand ve arkadaşları yetişkin sıçanlarda düşük dozlarda CBD ile TRPV1 inhibisyonunu sağlayarak akut ve kronik ağrının azaldığını tespit etmişlerdir (Anand ve ark., 2020). Whalley ve arkadaşları kronik epileptik fareler üzerinde yaptığı çalışmada CBD, GPR55'in epilepsi nöbetlerindeki rolünü değiştirmiş ve antikonvülsan etki mekanizması olduğunu göstermişlerdir (Whalley ve ark., 2018). Kathmann ve arkadaşları CBD'nin delta opioid reseptörlerinde allosterik bir modülatör olduğunu bildirmişlerdir (Kathmann ve ark., 2006).

CBD ile CB1 arasında Van Der Waals, Pi-Sigma, Pi-Pi Yığını, Alkil, Pi-Alkil etkileşimleri ve CB2 ile Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil etkileşimleri vardır. İnsan Delta-Opioid reseptörü ile Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil, Olumsuz Pozitif-Pozitif, N-OFQ Opioid reseptörü ile Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil, Konvensiyonel Hidrojen Bağı etkileşimleri görülmüştür. Serotonin 1A reseptörü ile Van Der Waals, Alkil, Pi-Alkil, Pi-Pi Yığını, Konvensiyonel Hidrojen Bağı, Pi-Katyon ve TRPV1 reseptörü Van Der Waals, Pi-Alkil etkileşimleri olduğu gözlemlenmiştir. Hidrojen bağları, reseptör ve ligantların molekülünün yapısal bütünlüğünde çok önemlidir (Abelian ve ark., 2021). NH-O, OH-O, OH-N ve NH-N gibi konvensiyonel hidrojen bağları, biyomoleküler yapıdaki temel dengeleyici kuvvetleri temsil etmektedir (Horowitz ve Trievel, 2012). Pi-alkil bağı gibi etkileşim türleri, reseptörün bağlanma cebindeki ligandın hidrofobik etkileşimi arttırmaktadır (Arthur ve Uzairu, 2019). İlaç özelliği gösterebilmesi için molekülün Lipinski kurallarını sağlaması gerekir. Lipinski kurallarına göre; molekülün ağırlığı 500 Da'dan küçük, hidrojen bağı vericisi sayısı 5'ten küçük, hidrojen bağı alıcısı sayısı 10'dan küçük, MLogP değeri 4,15'ten küçük değerlerde olmalıdır (Daina ve ark., 2017). İlaça benzerlik teorisine göre, CBD'nin fizikokimyasal özellikleri kabul edilebilir aralıktadır (Lipinski, 2004). Lipofilik ve suda çözünürlük değeri, gastrointestinal ilaç absorpsiyonu (GI-DA) ve kan beyin bariyeri (BBB) geçirgenliği kabul edilebilir farmakokinetik parametreler aralığında olduğu tespit edilmiştir (Kimura ve Higaki, 2002). Log K<sub>p</sub> değeri -3,59 cm/sn ile iyi bir deri geçirgenliğine sahiptir (Bibi ve Sakata, 2017).

Literatürde CBD'nin ağız yoluyla uygulanması ile ilişkili akut toksisite raporlarında 800 mg/kg ile 2460 mg/kg aralığında LD<sub>50</sub> doz değerleri bulunmaktadır. GUSAR çevrimiçi tahmininde 799,2mg/kg doz değeri ile *in vivo* rapor sonuçlarından daha düşük bir LD<sub>50</sub> doz değeri tahmin edilmiştir (Beaulieu, 2005; Stohs ve Ray, 2020).

Yapılan moleküler yerleştirme çalışmaları CBD'nin CB1, CB2,  $\delta$ -OP, GPR55, TRPV1 ve 5-HT1A reseptörleri için önemli afiniteye sahip bir molekül olduğunu ortaya koymaktadır. Ayrıca ADMET tahminleri sonucunda görüldüğü gibi, kan-beyin bariyerini yüksek bir şekilde geçme kapasitesi ile ilişkili olabilen vaskülarize organlarda (akciğer, kalp, beyin, karaciğer) yüksek bir penetrasyona sahiptir. Araştırma sonuçları ve analizler CBD'nin tedavide kullanılabilecek özellikte bir ilaç olabileceğini önermektedir. Gelecek çalışma planı olarak moleküler yerleştirme

çalışmalarımızın doğrulanması amacıyla moleküler dinamik simülasyonları yapılarak ligandların kararlılığı belirlenecektir.

### **Teşekkür**

Bu çalışma TÜBİTAK 2244 Üniversite Sanayi İş birliği Projesi (119C100) ve Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü (Proje No: 211451004) tarafından desteklenmektedir.

### **Yazarların Katkısı**

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### **Kaynaklar**

- Abelian, A., Dybek, M., Wallach, J., Gaye, B., & Adejare, A. (2021). Pharmaceutical chemistry. In Remington (pp. 105-128). Academic Press.
- Anand, U., Jones, B., Korchev, Y., Bloom, S. R., Pacchetti, B., Anand, P., & Sodergren, M. H. (2020). CBD effects on TRPV1 signaling pathways in cultured DRG neurons. *Journal of Pain Research*, 13, 2269. <https://doi.org/10.2147/jpr.s258433>
- Arthur, D. E., ve Uzairu, A. (2019). Molecular docking studies on the interaction of NCI anticancer analogues with human Phosphatidylinositol 4,5-bisphosphate 3-kinase catalytic subunit. In *Journal of King Saud University - Science* (Vol. 31, Issue 4, pp. 1151–1166). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2019.01.011>
- Aviz-Amador, A., Contreras-Puentes, N., & Mercado-Camargo, J. (2021). Virtual screening using docking and molecular dynamics of cannabinoid analogs against CB1 and CB2 receptors. In *Computational Biology and Chemistry* (Vol. 95, p. 107590). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.compbiolchem.2021.107590>
- Beaulieu, P. (2005). Toxic Effects of Cannabis and Cannabinoids: Animal Data. In *Pain Research and Management* (Vol. 10, Issue suppl a, pp. 23A-26A). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2005/763623>
- Berman, H. M. (2000). The Protein Data Bank. In *Nucleic Acids Research* (Vol. 28, Issue 1, pp. 235–242). Oxford University Press (OUP). <https://doi.org/10.1093/nar/28.1.235>



- Bibi, S., & Sakata, K. (2017). An Integrated Computational Approach for Plant-Based Protein Tyrosine Phosphatase Non-Receptor Type 1 Inhibitors. In *Current Computer-Aided Drug Design* (Vol. 13, Issue 4). Bentham Science Publishers Ltd. <https://doi.org/10.2174/1573409913666170406145607>
- Cortez, I. L., Rodrigues da Silva, N., Guimarães, F. S., & Gomes, F. V. (2020). Are CB2 Receptors a New Target for Schizophrenia Treatment? In *Frontiers in Psychiatry* (Vol. 11). Frontiers Media SA. <https://doi.org/10.3389/fpsy.2020.587154>
- Crampon, K., Giorkallos, A., Deldossi, M., Baud, S., & Steffanel, L. A. (2022). Machine-learning methods for ligand–protein molecular docking. In *Drug Discovery Today* (Vol. 27, Issue 1, pp. 151–164). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.drudis.2021.09.007>
- Daina, A., Michielin, O., & Zoete, V. (2017). SwissADME: a free web tool to evaluate pharmacokinetics, drug-likeness and medicinal chemistry friendliness of small molecules. In *Scientific Reports* (Vol. 7, Issue 1). Springer Science and Business Media LLC. <https://doi.org/10.1038/srep42717>
- Dripps, I. J., Bertels, Z., Moye, L. S., Tipton, A. F., Siegersma, K., Baca, S. M., Kieffer, B. L., & Pradhan, A. A. (2020). Forebrain delta opioid receptors regulate the response of delta agonist in models of migraine and opioid-induced hyperalgesia. In *Scientific Reports* (Vol. 10, Issue 1). Springer Science and Business Media LLC. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-74605-9>
- Franzen, J. M., Werle, I., Vanz, F., de Oliveira, B. B., Martins Nascimento, L. M., Guimarães, F. S., & Bertoglio, L. J. (2023). Cannabidiol attenuates fear memory expression in female rats via hippocampal 5-HT1A but not CB1 or CB2 receptors. In *Neuropharmacology* (Vol. 223, p. 109316). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.neuropharm.2022.109316>
- Horowitz, S., & Trievel, R. C. (2012). Carbon-Oxygen Hydrogen Bonding in Biological Structure and Function. In *Journal of Biological Chemistry* (Vol. 287, Issue 50, pp. 41576–41582). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1074/jbc.r112.418574>
- Howlett, A. C., & Abood, M. E. (2017). CB 1 and CB 2 Receptor Pharmacology. In *Cannabinoid Pharmacology* (pp. 169–206). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/bs.apha.2017.03.007>
- Howlett, A., Blume, L., & Dalton, G. (2010). CB1 Cannabinoid Receptors and their Associated Proteins. In *Current Medicinal Chemistry* (Vol. 17, Issue 14, pp. 1382–1393). Bentham Science Publishers Ltd. <https://doi.org/10.2174/092986710790980023>
- Jimenez-Vargas, N. N., Gong, J., Wisdom, M. J., Jensen, D. D., Latorre, R., Hegron, A., Teng, S., DiCello, J. J., Rajasekhar, P., Veldhuis, N. A., Carbone, S. E., Yu, Y., Lopez-Lopez, C., Jaramillo-Polanco, J., Canals, M., Reed, D. E., Lomax, A. E., Schmidt, B. L., Leong, K. W., ... Poole, D. P. (2020). Endosomal signaling of delta opioid receptors is an endogenous mechanism and therapeutic target for relief from inflammatory pain. In *Proceedings of the National Academy of Sciences* (Vol. 117, Issue 26, pp. 15281–15292). Proceedings of the National Academy of Sciences. <https://doi.org/10.1073/pnas.2000500117>
- Kathmann, M., Flau, K., Redmer, A., Tränkle, C., & Schlicker, E. (2006). Cannabidiol is an allosteric modulator at mu-and delta-opioid receptors. *Naunyn-Schmiedeberg's archives of pharmacology*, 372(5), 354-361.
- Kimura, T., & Higaki, K. (2002). Gastrointestinal Transit and Drug Absorption. In *Biological & Pharmaceutical Bulletin* (Vol. 25, Issue 2, pp. 149–164). Pharmaceutical Society of Japan. <https://doi.org/10.1248/bpb.25.149>
- Kogan, N. M., & Mechoulam, R. (2007). Cannabinoids in health and disease. In *Dialogues in Clinical Neuroscience* (Vol. 9, Issue 4, pp. 413–430). Informa UK Limited. <https://doi.org/10.31887/dcns.2007.9.4/nkogan>
- Lagunin, A., Zakharov, A., Filimonov, D., & Poroikov, V. (2011). QSAR Modelling of Rat Acute Toxicity on the Basis of PASS Prediction. In *Molecular Informatics* (Vol. 30, Issues 2–3, pp. 241–250). Wiley. <https://doi.org/10.1002/minf.201000151>
- Lipinski, C. A. (2004). Lead- and drug-like compounds: the rule-of-five revolution. In *Drug Discovery Today: Technologies* (Vol. 1, Issue 4, pp. 337–341). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.ddtec.2004.11.007>
- Liu, L. Y., Alexa, K., Cortes, M., Schatzman-Bone, S., Kim, A. J., Mukhopadhyay, B., Cinar, R., Kunos, G., North, T. E., & Goessling, W. (2016). Cannabinoid receptor signaling regulates liver development and metabolism. In *Development* (Vol. 143, Issue 4, pp. 609–622). The Company of Biologists. <https://doi.org/10.1242/dev.121731>
- Maroon, J., ve Bost, J. (2018). Review of the neurological benefits of phytocannabinoids. In *Surgical Neurology International* (Vol. 9, Issue 1, p. 91). Scientific Scholar. [https://doi.org/10.4103/sni.sni\\_45\\_18](https://doi.org/10.4103/sni.sni_45_18)

- Savitz, J., Lucki, I., & Drevets, W. C. (2009). 5-HT<sub>1A</sub> receptor function in major depressive disorder. In *Progress in Neurobiology* (Vol. 88, Issue 1, pp. 17–31). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.pneurobio.2009.01.009>
- Silvestro, S., Mammana, S., Cavalli, E., Bramanti, P., & Mazzon, E. (2019). Use of Cannabidiol in the Treatment of Epilepsy: Efficacy and Security in Clinical Trials. In *Molecules* (Vol. 24, Issue 8, p. 1459). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/molecules24081459>
- Stohs, S., & Ray, S. (2020). Is cannabidiol hepatotoxic or hepatoprotective: A review. In *Toxicology Research and Application* (Vol. 4, p. 239784732092294). SAGE Publications. <https://doi.org/10.1177/2397847320922944>
- Suttithumsatid, W., Shah, M. A., Bibi, S., & Panichayupakaranant, P. (2022).  $\alpha$ -Glucosidase inhibitory activity of cannabidiol, tetrahydrocannabinol and standardized cannabinoid extracts from *Cannabis sativa*. In *Current Research in Food Science* (Vol. 5, pp. 1091–1097). Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.crfs.2022.07.002>
- Tütüncü, Ş., & Özfiliz, N. (2011). Vanilloid reseptör 1 (VR1)(Capsaicin reseptörü). *Uludağ Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 30(2), 53-60.
- Whalley, B. J., Bazetot, M., Rosenberg, E., & Tsien, R. (2018). A role of GPR55 in the antiepileptic properties of cannabidiol (CBD)(P2. 277).
- Wu, H., Wacker, D., Mileni, M., Katritch, V., Han, G. W., Vardy, E., Liu, W., Thompson, A. A., Huang, X.-P., Carroll, F. I., Mascarella, S. W., Westkaemper, R. B., Mosier, P. D., Roth, B. L., Cherezov, V., & Stevens, R. C. (2012). Structure of the human  $\kappa$ -opioid receptor in complex with JDTic. In *Nature* (Vol. 485, Issue 7398, pp. 327–332). Springer Science and Business Media LLC. <https://doi.org/10.1038/nature10939>

## A Response Surface Modeling Study on Effects of Powder Rate and Machining Parameters on Surface Quality of CoCrMo Processed by Powder Mixed Electrical Discharge Machining

Can YILDIZ<sup>1</sup>, Faruk ÇAVDAR<sup>2\*</sup>, Erdoğan KANCA<sup>3</sup>

### Abstract

Due to the high mechanical strength of the metals used in implant manufacture, which makes them difficult to work with using other machining techniques, electrical discharge machining (EDM) is frequently employed in the production of implants. In this study, the effect of powder ratio and other EDM parameters used in the machining of CoCrMo alloy, which used in implant production widely, with powder-mixed EDM on the surface roughness of the machined part was investigated through the response surface methodology. AISI 316L stainless steel was chosen as the electrode material, and Ti6V4Al was chosen as the additive powder, taking into account their biocompatibility properties. Using a Taguchi L<sub>16</sub> array, an experimental design was created by selecting 4 levels for each parameter of additive ratio, discharge current, pulse on time ( $T_{on}$ ), and pulse off time ( $T_{off}$ ). The response surface method was used, along with the experimental data, to estimate how the parameters affected the arithmetic average roughness ( $R_a$ ) and mean roughness depth ( $R_z$ ).

**Keywords:** Powder Mixed EDM, CoCrMo, Response Surface Methodology, Mathematical Modeling.

## Toz Oranı ve İşleme Parametrelerinin Toz Katkılı Elektro Erozyonla İşlenen CoCrMo'nin Yüzey Kalitesine Etkileri Üzerine Bir Cevap Yüzeyi Çalışması

### Öz

İmplant imalatında kullanılan metallerin yüksek mekanik mukavemetleri nedeniyle diğer işleme teknikleri kullanılarak işlenmesi oldukça zor olduğundan elektro erozyonla işleme (EDM), implant üretiminde sıklıkla kullanılmaktadır. Bu çalışmada, implant üretiminde yaygın olarak kullanılan CoCrMo alaşımının toz katkılı EDM ile işlenmesinde kullanılan toz oranı ve diğer EDM parametrelerinin işlenen parçanın yüzey pürüzlülüğüne etkisi yanıt yüzey metodolojisi ile incelenmiştir. Elektrot malzemesi olarak AISI 316L paslanmaz çelik, katkı tozu olarak da biyo-uyumluluk özellikleri dikkate alınarak Ti<sub>6</sub>V<sub>4</sub>Al seçilmiştir. Bir Taguchi L<sub>16</sub> dizisi kullanılarak, katkı oranı, deşarj akımı, ark süresi ( $T_{on}$ ) ve bekleme süresi ( $T_{off}$ ) parametreleri için 4'er seviye seçilerek bir deney tasarımı oluşturulmuştur. Parametrelerin aritmetik ortalama pürüzlülük ( $R_a$ ) ve ortalama pürüzlülük derinliğini ( $R_z$ ) nasıl etkilediğini tahmin etmek için deneysel verilerle birlikte yanıt yüzeyi yöntemi kullanılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Toz Katkılı EDM, CoCrMo, Cevap Yüzey Yöntemi, Matematik Modelleme.

<sup>1</sup> Iskenderun Technical University, Institute of Graduate Studies, Hatay, Turkey, [canyildiz33@gmail.com](mailto:canyildiz33@gmail.com)

<sup>2</sup> Osmaniye Korkutata University, Osmaniye Vocational School, Osmaniye, Turkey, [farukcavdar@osmaniye.edu.tr](mailto:farukcavdar@osmaniye.edu.tr)

<sup>3</sup> Iskenderun Technical University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Hatay, Turkey, [erdogan.kanca@iste.edu.tr](mailto:erdogan.kanca@iste.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0001-5289-2520>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-4981-6428>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0002-7997-9631>

## 1. Introduction

In comparison to other non-traditional production methods, electrical discharge machining (EDM) occupies a privileged place because it uses heat energy to process electrically conductive materials, which makes it independent of the workpiece's mechanical strength and temperature resistance. Additionally, because there is no direct contact between the electrode and the workpiece, mechanical stresses, chatter, and vibration are not a concern. In the die, mold, automotive, aerospace, and surgical component industries, where parts with high mechanical strength, temperature resistance, and complex shapes are frequently used, this method is widely utilized (Cakir et al., 2013; Ho & Newman, 2003; Sharma & Singh, 2014).

Low machining efficiency and poor surface quality of conventional EDM techniques have limited further industrial uses. Due to the complicated and highly nonlinear nature of EDM, extensive studies have been conducted by numerous researchers to establish control over machining parameters and to develop new approaches to reach an ideal combination that improves machining performance. In the recent years, powder mixed electrical discharge machining has become one of the most cutting-edge and creative methods for enhancing the capabilities of EDM and removing some of its drawbacks.

A novel method termed powder-mixed electrical discharge machining (PM-EDM) solves the drawbacks of electrical discharge machining (EDM) and enhances its machining capabilities.

In this procedure, several particles, including copper, graphite, tungsten, aluminum, and chromium, are combined with the dielectric fluid. To effectively fill the spark gap with these additive particles, a specifically designed stirrer mechanism stirs the fine powder particles into the tank. The EDM process becomes more stable as a result of these electrically conductive powder particles' reduction in the dielectric fluid's insulating strength and increase in the spark gap distance between the tool electrode and workpiece. This improves the material removal rate (MRR) and surface finish of the workpiece. Surfaces created by the PM-EDM method have great resistance to corrosion and abrasion (Jawahar et al., 2019; Rajkumar & Vishwakamra, 2018; Sharma & Singh, 2014).

The use of PM-EDM in the biomedical field has recently received significant interest (ERDEM & KILIÇ, 2020; Kumar et al., 2020; Rajkumar & Vishwakamra, 2018). Along with increasing corrosion and wear resistance, PM-EDM has significantly improved the mechanical and fatigue life of orthopedic implants (Iacono et al., 2016; Ntasi et al., 2010; Prakash et al., 2015). However, there have recently been reports of using PM-EDM to deposit a nano-porous and biocompatible layer on the machined implant surface. Strong bone-implant bonding is provided by this deposition layer (Al-Amin et al., 2020).

Due to their great biocompatibility, good mechanic wear, and corrosion resistance, CoCrMo alloys are frequently employed as biomaterials for orthopedic implants, particularly in artificial hip and knee joints, as well as the infrastructure of metal-ceramic implants (Augustyn-Pieniązek et al., 2013; Fazira et al., 2013).

Numerous research on the processing of Co-Cr-Mo alloy using EDM, with or without powder additions, are available in the literature. The processing of Co-Cr-Mo material with classical EDM was examined in these studies to determine the effects of various processing parameters, electrode types, and dielectric fluids on the surface characteristics of the workpiece, biological response, corrosion resistance, in vitro hemocompatibility, electrochemical properties, and cytocompatibility of the surface. Graphite, W, Cu, Cu-W, and Ti as electrode materials were used in this research (Chakmakchi et al., 2021; Iranmanesh et al., 2017; Mahajan et al., 2019; Mahajan & Sidhu, 2019b, 2019a; Mahajan Amit and Sidhu, 2019). In some other studies, the effect of adding Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopowder to the dielectric liquid at different rates on the material removal rate was investigated (N. Elsi et al., 2017; N. M. Elsi & Noordin, 2017).

In this study, the effects of powder ratio and machining parameters in the PM-EDM process on surface roughness metrics i.e.  $R_a$  and  $R_z$ , of the CoCrMo workpiece are analyzed and modeled through RSM. In the experimental PM-EDM process, 316L and Ti6V4Al were utilized as the electrode and dielectric additive respectively in the PM-EDM of Co-Cr-Mo. The fact that 316L and Ti6V4Al are currently utilized as implant materials and that there is no biocompatibility issue if residues from these materials are left on the surface of the workpiece as a result of processing were taken into consideration while selecting these materials (Abdel-Fattah et al., 2011; Sales et al., 2016; ÖPÖZ et al., 2019; Ali et al., 2019).

Four levels for the additive powder ratio, discharge current, pulse on time ( $T_{on}$ ), and pulse off time ( $T_{off}$ ) variables were established in the investigation, and a Taguchi L<sub>16</sub> orthogonal experimental design was developed in the study. The determined parameters were applied to the constructed samples, and each sample's  $R_a$  and  $R_z$  surface roughness values were then calculated. With the use of these values, response surfaces for  $R_a$  and  $R_z$  were created and examined.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Experiment Design

In addition to further streamlining and standardizing the design of experiments (DOE), the Taguchi technique produced guidelines to conduct the experiments, reducing the number of factor combinations needed to assess the factor effects. L<sub>16</sub> orthogonal array with 5 variables and 4 levels

was used in this investigation. The independent variables (factors) are chosen to be the powder ratio ( $w$ ), discharge current ( $I$ ), pulse on time ( $T_{on}$ ), and pulse off time ( $T_{off}$ ). The dependent variables (responses), however, are  $R_a$  (the arithmetic mean height of the profile) and  $R_z$  (the maximum height of the profile). Experiment set values of the variable and corresponding experiment results is listed in Table 1.

**Table 1.** Experimental set values of the factors and corresponding response values

Experiment No	Powder Ratio (g/l)	Discharge Current (A)	$T_{on}$ ( $\mu$ s)	$T_{off}$ ( $\mu$ s)	$R_a$ ( $\mu$ m)	$R_z$ ( $\mu$ m)
E1	0	9	180	18	5.26	28.42
E2	0	12	240	24	6.94	34.25
E3	0	15	300	30	9.29	42.45
E4	0	18	360	36	11.98	53.94
E5	2	9	240	30	5.39	27.86
E6	2	12	180	36	6.99	35.31
E7	2	15	360	18	12.52	55.68
E8	2	18	300	24	9.78	47.09
E9	4	9	300	36	5.21	26.96
E10	4	12	360	30	8.11	37.83
E11	4	15	180	24	8.76	39.58
E12	4	18	240	18	8.30	39.20
E13	8	9	360	24	5.80	28.59
E14	8	12	300	18	8.05	37.10
E15	8	15	240	36	7.79	40.64
E16	8	18	180	30	9.42	44.60

## 2.2. Material and Experimental Procedure

In this study, ASTM F1537-11 grade CoCr28Mo6 alloy, with chemical composition stated in Table 2, in round bar form was used. The samples were cut in 30 mm diameter and 10 mm thickness then the surfaces were polished.

**Table 2.** Chemical composition of the CoCr28Mo6 bar used in the study

C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe	Ni	Mo	N	W	Al	Co
0.051	0.74	0.77	0.005	0.0004	27.9	0.22	0.12	5.41	0.163	0.01	0.01	Balance

AISI 316L electrodes were used to process samples. During the experimental process, Petrofer Dielektrikum 358 EDM oil was used mixed with Ti6V4Al powder in different ratios as dielectric fluid.

Experiments have been conducted on the Best-3000S ZNC EDM machine. A closed loop tank equipped with a pump was designed and constructed as seen in Figure 1.



**Figure 1.** Closed loop tank used in the experimental processes

### 2.3. Surface Roughness Measurements

The mostly used roughness measurement in the manufacturing industry is  $R_a$ , which is the arithmetic average of the deviations from the mean line. On the other hand,  $R_a$  is not sufficient to give information about the depth of the peaks or valleys. To better understand the surface quality  $R_a$  may be used with  $R_z$  which is the average of the absolute deviations of the five highest peaks and the five deepest valleys from the mean line. For this reason, the effects of the powder ratio and machining parameters both on  $R_a$  and  $R_z$  are analyzed in this study (David Whitehouse, 2002).

The roughness of the machined surfaces of the samples has measured by using a Hommel Etamic C8000 profilometer equipped with a TKU300 model probe. Four measurements have been taken from each specimen. Arithmetical mean roughness value ( $R_a$ ) and mean roughness depth ( $R_z$ ) values are determined for each measurement and average values for each specimen are listed in Table 3.

**Table 3.** ANOVA table of  $R_a$  and  $R_z$  models

Response		$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_z$ ( $\mu\text{m}$ )
Model Type		2FI	2FI
Model DF		7	5
Model	F value	14.83	14.12
	p-value	0.0005	0.0003
w	F value	4.93	28.39
	p-value	0.0571	0.0003
I	F value	5.5	4.73
	p-value	0.047	0.0547
$T_{on}$	F value	5.77	10.22
	p-value	0.0431	0.0095
$T_{off}$	F value	5.88	10.37
	p-value	0.0415	0.0092
$W*T_{on}$	F value	7.7	-
	p-value	0.0241	-
$W*T_{off}$	F value	-	8.31
	p-value	-	0.0163
$I*T_{off}$	F value	4.26	-
	p-value	0.073	-
$T_{on}*T_{off}$	F value	6.45	-
	p-value	0.0347	-
	$R^2$	0.928	0.876
	$R^2_{adj}$	0.866	0.814

#### 2.4. Response Surface Methodology

Response surface methodology (RSM) is frequently used in research endeavors where multiple dependent variables are governed by many independent factors. With the use of suitable experiment designs and analyses, response surface methodology is a collection of mathematical and statistical tools for determining the extent to which independent variables (factors) impact dependent variables (responses).

The product attributes or performance values that result from a certain combination of factor values are referred to as the dependent variable or response. Independent variables or factors are variables or factors whose values can be altered by the researcher to achieve certain objectives.

If unknown relation between a response and independent parameters is stated as  $(x_1, x_2, \dots, x_k)$  such as

$$y = f'(x) \beta + \varepsilon \quad (1)$$



where  $y$  is the response, and  $f(x)$  is a vector function of  $x$ 's ( $x_1, x_2, \dots, x_k$ ) with  $q$  terms that include exponents up to a point and cross products between them,  $\beta$  is a vector related with  $f(x)$  containing  $q$  unknown constants,  $\varepsilon$  is a random experimental error with zero mean.

Utilizing experimental set values and the measurement data shown in Table 3, response surface models for  $R_a$  and  $R_z$  with a two-factor interaction were created. To acquire the best model fit scores, such as the F-value, p-value,  $R^2$ , and  $R^2_{adj}$ , response surface model degrees were calculated through trials and errors.

### 3. Findings and Discussion

#### 3.1 ANOVA Results

With the use of the information in Table 2, an analysis of variance (ANOVA) has been done within the RSM's purview to determine the effects of independent variables on  $R_a$  and  $R_z$ . A succinct list of the ANOVA findings and model fit metrics like  $R^2$  and  $R^2_{adj}$  is presented in Table 3. In the ANOVA table, the model's F-value indicates the proportion of explained to unexplained variance. If the F-values of the model and terms are higher than the critical F-value in the 95 percent confidence interval, the model is significant. The relevance of the model or phrase is additionally assessed using the p-value. If the p-value is low enough, the model or term should have a considerable impact on the result (less than 0.05 for the model and 0.1 for a term) (Dinov, 2020; Kumar et al., 2020; Mesalamy & Youssef, 2020; Myers et al., 2016).

The model's F-value indicates the ratio of explained to unexplained variance. If the F-values of the model and terms are higher than the critical F-value in the 95 percent confidence interval, the model is significant. The relevance of the model or phrase is additionally assessed using the p-value. If the p-value is low enough, the model or term should have a considerable impact on the outcome (less than 0.05 for the model and 0.1 for a term).

$R_a$  has been the subject of a 2FI regression model with 7 degrees of freedom, which is the number of terms included in the model. The model's F-value and p-value are 14.83 and 0.0005 in Table 3, respectively, indicating that it is significant and that there is only a 0.05% possibility that the noise could cause the F-value to be this high. Table 3 shows the model's  $R^2$  and  $R^2_{adj}$  values as 0.928 and 0.866, respectively. This indicates very good variance in the response caused by variation in the independent variables, and the model does not contain extraneous terms.

Significant terms in the regression model of  $R_a$  are  $w$ ,  $I$ ,  $T_{on}$ ,  $T_{off}$ ,  $w*T_{on}$ ,  $I*T_{off}$ , and  $T_{on}*T_{off}$ . Regression coefficients of the actual and coded factors included in the  $R_a$  model are listed in Table 4.

The regression model equation was constructed by using actual factors and their coefficients are stated in Equation 2.

**Table 4.** Regression coefficients of  $R_a$  response model in terms of coded and actual factors.

<b>Factors</b>	<b>Coefficients of coded factors</b>	<b>Coefficients of actual factors</b>
Constant	8.02	-3.1197
w	-0.4029	1.383
I	0.7141	-0.281
$T_{on}$	0.4209	0.0671
$T_{off}$	-0.5003	-0.0044
w $T_{on}$	-0.7318	-0.0058
I $T_{off}$	0.2903	0.0203
$T_{on} T_{off}$	-0.3848	-0.0013

$$R_a = 1.383w - 0.281I + 0.0671T_{on} - 0.0044T_{off} - 0.0058wT_{on} + 0.0203IT_{off} - 0.0013T_{on}T_{off} - 3.1197 \tag{2}$$

A 2FI regression model with 5 degrees of freedom has been developed for  $R_z$  response. F-value and p-value for the  $R_z$  model are 14.12 and 0.0003, respectively, showing that it is significant and that there is only a 0.05% chance that the noise might be the reason for the high F-value. The model's  $R^2$  and  $R^2_{adj}$  values are 0.876 and 0.814, respectively, according to Table 3. This shows that the model is free of redundant terms and that there is a very good variance in the response resulting from the change in the independent variables.

The significant terms in the regression model of  $R_z$  are  $w$ ,  $I$ ,  $T_{on}$ ,  $T_{off}$ , and  $w*T_{off}$ . Table 5 provides the regression coefficients for the real and coded components used in the  $R_z$  model. The coefficients of the regression model equation that was created using actual factors are given in Equation 3.

Table 4 shows that  $R_a$  is favorably impacted by an increase in  $I$ ,  $T_{on}$ , and  $I*T_{off}$ , while  $R_a$  is negatively impacted by an increase in  $w$ ,  $T_{off}$ ,  $w*T_{on}$ , and  $T_{on}*T_{off}$ . Additionally, it is implied that among the single terms,  $I$  and  $T_{off}$  have the most impact on  $R_a$ .

It is clear from the coefficients of coded factors in Table 5 that  $w$ ,  $T_{off}$ , and  $w*T_{off}$  have a diminishing impact on  $R_z$ , even though  $I$  and  $T_{on}$  are parameters that raise  $R_z$ . On the other hand, it is evident that  $w$  and  $T_{on}$ , respectively, have the greatest impact on the change in  $R_z$ .

**Table 5.** Regression coefficients of  $R_z$  response model in terms of coded and actual factors.

Factors	Coefficients of coded factors	Coefficients of actual factors
Constant	33.24	6.083
$w$	-6.07	3.441
$I$	2.46	0.920
$T_{on}$	3.89	0.073
$T_{off}$	-3.7	0.197
$w*T_{off}$	-2.83	-0.222

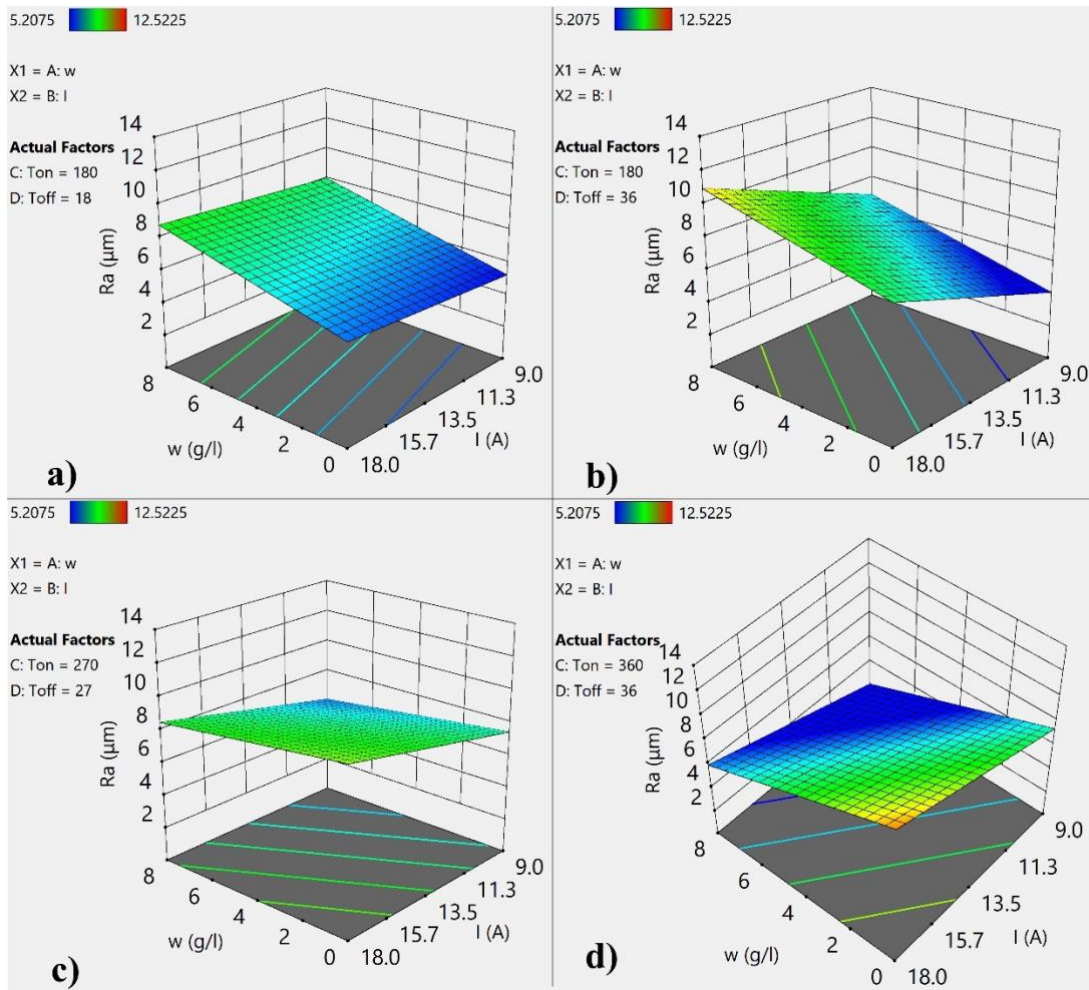
$$R_z = 3.441w + 0.920I + 0.073T_{on} + 0.197T_{off} - 0.222wT_{off} + 6.083 \quad (3)$$

### 3.2. Discussions

To predict their values for the points where trials were not conducted as part of the study, a regression model of  $R_a$  and  $R_z$  was developed. In order to comprehend how changes in the independent factors affect the dependent variables, 3D surface models were also developed. Two elements are held constant in each graph while the changes in the other factors are displayed because the effect of two independent variables on a response can be simultaneously visualized in three-dimensional (3D) graphics.

#### 3.2.1 Arithmetical mean roughness ( $R_a$ )

The variation of  $R_a$  with respect to  $w$  and  $I$  for constant values of  $T_{on}$  and  $T_{off}$  is shown in Figure 2. As can be observed in Figure 2a,  $R_a$  only marginally rises with an increase in  $I$  from 9 to 18 A for constant values of  $T_{on}$  and  $T_{off}$  at 180 and 18  $\mu$ s, respectively. However, given the constant  $I$  value, it grows linearly as the powder rate climbs from 0 to 8 g/l.



**Figure 2.** Change in  $R_a$  with  $w$  and  $I$  for constant values of a)  $T_{on}=180$ ,  $T_{off}=18$   $\mu\text{s}$ ; b)  $T_{on}=360$ ,  $T_{off}=36$   $\mu\text{s}$ ; c)  $T_{on}=270$ ,  $T_{off}=27$   $\mu\text{s}$ ; d)  $T_{on}=360$ ,  $T_{off}=36$   $\mu\text{s}$

In Figure 2b, it is seen that  $R_a$  increases linearly with increasing current at constant values of 180 and 36  $\mu\text{s}$  for  $T_{on}$  and  $T_{off}$ , respectively. Similarly,  $R_a$  increases linearly with an increasing powder ratio.

$R_a$  increases linearly with the increase in current in Figure 2 c, where  $T_{on}$  is 270  $\mu\text{s}$  and  $T_{off}$  is 27  $\mu\text{s}$ , but the slope is lower than that in Figure 2b. On the other hand,  $R_a$  decreases linearly as the powder content rises.

As observed in the constant values of  $T_{on}$  and  $T_{off}$  at 360 and 36  $\mu\text{s}$ , respectively, in Figure 2d,  $R_a$  changes directly with current and inversely concerning the powder ratio Figure 2c. It is evident that the slope is higher in Figure 2d than in Figure 2c, though.

When the four plots in Figure 2 are analyzed collectively, it is concluded that when the  $T_{on}$  time interval is nearly 180  $\mu\text{s}$ , the increase in the powder ratio has the impact of increasing  $R_a$ . This effect is found to diminish as the  $T_{on}$  value rises and to reverse as the  $T_{on}$  value approaches 360  $\mu\text{s}$ . On the other hand, it is seen that the influence of current grows as this value increases, even though the effect of current on  $R_a$  is relatively minimal when  $T_{off}$  is 18  $\mu\text{s}$ .

Figure 3's graphs illustrate how  $R_a$  varies with  $T_{off}$  and the powder ratio for constant current and  $T_{on}$  values.  $R_a$  increases with increasing powder content but decreases with increasing  $T_{on}$  at constant values of 9 A of current and 180  $\mu$ s of  $T_{on}$  (Figure 3a).

Figure 3b shows that  $R_a$  decreases when the powder ratio and  $T_{off}$  value rise while the current is fixed at 9 A and  $T_{on}$  360  $\mu$ s.

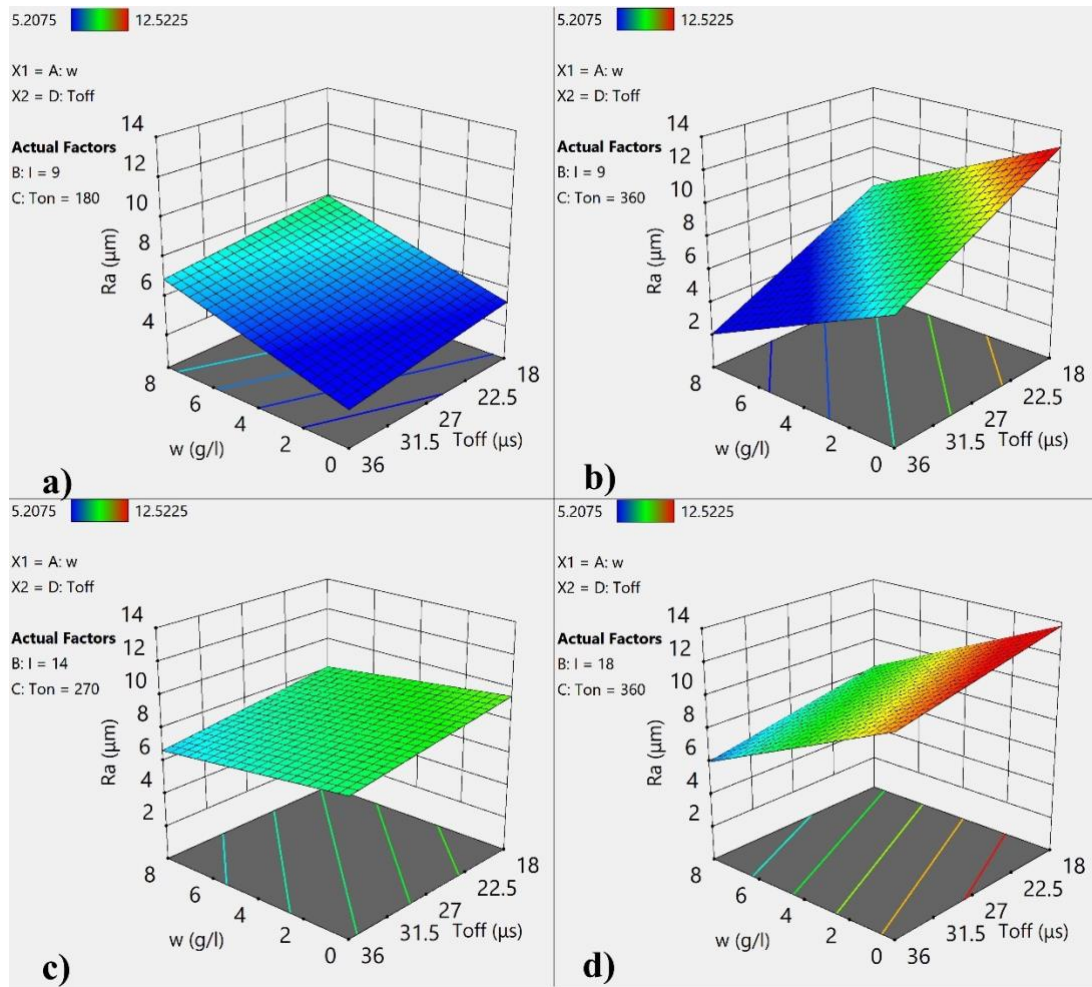
According to (Figure 3c), for constant current and  $T_{on}$  values at 14 A and 270  $\mu$ s, respectively,  $R_a$  marginally decreases with an increase in the powder ratio and  $T_{off}$ .

As demonstrated in Figure 3d, the  $R_a$  drops linearly as the powder ratio and  $T_{off}$  increase when the current is 18  $\mu$ s and the  $T_{on}$  is 360  $\mu$ s. The slope of the variation of  $R_a$  with related to  $T_{off}$  decreased and the slope of the variation with respect to  $w$  rose when this graph is compared with Figure 3b.

When the three graphs in Figure 3 are compared, it can be seen that an increase in current causes a change in  $R_a$  corresponding to an increase in powder ratio, which is positive at 9 A, neutral at 14 A, and negative at 18 A. On the other hand, it is considered that a rise in current causes a drop in  $R_a$ , just as an increase in  $T_{off}$  causes a decrease in current.

Examining the influence of  $T_{on}$  on  $R_a$  trends reveals that as  $T_{on}$  rises,  $R_a$ 's correlation to the powder ratio shifts from positive to negative. Additionally, it can be noted that  $R_a$  has a greater tendency to decline with  $T_{off}$  as  $T_{on}$  grows.

Figure 4's graphs illustrate how  $R_a$  varies with  $T_{on}$  and  $T_{off}$  at constant values for the additive ratio and discharge current. Figure 4a shows that the dielectric fluid is being used without any powder and that the current value is constant at 9 A.  $R_a$  increases linearly as  $T_{on}$  increases, and its slope decreases as  $T_{off}$  increases.  $R_a$ , on the other hand, is independent of  $T_{off}$  in the region where  $T_{on}$  is 180  $\mu$ s.  $R_a$  rises with rising  $T_{off}$  for higher values of  $T_{on}$ .



**Figure 3.** Change in  $R_a$  with  $w$  and  $T_{off}$  for constant values of a)  $I=9$  A,  $T_{on}=180$   $\mu$ s; b)  $I=9$  A,  $T_{on}=360$   $\mu$ s; c)  $I=14$  A,  $T_{on}=270$   $\mu$ s; d)  $I=18$  A,  $T_{on}=360$   $\mu$ s

In Figure 4b,  $R_a$  falls with an increase in  $T_{off}$  when the current is increased to 18 A while doing powder-free processing; however, this scenario is reversed when the  $T_{on}$  value is raised to 360  $\mu$ s.  $R_a$  is shown to rise linearly as  $T_{on}$  increases. However, as  $T_{off}$  increases from 18  $\mu$ s to 36  $\mu$ s, the slope of this rise becomes less steep.

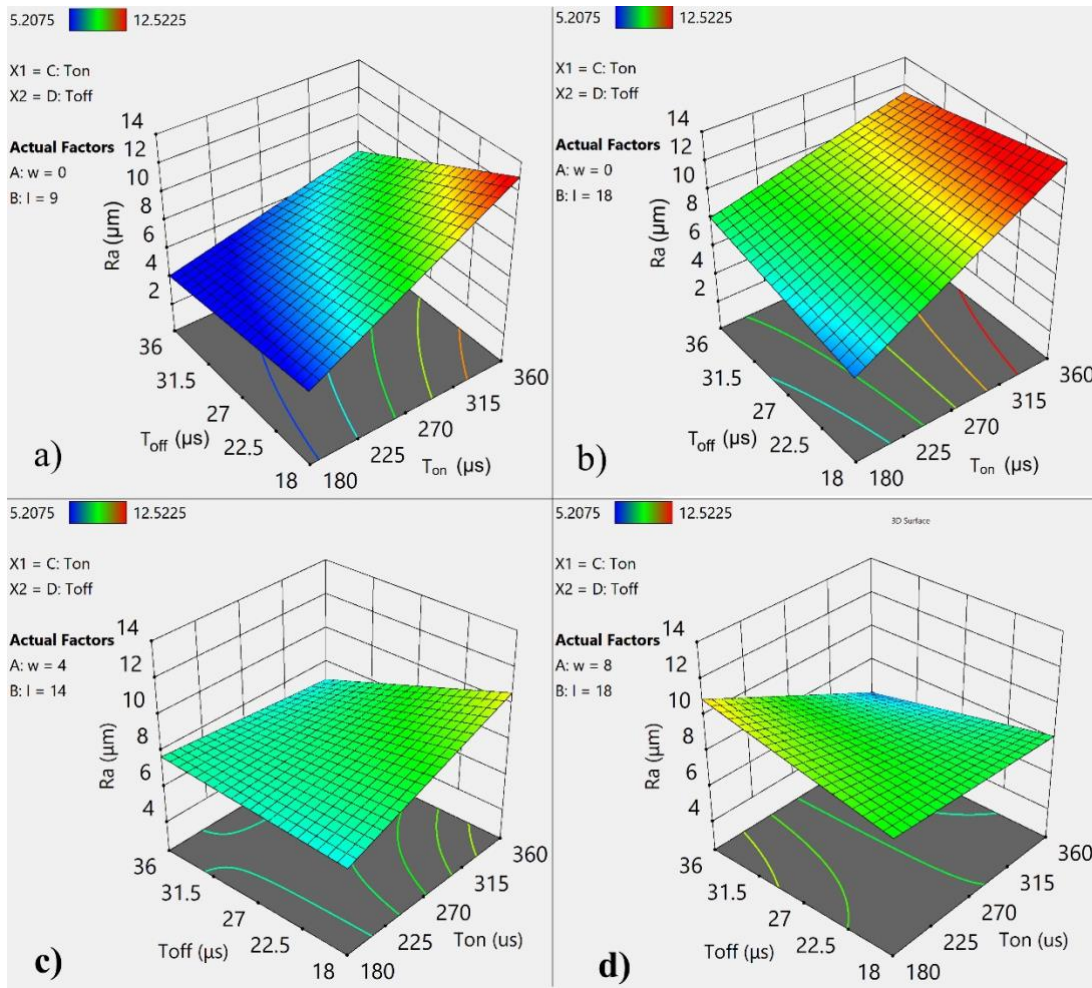
When the discharge current is 14 A and the additive rate is 4 g/l (Figure 4c), it can be seen that the  $R_a$  rises as  $T_{on}$  rises in the 18  $\mu$ s  $T_{off}$  region. On the other hand,  $R_a$  decreases slightly as  $T_{on}$  increases in the region where  $T_{off}$  is 36  $\mu$ s. Additionally, it can be shown that  $R_a$  and  $T_{off}$  are directly proportional at low levels of  $T_{on}$  whereas  $R_a$  and  $T_{off}$  are inversely proportional at large values of  $T_{on}$ .

When the discharge current is 18 A and the additive rate is 8 g/l, it can be seen that rise in  $R_a$  with a rise in  $T_{off}$  in the 18  $\mu$ s region of  $T_{on}$ .  $R_a$  increases as  $T_{off}$  in the region where it is 36  $\mu$ s lowers with a moderate slope. Additionally,  $R_a$  nearly never changes with  $T_{on}$  in the area where  $T_{off}$  is 18 years old.  $R_a$  changes in an inverse correlation to  $T_{on}$  in the region where  $T_{off}$  is 36  $\mu$ s.

When Figures 4a, 4c, and Figures 4b, 4d, are compared, it can be observed that the influence of  $T_{on}$  and  $T_{off}$  on  $R_a$  diminishes as the powder content rises. The increase in  $I$ , on the other hand, makes



the impact of  $T_{off}$  on  $R_a$  more obvious, as can be seen when the four graphs in Figure 4 are analyzed collectively.



**Figure 4.** Change in  $R_a$  with  $T_{on}$  and  $T_{off}$  for constant values of a)  $w=0, I=9$  A; b)  $w=0, I=18$  A; c)  $w=4$  g/l,  $I=14$  A; d)  $w=8$  g/l,  $I=18$  A

### 3.2.2. Ten-point mean roughness ( $R_z$ )

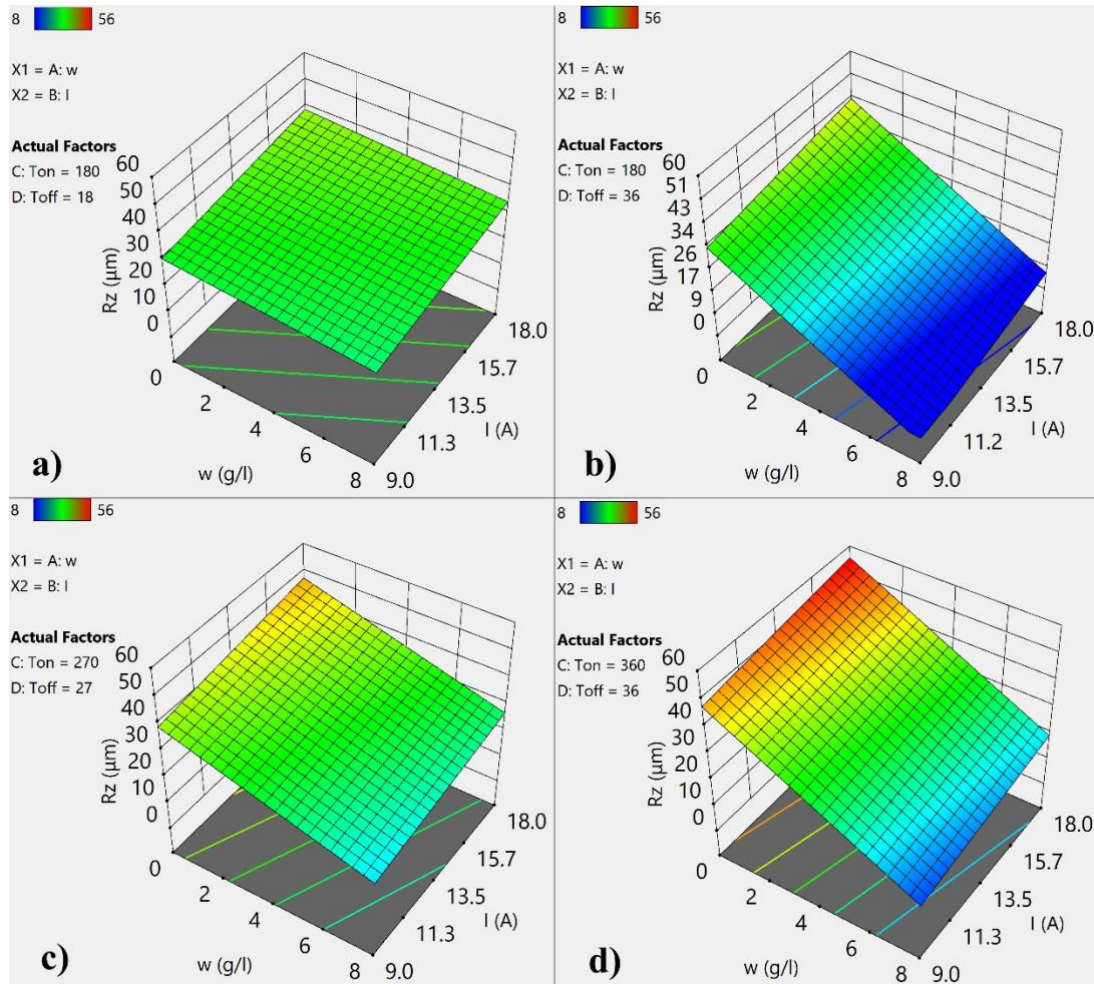
Figure 5 shows the fluctuation of  $R_z$  for constant values of  $T_{on}$  and  $T_{off}$  according to the powder ratio and discharge current. Figure 5a shows that  $R_z$  essentially stays the same with the powder ratio at constant values of  $180 \mu s$  and  $18 \mu s$  for  $T_{on}$  and  $T_{off}$ , respectively. On the other hand, as the discharge current rises from 9 A to 18 A,  $R_z$  similarly increases linearly.

As shown in Figure 5b,  $R_z$  dramatically reduces with rising additive content when  $T_{on}$  is  $180 \mu s$  and  $T_{off}$  is  $36 \mu s$ , although  $R_z$  barely increases with increasing discharge current.

When Figure 5c is evaluated, it can be shown that for  $270 \mu s$   $T_{on}$  and  $28 \mu s$   $T_{off}$  values,  $R_z$  varies inversely with the powder ratio and is directly proportionate to the current.

Once more,  $R_z$  grew in direct proportion to the current at 360  $\mu$ s of  $T_{on}$  and 36  $\mu$ s of  $T_{off}$ . The powder ratio and  $R_z$  vary inversely, but the variance was more than in Figure 5c.

When the four graphs in Figure 5 are compared, it can be observed that an increase in  $T_{on}$  raises the  $R_z$  value for all other factor values. On the other side, as  $T_{off}$  rises, the impact of the dust ratio on  $R_z$  grows.



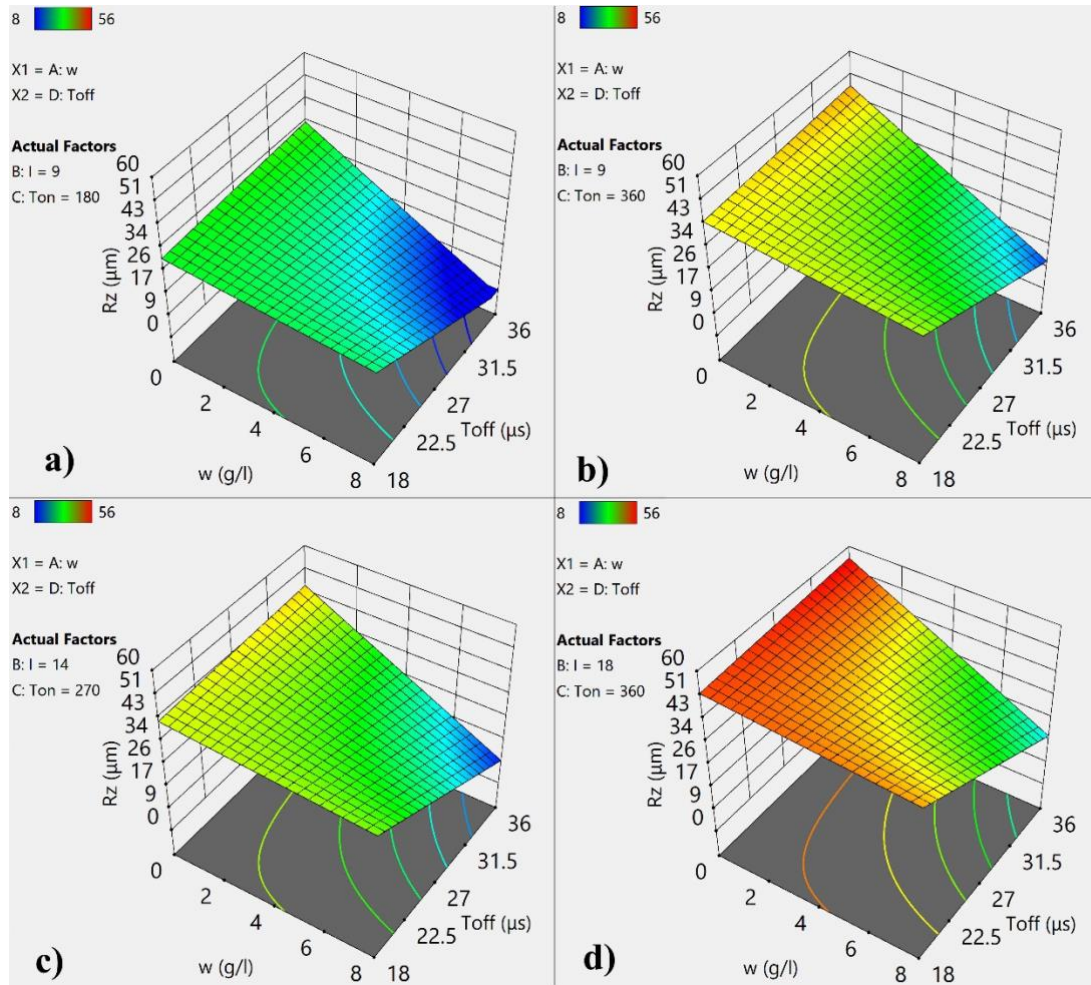
**Figure 5.** Change in  $R_z$  with  $w$  and  $I$  for constant values of a)  $T_{on}= 180, T_{off}= 18 \mu$ s; b)  $T_{on}= 360, T_{off}= 36 \mu$ s; c)  $T_{on}= 270, T_{off}= 27 \mu$ s; d)  $T_{on}= 360, T_{off}= 36 \mu$ s

For constant levels of discharge current and  $T_{on}$ , Figure 6 depicts the evolution of  $R_z$  with powder ratio and  $T_{off}$ . Figure 6a shows that while the additive ratio is close to zero,  $R_z$  almost does not change according to the current, while at high powder ratios,  $R_z$  declines linearly with the increase in  $T_{off}$ . Figure 6a was made for the constant values of the discharge current of 9 a and  $T_{on}$  for 180  $\mu$ s. The slope here likewise grows as  $T_{off}$  approaches 36  $\mu$ s. On the other hand, for low values of  $T_{off}$ ,  $R_z$  declines with an increase in powder content and has a very tiny slope.

Examining Figures 6b and 6c reveals that the graphs created for the current values of 9 A,  $T_{on}$  360 s, 14, and 270 are similar to Figure 6a, with the exception that  $R_z$ 's maximum and minimum



values are now higher.  $R_z$  takes higher values than in any other situation in figure 6d, where the present value is 16 and the  $T_{on}$  value is 36.

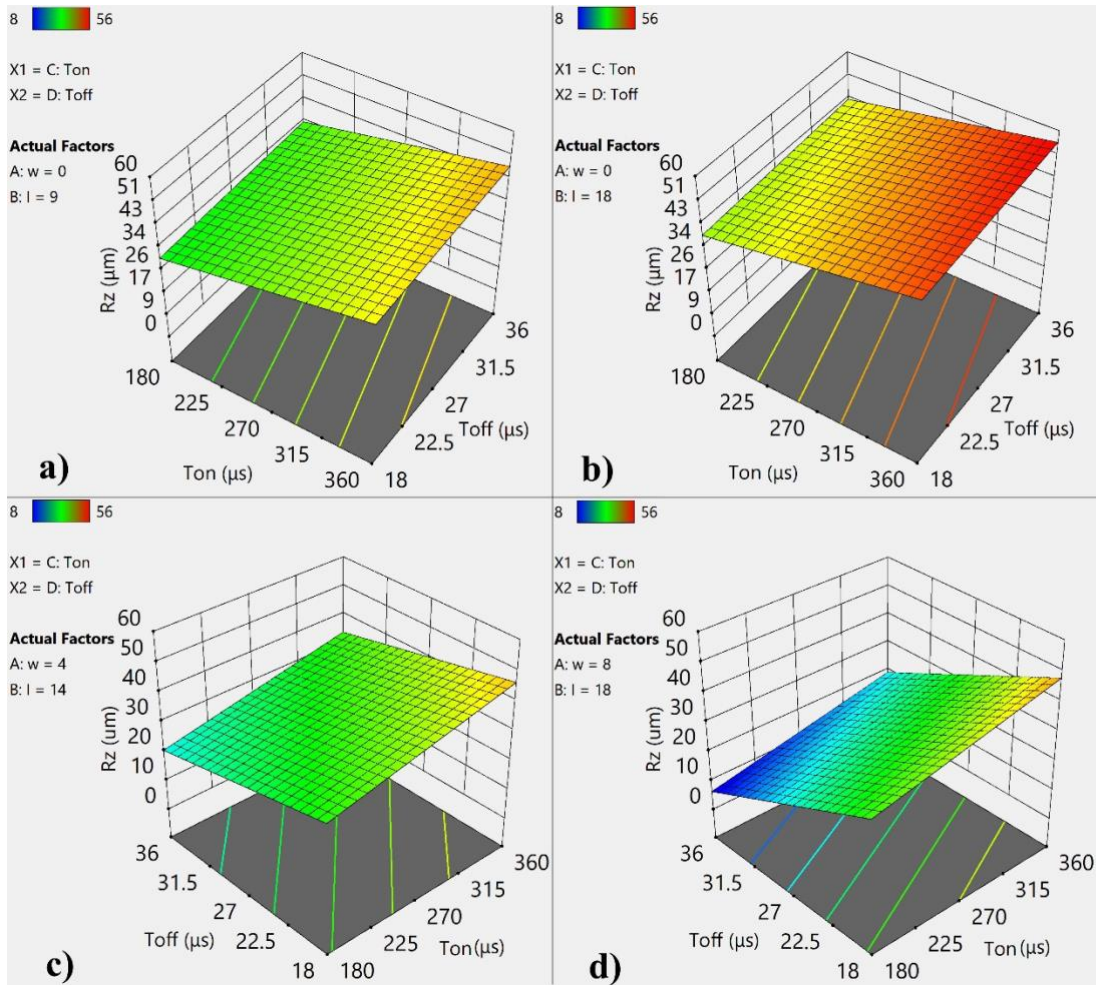


**Figure 6.** Change in  $R_z$  with  $w$  and  $T_{off}$  for constant values of a)  $T_{on}= 180$ ,  $T_{off}= 18 \mu s$ ; b)  $T_{on}= 360$ ,  $T_{off}= 36 \mu s$ ; c)  $T_{on}= 270$ ,  $T_{off}= 27 \mu s$ ; d)  $T_{on}= 360$ ,  $T_{off}= 36 \mu s$

Figure 7 shows the fluctuation of  $R_z$  based on  $T_{on}$  and  $T_{off}$  for constant additive ratio and current levels. Figures 7a and 7b were created, with figure 7a representing the fixed value of the powder rate at zero and discharge current at 9 A, respectively.  $R_z$  somewhat increased with an increase in  $T_{off}$  and slightly dropped with an increase in  $T_{on}$  in both of these graphs. The  $R_z$  values in Figure 7b are somewhat greater than those in Figure 2b, which distinguishes the two graphs.

Figure 7c was made for an additive ratio of 4 g/l and current 14 values, and Figure 7d was created for a powder ratio of 8 g/l and current 18 A.  $R_z$  increases with an increase in  $T_{on}$  in these graphs, while it decreases with an increase in  $T_{off}$ . The slope of the change with  $R_a$ ,  $T_{off}$ , and  $T_{on}$  increased in Figure 7d, which makes the two graphs different from one another.

When the graphs in Figure 7 are compared, it can be inferred that for all values of the other parameters, the effect of an increase in current on  $R_z$  increases. The shift in  $R_z$  with  $T_{off}$  and  $T_{on}$  became more obvious as the additive ratio increased from 0 to 8 g/l.



**Figure 7.** Change in  $R_z$  with  $T_{on}$  and  $T_{off}$  for constant values of a)  $w = 0$ ,  $I = 9$  A; b)  $w = 0$ ,  $I = 18$  A; c)  $w = 4$  g/l,  $I = 14$  A; d)  $w = 8$  g/l,  $I = 18$  A

#### 4. Conclusions and Recommendations

This study used RSM to model the effects of EDM parameters on  $R_a$  and  $R_z$  when processing a CoCr28Mo6 workpiece using an AISI 316L electrode with a Ti6V4Al dielectric liquid additive in various ratios. A Taguchi  $L_{16}$  experimental design was developed, and experimental PM-EDM processing was done using these design parameters to create regression models for  $R_a$  and  $R_z$  values.

The significance of developed  $R_a$  and  $R_z$  models are proven by p-values which are 0.0005 and 0.0003 respectively. In addition,  $R^2$  values are 0.928 for the  $R_a$  model and 0.876 for the  $R_z$  model. It is concluded by these facts that these models can be utilized for the prediction of  $R_a$  and  $R_z$  values for varying powder concentration and machining conditions.

The following can be concluded from the response surface plots of the  $R_a$  and  $R_z$  models;

- $R_a$  rises in response to a rise in powder concentration at the 180  $\mu\text{s}$  level of  $T_{on}$ . However, as  $T_{on}$  increases to 360  $\mu\text{s}$ , this scenario shifts, and  $R_a$  decreases as powder ratio falls.
- $R_a$  is less affected by the powder ratio if the  $T_{off}$  value is raised. Similarly, the effect of  $T_{on}$  on  $R_a$  as the powder ratio increases.
- The effect of powder ratio on  $R_a$  varies in a complex way depending on the discharge current,  $T_{on}$ , and  $T_{off}$ .
  - It is seen that increasing the current reduces the damping effect of  $T_{off}$  on  $R_a$ .
  - $R_a$  is more significantly impacted by  $T_{on}$  as the current levels rise.
  - The  $R_z$  values rise for all values of the other components as the value of  $T_{on}$  increases.
  - As  $T_{off}$  rises, the impact of the dust ratio on  $R_z$  grows.
  - Increasing the current also increases the  $R_z$  values for all values of the other components.
  - With an increase in powder ratio,  $T_{off}$  and  $T_{on}$  have a greater impact on  $R_z$ .
  - Minimum value of  $R_a$  occurs with values of 8 g/l, 9 A, 360  $\mu\text{s}$ , and 36  $\mu\text{s}$  for powder ratio, discharge current,  $T_{on}$ , and  $T_{off}$  respectively.
- Minimum value of  $R_z$  occurs with values of 8 g/l, 18 A, 180  $\mu\text{s}$ , and 36  $\mu\text{s}$  for powder ratio, discharge current,  $T_{on}$ , and  $T_{off}$  respectively.

### **Acknowledgements**

We would like to thank the Payas Vocational and Technical Anatolian High School Directorate for their support.

### **Authors' Contributions**

All authors contributed equally to the study.

### **Statement of Conflicts of Interest**

There is no conflict of interest between the authors.

### **Statement of Research and Publication Ethics**

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

## References

- Abdel-Fattah, T. M., Loftis, D., & Mahapatro, A. (2011). Nanosized Controlled Surface Pretreatment of Biometallic Alloy 316L Stainless Steel. *Journal of Biomedical Nanotechnology*, 7(6), 794–800. <https://doi.org/10.1166/jbn.2011.1346>
- Al-Amin, M., Abdul-Rani, A.-M., Aliyu, A. A., Bryant, M., Danish, M., & Ahmad, A. (2020). Bio-ceramic coatings adhesion and roughness of biomaterials through PM-EDM: a comprehensive review. *Materials and Manufacturing Processes*. <https://doi.org/10.1080/10426914.2020.1772483>
- Ali, S., Rani, A. M. A., Mufti, R. A., Azam, F. I., Hastuty, S., Baig, Z., Hussain, M., & Shehzad, N. (2019). The Influence of Nitrogen Absorption on Microstructure, Properties and Cytotoxicity Assessment of 316L Stainless Steel Alloy Reinforced with Boron and Niobium. *Processes*.
- Augustyn-Pieni zek, J., Lukaszczyk, A., & Zapala, R. (2013). Microstructure and Corrosion Resistance Characteristics of Cr-Co-Mo Alloys Designed for Prosthetic Materials. *Archives of Metallurgy and Materials*, 58(4), 1281–1285. <https://doi.org/10.2478/amm-2013-0148>
- Cakir, M. v, Eyercioglu, O., Gov, K., Sahin, M., & Cakir, S. H. (2013). Comparison of Soft Computing Techniques for Modelling of the EDM Performance Parameters. *Advances in Mechanical Engineering*, 5, 392531. <https://doi.org/10.1155/2013/392531>
- Chakmakchi, M., Ntasi, A., Mueller, W. D., & Zinelis, S. (2021). Effect of Cu and Ti electrodes on surface and electrochemical properties of Electro Discharge Machined (EDMed) structures made of Co-Cr and Ti dental alloys. *Dental Materials*, 37(4), 588–596. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.01.012>
- David Whitehouse. (2002). *Surfaces and Their Measurement*. Hermes Penton Ltd.
- Dinov, I. (2020). F distribution Tables. [http://www.socr.ucla.edu/applets.dir/f\\_table.html](http://www.socr.ucla.edu/applets.dir/f_table.html)
- Elsiti, N. M., & Noordin, M. Y. (2017). Experimental Investigations into the Effect of Process Parameters and Nano-Powder (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) on Material Removal Rate during Micro-EDM of Co-Cr-Mo. *Key Engineering Materials*, 740, 125–132. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.740.125>
- Elsiti, N., Mohd Yusof, N., & Idris, A. (2017). Effect of maghemite ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nano-powder mixed dielectric medium on tool wear rate (TWR) during micro-EDM of CO-Cr-MO. *Pertanika Journal of Science and Technology*, 25, 847–858.
- ERDEM, O., & KILIÇ, S. (2020). TiO<sub>2</sub> Katkılı Çevre Dostu Dielektrik Sıvının Elektro Erozyon Delik Delme Performanslarının Araştırılması. *Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*. <https://doi.org/10.35193/bseufbd.713620>
- Fazira, M. F., Mohammad, M., Roslani, N., Saleh, M. H., & Ahmad, M. A. (2013). Low Strain Rate Upset Forging of Preformed CoCrMo Powder Alloy for Load Bearing Application: A Review. *Procedia Engineering*, 68, 405–410. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.12.199>
- Ho, K. H., & Newman, S. T. (2003). State of the art electrical discharge machining (EDM). *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43(13), 1287–1300. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0890-6955\(03\)00162-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0890-6955(03)00162-7)
- Iacono, F., Pirani, C., Generali, L., Sassatelli, P., Nucci, C., Gandolfi, M. G., & Prati, C. (2016). Wear analysis and cyclic fatigue resistance of electro discharge machined NiTi rotary instruments. *Giornale Italiano Di Endodonzia*, 30(1), 64–68. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.gien.2016.04.006>
- Iranmanesh, S., Esmailzadeh, A., & Razavykia, A. (2017). Optimization of Electrical Discharge Machining Parameters of Co-Cr-Mo Using Central Composite Design. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-57078-5\\_5](https://doi.org/10.1007/978-3-319-57078-5_5)
- Ho, K. H., & Newman, S. T. (2003). State of the art electrical discharge machining (EDM). *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43(13), 1287–1300. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0890-6955\(03\)00162-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0890-6955(03)00162-7)
- Jawahar, M., Sridhar Reddy, Ch., & Srinivas, Ch. (2019). A review of performance optimization and current research in PMEDM. *Materials Today: Proceedings*, 19, 742–747. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.122>
- Kumar, S. S., Erdemir, F., Varol, T., Kumaran, S. T., Uthayakumar, M., & Canakci, A. (2020). Investigation of WEDM process parameters of Al–SiC–B<sub>4</sub>C composites using response surface methodology. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 3(2), 127–135. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2019.09.003>

- Mahajan, A., & Sidhu, S. S. (2019a). In vitro corrosion and hemocompatibility evaluation of electrical discharge treated cobalt–chromium implant. *Journal of Materials Research*, 34(8), 1363–1370. <https://doi.org/10.1557/jmr.2019.73>
- Mahajan, A., & Sidhu, S. S. (2019b). Potential of electrical discharge treatment to enhance the in vitro cytocompatibility and tribological performance of Co–Cr implant. *Journal of Materials Research*, 34(16), 2837–2847. <https://doi.org/DOI: 10.1557/jmr.2019.240>
- Mahajan, A., Sidhu, S. S., & Ablyaz, T. (2019). EDM Surface Treatment: An Enhanced Biocompatible Interface. In P. S. Bains, S. S. Sidhu, M. Bahraminasab, & C. Prakash (Eds.), *Biomaterials in Orthopaedics and Bone Regeneration: Design and Synthesis* (pp. 33–40). Springer Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-13-9977-0\\_3](https://doi.org/10.1007/978-981-13-9977-0_3)
- Mahajan Amit and Sidhu, S. S. and A. T. (2019). EDM Surface Treatment: An Enhanced Biocompatible Interface. In S. S. and B. M. and P. C. Bains Preetkanwal Singh and Sidhu (Ed.), *Biomaterials in Orthopaedics and Bone Regeneration: Design and Synthesis* (pp. 33–40). Springer Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-13-9977-0\\_3](https://doi.org/10.1007/978-981-13-9977-0_3)
- Mesalamy, A. S. El, & Youssef, A. (2020). Enhancement of cutting quality of abrasive waterjet by using multipass cutting strategy. *Journal of Manufacturing Processes*, 60, 530–543. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.10.036>
- Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-cook, C. M. (2016). *Response Surface Methodology*. In Wiley & Sons (Issue 4). <https://doi.org/10.1007/s13398-014-0173-7.2>
- Ntasi, A., Mueller, W. D., Eliades, G., & Zinelis, S. (2010). The effect of Electro Discharge Machining (EDM) on the corrosion resistance of dental alloys. *Dental Materials*, 26(12), e237–e245. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.08.001>
- ÖPÖZ, T. T., YAŞAR, H, MURPHY, M. F, EKMEKÇİ, N., and EKMEKÇİ, B. (2019). Ti6Al4V Surface Modification by Hydroxyapatite Powder Mixed Electrical Discharge Machining for Medical Applications. *International Journal of Advances in Engineering and Pure Sciences*, 31, 1–10.
- Prakash, C., Kansal, H. K., Pabla, B. S., & Puri, S. (2015). To optimize the surface roughness and microhardness of  $\beta$ -Ti alloy in PMEDM process using Non-dominated Sorting Genetic Algorithm-II. 2015 2nd International Conference on Recent Advances in Engineering & Computational Sciences (RAECS), 1–6. <https://doi.org/10.1109/RAECS.2015.7453288>
- Rajkumar, H., & Vishwakamra, M. (2018). Performance Parameters Characteristics of PMEDM: A Review. In *International Journal of Applied Engineering Research* (Vol. 13, Issue 7). <http://www.ripublication.com>
- Sales, W. F., Oliveira, A. R. F., & Raslan, A. A. (2016). Titanium perovskite (CaTiO<sub>3</sub>) formation in Ti6Al4V alloy using the electrical discharge machining process for biomedical applications. *Surface and Coatings Technology*, 307, 1011–1015. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.10.028>
- Sharma, R., & Singh, J. (2014). Effect of Powder Mixed Electrical Discharge Machining (PMEDM) on Difficult-to-machine Materials – a Systematic Literature Review. 14(4), 233–255. <https://doi.org/doi:10.1515/jmsp-2014-0016>

## Bitlis Eren Üniversitesi Kampüs Binalarının Isıtma Amaçlı Enerji Verimliliğinin Değerlendirilmesi

Ali ELHUYEYDİ<sup>1</sup>, Faruk ORAL<sup>2\*</sup>

### Öz

Bu çalışmada, Bitlis Eren Üniversitesi merkez Rahva yerleşkesi kampüsünde eğitim faaliyetlerinin yürütüldüğü üç fakülte binasının ısıtma amaçlı enerji tüketim değerleri ortaya çıkarılarak enerji verimliliği incelenmiştir. Mevcut binalarda iç ortamların sıcaklık ve aydınlık düzeyleri ölçülmüştür. Binaların dış cephelerinin termal kamera görüntüleri alınmıştır. Sonuç olarak, tüm binalarda yapı bileşenleri arasında en büyük ısı kaybının pencerelerde meydana geldiği, doğalgazın kömüre göre daha ekonomik ve daha çevreci bir yakıt olduğu tespit edilmiştir. Mühendislik Fakültesi ve Fen Edebiyat Fakültesinde birim kullanım alanı başına ısıtma enerjisi ihtiyacının standart sınır değerini üzerinde olduğu görülmüştür. Yapılan ölçümler, tüm binalarda iç ortam sıcaklık değerlerinin standart sınır değerini üzerinde olduğunu, ısıtma sistemlerinin yeterince verimli çalıştırılmadığını göstermiştir. Termal kamera görüntülerinden binaların dış cephelerinde ve bazı yapı bileşenlerinde yalıtım ve sızdırmazlık problemleri tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Bina, Enerji analizi, Enerji verimliliği, Isı yalıtımı, Bitlis.

## Evaluation of Energy Efficiency of Bitlis Eren University Campus Buildings for Heating Purposes

### Abstract

In this study, energy efficiency was investigated by revealing the energy consumption values for heating purposes of the three faculty buildings where educational activities are carried out on the central Rahva campus of Bitlis Eren University. The temperature and illuminance levels of the indoor environments were measured in the existing buildings. Thermal camera images of the exterior facades of the buildings were taken. As a result, it has been determined that the biggest heat loss among the building components in all buildings occurs in the windows. Natural gas is a more economical and environmentally friendly fuel than coal. It has been observed that the heating energy requirement per unit usage area in the Faculty of Engineering and the Faculty of Arts and Sciences is above the standard limit value. The measurements have shown that the indoor temperature values in all buildings are above the standard limit value and the heating systems are not operated efficiently enough. Insulation and sealing problems were detected on the exterior of the buildings and some building components from the thermal camera images.

**Keywords:** Building, Energy analysis, Energy efficiency, Thermal insulation, Bitlis.

<sup>1</sup>Rasus Kimya Temizlik ve Kozmetik, Küşget Sanayi Sitesi, Gaziantep, Türkiye, huveydiali@gmail.com

<sup>2</sup>Bitlis Eren Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Bitlis, Türkiye, foral@beu.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-0607-3350>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-4114-0785>



## 1. Giriş

Enerji ihtiyacı insanların yaşamlarını sürdürmede önemli bir zorunluluk haline gelmiştir. Artan enerji ihtiyacı, dünyadaki enerji kaynaklarının sınırlı olması, enerjinin üretiminde ve tüketiminde oluşan çevre sağlığı problemleri, ülkeleri bu konuda yeni arayışlar, yeni düzenlemeler ve standartlar belirlemesine neden olmuştur. Tüm dünyada enerjinin etkin ve verimli kullanımı konusunda yapılan araştırmalar sonucunda yeni teknikler geliştirilerek uygulamaya konmuştur. Avrupa Birliğine üye ülkelerde, yenilenebilir temiz enerji kaynaklarının kullanımı konusunda 2013-2017 yılları arasında özendirici destek planları (Tarife garantisi, prim garantisi, vergi teşviki gibi) uygulanmıştır (Akdoğan ve Kovancılar, 2022). Türkiye’de enerjinin etkin ve verimli kullanılmasına yönelik birçok yasal düzenlemeler yapılmıştır. Bunlardan bazıları, Yenilenebilir Enerji Kaynaklarının Elektrik Enerjisi Üretimi Amaçlı Kullanımına İlişkin Kanun, Enerji Verimliliği Kanunu, Binalarda Enerji Performans Yönetmeliği gibi sıralanabilir.

Artan dünya nüfusu, insanların barınma ve yaşam alanı olarak kullandığı binalarda enerji tüketiminin artmasına neden olmuştur. Türkiye kullandığı enerjinin yaklaşık %75’ini ithal etmektedir (Vanlı, 2022). Türkiye’de binalarda tüketilen enerji toplam kullanılan enerjinin %33’ü kadardır. Bu enerjinin %75’i ısıtma ve soğutma amaçlı tüketilmektedir. Bu oran gelişmiş ülkelere göre 3 ila 5 kat daha fazladır (Eruslu, 2022). Binalarda tüketilen enerjiyi ısı yalıtımı yaparak yaklaşık yarıya yakın oranda azaltmak mümkündür (Vanlı, 2022). Türkiye’de konutların yaklaşık %80 kadarı halen yalıtımsız durumdadır (Uzun, 2022). Bu nedenle Türkiye’de enerjiyi etkin ve verimli kullanmak, ısıtma ve soğutma amaçlı artan enerji maliyetlerini düşürmek için binaların yalıtımının yapılması önem arz etmektedir.

Türkiye’de Enerji Verimliliği Kanununa dayanak teşkil eden ve bu kanunun konut sektörüne uygulanmasını sağlayan Binalarda Enerji Performans Yönetmeliği 2008 yılında yürürlüğe girmiştir. Bu yönetmelik binalarda enerjinin etkin ve verimli kullanılması, enerji israfını önleyerek tasarruf sağlanması ve çevre sağlığının korunması amacı ile çıkarılmıştır (TBMM, 2008). Bu yönetmelik; binaların yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacının TS 825 standardında belirtilen sınır değerinin altında olmasını, yapı bileşenlerinin TS 825 standardına uygun olarak yalıtımlarının yapılmasını öngörmektedir.

Üniversiteler kuruldukları bölgelere, eğitim sektöründe, sosyal, kültürel, ekonomik ve fiziksel yapının iyileştirilmesinde önemli katkılar sunmaktadır. Üniversite kampüs binaları, öğrencilere ve bilimsel çalışma yapmak isteyen araştırmacılara imkânlar sunan, içerisinde farklı işleri yürüten personelleri barındıran, sürekli faaliyet gösteren eğitim kurumlarıdır (Rüşen ve ark., 2018). Üniversite yerleşkesinde kullanılan binaların sayıca fazla olması, binaların donanımsal ve fiziksel bakımdan farklılık göstermesi, buralarda yapılan faaliyetlerin çeşitlenerek artmasına, sonuçta enerji tüketiminin artmasına neden olacaktır. Bu nedenle enerjinin etkin ve verimli kullanılması, enerji tüketimi

azaltılarak enerji israfının önüne geçilmesi bakımından üniversite yerleşkesindeki binaların incelenerek enerji verimliliğini artırıcı çözümlerin ortaya konması gerekmektedir.

Üniversite binalarında enerji verimliliği ve tasarrufu konusu ile ilgili literatürde bazı çalışmalar yapılmıştır. Deshko ve Shevchenko (2013), Ukrayna'daki üniversite kampüslerinin enerji performanslarının tahmin edilmesi ve enerji sertifikasyon sistemi oluşturulması için ölçülebilir bir yaklaşım geliştirme konusu araştırmışlardır. Çalışmada, kampüs verilerine yönelik araçsal yaklaşıma dayanan sertifika varyantı önerilmiş ve analiz edilmiştir. Analizde, enerji tüketimi, hava ve iklim koşulları, üniversite kampüslerinin çalışma parametreleri dikkate alınmıştır. Sonuçta, önerilen yaklaşımın üniversite kampüslerinin enerji performansının belirlenmesinde ve enerji verimliliğinin karşılaştırmasında sertifika kullanımına imkân tanıdığı belirtilmiştir. Guan ve ark. (2016), üniversite kampüs binalarında enerji planlamasını araştırmışlardır. Çalışmada, kampüs binalarının talep yükü ve enerji kullanım özelliklerini ortaya koyan bir yöntem geliştirilmiştir. Bu amaç ile bir vaka çalışması olarak, Norveç'te bir üniversite kampüsünün elektrik, ısıtma ve su kullanımına ilişkin verilerin istatistiksel analizi yapılmıştır. Sonuçta, binalardaki enerji ve su tüketim farklılıklarının binaların kullanım özelliklerinden kaynaklandığı, enerji ve su tüketiminin fazla olduğu binaların daha büyük tasarruf potansiyeline sahip olduğu belirtilmiştir. Ostojić ve ark. (2016), Hırvatistan'da bir fakülte binasının enerji analizi ve yenileme stratejisini araştırmışlardır. Çalışmada fakülte binasına ait enerji denetimi ve sertifikasyon sonuçları sunulmakta, enerji verimliliği üzerine iyileştirmeler önerilmektedir. Sonuç olarak, ısıtma, karbon emisyonu azalımı ve yatırımın geri dönüş süresi için enerji hesaplamaları yapılarak enerji verimliliği bakımından bina için en uygun iyileştirme önlemleri belirlenmiştir. Rüşen ve ark. (2018), çalışmalarında Türkiye'de bulunan bir üniversitenin kampüs binalarının enerji etüdünü ve tasarruf potansiyelini incelemişlerdir. Sonuç olarak incelenen üniversitede %18 oranında enerji tasarruf potansiyelinin olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca çalışmaya konu olan üniversite için verimlilik artırıcı projeler önerilmiştir. Yurdakul ve ark. (2019), çalışmalarında Türkiye'de bir üniversiteye ait üç fakülte binası dersliklerinin iç çevre kalitesi bakımından incelemişlerdir. Sonuçta mühendislik ve hukuk fakültesi binaları ısıtma sistemlerinin yeterince verimli çalıştırılmadığını belirtmişlerdir. Ateş ve ark. (2021), Türkiye'de bir Meslek Yüksekokulu binasının enerji tasarruf potansiyelini araştırmışlardır. Sonuçta mevcut binada %40 oranında enerji tasarruf potansiyelinin olduğunu belirtmişlerdir. Günkaya ve ark. (2021), çalışmalarında bir üniversite binasında enerji tasarrufu seçeneklerinin çevresel performans üzerine etkisini incelemişlerdir. Sonuç olarak enerji tasarrufu seçeneklerinden dış cephe yalıtımı ve ısıcam uygulamalarının çevre performansı üzerinde olumlu etkilerini oransal olarak belirlemişlerdir.

Bu çalışmada kış mevsiminin uzun, yoğun kar yağışı ve soğuk iklim şartlarında geçmesi nedeniyle bina ısıtma maliyetinin fazla olduğu Bitlis Eren Üniversitesi Rahva merkez yerleşkesinde yer alan üç fakültenin enerji verimliliği incelenmiştir. Çalışma kapsamında fakültelerin ısı kaybı,



ısıtma enerjisi ihtiyacı, binaların ısıtılmasında kullanılan yakıt tüketimi ve maliyetleri, yakıt tüketimi sonucu oluşan CO<sub>2</sub> emisyon miktarları belirlenerek binalarda yapılan iç ortam sıcaklık ölçümleri ve termal kamera görüntüleri kullanılarak enerji verimliliği, bina yalıtımlarının uygunluğu, TS 825 standart sınırlarına göre değerlendirilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

Çalışmaya konu olan Bitlis Eren Üniversitesi kampüsü, il merkezinin yeni yerleşim yeri içinde Rahva yerleşkesinde bulunmaktadır. Kışları uzun ve yoğun kar yağışı ile geçtiği Bitlis ili, TS 825 Binalarda Isı Yalıtım Kuralları standardına göre 4.derece gün bölgesi içinde yer almaktadır (TSE, 2013). Isı enerjisi kayıpları ve emisyon değerlerinin belirlenmesi, enerji verimliliği bakımından incelenmesi için; belirtilen kampüs alanı içinde yer alan, aktif eğitim öğretim faaliyetinde olan Fen Edebiyat Fakültesi (FEF), Mühendislik Mimarlık Fakültesi (MMF) ve İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi (İİBF) hizmet binaları çalışma alanı olarak seçilmiştir (Şekil 1). Çalışma sahası; 42.16229227°- 42.16505065°E; 38.48109518°- 38.47772061°N koordinatları arasında olup 1795 m rakımındadır. İncelenecek binalara ait bilgiler Tablo 1 ve Tablo 2’de verilmiştir (Elhuveydi, 2020).



Şekil 1. Çalışma sahasının uydu fotoğrafı ve resmi (URL-1; URL-2).

Fakülte binalarının mimari proje detayları ve yapı elemanlarının ısı geçiş katsayı değerlerinin hesaplanması ile ilgili bilgiler için ilgili referansa bakılabilir (Elhuveydi, 2020). Çalışmada binalara ait bilgiler ve ısıtmada kullanılan kömür ve doğalgaz tüketim değerleri Bitlis Eren Üniversitesi Rektörlüğünden temin edilmiştir. İnceleme kapsamındaki ilgili binaların enerji verimliliği kapsamında değerlendirilmesi için çeşitli ölçüm cihazları kullanılmıştır.

**Tablo 1.** Binalara ait bilgiler.

Özellikler	MMF	FEF	İİBF
Bina durumu	Ayrık nizam	Ayrık nizam	Ayrık nizam
Kat adedi	6 (2BK+1ZK+3NK)	6 (2BK+1ZK+3NK)	6 (1BK+1ZK+4NK)
Pencereler	Tüm binalar için aynı, plastik doğramalı, çift cam		
Binanın eni (m)	41.00	41.00	21.90
Binanın boyu (m)	84.20	83.20	84.60
Kat yüksekliği (m)	3.63	3.30	3.55
Toplam ısıtılan alan (m <sup>2</sup> )	11342	10541	8781
Brüt hacim (m <sup>3</sup> )	53170	49228	46993

**Tablo 2.** Bina yapı elemanlarının toplam ısı geçiş katsayı değerleri (W/m<sup>2</sup>K).

Yapı elemanı tipi	MMF	FEF	İİBF
Dış havaya açık tuğla duvar	0.358	0.358	0.339
Dış havaya açık kolon-kiriş donatısı	0.769	0.794	0.546
Dış havaya açık perde duvar	0.847	0.847	0.558
Toprak temaslı kolon-kiriş donatısı	0.531	0.531	0.531
Toprak temaslı perde duvar	0.560	0.560	0.542
Isıtılmayan iç ortam ile bitişik tuğla duvar	0.347	0.347	0.328
Üstü çatılı tavan	0.247	0.247	0.288
Toprak temaslı taban	0.414	0.414	0.315
Dış pencere	2.9	2.9	2.9
Dış kapı	5.5	5.5	5.5

## 2.1. Matematiksel Metot

Binalarda insan ve diğer canlıların yaşamsal faaliyetlerini sağlıklı bir şekilde sürdürmeleri için çevre sıcaklığının düşük olduğu zamanlarda ısıtılması gerekmektedir. Bu amaç ile binanın ısı kaybının hesaplanarak yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacının belirlenmesi gerekmektedir. Bir binanın yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacı, ısıtma sezonu süresince hesaplanan toplam ısı kaybından ısı kazançlarının çıkarılmasıyla belirlenir (Ateş ve ark., 2021). Binalarda ısı kaybı iç ortam ile çevre arasında oluşan sıcaklık farkı sonucu kapı, pencere, duvar, döşeme, zemin, tavan gibi yapı elemanlarında oluşur. Bir mahallin özgül ısı kaybı ( $Q$ ), iletim ve taşınım sonucu oluşan özgül ısı kaybı ( $Q_T$ ) ile hava sızıntısı sonucu oluşan özgül ısı kaybının ( $Q_V$ ) toplamına eşittir (Genceli ve Parmaksızoğlu, 2012). İletim ve taşınım ile oluşan özgül ısı kaybı, mahalli çevreye yapı elemanlarında meydana gelen kayıplarının toplamına eşittir (TSE, 2013; Najjar ve ark., 2019).

$$Q = Q_T + Q_V \quad (1)$$

$$Q_T = \sum U A \quad (2)$$

$$Q_V = \rho c V' = 0.33 n_h V_h \quad (3)$$

Eşitliklerde,  $U$  ( $W/m^2 K$ ) ısı geçirgenlik katsayısını,  $A$  ( $m^2$ ) yapı elemanının yüzey alanını,  $\rho$  ( $kg/m^3$ ) havanın yoğunluğunu,  $c$  ( $J/kg K$ ) havanın özgül ısısını,  $V'$  ( $m^3/h$ ) hacimce toplam hava değişim debisini,  $n_h$  ( $h^{-1}$ ) hava değişim oranını,  $V_h$  ( $m^3$ ) havalandırılan hacmi ifade etmektedir.

Bir binanın ısı kaybı, binadaki tüm mahallerde oluşan ısı kayıpların toplamı ile belirlenir. Bir binanın aylık ısı ihtiyaçlarının ( $Q_{ay}$ ) toplamı ile yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacı ( $Q_{yıl}$ ) hesaplanır. Aylık ısı ihtiyacı, aylık ısı enerjisi kayıplarından ısı kazançlarının (iç ve güneş enerjisi) çıkarılması ile  $Q_{ay}$  bulunur (TSE, 2013).

$$Q_{yıl} = \sum Q_{ay} \quad (4)$$

$$Q_{ay} = \left[ Q(T_i - T_d) - \eta_{ay} (\phi_{iay} + \phi_{say}) \right] t \quad (5)$$

Eşitliklerde aylık ortalama olarak,  $\eta_{ay}$  kazançlar için kullanım faktörünü;  $\phi_{iay}$  iç kazançları;  $\phi_{say}$  güneş enerjisi kazancını;  $T_i$  ( $^{\circ}C$ ) iç sıcaklığını;  $T_d$  ( $^{\circ}C$ ) dış sıcaklığını ve  $t$  zamanı ifade etmektedir. Bu çalışmada aylık ortalama dış sıcaklık ve aylık ortalama güneş enerjisi kazancı değerleri Bitlis Meteoroloji İstasyonundan elde edilmiştir.

Isıtma sezonu süresince bir binanın tükettiği yakıt miktarı  $B_y$  ( $kg$  veya  $m^3$ ) ile binanın yıllık yakıt tüketim maliyeti  $M_y$ , aşağıda verilen eşitliklerle ifade edilebilir (Genceli ve Parmaksızoğlu, 2012; Oğuz ve Kırmacı, 2015).

$$B_y = Q_{yıl} / (H_u \eta_k) \quad (6)$$

$$M_y = B_y C_{fy} \quad (7)$$

Bu eşitliklerde,  $\eta_k$  % kazanın verimini,  $H_u$  kullanılan yakıtın alt ısı değerini ( $kJ/kg$  veya  $kJ/m^3$ ) ve  $C_{fy}$  ise yakıtın birim fiyatını göstermektedir. Binada ısıtma sezonlarında kullanılan yakıtların alt ısı değeri, kazan verimi ve yakıtların birim fiyatı Tablo 3'de verilmiştir (Karakoç, 2011; URL-5; URL-6). Bu çalışmada kullanılan yakıtların birim fiyatları 2019-2020 yılı dikkate alınarak düzenlenmiştir.

**Tablo 3.** Kullanılan yakıtlara ait bilgiler.

Yakıt türü	Yakıtın Alt Isıl Değeri ( $H_u$ )	Yakıt Birim Fiyatı	Kazan Verimi ( $\eta_k$ ) (%)
Linyit kömür	23020 ( $kJ/kg$ )	1.6520 (TL/kg)	0.60-0.65
Doğalgaz	34535 ( $kJ/m^3$ )	1.8526 (TL/ $m^3$ )	0.85-0.92

TS 825 standardına göre ilgili binalar için hesaplanan ısıtma enerjisi ihtiyacı, binaların bulunduğu derece gün bölgesi için verilen en büyük sınır değerini aşmaması gerekmektedir (Ateş ve ark., 2021; TSE, 2013). Bu standarda göre yıllık ısıtma enerjisinin en büyük sınır değeri ( $Q'$ ), dördüncü derece gün bölgesi için aşağıdaki eşitlik ile ifade edilir (TSE, 2013).

$$Q' = 82.5 \left( \frac{A_{Top}}{V_{brüt}} \right) + 50.7 \quad (8)$$

Eşitlikte,  $A_{Top}$  ( $m^2$ ) binanın toplam ısı kaybeden yüzey alanını,  $V_{brüt}$  ( $m^3$ ) binanın ısıtılan brüt hacmini ifade etmektedir.

Binaların ısıtılmasında kullanılan yakıtların yanması sonucu açığa çıkan baca gazlarının önemli bir miktarı  $CO_2$  (yaklaşık %85) emisyonundan oluşmaktadır. Bu nedenle yanma sonucu oluşan baca gazlarının hesaplanmasında büyük çoğunluğu temsil eden  $CO_2$  emisyonu dikkate alınmaktadır (Oğuz ve Kırmacı, 2015). Binanın ısıtılmasında kullanılan yakıtların oluşturduğu baca gazı emisyonunun belirlenmesinde, kullanılan yakıt türüne göre emisyon dönüşüm katsayısı (EDK) kullanılabilir. Tablo 4'de bu çalışmada kullanılan yakıt türlerinin emisyon dönüşüm katsayıları verilmiştir (TBMM, 2008; Oğuz ve Kırmacı, 2015).

**Tablo 4.** Yakıt türlerinin  $CO_2$  emisyon dönüşüm katsayıları.

Yakıt Türü	Emisyon dönüşüm katsayısı (kg eşd. $CO_2$ /kWh)
Linyit Kömür	0.433
Doğalgaz	0.234

Bir binanın ısıtma sezonu boyunca tükettiği yakıt miktarı ve kullanılan yakıtın emisyon dönüşüm katsayısına göre açığa çıkan  $CO_2$  emisyon miktarı  $B_{CO_2}$  (kg), aşağıda verilen eşitlik ile belirlenebilir (Oğuz ve Kırmacı, 2015).

$$B_{CO_2} = 0.278 \cdot 10^{-3} B_y H_u EDK \quad (9)$$

MMF, FEF ve İİBF binalarının ısıtma yılları süresince ısı kaybı ve yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacı hesaplanarak bulunmuştur. Binalarda kullanılan ısıtma sistemlerinin günlük işletim süresi 16 saat uygulanması nedeniyle ısı kaybı hesaplamalarında bu süre dikkate alınmıştır. Binalar için belirlenen ısıtma enerjisi ihtiyacı, TS 825 standardına göre olması gereken sınır değeri ile karşılaştırılmıştır. Hesaplanan yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacına göre gerekli teorik yakıt tüketim miktarları, bu yakıtların birim maliyet değerleri ile açığa çıkan  $CO_2$  emisyonu belirlenmiştir. Hesaplanan teorik yakıt miktarı ile gerçek yakıt tüketimi karşılaştırılmıştır.

## 2.2. Ölçüm ve Uygulama

Son yıllarda farklı mühendislik uygulamalarında oluşan problemlerin tespitinde termal kameralar yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Elhuveydi ve Oral, 2022). Bu çalışmada seçilen binalarda muhtemel ısı kayıp alanların belirlenmesi ve ısı kaybına neden olan yapısal problemlerin (hatalı ısı yalıtım uygulaması gibi) tespiti amacıyla teknik özellikleri Tablo 5’de verilen Fluke marka termal kamera cihazı kullanılmıştır (URL-3). Bu cihaz ile binaların farklı dış cephelerinin farklı gün ve saatlerde görüntüleri alınarak incelenmiştir. Ayrıca termal görüntü çekimlerinde FEF binasının bodrum katında bulunan ısıtma sistemi ana dağıtım borularının diğer binalara göre daha elverişli durumda olması nedeniyle temel çalışma alanı olarak bu bina seçilmiştir. FEF binasının ısıtma sisteminde kullanılan sıcak su boru hattının termal kamera görüntüleri alınarak ısı yalıtım verimliliği bakımından değerlendirilmiştir.

**Tablo 5.** Termal kamera cihazının teknik özellikleri.

Cihazın marka ve modeli	Fluke Ti110
Sıcaklık ölçüm aralığı	-20°C ile +250°C aralığı
Ekran çözünürlüğü	160 x 120 (19.200 pixel)
Minimum yakınlık mesafesi	15 cm
Termal hassasiyet	30°C’lik hedef sıcaklığında $\leq 0.10^\circ\text{C}$ hata payı
Yerleşik dijital kamera	2 megapixel
Resim karesi hızı	30 Hz veya 9 Hz versiyonlu
Koruma sınıfı	IP54
Batarya	Şarjlı versiyon (AC), LED ekranda beş aşamalı kalan şarj göstergesi, cihaz şarj adaptörü ile veya harici şarj istasyonunda batarya şarj edilme, değiştirilebilir batarya
Boyutlar	28.4 cm x 8.6 cm x 13.5 cm
Ağırlık (batarya dâhil)	0.73 kg

Eğitim binasında kullanılan sınıf, ofis ve diğer alanların iç ortam sıcaklıkları ölçülerek kullanıcılar için ısı konfor şartını sağlayan standart değere (TS 825’e göre öğretim binaları için 20°C) göre karşılaştırılmıştır. Bu ölçüm ile binada kullanılan ısıtma sisteminin verimliliği, iç ortam sıcaklık düzeyinin ısı konfor şartını sağlayıp sağlamadığı araştırılmıştır. MMF binasında aktif sınıf sayısının daha fazla olması nedeniyle (öğrenci sayısının diğer fakültelere göre fazla olması, binada ikinci öğretim faaliyetlerinin yürütülmesinden dolayı) bu binada daha fazla ölçüm yeri seçilmiştir. MMF binasında mahal konumunun (kuzey ve güney cepheler, zemin, ara ve son katlar, bir ve iki yönde dış ortamlarla temaslı mahaller gibi) ısı kaybı ve kazancı bakımından sağladığı olumlu ve olumsuz faydalar dikkate alınarak ölçüm yerleri çeşitlendirilerek seçilmiştir. Ölçüm yapmak üzere MMF hizmet binasında 23 ayrı noktada farklı katlardan (bodrum, zemin, 1, 2 ve 3. katlar) 12 ofis, 5 sınıf, 2 laboratuvar, 3 koridor ve 1 kantin seçilmiştir. FEF binasında 4 ofis, 2 sınıf ve 2 koridor olmak üzere 8 ayrı ölçüm yeri seçilmiştir. İİBF binasında ise 6 ofis, 2 sınıf, 1 laboratuvar, 2 koridor ve 1 kantin olmak üzere 12 ayrı ölçüm yeri seçilmiştir. İç ortam sıcaklıkları, özellikleri Tablo 6’da verilen Testo

435-2 marka çok fonksiyonlu ölçüm cihazı ve bu cihazın IAQ probu kullanılarak yapılmıştır (URL-4). Seçilen yerlerin sıcaklık değerleri, günün farklı saatlerinde, ortamın farklı noktalarında yapılan sıcaklık ölçümlerinin ortalaması alınarak belirlenmiştir.

**Tablo 6.** Çok fonksiyonlu ölçüm cihazının teknik özellikleri.

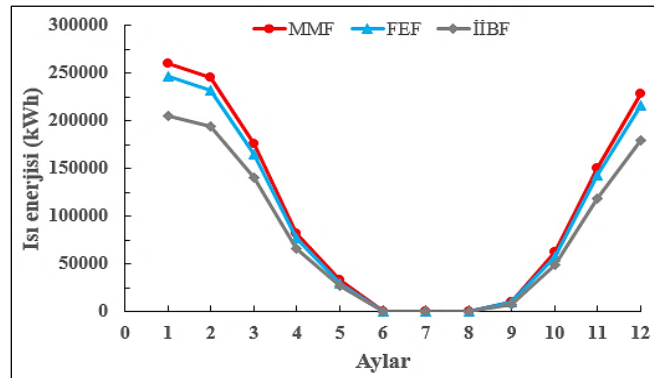
Marka ve model	Testo 435-2
Çalışma sıcaklığı	-20 ile +50 °C arasında
Malzeme/Gövde	ABS/TPE/Metal
Koruma sınıfı	IP54
Batarya tipi	Alkali manganez, mignon, AA tipi
Batarya ömrü	200 saat (tipik kanat ölçümü)
Depolama sıcaklığı	-30 ile +70 °C arasında
Boyutlar	220 x 74 x 46 mm
Ağırlık	428 gr
Sıcaklık ölçüm aralığı	-50 ile +150 °C
Işık yoğunluğu ölçüm aralığı	0 ile +100000 Lüks

### 3. Araştırma Bulguları

Seçilen binalar için yapılan ısı kaybı hesaplamalarında elde edilen sonuçlar Tablo 7’de verilmiştir. Isı kaybı hesaplamaları ile ilgili detaylı bilgiler için ilgili referansa bakılabilir (Elhuveydi, 2020). Tablo 7 incelendiğinde tüm binaların havalandırma ile gerçekleşen özgül ısı kayıplarının iletim ve taşınım ile gerçekleşen özgül ısı kayıplarından fazla olduğu görülmektedir. En büyük özgül ısı kaybı ve yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacı MMF binasında, en az ısı kaybı ve ısıtma enerjisi ihtiyacı ise İİBF binasında olmuştur. Binaların ısıtma enerjisi ihtiyacının aylara göre değişimi Şekil 2’de verilmiştir.

**Tablo 7.** Binaların yıllık toplam özgül ısı kaybı ve ısıtma enerjisi ihtiyacı.

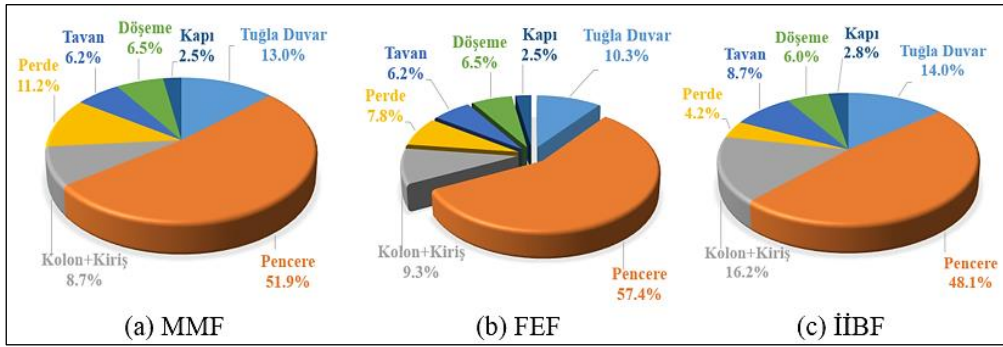
	MMF	FEF	İİBF
İletim ve taşınım ile gerçekleşen özgül ısı kaybı (W/°C)	7417	7380	4892
Havalandırma ile gerçekleşen özgül ısı kaybı (W/°C)	11230	10397	9925
Toplam özgül ısı kaybı (W/°C)	18647	17777	14817
Yıllık ısıtma enerjisi ihtiyacı (kWh)	1246286	1175047	987520



**Şekil 1.** Isıtma enerjisi ihtiyacının aylara göre değişimi.

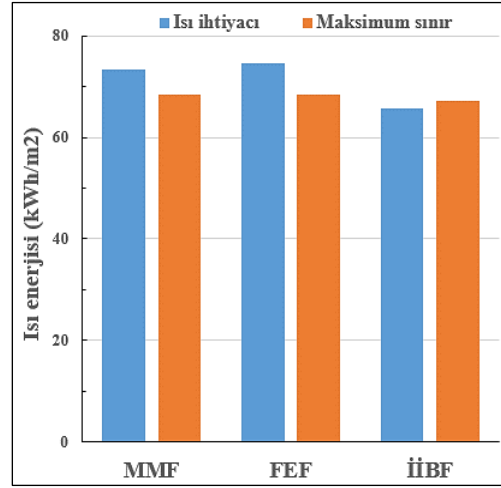
Şekil 2 incelendiğinde bütün binalar için en büyük ısıtma enerjisi ihtiyacı Ocak ayında olduğu görülmüştür. Ocak ayında en büyük ısıtma enerjisi ihtiyacı 260311 kWh olarak MMF binasında olmuştur. Binaların Haziran, Temmuz ve Ağustos aylarında ısıtma enerjisi ihtiyaçlarının olmadığı belirlenmiştir.

Şekil 3’de (a, b ve c) mevcut binaların yapı bileşenlerinde oluşan ısı kaybının oransal dağılımı gösterilmiştir. Tüm binalar için en büyük özgül ısı kaybı oranı pencerelerde gerçekleşmiştir. Mevcut binaların pencerelerinde oluşan özgül ısı kayıplarında en büyük oran FEF binasında %57.4 oranında gerçekleşmiştir. Pencerelerden sonra özgül ısı kaybı oranı en fazla tuğla duvar bileşeninde olduğu belirlenmiştir.



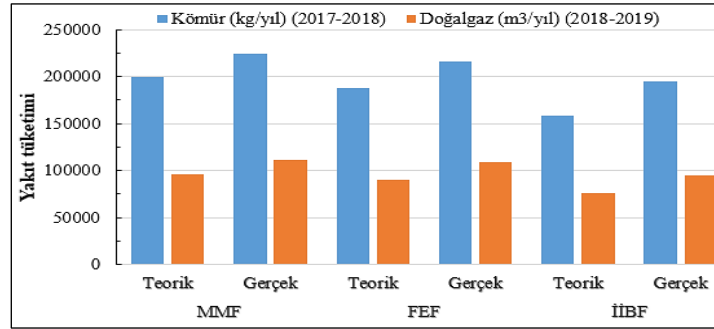
Şekil 3. Binaların yapı bileşenlerinde oluşan özgül ısı kayıplarının oransal dağılımı.

Şekil 4’de binaların birim kullanım alanı başına ısıtma enerjisi ihtiyacı ile olması gereken en büyük ısıtma enerjisi ihtiyacı verilmiştir. Birim kullanım başına en büyük ısıtma enerjisi ihtiyacı 74.59 kWh/m<sup>2</sup> değerinde FEF binasında, en düşük ise 65.67 kWh/m<sup>2</sup> ile İİBF binasında olmuştur. FEF ve MMF binalarının ısıtma enerjisi ihtiyacı olması gereken en büyük sınır değerlerinden (FEF için sınır değer 68.42 kWh/m<sup>2</sup>, MMF için 68.34 kWh/m<sup>2</sup>) daha fazla gerçekleşmiştir. Bu durumun FEF ve MMF binalarında uygulanan yalıtımın standartları karşılamaması ve yalıtım uygulamalarında yapısal problemlerin olması sonucu her iki binada ısı kayıplarının artmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. İİBF binasının ısıtma enerjisi ihtiyacı ise olması gereken en büyük sınır değerinden (İİBF binası için sınır değer, 67.3 kWh/m<sup>2</sup>) daha düşüktür. Dolayısıyla İİBF binasında uygulanan ısı yalıtımının TS 825 standardına uygun olduğu görülmüştür. FEF ile MMF binalarında oluşan ısı kayıplarının İİBF binasından daha fazla olması bu durumu açıklamaktadır (Tablo 7).



Şekil 4. Birim kullanım alanı başına ısıtma enerjisi ihtiyacı ve sınır değeri.

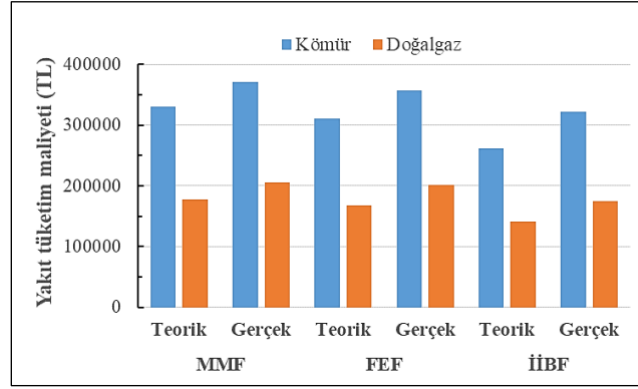
Hesaplanan ısıtma enerjisi ihtiyaçlarına göre binalarda kullanılan yakıt türlerine göre ısıtma sezonu için gerekli teorik yakıt tüketim miktarları ile Bitlis Eren Üniversitesi Rektörlüğünün resmi kayıtlarından alınan gerçek yakıt tüketimi değerleri Şekil 5’de verilmiştir.



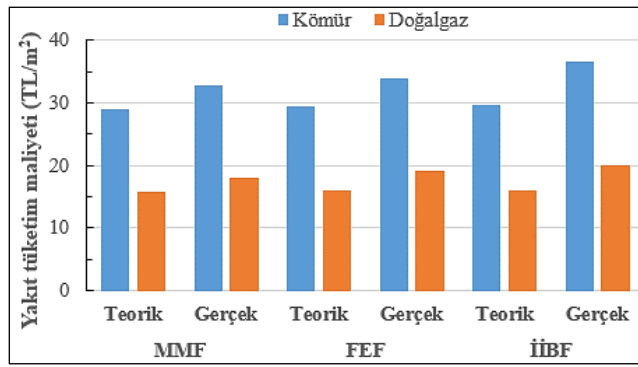
Şekil 5. Yakıt tüketim miktarları.

Şekil 5 incelendiğinde, tüm binalarda kömür ve doğalgaz yakıtlarında gerçek tüketimin teorik tüketimden daha fazla olduğu belirlenmiştir. Gerçek tüketimin teorik tüketimden fazla olmasında, bazı yapı bileşenlerinde ve yalıtım uygulamalarında yapısal problemlerin olmasının etkili olabileceği düşünülmektedir. Kömür yakıtı için en büyük teorik ve gerçek tüketim değeri MMF binasında, en düşük teorik ve gerçek tüketim değeri ise İİBF binasında olmuştur. Kömür yakıtı tüketimi MMF binasında gerçek 225000 kg/yıl, teorik 199739 kg/yıl, İİBF binasında ise gerçek 195000 kg/yıl, teorik 158267 kg/yıl olarak gerçekleşmiştir. Doğalgaz yakıtı için en düşük teorik ve gerçek tüketim İİBF binasında, en büyük teorik ve gerçek tüketim değeri ise MMF binasında olmuştur. Doğalgaz yakıtı gerçek tüketimi İİBF binasında 94537 m<sup>3</sup>/yıl, MMF binasında ise 111083 m<sup>3</sup>/yıl olarak bulunmuştur. Tablo 7’de görüldüğü gibi en az ısıtma enerjisi ihtiyacı İİBF binasında, en fazla ise MMF binasında olması bu durumu teyit etmektedir. Şekil 6’da mevcut binaların teorik ve gerçek yakıt tüketim maliyetleri, Şekil 7’de ise birim kullanım alanı başına yakıt tüketim maliyetleri verilmiştir.





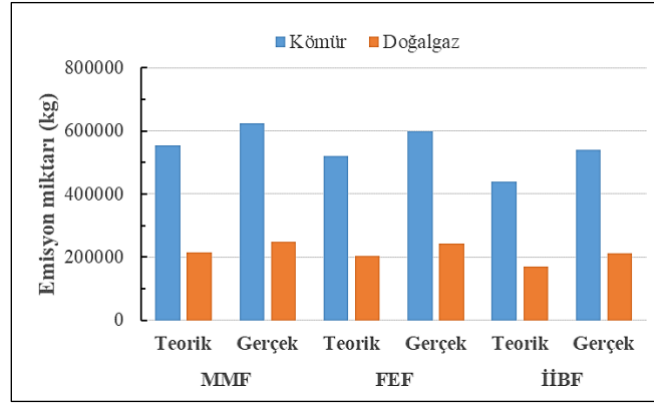
Şekil 6. Yakıt tüketim maliyetleri.



Şekil 7. Birim kullanım alanı başına yakıt tüketim maliyetleri.

Şekil 6 ve Şekil 7’de ısıtma sezonlarında kullanılan yakıtların tüketimi sonucu oluşan maliyetler değerlendirildiğinde, tüm binalarda kömür ve doğalgaz yakıtları için gerçek tüketim maliyetinin teorik tüketim maliyetinden daha fazla olduğu belirlenmiştir. Şekil 6 incelendiğinde, teorik ve gerçek en düşük maliyet doğalgaz yakıtının kullanılmasıyla İİBF binasından, en büyük maliyet ise kömür yakıtı ile MMF binasında olmuştur. Kömür ve doğalgaz yakıtları için en büyük teorik ve gerçek tüketim maliyeti MMF binasında, en düşük teorik ve gerçek tüketim maliyeti ise İİBF binasında olmuştur. Tüm binalar için doğalgaz yakıtının gerçek ve teorik maliyeti kömür yakıtından daha düşük çıkmıştır. Doğalgaz yakıtının ısı değerinin ve kazan verimlerinin kömürden daha fazla olması maliyetlerinin daha düşük olmasına neden olmuştur (Tablo 3). Yapılan bir çalışmada Bitlis ilinde merkezi ısıtma sistem için kullanılan yakıtlar içinde en ekonomik ve en çevreci yakıt türünün doğalgaz olduğu belirtilmiştir (Oral ve Elhuveydi, 2021). Kömür yakıtında en düşük gerçek maliyet 322140 TL ile İİBF binasında, en yüksek maliyet ise 371700 TL ile MMF binasında olmuştur. Doğalgaz yakıtında en düşük gerçek maliyet 175139 TL ile İİBF binasında, en yüksek maliyet ise 205792 TL ile MMF binasında gerçekleşmiştir. Şekil 7 incelendiğinde, kömür ve doğalgaz yakıtlarında birim alan başına teorik ve gerçek en yüksek maliyet İİBF binasında en düşük maliyet ise MMF binasında görülmüştür. Tüm binalarda doğal gaz yakıtının birim alan başına maliyeti kömür

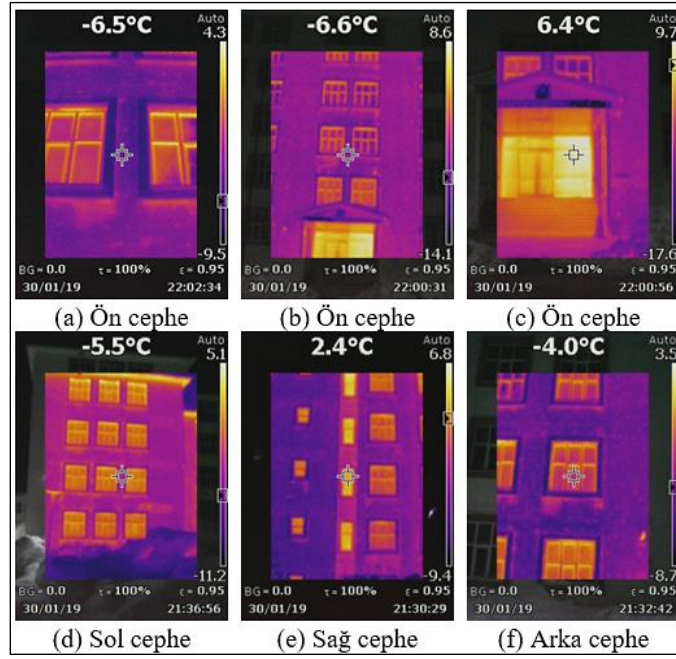
yakıtından daha düşük olmuştur. En düşük gerçek maliyet MMF’de kömür yakıtında 32.77 TL/m<sup>2</sup>, doğalgaz yakıtında 18.14 TL/m<sup>2</sup> olarak bulunmuştur. En yüksek gerçek maliyet İİBF’de kömür yakıtında 36.69 TL/m<sup>2</sup>, doğalgaz yakıtında 19.95 TL/m<sup>2</sup> olarak bulunmuştur. Şekil 8’de ısıtma sezonlarında yakıt tüketimi sonucu oluşan emisyon miktarı verilmiştir.



Şekil 8. Yakıt tüketimi sonucu oluşan CO<sub>2</sub> emisyonu.

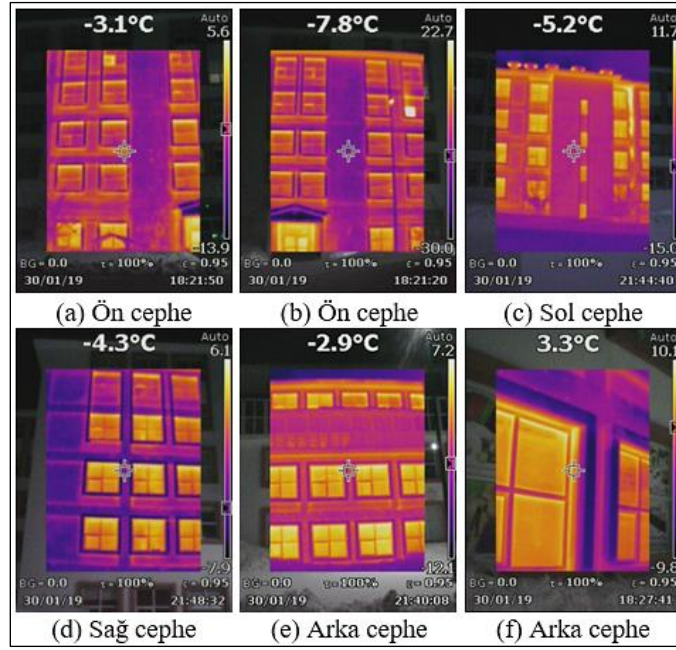
Şekil 8’de verilen CO<sub>2</sub> emisyon grafiği incelendiğinde, gerçek emisyon değerlerinin teorik emisyon değerlerinden daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Doğalgaz yakıtının teorik ve gerçek emisyon değerleri kömür yakıtından daha düşük olarak gerçekleşmiştir. En düşük emisyon değeri İİBF binasında, en yüksek emisyon değeri ise MMF binasında meydana gelmiştir. İİBF binasında kömür yakıtının kullanılmasıyla gerçek emisyon değeri MMF’ne göre %13, FEF’ne göre ise %10 daha düşük olmuştur. Doğalgaz yakıtında İİBF binasında oluşan CO<sub>2</sub> emisyonu MMF’ne göre %15, FEF’ne göre ise %13 daha düşük gerçekleşmiştir. İİBF binasında gerçek emisyon teorik emisyonla göre kömürde %23, doğalgazda ise %24 daha fazla olmuştur.

Şekil 9’de MMF binasının farklı dış cephelerden çekilmiş termal kamera görüntüleri verilmiştir. Termal kamera görüntülerinde, koyu renkli kısımların dış yüzey sıcaklıkları açık renkli kısımlara göre daha düşüktür. Bu nedenle çevreye olan ısı kaybı açık renkli yüzeylerden daha fazla, koyu renkli kısımlarda ise daha düşük olmaktadır.



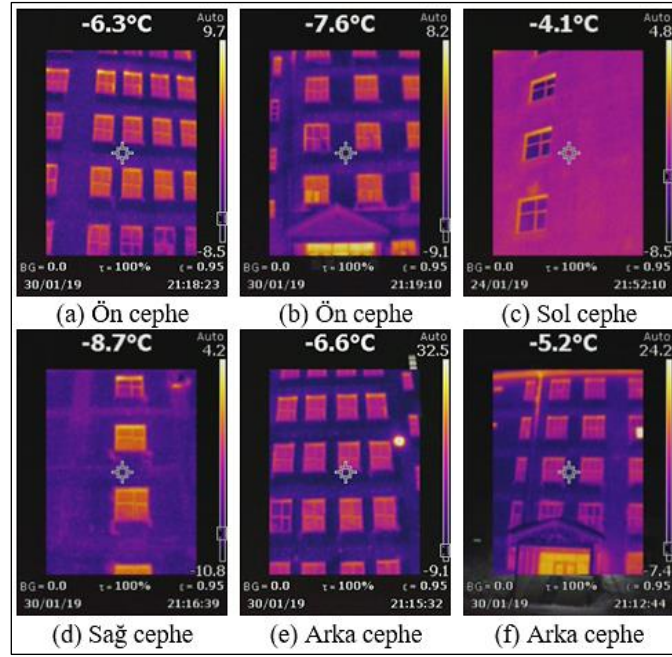
Şekil 9. MMF binasının termal kamera görüntüleri.

Şekil 9’da görüleceği gibi binanın tüm cephelerinde bazı yapı bileşenlerinin yüzey sıcaklıklarının diğer kısımlara göre daha fazla olduğu bu nedenle buralarda daha fazla ısı kayıpları oluşacaktır. Bu özellikte olan yapı bileşenlerinde ısı yalıtımı uygulamalarının iyi olmadığı, yapısal problemlerin olduğu söylenebilir. Şekilde pencere kenarlarında ve pencere duvar bileşim yerlerinde yalıtımın iyi uygulanmadığı bu nedenle bu kısımlarda ısı kayıplarının artacağı düşünülmektedir. Pencerelerin altındaki duvar bölgelerinin yüzey sıcaklıklarının diğer duvar bölgelerine göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, bu duvarların iç yüzeyinde bulunan radyatör peteklerinde, iletim ve taşınım yoluyla oluşan ısı kaybıdır. Şekil 9(b) ve 9(c) de binanın dış kapı yüzey sıcaklığının büyük olması oluşacak ısı kayıplarını artıracaktır. Tüm görüntülerde pencere dış yüzey sıcaklıklarının dış duvarlara göre daha yüksek olması bu kısımlarda daha fazla ısı kayıplarının yaşanacağını ifade etmektedir. Bu durum, Şekil 3(a)’da MMF binası yapı bileşenleri ile ilgili verilen ısı kayıp oranlarında en fazla kaybın pencerelerde olduğu bilgisini doğrulamaktadır. Şekil 10’da FEF binasının farklı cephelerden çekilmiş termal kamera görüntüleri verilmiştir.



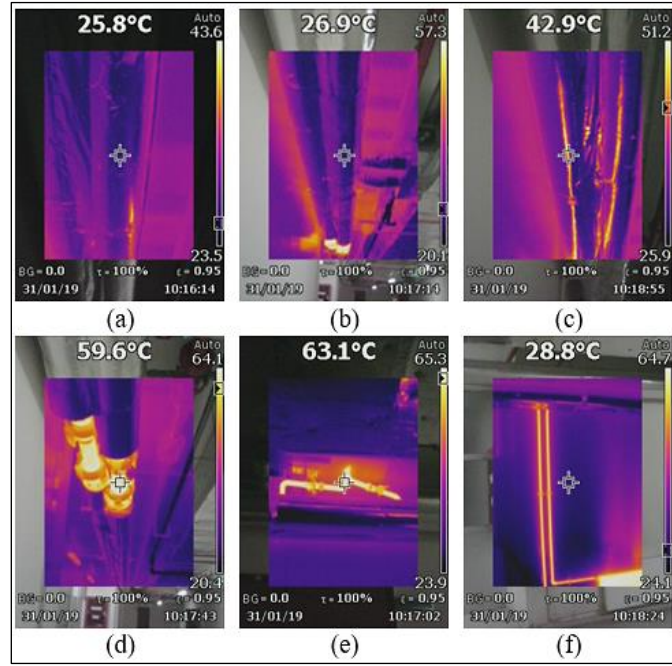
**Şekil 10.** FEF binasının termal kamera görüntüleri.

Şekil 10 incelendiğinde, FEF binasının termal kamera görüntülerinin Şekil 9’de MMF binası için verilen görüntüler ile benzerlikler içerdiği belirlenmiştir. FEF binasının tüm cephelerinde bulunan bazı yapı bileşenlerinde (Benzer bileşenlerine göre daha açık renkli olan yüzeyler) yapısal kusurlar olduğu, izolasyonların iyi uygulanmadığı görülmüştür. Özellikle pencere çerçevelerinde ve pencerelerin duvar ile bağlantılarında sızdırmazlıkların iyi giderilmediği tespit edilmiştir (Şekil 10c). Şekil 10(f)’de pencere duvar bağlantısı noktasındaki yüzey sıcaklığı 3.3°C olarak ölçülmesi bu hususu teyit etmektedir. Yine pencere altlarındaki dış duvar yüzeylerindeki açık renkteki tonlar bu kısımların iç tarafında bulan radyatör peteklerinin ısı geçişini artırmasından kaynaklanmıştır. Binanın çoğu pencerelerinin dış yüzey sıcaklıkları duvar yüzey sıcaklığından daha fazla olması burada ısı kayıplarının daha büyük oranlarda gerçekleşeceğini göstermektedir. Şekil 3(b)’de FEF binası için verilen değerlerde en fazla ısı kaybının pencerelerde olduğu bu durumu açıklamaktadır. Şekil 10(c)’de iç mahallin ortam sıcaklığının düşük derecede ısıtılması nedeniyle (Lavabo ve WC bölümü) belirtilen dış duvar yüzey sıcaklığı yaklaşık -5.2°C olarak ölçülmüştür. Şekil 10(e)’deki görüntüde 2. katın bu cephesi teras kat olup ısıtılmamaktadır. Bu nedenle iç ortam sıcaklık değeri dış ortama yakın olduğu için koyu renkli görülmüştür. Şekil 11’de İİBF binasının farklı cephelerden çekilmiş termal kamera görüntüleri verilmiştir.



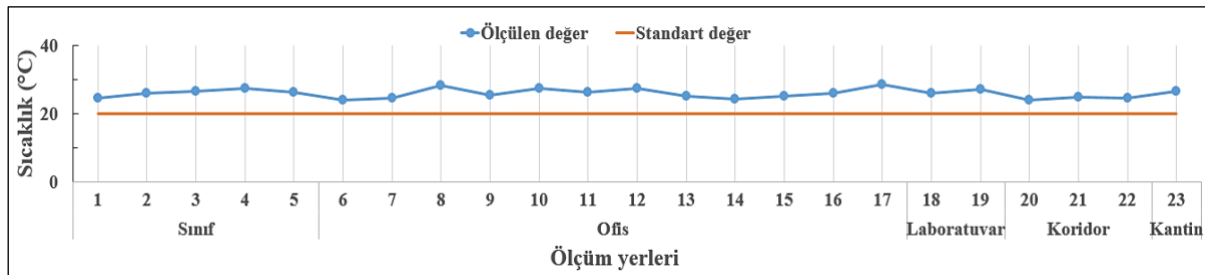
Şekil 11. İİBF binasının termal kamera görüntüleri.

Şekil 11 incelendiğinde, İİBF binasının termal kamera görüntülerinin Şekil 9’de MMF ve Şekil 10’da verilen FEF binaları için verilenler ile benzerlikler içerdiği belirlenmiştir. Ancak İİBF binasının termal görüntülerinde diğer binalara göre izolasyon uygulamalarının daha iyi, yapısal kusurların daha az olduğu görülmüştür. Şekil 4’de İİBF binasında birim başına ısıtma enerjisi ihtiyacı diğer binalardan daha küçük değerde ve maksimum sınırın altında olması bu durumu doğrulamaktadır. İİBF binasının termal görüntülerinde pencere çerçevelerinde ve pencerelerin duvar ile bağlantılarında bazı sızdırmazlıkların giderilmediği belirlenmiştir. Yine binada pencere dış yüzey sıcaklıklarının dış duvar yüzey sıcaklıklarından daha fazla olduğu görülmüştür. Binanın sağ ve sol cephelerinde diğer binalara göre daha az pencere sayısının olması ısı kayıplarını kısmen azaltmıştır. İİBF binasında pencerelerde meydana gelen ısı kayıp oranları diğer binalardan daha az olması bu durumu açıklamaktadır (Şekil 3). Şekil 11(e) ve Şekil 11(f)’de görülen açık parlak noktasal cisim çevre aydınlatma lambasından kaynaklanmaktadır. Şekil 12’de FEF binasının bodrum katında bulunan ısıtma amaçlı yalıtılmış sıcak su gidiş ve dönüş borularının termal kamera görüntüleri verilmiştir.



Şekil 12. Sıcak su borularının termal kamera görüntüleri.

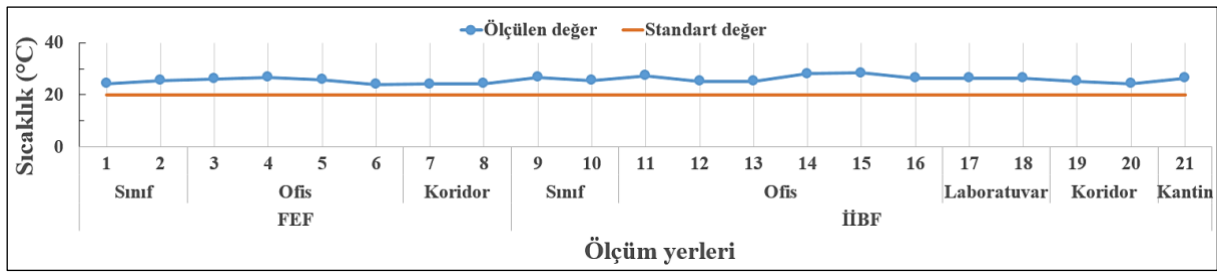
Şekil 12(a) ve Şekil 12(b)'de verilen termal görüntüler incelendiğinde, sıcak su borularının dış yüzey sıcaklıkları ile genel iç ortam sıcaklık değerlerinin birbirleriyle uyumlu olduğu belirlenmiştir. Bu durum sıcak su boru izolasyonlarının iyi uygulandığını göstermektedir. Ancak Şekil 12(c)'de boru üzerinde açık renkli çizgi şeklinde uzayan yüzeyin sıcaklığı yaklaşık 42.9°C olarak ölçülmüştür. Bu boru üzerinde izolasyonun iyi uygulanmadığı, izolasyonda çizgi şeklinde bir açılmanın olduğu görülmüştür. Şekil 12(d)'de izolasyonun uygulanmadığı bağlantı yerinde yüzey sıcaklığı yaklaşık 59.6°C olarak ölçülmüştür. Yine Şekil 12(e)'de izolasyonu yapılmayan üst kat kolon bağlantı borusunun yüzey sıcaklığı ise yaklaşık 63.1°C olarak ölçülmüştür. Bu kısımların izolasyonunun yapılması borudan çevreye ısı geçişini azaltarak ısıtma sisteminin daha verimli çalışmasını sağlayacaktır. Şekil 12(f)'de radyatör peteği ve izole edilmemiş bağlantı borularının (gidiş ve dönüş) yüzey sıcaklıklarının yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 13'de MMF binasında belirlenen yerler için ölçülen iç ortam sıcaklık değerlerinin standart değere göre değişimi verilmiştir.



Şekil 13. MMF binası iç ortam sıcaklıkları.



Şekil 13 incelendiğinde ofislerin iç ortam sıcaklıkları  $24^{\circ}\text{C}$  ile  $28.6^{\circ}\text{C}$  arasında, sınıflar için ise  $24.4^{\circ}\text{C}$  ile  $27.3^{\circ}\text{C}$  arasında değiştiği görülmüştür. Ölçülen yerlerin ortalama iç ortam sıcaklıkları; sınıflar için  $26.1^{\circ}\text{C}$ , ofisler için  $26^{\circ}\text{C}$  ve laboratuvar için  $26.5^{\circ}\text{C}$  olarak bulunmuştur. Tüm ölçüm yerlerinin iç ortam sıcaklıklarının ısı konforu sağlayan standart sıcaklık sınır değerinden (TS 825'e göre öğretim binaları için  $20^{\circ}\text{C}$ ) daha fazla olduğu belirlenmiştir. Bu durum iç ortam ile dış çevre arasındaki sıcaklık farkını büyüteceğinden binadan çevreye daha fazla ısı kaybına neden olacaktır. Bunun sonucunda daha fazla yakıt tüketimi ile birlikte binanın ısıtma maliyetini ve yakıt tüketimi sonucu oluşacak  $\text{CO}_2$  emisyonunu artıracaktır. Ayrıca bina ile ilgili Şekil 5, Şekil 6, Şekil 7 ve Şekil 8'de verilen sonuçlarda, gerçek değerlerin teorik değerlerden daha fazla olmasının nedenini de açıklamaktadır. Şekil 14'de FEF ve İİBF binalarında belirlenen yerler için ölçülen iç ortam sıcaklık değerlerinin standart değere göre değişimi verilmiştir.



Şekil 14. FEF ve İİBF binaları iç ortam sıcaklıkları.

Şekil 14 incelendiğinde FEF binasında sınıfların ortalama sıcaklığı  $25^{\circ}\text{C}$ , ofislerin ise  $25.7^{\circ}\text{C}$  olarak belirlenmiştir. İİBF binasında ise sınıfların ortalama sıcaklığı  $26.2^{\circ}\text{C}$ , ofisleri ortalama sıcaklığı  $26.8^{\circ}\text{C}$  olarak tespit edilmiştir. Her iki binada tüm ölçüm yerlerinin iç ortam sıcaklıklarının ısı konforu sağlayan standart sıcaklık sınır değerinden (TS 825'e göre öğretim binaları için  $20^{\circ}\text{C}$ ) daha fazla olduğu görülmüştür. Bu durum daha fazla ısı kaybına, yakıt tüketimine, ısıtma maliyetine ve  $\text{CO}_2$  emisyonuna neden olacaktır. Ayrıca FEF ve İİBF binaları için Şekil 5, Şekil 6, Şekil 7 ve Şekil 8'de verilen grafikler, gerçek değerlerin teorik değerlerden daha fazla olması gerçeğini doğrulamaktadır.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada, kışların soğuk ve yoğun kar yağışıyla geçtiği Bitlis ilinin yeni yerleşim alanında kurulan Bitlis Eren Üniversitesi kampüsündeki eğitim binalarının, ısı kaybı, ısıtma amaçlı yakıt maliyetleri ve oluşan  $\text{CO}_2$  emisyonları incelenerek enerji verimliliği bakımından değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

- Özgül ısı kaybı ve ısıtma enerjisi ihtiyacının en büyük değeri MMF’de en küçük değeri ise İİBF binasında gerçekleşmiştir. Tüm binalarda havalandırma yoluyla oluşan ısı transferi iletim ve taşınım ile gerçekleşen ısı kayıplarından daha fazla olmuştur. MMF’de havalandırma ile gerçekleşen ısı kaybı iletim ve taşınım ile gerçekleşenden %51 daha fazla olmuştur. Tüm binalarda yapı bileşenleri içerisinde oransal olarak en büyük ısı kaybı pencerelerde olmuştur.
- Binalarda birim kullanım alanı başına ısıtma enerjisi ihtiyacı olması gereken en büyük ısıtma enerjisi ihtiyacı sınır değerinden MMF %7, FEF %9 daha fazla, İİBF’de ise %2 daha düşük olmuştur. İİBF binasında uygulanan yalıtımın TS 825 standardına uygun olduğu diğer binalarda ise uygun olmadığı sonucuna varılmıştır.
- Tüm binalarda farklı ısıtma sezonlarında kullanılan kömür ve doğalgaz yakıt türlerinde gerçek tüketim miktarı teorik tüketimden daha fazla olmuştur. Teorik ve gerçek yakıt tüketimi en düşük İİBF binasında en yüksek ise MMF’de olmuştur. MMF binasında kömür yakıtı için gerçek tüketim değeri teorik değere göre %13, doğalgaz için %16 daha fazla olmuştur. İİBF binasında kömür yakıtı için gerçek tüketim değeri teorik değere göre %23, doğalgaz için %24 daha fazla olmuştur. Tüm binalarda teorik tüketime göre gerçek yakıt tüketiminde görülen en büyük artış doğalgazda en düşük artış ise kömürde olmuştur. Kullanılan yakıtlarda teorik tüketime göre gerçek tüketim miktarında en düşük artış MMF’de en yüksek artış ise İİBF binasında gerçekleşmiştir.
- Kömür yakıtının kullanılmasından oluşan maliyetin doğalgaz yakıtı ile oluşan maliyetten daha fazla olduğu belirlenmiştir. Tüm binalarda kullanılan yakıtlar için gerçek tüketim maliyetinin teorik tüketim maliyetinden fazla olduğu, en düşük maliyet Doğalgaz yakıtı ile İİBF binasında, en yüksek maliyet ise MMF binasında kömür yakıtında olmuştur. Kömür yakıtının kullanılmasıyla İİBF binasında gerçek maliyet MMF’ne göre %13, FEF’ne göre ise %10 daha az olmuştur. İİBF binasında doğalgaz yakıtında gerçek maliyet MMF’ne göre %15, FEF’ne göre ise %13 daha düşük gerçekleşmiştir. Kömür yerine doğalgazın kullanılması gerçek maliyeti MMF’de %45, FEF’de %44 ve İİBF binasında ise %46 oranında azaltmıştır.
- Tüm binalarda kömür ve doğalgaz yakıtlarında birim kullanım alanı başına gerçek tüketim maliyetinin teorik tüketim maliyetinden fazla olduğu, doğalgazın kömüre göre daha ekonomik bir yakıt olduğu belirlenmiştir. Birim kullanım alanı başına en düşük maliyet MMF’de en yüksek maliyetin ise İİBF binasında olmuştur. MMF binasında birim kullanım alanı başına gerçek tüketim maliyetinin İİBF’ne göre kömür yakıtında %11, doğalgaz yakıtında ise %9 daha düşük olmuştur. Kömür yakıtının yerine doğalgaz yakıtının kullanılması birim kullanım alanı başına gerçek maliyeti MMF binasında %45 oranında azaltmıştır. Bina kullanım alanı azaldıkça birim kullanım alanı başına yakıt tüketim maliyeti artmıştır.



- Tüm binalarda doğalgaz yakıtı emisyon değerleri kömürden daha düşük gerçekleşmiştir. En düşük emisyon İİBF binasında, en yüksek emisyon ise MMF binasında meydana gelmiştir. Kömür yakıtı yerine doğalgaz kullanılması durumunda gerçekte CO<sub>2</sub> emisyon değerinde İİBF’de %61, MMF’de %60 ve FEF’de %59 oranlarında azalma olmuştur.
- Mevcut binaların termal kamera ile elde edilen görüntülerden pencere çerçevelerinde, pencerelerin duvar ile bileşim yerlerinde, sıcak su dağıtım borularında bazı izolasyon hatalarının ve sızdırmazlık problemlerinin olduğu, bu durumun ısı kayıplarını, yakıt maliyetlerini ve CO<sub>2</sub> emisyon değerlerini artıracığı sonucunu göstermektedir. Binalarda belirlenen izolasyon hataları ve yapısal kusurlar, gerçek yakıt tüketimi ve maliyetlerinin teorik değerlere göre daha fazla olmasının nedenini açıklamaktadır. Pencerelerin termal kamara görüntüleri en fazla ısı kaybının bu yapı bileşeninde meydana gelmesini teyit etmektedir. Termal kamera görüntülerinde İİBF binasında diğer iki binaya göre daha az izolasyon hatalarının görülmesi, bu binanın birim kullanım alanı başına en düşük ısıtma enerjisi ihtiyacına sahip olmasını ve binada uygulanan yalıtımın standartlara uygunluğunu doğrulamaktadır.
- Binalarda ölçülen iç ortam sıcaklık değerlerinin standart değerden fazla olması, daha fazla ısı kaybına, yakıt tüketimine ve ısıtma maliyetlerinin artmasına neden olacaktır. Ayrıca artan yakıt tüketimi sonucu oluşan CO<sub>2</sub> emisyonunu da artıracaktır. Binalarda iç ortam sıcaklıklarının standart değerden fazla olması, gerçek yakıt tüketim değerlerinin teorik değerlerden daha fazla olmasının diğer bir nedenini de açıklamaktadır.

Yukarıda belirtilen değerlendirmeler ışığında, mevcut binalarda ısıtma amaçlı enerji verimliliğinin artırılması için yapılması gerekenler aşağıda sıralanmıştır.

- Yapı bileşenlerinde belirlenen yalıtım ve sızdırmazlık problemlerinin giderilmesi gerekir.
- Bina yalıtımlarının standartlara uygun olarak kalifiye elemanlar tarafından yapılması gerekmektedir.
- Binalardaki iç ortam sıcaklıklarının standart değerlerin üzerinde olması göz önüne alındığında merkezi ısıtma sistemlerinde kullanılan ısıtıcılarda ortam sıcaklığına göre çalışan dijital termostatların kullanılması önerilmektedir.

### **Yazarların Katkısı**

Bu çalışma, Dr. Öğr. Üyesi Faruk ORAL danışmanlığında Ali ELHUYEYDİ tarafından hazırlanan yüksek lisans tez çalışmasından üretilmiştir.

## Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- Akdoğan, İ., ve Kovancılar, B. (2022). Avrupa Birliği ve Türkiye’de çevre dostu yenilenebilir enerji politikalarının teşvik türleri açısından değerlendirilmesi. *Yönetim ve Ekonomi Dergisi*, 29(1), 69-91.
- Ateş, A. M., Kestane, Ö., ve Ülgen, K. (2021). Üniversite binalarının enerji performans değerlendirmesi: MCBÜ Köprübaşı Meslek Yüksekokulu örneği. *Mühendis ve Makine*, 704(62), 534-555.
- Deshko, V.I., and Shevchenko, O. M. (2013). University campuses energy performance estimation in Ukraine based on measurable approach. *Energy and Buildings*, 66, 582-590.
- Elhuveydi, A. (2020). *Enerji verimliliği bakımından Bitlis Eren Üniversitesi kampüs binalarının enerji etüdü*. Yüksek Lisans Tezi. Bitlis Eren Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bitlis.
- Elhuveydi, A., ve Oral, F. (2022). Binalarda ısı kaybına neden olan yapısal sorunların termal kamera görüntüleme tekniği ile değerlendirilmesi. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 25(3), 370-380.
- Eruslu, E. (2022). Binalarda enerji israfının önüne geçmenin yolu yalıtımdan geçiyor. *Isı, Su, Ses ve Yangın Yalıtımı Dergisi*, 153.
- Genceli, O. F., ve Parmaksızoğlu, İ. C. (2012). *Kalorifer Tesisatı*. İstanbul: TMMOB Makine Mühendisleri Odası Yayınları No: MMO/352/7.
- Guan, J., Nord, N., and Chen S. (2016). Energy planning of university campus building complex: energy usage and coincidental analysis of individual buildings with a case study. *Energy and Buildings*, 124, 99-111.
- Günkaya, Z., Özkan, A., and Banar, M. (2021). The effect of energy-saving options on environmental performance of a building: a combination of energy audit-life cycle assessment for a university building. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(7), 8822-8832.
- Karakoç, T. H. (2011). *KTH Kalorifer Tesisatı Hesabı Verimli Sistemler*. Eskişehir: Anadolu Üniversitesi Nisan Kitabevi Ders Kitapları Yayınları.
- Najjar, M. K., Figueiredo, K., Hammad, A. W., Tam, V. W., Evangelista, A. C. J., and Haddad, A. (2019). A framework to estimate heat energy loss in building operation. *Journal of Cleaner Production*, 235, 789-800.
- Oğuz, Y., ve Kırmacı, V. (2015). Bartın ilinde kullanılan ısıtma sistemlerinin ekonomik ve çevresel etkilerinin incelenmesi. *Bartın Üniversitesi Mühendislik ve Teknoloji Bilimleri Dergisi*, 3(1), 4-10.
- Oral, F. ve Elhuveydi, A. (2021). Bitlis ili şartlarında merkezi ısıtma sisteminde kullanılan farklı yakıt türlerinin ekonomik ve çevresel etkilerinin incelenmesi. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 10(1), 186-196.
- Ostojic, S., Veršic, Z., and Muraj, I. (2016). Energy analysis and refurbishment strategy for Zagreb University buildings: Former Faculty of Technology in Zagreb by Alfred Albini. *Energy and Buildings*, 115, 47-54.
- Rüşen, S. E., Topçu, M. A., Celep, G. K., Çeltek, S. A., ve Rüşen, A. (2018). Üniversite kampüs binaları için enerji etüdü: örnek çalışma. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 33(2), 83-92.
- TSE. (2013). Binalarda Isı Yalıtım Kuralları. Türk Standartları Enstitüsü, TS 825.
- TBMM. (2008). Binalarda Enerji Performans Yönetmeliği. Türkiye Cumhuriyeti Resmi Gazete, No 27075.
- URL-1: Google Earth, <http://earth.google.com>, (Erişim Tarihi: 13 Eylül 2022).
- URL-2: Bitlis Eren Üniversitesi, <https://iha.beu.edu.tr/>, (Erişim Tarihi: 13.Eylül 2022).
- URL-3: <https://www.fluke.com/tr-tr/urun/termal-kameralar/ti110>, (Erişim Tarihi: 14 Eylül 2022).

- URL-4: <https://www.testo.com/en-TH/testo-435-2/p/0563-4352>, (Eriřim Tarihi: 14 Eylül 2022).
- URL-5: <https://dogugaz.com.tr/iletisim.php>, (Eriřim Tarihi: 05 Őubat 2020).
- URL-6: <https://www.enerjiportali.com/komur-fiyatlari-2/>, (Eriřim Tarihi: 15 Mayıs 2019).
- Uzun, İ. (2022). Türkiye'nin enerji görünümü ve enerji verimlilięi. *Mühendis ve Makine Güncel*, 66(6), 15-23.
- Vanlı, S. (2011). Enerji verimlilięi için ısı yalıtımı Őart. *Isı, Su, Ses ve Yangın Yalıtımı Dergisi*, 153.
- Yurdakul, S., Ayyıldız, N., Çelik, V. E., ve İçöz, E. (2019). Süleyman Demirel Üniversitesi seçili dersliklerinin iç çevre kalitesi açısından incelenmesi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 7(4), 811-818.

## **Bulanık Mantık Tabanlı Yapay Zekâ Fotovoltaik Güç Dönüştürücü Sistem Tasarımı**

Erhan ÖZKAN<sup>1\*</sup> 

### **Öz**

Bu makalede güneş enerjisi potansiyelini değerlendirecek ve enerji maliyetlerini düşürecek bir sistemin tamamen yerli ve milli olanaklar ile sağlanmasına ilişkin çalışmalar anlatılmıştır. Çalışma iki aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada güneş enerjisini kullanan güç dönüştürücü donanımının tasarımı, ikinci aşamada ise bu dönüştürücü sistemin verilerini değerlendirip, enerji maliyetinin kullanım oranına göre mukayesesini yapan ve minimum maliyetler ile enerji depolayan bulanık mantık tabanlı yapay zekâ yazılımlarına ait çalışmalar yer almaktadır. En iyileme algoritması Matlab ortamında geliştirilmiştir. Uygulama aşamasında Gekko optimizasyonundan faydalanılmıştır. Tasarlanan güç dönüştürücü sistemi; tüketicinin fotovoltaik (PV) üretim ve tüketim bilgilerini bir veri tabanına kaydeden, kaydedilen bilgilere göre tüketicinin gelecekteki PV üretim ve tüketim profilini günlere/aylara/mevsimlere göre tahmin edebilmektedir. Akıllı şebekelere uyumlu olarak tasarlanan bu sistemin şebekeyle haberleşerek yaptığı tahminleri şebekeye iletmesi ve enerji talebiyle enerji üretiminin arasındaki farkın en aza indirilmesine yardımcı olması gerçekleştirilmiştir. Diğer taraftan sistem; enerji depolayarak gerekli görülen durumlarda güç öteleyebilecek, olası bir şebeke kesintisinde tüketici için kritik yükleri kesintisiz güç kaynağı gibi çalışarak depolanan enerjiden besleyebilecek şekilde geliştirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Fotovoltaik Sistemler, Bulanık Mantık, Enerji Tasarrufu, Yerli Tasarım.

## **Fuzzy Logic Based Artificial Intelligence Photovoltaic Power Converter System Design**

### **Abstract**

In this article, studies on providing a system that would evaluate the solar energy potential and reduce energy costs were explained with completely domestic and national resources. The study consists of two stages. In the first stage, the design of the power converter hardware using solar energy, and in the second stage, studies on fuzzy logic-based artificial intelligence software that evaluates the data of this converter system, compares the energy cost according to the usage rate and stores energy with minimum costs were mentioned. The optimization algorithm was developed in Matlab environment. Gekko optimization was used in the application phase. Designed power converter system, that records the consumer's photovoltaic (PV) production and consumption information in a database and can predict the consumer's future PV production and consumption profile regarding to the days/months/seasons according to the recorded information. It has been realized that this system, designed in harmony with smart grids, communicates with the grid and transmits its forecasts to the grid, and helps to minimize the difference between energy demand and energy production. On the other hand, the system has been developed in such a way that it can store energy and transfer power when deemed necessary, and that it can feed critical loads for the consumer from the stored energy in case of a possible network interruption, working as an uninterruptible power supply.

**Keywords:** Photovoltaic Systems, Fuzzy Logic, Energy Saving, Domestic Design.

<sup>1</sup>İzmir, Türkiye, [erhanozkan81@icloud.com](mailto:erhanozkan81@icloud.com)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-3849-6713>

## 1. Giriş

İlk olarak Becquerel tarafından 1893'te fotovoltaik sistemler (PV) gündeme getirilmiştir. Becquerel yaptığı çalışma ile bir elektroliz hücresinde elektrolit üzerindeki ışığa bağlı olarak elektrotlar arasındaki gerilimin değiştiğini gözlemlemiştir. (Erkul, 2010). Bu keşfin üzerinden uzun bir süre geçmiş olmasına rağmen konu hakkında çalışmalara çok ağırlık verilmemiş ancak 1970'li yıllarda yaşanan petrol krizi neticesinde enerji maliyetleri oldukça arttığından son çeyrek asırda PV çalışmalarına ağırlık verilmiştir. İlaveten fosil bazlı yakıtların kullanılması ile elde edilen elektrik enerjisi neticesinde küresel ısınma, çevre kirliliği, mevsimsel değişiklikler gibi çevresel sorunların ortaya çıktığı tespit edilmiş ve bu sebeple yenilenebilir enerji kaynakları için çalışmalara yönelim artmıştır.

Yüksek bir enerji potansiyeline sahip olan ve herhangi bir ücrete tabi olmayan güneş enerjisi bu özellikleri nedeniyle en yaygın olarak tercih edilen yenilenebilir enerji kaynağıdır. PV sistemlerinin son çeyrek asırda artan potansiyeli yarı iletken malzemelerinin teknolojisinde meydana gelen gelişme ve iyileşmelerdir (Kıyanççek, 2013). Bu gelişme ve iyileşmeler paralelinde PV sistemlerin eskiye kıyasla daha yüksek verim ve daha düşük maliyet ile çalışması mümkün olabilmektedir (Özsoy, 2011; Abdelkader ve ark., 2010). 1974 yılında PV hücre maliyetleri 200 \$/Watt seviyelerinde iken 2000'li yılların başında bu değer 2 \$/Watt mertebelerine düşmüş ve günümüzde de düşmeye devam etmektedir. 1974 yılında çok sayıda küçük pil hücrelerinden oluşan PV modüller günümüzün gelişen yarı iletken teknolojisi ile tek parça halinde imal edilebilir hale gelmiştir ve neredeyse otuz yıl boyunca herhangi bir bakıma ihtiyaç duymadan kullanılmaya devam edilebilmektedir. Artan PV modül ömürleri neticesinde panellerin birim maliyetleri daha düşük seviyelere ulaşmıştır (Ghazali ve ark., 2012).

Türkiye, bulunduğu coğrafi konumu itibariyle güneş enerjisi potansiyeli açısından diğer ülkelere göre daha avantajlı durumdadır. Enerji İşleri Enstitüsü'nün gerçekleştirmiş olduğu bir çalışma neticesinde ülkemizin toplam yıllık güneşlenme süresinin 2640 saat olduğu tespit edilmiştir. Bu süre günlük 7,2 saate tekabül etmektedir. Günlük ortalama ışınım şiddeti 3,6 kWh/m<sup>2</sup>'dir, yıllık ise 1311 kWh/m<sup>2</sup>'dir (Bergmann ve ark., 2002).

Bu enerji potansiyelinden faydalanmak adına güç elektroniği uygulamaları büyük bir öneme sahiptir. Güç elektroniği gerek teori gerekse uygulama aşamalarını içeren ve sürekli artma eğiliminde olan bir çalışma sahasıdır. PV sistemlerinin güç elektroniği kısmında donanım olarak DC-DC çevirici, DC-AC eviriciler yer almaktadır. Bu donanıma gerekli olan yol haritasını verecek olan yazılım sistemleri ise gün geçtikçe ilerlemektedir. Güç elektroniği ile faaliyetlerini sürdüren firmalarda PSPICE, Matlab, EMTP ve Electronic Workbench gibi güçlü yazılımlar kullanılmaktadır

(Işık ve ark., 2004). Bu yazılımlar aracılığıyla donanımlardan elde edilen büyük veri kullanımı için geliştirilen yapay zekâ destekli sistemler ise oldukça popüler hale gelmiştir.

Son zamanlarda artık bir bilim dalı olarak da ele alınan yapay zekâ; bilişim teknolojileri birimleri tarafından salt bilgiyi rakamlar yerine semboller ile temsil edecek algoritmaları geliştirmek üzere tasarlanmış veri işleme metodudur (Copeland, 2017). Yapay zekâ tasarımı, bulgusal veya diğer araştırma metotlarını kullanarak olaylar ve kuralları anlamlı bir şekilde yorumlayıp sonuç üretme aşamalarından oluşmaktadır. Semboller üzerinden bir örüntü oluşturma ve bu örüntüyü tanımlama bu aşamaların temelini oluşturmaktadır İngilizce (pattern matching, recognition) terimleri ile ifade edilmektedir. Yapay zekâ, bu yaklaşımlar ile süreci anlamlandırma ve önerme konusunda muazzam bir çözüm noktasıdır (Reis, 2018).

İngiliz matematik ve mantık bilimcisi Alan Turing tarafından yapay zekâ felsefesi ilk defa 1950 yılında yayımladığı bir makale ile ortaya atılmıştır. Turing “Computing Machinery and Intelligence” isimli bu makalede, “Makineler düşünebilir mi?” sorusuyla tartışma yaratarak karşı görüşleri reddetmiştir. (Russel ve Norvig, 2003). Burada ağırlık verilmesi gereken konu aslında makinelerin anlamasını ve farkındalığını sorgulamak yerine makinelere karar mekanizmasının kazandırılıp kazandırılmayacağıdır. Günümüzdeki yapay zekâ çalışmaları bu konu üzerine yoğunlaşmıştır. (Tektaş ve ark., 2002).

Yapay zekânın işlemlerini sağlayan bulanık mantık ve bulanık mantık tabanlı uygulamalar son yıllarda üniversite ve üretim yapan firmaların yakından takip ettiği ve çalışmalarına yön verdiği bir konu haline gelmiştir (Janarthanan ve ark., 2021). Üniversitelerde konuya yönelik araştırma grupları oluşturulmuş, firmalar özel çalışma grupları kurmuşlardır (Rasheed ve ark., 2019). Klasik denetim sistemlerinin aksine; tasarımların matematiksel modellerine ihtiyaç duyulmadan, sadece veri girdisi ve çıktısına göre inşa edilen bulanık sistem, konusunda uzman bir bireyin sistemi denetlemesine benzer bir şekilde kontrollerini gerçekleştirir (Verma ve ark., 2020). Bu sistemler o kadar gelişmiştir ki günümüzde denetim sistemleri bulanık mantığın en fazla uygulandığı alan olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Sharma ve ark., 2020). Bulanık mantık, doğrusal ve doğrusal olmayan sistemlerin denetiminde kullanılan alternatif bir yaklaşım olarak ait olmasını hak ettiği yeri almıştır. Uygulamada kullanılan sistemlerin neredeyse hiçbirisi doğrusal değildir. Bulanık sistem uygulamaları ile doğrusal olmayan bu sistemlerin denetiminin kolaylıkla yapılabilmesinin önü açılmıştır (Zhang ve ark., 2020).

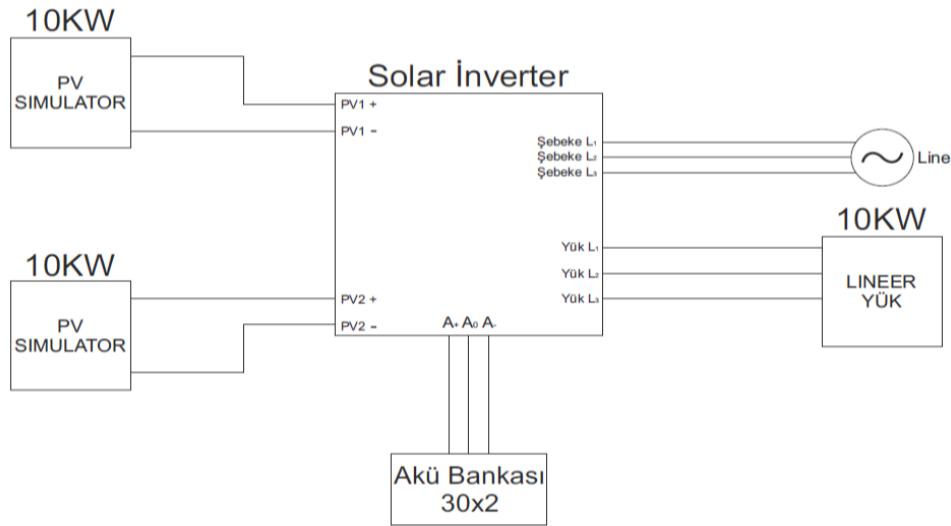
Bu çalışmada; PV depolama için gerekli olan donanımın tamamen yerli ve milli bir tasarımla sağlanması ile enerjinin verimli bir şekilde kullanılmasına yardımcı olacak yapay zekâ uygulamalarının aktif bir hale gelebilmesi için bulanık mantık tabanlı yazılımının geliştirilmesine ait çalışmalar okuyuculara aktarılacak istenmiştir. Çalışmanın ilk kısmında güç dönüştürücü sistemlerin tasarımı, bilgisayar destekli simülasyonu ile prototip üretimi aktarılırken ikinci kısmında akıllı tüketim ve akıllı şebeke uyumu için bulanık mantık tabanlı enerji yönetimi yazılımının

geliştirilmesine ait detaylar anlatılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre geliştirilen yerli ve milli teknoloji ile dışa bağımlı olduğumuz bu konuda yenilikçi bir sistemin ülkemize kazandırılması sağlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

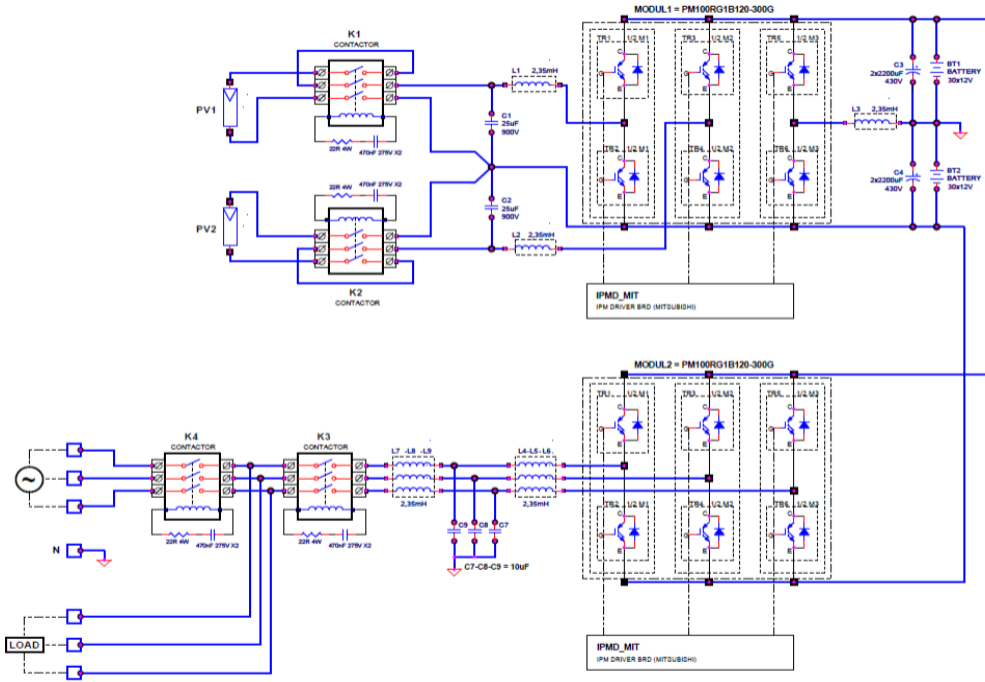
### 2.1. Güç Dönüştürücü Sistem Tasarımı

Şebeke ile haberleşen, tüketicinin PV üretim ve tüketim profilini günlere/aylara/mevsimlere göre bir veri tabanına kaydeden ve bu kayıtlardan yararlanarak tüketicinin hedeflediği amaç ölçütüne göre güç kaydırma, yük yönetimi, depolama, depodan çalışma kararını akıllı olarak alan 10 kW tek faz-üç faz modları yazılım ile değiştirilebilir bir güç dönüştürücü sistem tasarlanmıştır. Bu sistemin DC-DC çevirici modül modül blok şeması Şekil 1’de gösterilmiştir.



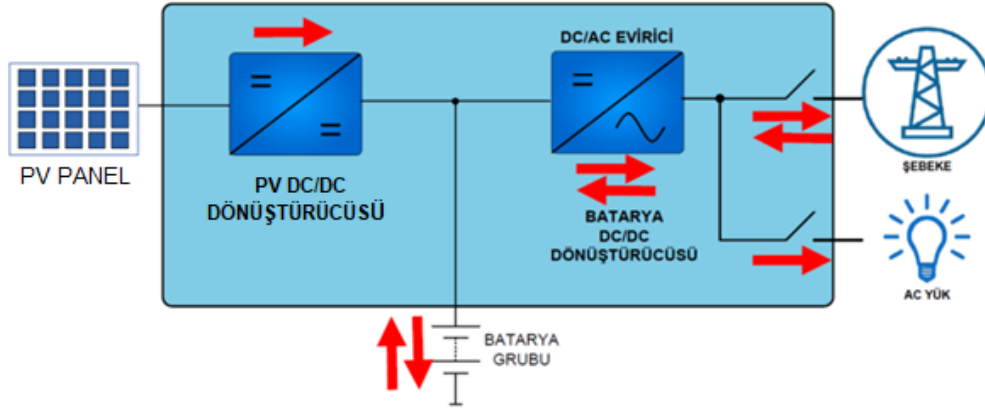
Şekil 1. DC-DC Çevirici Test Düzenegi Blok Şeması.

Depolanan enerjinin şebekeye aktarılması ve akıllı sistemler için enerji kaynağı oluşturabilmesi adına DC-AC evirici modül tasarımı gerçekleştirilmiştir. Şekil 2’de DC-AC evirici elektronik şeması yer almaktadır.



Şekil 2. DC-AC Evirici Elektronik Şeması.

DC-AC evirici modülün tasarım çalışmalarını doğrulamak amacıyla bilgisayar tabanlı simülasyon ile DC-DC dönüştürücü, DC-AC evirici ve batarya DC/DC dönüştürücüsü ile entegre çalışması kontrol edilmiştir. Şekil 3'te bilgisayar tabanlı simülasyonun çalışması yer almaktadır.



Şekil 3. Bilgisayar Tabanlı Simülasyon Çalışma Senaryosu.

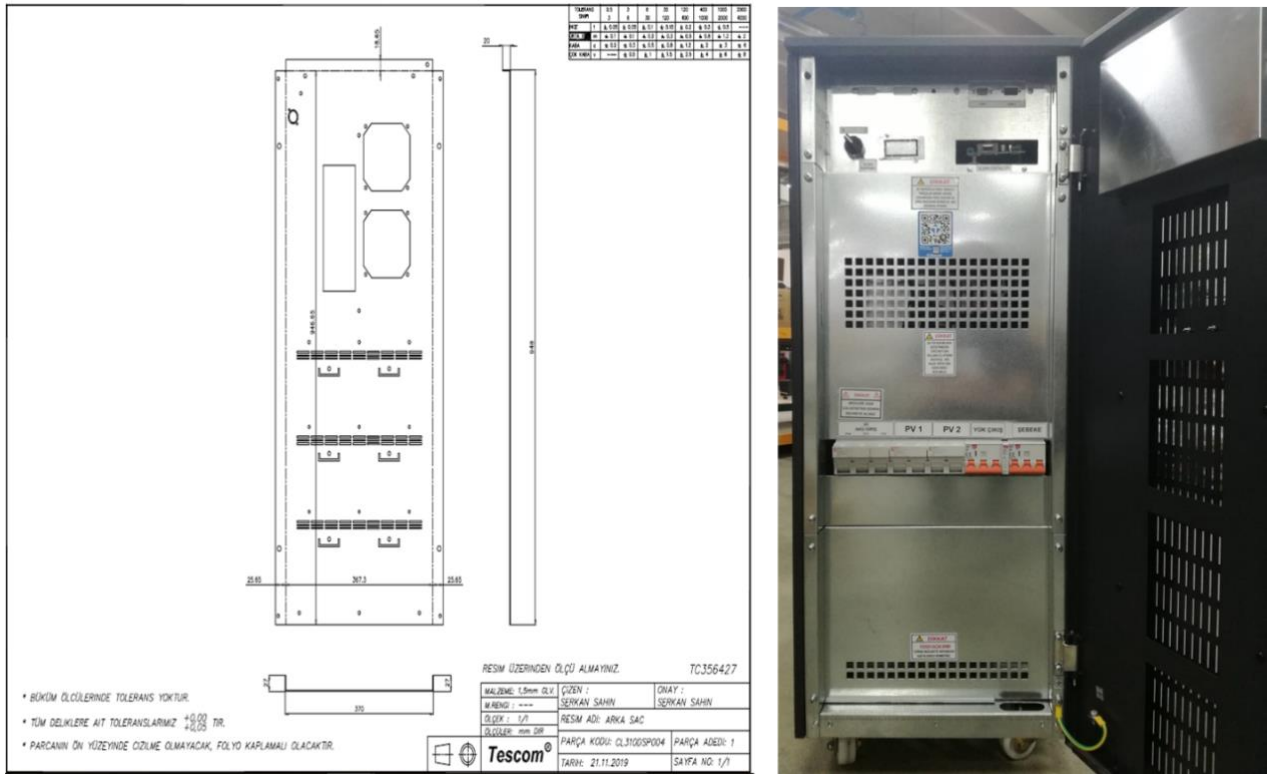
Simülasyon çalışmaları neticesinde elde edilen verilere göre DC-AC evirici modülün nitelikleri Tablo 1'de verilmiştir.



**Tablo 1.** DC-AC Evirici Modül Nitelikleri.

Evirici DC Bara Voltajı	$\pm 405\text{VDC}$
Evirici Çıkışı (3 Faz için)	380V
Evirici Çıkışı (Tek Faz için)	220V
THD	$< 3\%$
Çıkış Frekans Değeri	50-60Hz
Güç Faktörü	1.0
Verim	$\geq 95\%$

DC-DC çevirici ve DC-AC eviricilerin mekanik aksamları Solidworks tasarım simülasyonlarında gerçekleştirilmiştir. Mekanik tasarımı gerçekleştirilen ürünlerin teknik resimleri ve prototip imalat şase resmi Şekil 4'te gösterilmiştir.

**Şekil 4.** DC-DC Çevirici ve DC-AC Evirici Şasi Tasarımı ve Prototip Üretimi.

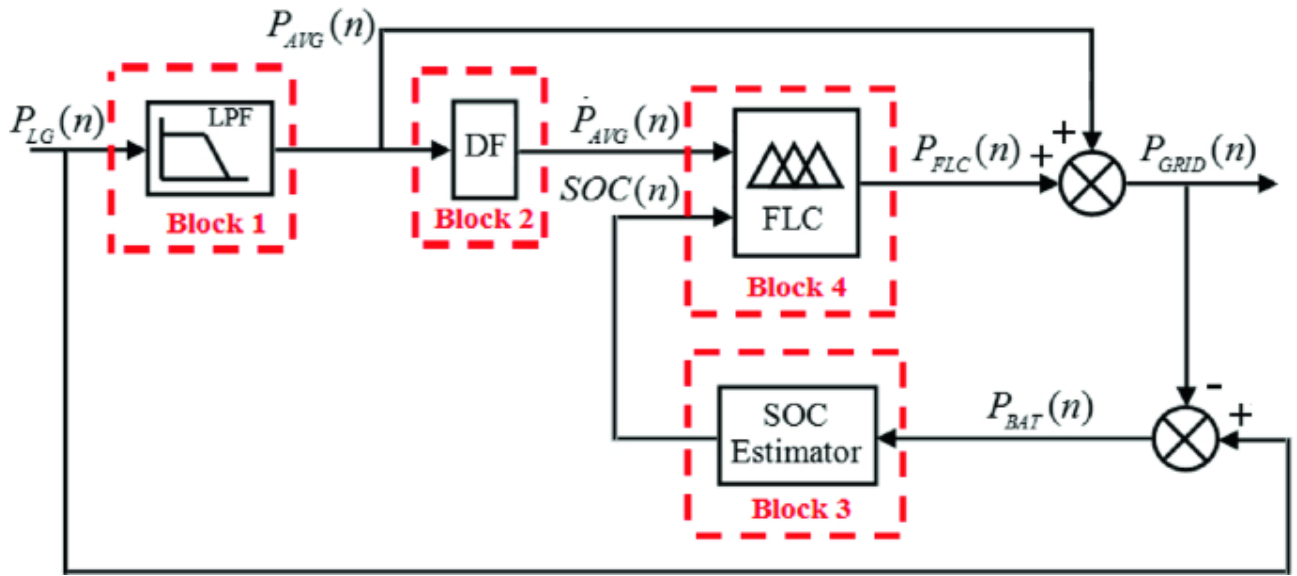
## 2.1. Akıllı Tüketim ve Akıllı Şebeke Uyumu İçin Yazılım Geliştirilmesi

### 2.2.1 Bulanık Mantık Tabanlı Yapay Zekâ Algoritma Tasarımı

Sistemin enerji üretimi ve tüketimi tabanlı kontrolünün alt görevi olarak güneş enerjisi ve batarya sisteminin veriminin artırılması ve şebekede oluşan harmoniklerin azaltılması amaçlanmıştır. Tasarlanan yapay zekâ algoritması tabanlı kontrol sistemi güç dönüştürücü biriminin doluluk oranını baz alarak optimize edilmektedir. Çalışma aralıkları belirlenirken verimin artırılması ve enerji

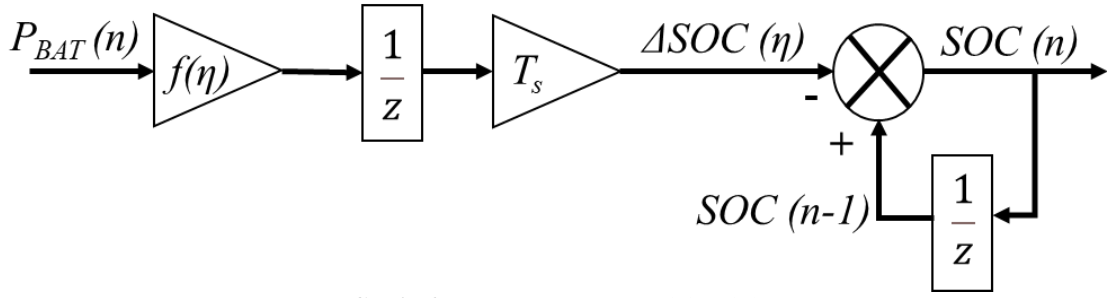
profilindeki dalgalanmaların azaltılması amaç fonksiyonu olarak belirlenmiş, güç kaynağı biriminin ömrünün uzatılmasını sağlayan sınır değerleri temel alınarak, yapay zekâ algoritması oluşturulmuştur (Arcos-Aviles, ve ark., 2016 ile Al Badwawi ve ark., 2019)

Tasarlanan kontrolde DC-DC çevirici ve DC-AC evirici biriminin verimli kullanılması ve oluşan harmoniklerin elimine edilmesinin sonucu olarak şebekeden çekilen ortalama enerjinin azalması hedeflenmektedir. Şekil 5'te verilen blok diyagram simülasyon ortamında oluşturulmuş olup, kalite parametrelerinin yeterli düzeye getirilmesi sağlanarak, gerçek zamanlı uygulanması planlanmıştır.



Şekil 5. Tasarlanan Blok Diyagram Gösterimi

Üretilen güç ile tüketilen gücün farkı ( $P_{LG}$ ) belirli bir örnekleme zamanı ( $T_s$ ) için oluşturulmuş alçak geçiren filtreden (Blok 1) geçirilip yüksek frekanslı bileşenleri elimine edilerek ortalama güç ( $P_{AVG}$ ) bulunur. Elde edilen düşük frekansa sahip güç işaretinin filtre tabanlı türevi alınır (Blok 2), ortalama güç işaretinin türevine ( $P'_{AVG}$ ) ulaşılır (Butz, 2015 ile Heong ve ark., 2005). Güç dönüştürücü biriminin anlık yük tahmini (Blok 3:  $[soc]_n$ ) ile ortalama güç işaretinin türevi ( $P'_{AVG}$ ) bulanık mantık denetleyicisini (Blok 4) sürerek (giriş olarak) güç dönüştürücü biriminden çekilecek ya da güç dönüştürücü birimine gönderilecek anlık güç miktarının ( $P_{FLC}$ ) belirlenmesini sağlar. Ortalama güç ile bulanık mantık denetleyicisinin çıkışında hesaplanan gücün toplamı, şebekeden çekilmesi gereken ( $P_{GRID}$ ) gücü verir. Şebekeden çekilen güç ile net gücün ( $P_{LG}$ ) farkı ( $P_{BAT}$ ) güç dönüştürücü biriminin yük durumunu kestiren algoritmanın çalışmasını sağlar. Net yükte ( $P_{LG}$ ) mevcut olan enerjideki dalgalanmalar Şekil 6'da blok diyagramı verilen yük durumu kestirimcisi (Blok 3) yardımı ile güç dönüştürücü birimi kullanılarak elimine edilir.



Şekil 6. Yük Durumu Kestirimcisi

Şekil 6’da verilen batarya doluluk oranını veren fonksiyonlar Denklem 1 ve Denklem 2’de belirtilmiştir. Bu fonksiyonda bataryanın verimi ve değişken parametreler (şarj, deşarj oranı) ele alınarak batarya doluluk oranını tespit edilebilmektedir. Özetle bu fonksiyon; güç dönüştürücü/batarya biriminin şarj ya da deşarj olması durumunu, bataryanın verimi ( $\eta$ ) yardımıyla oluşturulmuş ve kontrol edilebilir bir parametre olduğunu ifade etmektedir. Bu parametreler yardımıyla periyotlar ön görülebilir hale gelmekte ve  $f(\eta)$  fonksiyonu kullanılarak bir periyodun önceki şarj durumuyla değişen şarj durumu mukayese edilmek suretiyle şimdiki şarj durumunun kestirilebilmesi sağlanmaktadır (Zhou ve ark., 2010 ile Arcos-Aviles ve ark. 2012). Denklemde  $\Delta SOC$  (şarj durumu-state of change) örneklem süresi  $T_s$  boyunca SOC’deki değişimini ifade eder.  $\eta$  pil verimliliği,  $C_{BAT}$  ise pil anma kapasitesidir.

$$SOC_{(n)} = SOC_{(n-1)} - \Delta SOC_{(n)} \quad (1)$$

$$\Delta SOC_{(n)} = \frac{\eta}{C_{BAT}} P_{BAT}(n-1) T_s \quad (2)$$

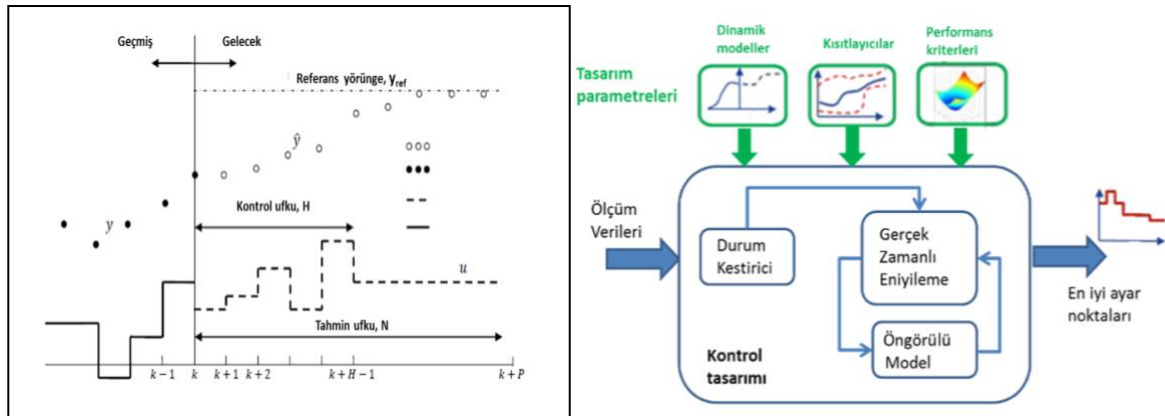
Çalışmanın bu aşamasında Bulanık Mantık tabanlı yapay zekâ algoritması kullanılmıştır. Kullanılan bulanık sistem iki girişli (P\_AVG ve SOC) bir çıkışlı (P\_FLC) Mamdani bulanık sistemdir. Bunun gereği olarak da ağırlık merkezi durulayıcı (center of gravity) kullanılmıştır. Yani çıkış üyelik fonksiyonlarının şekli dikkate alınmıştır. Bulanık sistemde üçgen tipi üyelik fonksiyonları kullanılmıştır. Kural tabanı 25 adet kuraldan oluşturulmuştur. Bulanık mantık denetleyicisinde üyelik fonksiyonlarının giriş çıkış değerlerine göre haritalanması yapıldıktan sonra kullanılacak veri aralığına göre üyelik fonksiyonlarının başlangıç koşulları belirlenir. Gerekli optimizasyonlar yapıldıktan sonra P\_FLC çıkışı oluşturulur.

### 2.2.2 Model Öngörülü Yapay Zekâ Algoritma Tasarımı

Bir sistemin kararlı bir şekilde çalışmasını, beklenmedik dış etkilere karşı dayanıklı olmasını ve aynı zamanda yüksek başarı oranı sergilemesini sağlamak amacıyla sistemin tasarım aşamasında kontrol stratejileri büyük bir öneme sahiptir. Yaygın olarak kullanılmakta olan mantık devreleri ile

basit açma/kapatma gibi yöntemler reaktif kontrol olarak sınıflandırılmaktadır. Sistem beklenmedik bir dış etki ile karşılaştığı zaman ayar noktalarında sapmaları gözlemleyerek tepki verecek şekilde çalışmaktadır ancak ilerleyen zamanda gerçekleşmesi muhtemel etkilerin öngörülerini bütünlük bir kapsamda ele alamazlar. Bu çalışma kapsamında, bina enerji yönetim sisteminin başarımını eniyileyen bir MPC (Model Predictive Controller: Model Öngörülü Kontrolör) gerçekleştirilmiştir. Böylece, sistemin gerçek zamanlı kontrolü ile enerji ve maliyet tasarrufu sağlayan bir enerji yönetim sistemi elde edilmiştir. Bu amaçla, bina enerji sistemi için dinamik modeller oluşturulmuş ve bu modellerden faydalanarak belirli bir öngörü içerisinde sistemin elektriksel durumu dinamik olarak tahmin edilmiştir. Belirlenen başarı ölçütlerini eniyileyen kontrol komutları hesaplanmıştır.

MPC kontrol sistemine ait her bir kontrol adımında sistemdeki ölçüm cihazlarından alınan verilerin kullanılması ile sistemin son durumu tahmin edilir. Ardından matematiksel modelden faydalanarak sistemin dinamikleri göz önüne alınmasıyla sistemi kısıtlayan ve performans parametrelerini en iyi hale getiren ayar noktaları hesaplanabilmektedir. Kontrol stratejisinin tasarımına ait temel ilkeler Şekil 7’de açıklanmıştır.



Şekil 7. MPC Kontrol Sisteminin Temel Çalışma Prensibi

MPC kontrol yöntemi aşağıdaki aşamalar ile uygulanacak en uygun kontrol eylemlerini belirler:

- Herhangi bir  $k$  adımında, matematiksel model yardımıyla sistemin gelecekteki durumu tahmin edilir ve belirli bir başarıım ölçütü/amaç fonksiyonunu eniyilemek için bir ardışık kontrol hamle kümesi hesaplanır.
- Hesaplanan ardışık kontrol hamle kümesinin ilk hamlesi sisteme uygulanır, sonraki  $(k+1)$  adımında sistem durumu (Sensör ve benzeri ölçüm araçları ile.) gözlenerek geri bildirim elde edilir.
- Kayan ufukta, gelen yeni veriler ile MPC problemi yeniden çözülür. MPC sistem modeli yazılırken bir hata yapılması durumunda transfer fonksiyon modelleri hatalı sonuçlar verebilmektedir. Bu sebeple şebeke bağlantılı bir bina PV-batarya sistemi için MPC sistem modeli ve öngörüsü çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

### 2.2.2.1. Şebeke Bağlantılı bir Bina PV-Batarya Sistemi için MPC Sistem Modeli Uygulaması

Bu uygulamada amaç, PV dizisi ve batarya bulunan bir binada üretim, yük ve elektrik tarife fiyatlarını göz önüne alarak sistemi teknik kısıtlar içerisinde en az maliyetle ve güvenli bir şekilde işletmektir. Bu amaçla, bataryaların en iyi şarj ve deşarj profillerini ve şebekeden enerji alım/satım miktarlarını hesaplayan bir kontrol sistemi tasarlanmıştır.

Sistem bileşenleri; PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşmaktadır. PV güç üretimi, binanın elektrik yükü ve şebeke elektrik enerjisi fiyat tahminleri bahsi geçen MPC sistem modeli girdileri olarak kullanılmaktadır.

Bu yöntemlerin ortak özelliği doğru sistem modelinin kullanılarak parametrelerin doğrudan kullanılması ve kontrol sistemlerinin belirli bir ölçüte göre minimum ve maksimum değerlerinin lede edilerek optimizasyonun sağlanmasıdır.

Aşağıda her bir bileşen için ayrıntıları sunulan matematiksel modelde;

$\Delta T$ : Örnekleme periyodu (sampling period) (örn. 30 dk)

NH: Tahmin ufku (prediction horizon) (örn. 24 saat  $\rightarrow$  NH = 24 saat/30dk = 48 adım)

NSE: Sistemde mevcut batarya adedi

NRES: Sistemde mevcut yenilenebilir enerji sistemi adedini belirtmektedir.

**Batarya:** Bu sistem modelinde PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşan enerji yönetim sisteminin batarya bileşeni için değişkenler aşağıda verilmiştir (Özkurt ve ark., 2020 ile İnce ve ark. 2013).

#### Karar Değişkenleri:

$P_s^{SE-C}(k)$  = k anında batarya s'nin sistemden çektiği şarj yükü,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}, k \in \{1, 2, \dots, N_H\}$

$P_s^{SE-D}(k)$  = k anında batarya s'nin sisteme verdiği güç,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}, k \in \{1, 2, \dots, N_H\}$

$E_s^{SE}(k)$  = k anında batarya s'de depolu enerji,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}, k \in \{1, 2, \dots, N_H\}$

#### Girdi Parametreleri:

$\underline{P}_s^{SE-C}$  = Batarya s'nin sistemden çekebileceği minimum güç miktarı,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\overline{P}_s^{SE-C}$  = Batarya s'nin sistemden çekebileceği maksimum güç miktarı,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\underline{P}_s^{SE-D}$  = Batarya s'nin sisteme verebileceği minimum güç miktarı,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\overline{P}_s^{SE-D}$  = Batarya s'nin sisteme verebileceği maksimum güç miktarı,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\underline{E}_s^{SE}$  = Batarya s'de depolanabilecek minimum enerji,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\overline{E}_s^{SE}$  = Batarya s'de depolanabilecek maksimum enerji,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\eta_s^{SE-C}$  = Batarya s'nin şarj verimi,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$\eta_s^{SE-D}$  = Batarya s'nin deşarj verimi,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$c_s^{SE-C}$  = Batarya s'nin şarj maliyeti,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

$c_s^{SE-D}$  = Batarya s'nin deşarj maliyeti,  $s \in \{0, 1, \dots, N_{SE}\}$

**Elektrik Şebekesi:** PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşan enerji yönetim sisteminin elektrik şebekesi bileşenine ilişkin deęişkenler aşıađıda verilmiştir.

#### Karar Deęişkenleri:

$P^{EGR-AL}(k)$  = k anında elektrik şebekesinden alınan güç miktarı,  $k \in \{0, 1, \dots, N_H\}$

$P^{EGR-SAT}(k)$  = k anında elektrik şebekesine satılan güç miktarı,  $k \in \{0, 1, \dots, N_H\}$

#### Girdi Parametreleri:

$AF_{GRID-E}$  = Elektrik şebekesinden yük alış fiyatı

$SF_{GRID-E}$  = Elektrik şebekesine yük satış fiyatı

**Elektrik Yükleri:** PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşan enerji yönetim sisteminin elektrik yükleri bileşenine ilişkin deęişkenler aşıađıda verilmiştir.

#### Girdi Parametreleri:

$FP^{EL}(k)$  = k anında tahmin edilen elektrik yükü miktarı,  $k \in \{1, 2, \dots, N_H\}$

**PV Üretim:** PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşan enerji yönetim sisteminin PV dizisi bileşenine ilişkin deęişkenler aşıađıda verilmiştir.

#### Girdi Parametreleri:

$FP_r^{RES}(k)$  = k anında yenilenebilir enerji kaynađı r'nin ürettiđi güç miktarı,  $k \in \{1, 2, \dots, N_H\}$

**Kısıtlar:** PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşan enerji yönetim sisteminin farklı bileşenlerine ilişkin deęişkenlerin sađlaması gereken işlemsel kısıtlar aşıađıda verilmiştir (Özkurt ve ark., 2020 ile İnce ve ark. 2013).

#### Elektrik Güç Dengesi:

$$P^{EGR-AL}(k) - P^{EGR-SAT}(k) + \sum_{s=1}^{N_{SE}} P_s^{SE-D}(k) - \sum_{s=1}^{N_{SE}} P_s^{SE-C}(k) + \sum_{r=1}^{N_{RES}} FP_r^{RES}(k) = FP^{EL}(k), \quad \forall k \quad (\text{K.1})$$

#### Batarya Enerji Dengesi:

$$\underline{P}_s^{SE-C} \leq P_s^{SE-C}(k) \leq \overline{P}_s^{SE-C} \quad \forall s, \forall k \quad (\text{K.2})$$

$$\underline{P}_s^{SE-D} \leq P_s^{SE-D}(k) \leq \overline{P}_s^{SE-D} \quad \forall s, \forall k \quad (\text{K.3})$$

$$\underline{E}_s^{SE} \leq E_s^{SE}(k+1) \leq \overline{E}_s^{SE} \quad \forall s, \forall k \quad (\text{K.4})$$

$$E_s^{SE}(k+1) = E_s^{SE}(k) + P_s^{SE-C}(k) \cdot \eta_s^{SE-C} \cdot \Delta T - \frac{P_s^{SE-D}(k)}{\eta_s^{SE-D}} \cdot \Delta T \quad \forall s, \forall k \quad (\text{K.5})$$

Yukarıda verilen Kısıt (K.1), sistemdeki elektrik güç dengesini sađlamaktadır. Kısıt (K.2) ve (K.3), sırasıyla, bataryanın sisteme verebileceđi ve sistemden çekebileceđi anlık güçlerin limitlerini,

Kısıt (K.4) ise bataryada depolu enerji limitlerini ifade eder. Kısıt (K.5) ise bataryada depolanan enerjinin, sistemden çektiği şarj yükü ve sisteme verebileceği güç miktarı ile olan ilişkisini belirtmektedir.

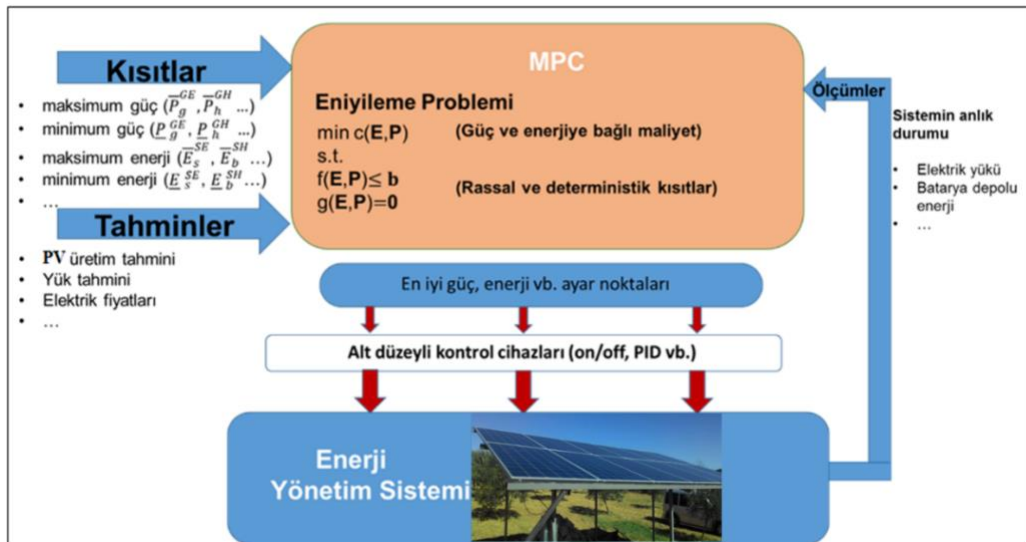
### Amaç Fonksiyonu:

MPC kontrol yöntemi, kayan bir ufukta en uygun kontrolün bulunduğu bir en uygun kontrol yöntemidir. Bir ufukta en azlanacak amaç fonksiyonu, NH periyodu boyunca oluşacak toplam maliyeti vermektedir. Problem, kayan sonlu ufuk problemi olduğu için t bulunulan zamanı ifade etmektedir (Özkurt ve ark., 2020 ile İnce ve ark. 2013).

$$\min \sum_{k=t+1}^{t+N_H} \left( P^{EGR-AL}(k).AF_{GRID-E} - P^{EGR-SAT}(k).SF_{GRID-E} + \sum_{s=1}^{N_{SE}} c^{SE-C} P_s^{SE-C}(k) + \sum_{s=1}^{N_{SE}} c^{SE-D} P_s^{SE-D}(k) \right)$$

Amaç fonksiyonundaki maliyet terimleri incelenecek olursa, ilk terim şebekeden alınan elektrik gücünün toplam maliyetini göstermektedir. İkinci terim ise şebekelere satılan gücün toplam kârını ifade etmektedir. Bu terim kazancı simgelediği için, en azlanacak amaç ölçütüne negatif işaretli eklenmiştir. Üçüncü terim ise depolama birimlerinin şarj ve deşarj nedeniyle oluşan yıpranma maliyetini modellemektedir.

Yukarıda ayrıntıları verilen bina enerji yönetim sistemi için MPC yaklaşımının ana hatları Şekil 8'de açıklanmıştır. Her bir kontrol adımında, sistemin durumu hakkında (Yük, depolanan enerji ve benzeri.) bilgiler alınmaktadır. Ardından, sistemin matematiksel modeli yardımıyla sistem dinamikleri ve kısıtlayıcılar, tahmin ufku içerisinde hesaplanmaktadır. Bu süreçte, geliştirilen eniyileme modelleri, tanımlanan kısıtlar altında çözülerek sistem başarımlarını en iyileyen güç ayar noktaları hesaplanarak, alt düzeyli kontrol cihazlarına gönderilmektedir. Bir sonraki kontrol adımında bu süreç tekrarlanmaktadır.



Şekil 8. PV Dizisi, Binadaki Elektrik Yükleri, Batarya ve Elektrik Şebekesinden Oluşan Bina Enerji Yönetim Sisteminin MPC Yöntemi ile Kontrolünün Temel Öğeleri

Enerji üretim ve tüketim tahminlerinde kullanılan yöntemler;

ANN (Artificial Neural Network: Yapay Sinir Ağları.) modeli olan MLP (Multi-Layer Perceptron: Çok Katmanlı Algılayıcı)

SARIMA (Seasonal Auto Regressive Integrated Moving Average: Mevsimsel Öz-Bağlanımlı Tümlşik Kayan Ortalama.)

LSTM (Long Short Term Memory.)

Ele alınan üretim ve tüketim verileri için; MLP, SARIMA ve LSTM modelleri arasında, anlamlı farklar görülmediği için akıllı tahmin yöntemi olarak makine öğrenimi alanında en yaygın olarak kullanılan MLP modelinin kullanılmasına karar verilmiştir.

Üretim ve tüketim zaman serileri için tahmin problemi;

- 1) Zaman serisinin geçmiş ve o anki değerlerinden gelecek değerlerini ve
- 2) Zaman serisi üzerinden çıkartılan özniteliklerden zaman serisinin gelecek değerlerini veren cebrik işlevlerin yani regresörlerin (Bağlanım işlevlerinin.) bulunması problemi olarak formüle edilmiştir.

İki tür tahmin formülasyonu da makale kapsamında denenmiş ve sonuçları kıyaslanmıştır. MLP'nin giriş-çıkış örnek verileri üzerinden öğrenmesi, ortalama karesel çıkış (Tahmin) hatasının en az değerinin gradyen tabanlı bir enazlama algoritması olan LM (Levenberg-Marquardt) geriye yayılım algoritması ile gerçekleştirilmiştir. LM algoritmasının kullanılma nedeni, genelleme yeteneğini artırmak üzere enazlanması istenen MSE'ye (Ortalama Karesel Hata'ya.) toplamsal olarak bir düzenleme terimi eklenmeden, genelleme yeteneğini artıran düzenlemeyi bir tür Gradyen-Newton yöntemini uygulaması sayesinde sağlamasıdır.

Tahmin çalışmaları iki farklı deneysel alanda sürdürülmüştür;

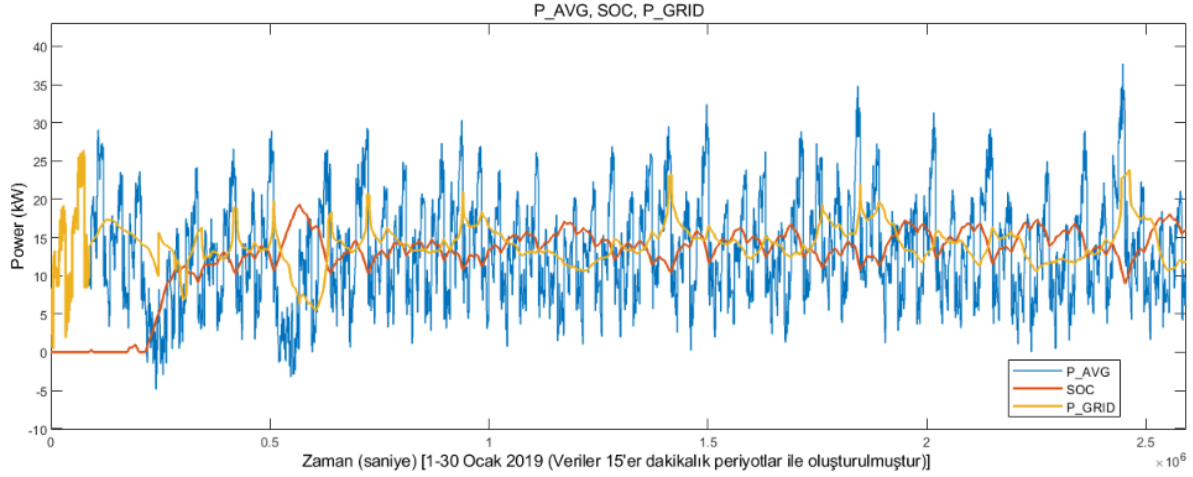
Proje kapsamında geliştirilen tasarımın PV elektrik üretim tesisi için kurmuş olduğu bir özel işletme (Kurum-1). Hava durumu (Sıcaklık, rüzgâr hızı ve ışınım.) verileri kaydedilmediği için, sadece kaydedilen üretim ve tüketim zaman serileri üzerinden tahmin yoluna gidilmiştir. Bu durumu daha iyi değerlendirebilmek adına Yaşar Üniversitesi'nin Avrupa Birliği projesi kapsamında kurumun bir binasının yüzeyinde kurulu olan BiPV (Building integrated PV) üzerinden yaklaşık 1,5 yıl boyunca kaydedilmiş elektrik üretimi verileri ile aynı zamanda kaydedilmiş hava durumu verileri de kullanılarak tahmin yapılmıştır. Hava durumu verilerinin kullanıldığı ve kullanılmadığı iki farklı durum için de çalışma yapılmış olup hava durumu verilerinin kullanılmasının tahmin başarımını önemli oranda artırdığı gözlenmiştir



### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1 Bulanık Sistem Bulguları

Tasarlanan sistemin bilgisayar ortamında test edilmesi için örnek bir yaşam alanındaki 1 yıl süresince 07.00-18.45 aralığında 15'er dakikalık periyotlarla kaydedilen gerçek zamanlı veriler kullanılarak yapılmıştır. Benzetim sonuçları Şekil 9'da verilmiştir.



Şekil 9. Gerçek Zamanlı Veri Üzerinden Benzetim Çalışması Sonuçları

Şekil 9'de verilen grafikte; yapay zekâ kontrol sisteminin kullanılmaması durumunda şebekeden çekilen güç (P\_AVG) ile Bulanık Mantık tabanlı yapay zekâ algoritması ile oluşturulan kontrol sisteminin kullanılması durumunda şebekeden çekilen güç (P\_GRID) ile ve güç dönüştürücü biriminden çekilen/iletile yük ise (SOC) gösterilmiştir.

Tablo 2'de YZ tabanlı kontrol kullanımının şebekeden çekilen güç üzerindeki etkisi karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Tablo 2. YZ tabanlı algoritma kullanımı etkisi

Yöntem	Şebekeden Çekilen Toplam Güç (kW)
Yapay Zekâ Algoritması Kullanılmayan Kontrol	$6.33 \times 10^5$
Yapay Zekâ Algoritması Tabanlı Kontrol	$5.94 \times 10^5$

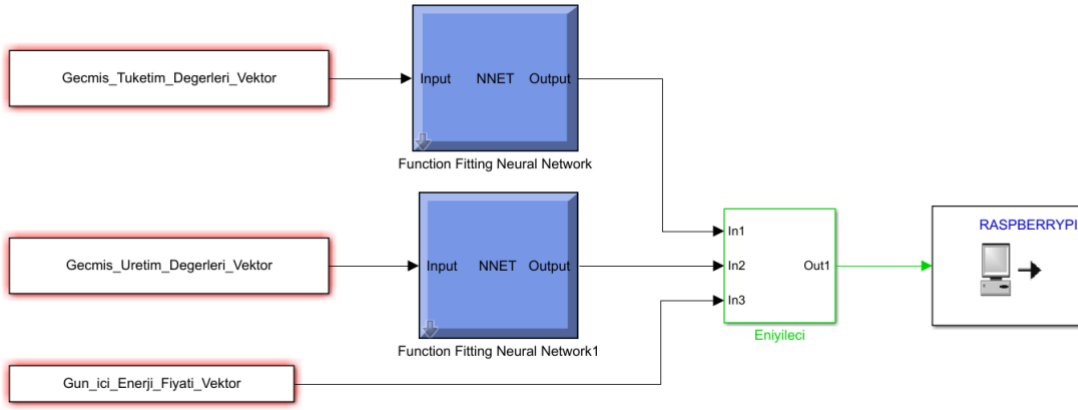
Şekil 9'da oluşturulan grafikte batarya bir miktar şarj olduktan sonra şebekeden çekilen gücün harmoniklerini azaltacak yönde şarj ve deşarj olarak şebekeden çekilen gücün azaltılması sağlanmıştır. Bu makalede söz konusu olan güç dönüştürücü sistemlerin bir diğer önemli özellikleri de harmoniklerin azaltılmasını sağlayarak gerektiğinde çok küçük güçlerde bile çalışabilir bir fonksiyona kavuşmasıdır. Kesintisiz güç kaynağı ve solar sistemlerin hibrit bir şekilde

kullanılmasının sebebi de giriş harmoniklerinin iyileştirilmesi düşük akım harmonik distorsiyonunun sağlanmasıdır (<3%)

### 3.2 Bulanık Sistem Gömülü Platformda Gerçeklenme

Eniyileme problemini çözerek en uygun kararların belirlenebilmesi için gömülü platform olarak “Raspberry Pi Model 3 B+” (kısaca Raspberry Pi olarak bahsedilecektir) uygun görülmüştür. Raspberry Pi, “ARM Compute Library” ve “Neon Instruction Set”i ile uygun olarak yazılmış olan programları çalıştırabilmektedir. Raspberry pi, MATLAB ile de haberleşebilmektedir. MATLAB ortamında yazılan kodlar Linuxte çalıştırılabilir şekilde derlenebilmektedir. Dolayısıyla MATLAB ortamında Yapay Sinir Ağları yöntemlerinden biri olan MLP (Multi-Layer Perceptron: Çok Katmanlı Algılayıcı) yöntemiyle gerçekleştirilen tahminleyici, Raspberry Pi üzerinde ARMV7 uyumlu “MATLAB Compiler Runtime” kullanılarak koşturulabilmektedir. MATLAB ortamında hazırlanmış Makine Öğrenmesi yapısını, Raspberry Pi üzerine aktarmanın başka yolları da vardır. Bunlardan bir tanesi MLP yapısı eğitildikten sonra ONNX (Open Neural Network Exchange) formatında kaydedilerek, Python ara bağlantısı olan Tensorflow, Caffe, Caffe2, Keras, PyTorch kütüphanelerine aktarmaktır.

Tanımlanan eniyileme problemini çözmek amacıyla kullanılacak, Raspberry pi için uygun 5 farklı çözücü incelenmiştir. Bunlar 1) SCIP, 2) PuLP, 3) Gekko, 4) Gurobi, 5) GLPK’dir. Dikkat etmek gerekirse, bu çözücülerin hiçbirisi Raspberry pi için özel olarak yazılmamıştır. Her biri büyük ölçekte problem çözebilen ve bazıları kendi aralarında ara bağlantı kurabilen güçlü çözücülerdir. Gömülü platformda gerçekleştirme, salt matematiksel bir problem çözümü olmayıp, aynı anda terminallerinden bilgi alan, bilgi veren ve kontrol fiziksel katmanı ile haberleşebilen alt yazılımları da içermektedir. Dolayısıyla, bu çözücüler arasında Raspberry Pi üzerinde kullanımının basit olması, daha az bug içermesi, topluluk desteğinin yüksek olması, Python sürümlerinin versiyonları ile uyumluluk ve iyi bir dokümantasyona sahip olması gibi özellikleri göz önüne alınarak en uygun çözücü olarak Gekko seçilmiştir. Şekil 10’da şematik diyagramı çizilen ve Raspberry Pi üzerinde koşan ana rutin, eniyileyici algoritması için gerekli girdileri (O ana kadarki geçmiş tüketim ve üretim değerleri ve gün için elektrik fiyatları) alan, eniyileyen ve Raspberry Pi haberleşme terminallerine (UDP veya GPIO) göndermekten sorumludur.



Şekil 10. Raspberry Pi Üzerinde Koşan Ana Rutin Diyagramı

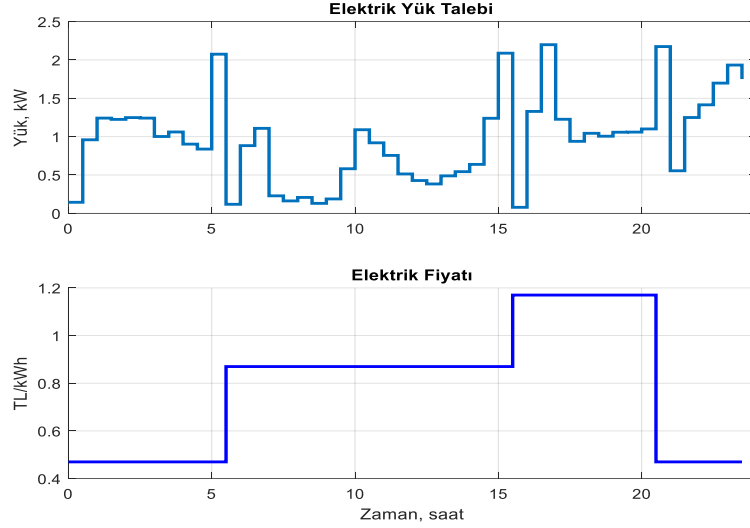
### 3.3 Model Öngörülü Sistem Gömülü Platformda Gerçeklenme

Kontrol sisteminin MATLAB benzetim ortamında başarımlı sonuçları aşağıda sunulmuştur. Kavramsal doğrulama amaçlı olarak ele alınan örnek kontrol probleminde, aşağıda Tablo 3'te verilen parametre değerleri kullanılmıştır. Adı geçen PV dizisi, binadaki elektrik yükleri, batarya ve elektrik şebekesinden oluşan bina enerji yönetim sistemi, 1 adet batarya, 1 adet PV enerji üretim sistemi, binanın elektrik yükleri ve ana şebekeden oluşmaktadır.

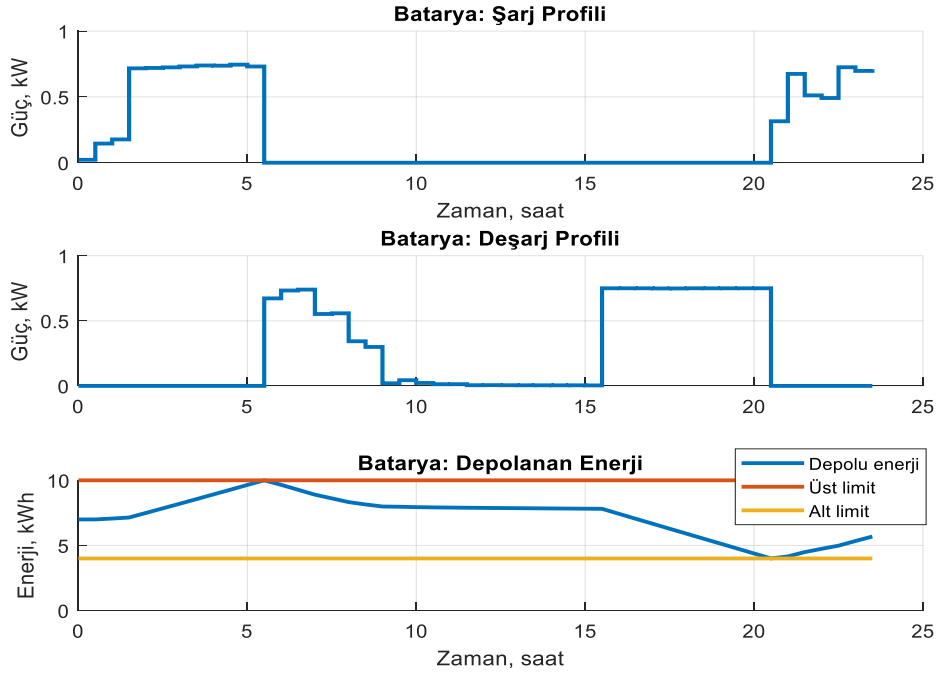
**Tablo 3.** MPC problem parametreleri

Parametre	Değer
$\Delta T$	30 dk
$N_H$	24 saat = 48 adım
$N_{RES}$	1
$N_{SE}$	1
$AF_{GRID-E} = SF_{GRID-E}$	[0.47, 0.87, 1.17] TL/kWh
$C^{SE-C}$	0.1
$C^{SE-D}$	0.1
$\underline{P}_s^{SE-C}$	0
$\overline{P}_s^{SE-C}$	1.5 kW
$\underline{P}_s^{SE-D}$	0
$\overline{P}_s^{SE-D}$	1.5 kW
$\underline{E}_s^{SE}$	4 kWh
$\overline{E}_s^{SE}$	10 kWh
$\eta_s^{SE-C}$	0.9
$\eta_s^{SE-D}$	0.9

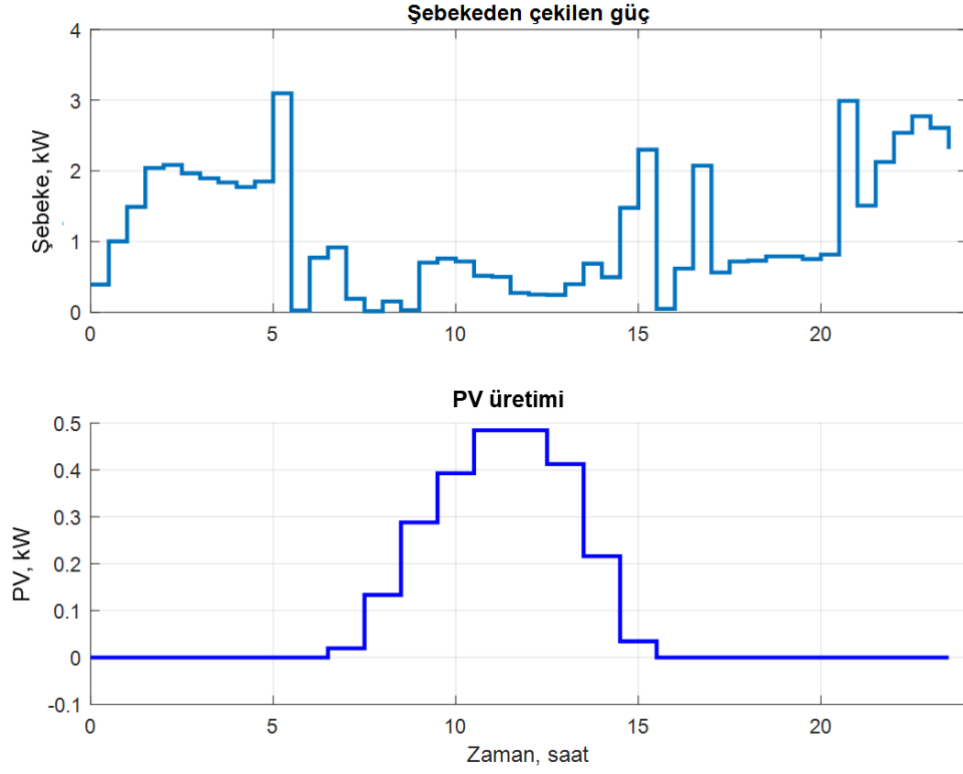
24 saatlik benzetim sonuçları aşağıdaki grafiklerde verildiği gibi elde edilmiştir. Şekil 11, Şekil 12 ve Şekil 13 incelendiği zaman, MPC tabanlı kontrol sisteminin enerji fiyatlarının düşük olduğu dönemde bataryayı şarj ettiğini, yüksek fiyat döneminde ise deşarj ederek şebekeden çekilen enerji maliyetlerini azalttığı görülmektedir. MPC'nin sağladığı en uygun kontrolün, bataryanın enerji kapasitesi sınırlarına da uyduğu görülmektedir (Bkz. Şekil 11.).



**Şekil 11.** MPC Tabanlı Kavramsal Doğrulama Amaçlı Ele Alınan PV Dizisi, Binadaki Elektrik Yükleri, Batarya ve Elektrik Şebekesinden Oluşan Bina Enerji Yönetim Sistemi İçin Örnek Elektrik Yük Talebi ve Elektrik Fiyat Değişimi

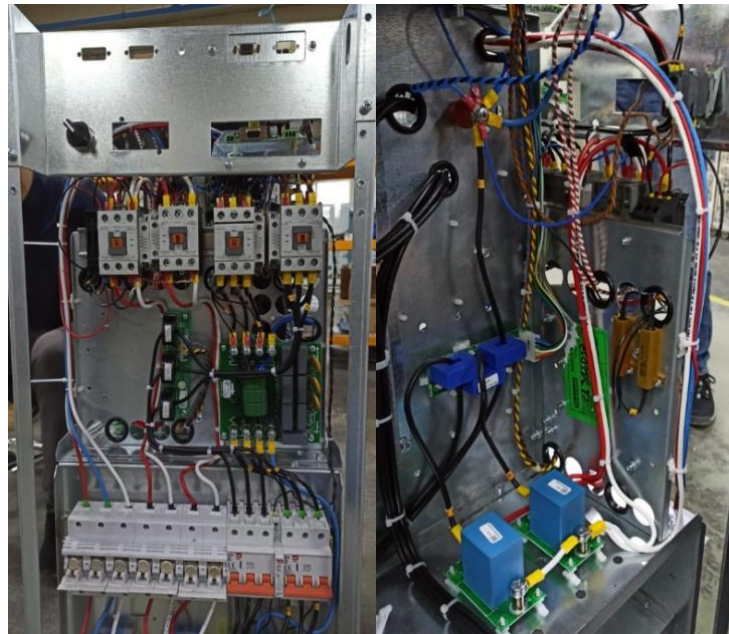


**Şekil 12.** Kavramsal Doğrulama Amaçlı Ele Alınan PV Dizisi, Binadaki Elektrik Yükleri, Batarya ve Elektrik Şebekesinden Oluşan Bina Enerji Yönetim Sistemi İçin Batarya Şarj ve Deşarj Profilleri ile MPC Uygulandığında Benzetim Sonucunda Elde Edilen Bataryada Depolanan Enerjinin Zamanla Değişimi



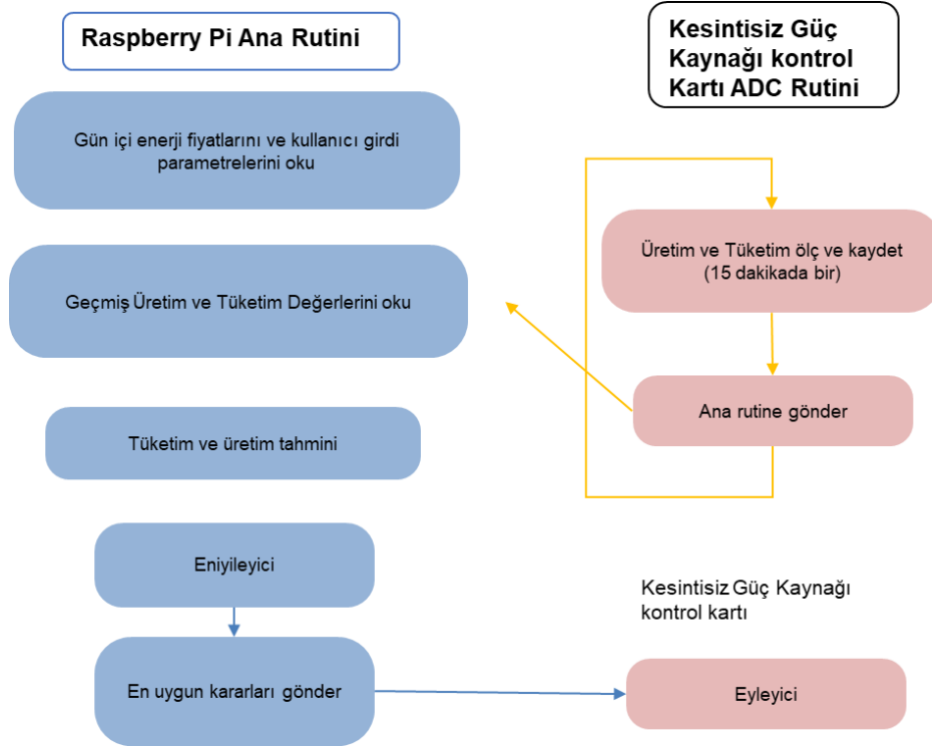
**Şekil 13.** Kavramsal Doğrulama Amaçlı Ele Alınan PV Dizisi, Binadaki Elektrik Yükleri, Batarya ve Elektrik Şebekesinden Oluşan Bina Enerji Yönetim Sistemi İçin, MPC Uygulandığında Altta Şekilde Verilen PV Elektrik Üretimi İçin Benzetim Sonucunda Elde Edilen Şebekeden Çekilen Gücün Zamanla Değişimi

Bulanık mantık tabanlı yapay zekâ yazılımı ile desteklenen şebekeler ile uyumlu, depolamalı ve minimum enerji sarfiyatı ile çalışacak şekilde tasarlanmış akıllı sistemin görüntüsü Şekil 14'te gösterilmiştir.



**Şekil 14.** Sistem Entegrasyonu

Şekil 15’te Raspberry Pi üzerinde koşan ana rutin ve kesintisiz güç kaynağı kontrol kartı ile haberleşme kodunun şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 15. Ağ Sisteminin Optimizasyon Entegrasyon Şeması

Eniyileme (Optimizasyon) algoritması Matlab ortamında geliştirilmiştir. Uygulama aşamasında, GEKKO kullanılmıştır. Matlab ve Raspberry Pi'nin Gekko'da gerçekleştirilen gerçeklemlerin kıyaslanmasındaki örnek girdiler Tablo 4'te yer almaktadır. Tablo 4'teki örnek girdiler verilerde aynı üretim ve tüketim geçmişi için son 1 haftanın PV üretim ve tüketim değerleri ile eğitilmiş tahmin modelleri (üretim ve tüketim) için aynı tahmin modelleri kullanılmıştır. Amaç Fonksiyonu (Matlab, Optimization Toolbox) için 1.787749633789051, (Raspberry Pi, GEKKO Optimization Suite) için 1.7877490425109865 değerleri ele alınmıştır.

**Tablo 4. Gekko örnek girdileri**

Zaman (Saat)	Şebek Alış Fiyatları (Birim Fiyat)	Batarya Kapasitesi (kWh)	Başlangıçtaki Batarya Doluluk Oranı (%)
1	0.7	288	144
2	0.7	288	144
3	0.7	288	144
4	0.7	288	144
5	0.7	288	144
6	1.2	288	144
7	1.2	288	144
8	1.2	288	144
9	1.2	288	144
10	1.2	288	144
11	1.2	288	144
12	1.2	288	144

Tablo 5'te optimum kararlara ait veriler gösterilmiştir. Gekko optimizasyonu ile Matlab ve Raspberry Pi'nin eşleştiği kısımlar siyah, farklılığın başladığı kısımlar ise kırmızı renk ile belirtilmiştir.

**Tablo 5. Optimum kararlar**

Zaman Adım	Şarj Kararları		Deşarj Kararları	
	Matlab	Raspberry Pi	Matlab	Raspberry Pi
1	1.5764198303223	1.5764160156	0	0.0
2	6.6210975646973	6.6211013794	0	0.0
3	15.6122283935547	15.612239838	0	0.0
4	0.9489021301270	0.94890975952	0	0.0
5	0	0.0	0.6263427734375	0.62633895874
6	3.6370887756348	3.6370925903	0	0.0
7	0	0.0	8.5211830139160	8.5211715698
8	0	0.0	1.0739288330078	1.0739173889
9	3.2771644592285	3.2771720886	0	0.0
10	0	0.0	2.5821876525879	2.5821647644
11	18.2013149261475	18.201324463	0	0.0
12	23.5087127685547	23.508705139	0	0.0

Bu verilerin kıyaslanması, doğruluğun kontrolü, sistem optimizasyonu ve bulanık sistem tasarımı için senaryolar oluşturulmuştur. Elektrik ihtiyacı tahmini ve yenilenebilir enerji üretimi tahminlerinin farkı net yük olarak alınmış ve gelecek 12 saat için eniyileme sonuçları 6 farklı senaryo oluşturularak sunulmuştur. Senaryolarda kullanılan batarya özellikleri ve her bir senaryodaki başlangıç enerjileri tablolarda sunulmuştur.

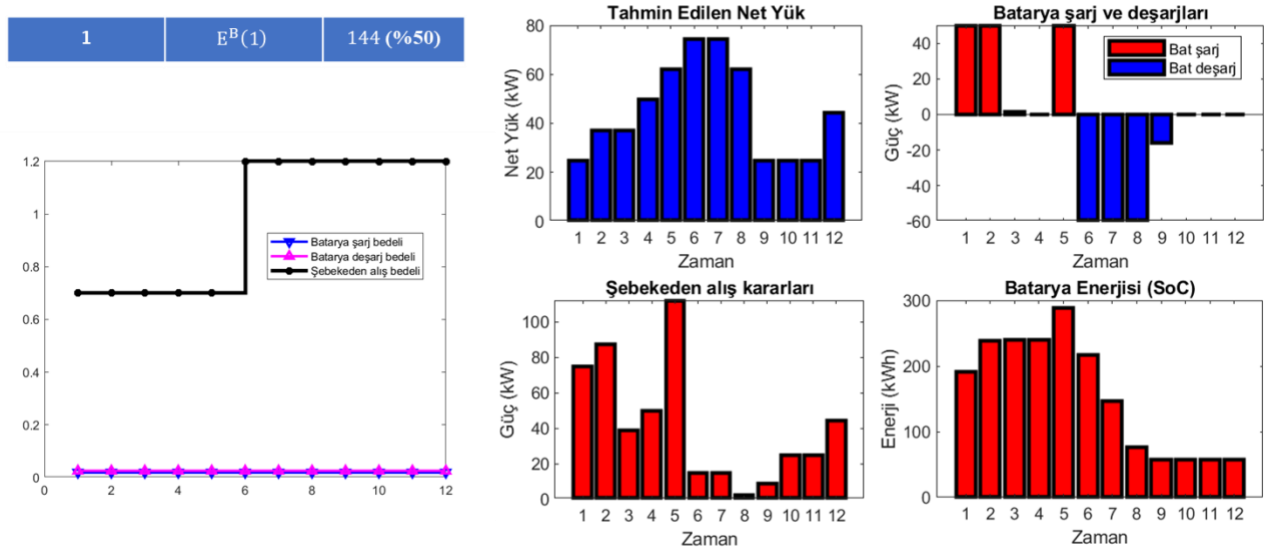
**Tablo 6.** Batarya limitleri ile şarj ve deşarj verimlilikleri

Değişken	Birim	Alt Sınır	Üst Sınır
$P_I^{BC} (k)$	kW	0	50
$P_I^{BD} (k)$	kW	0	60
$E_I^B (k)$	kWh	57.6	288
$\eta_I^{BC}$	%	-	0.95
$\eta_I^{BD}$	%	-	0.85

**Tablo 7.** Batarya limitleri ile şarj ve deşarj verimlilikleri

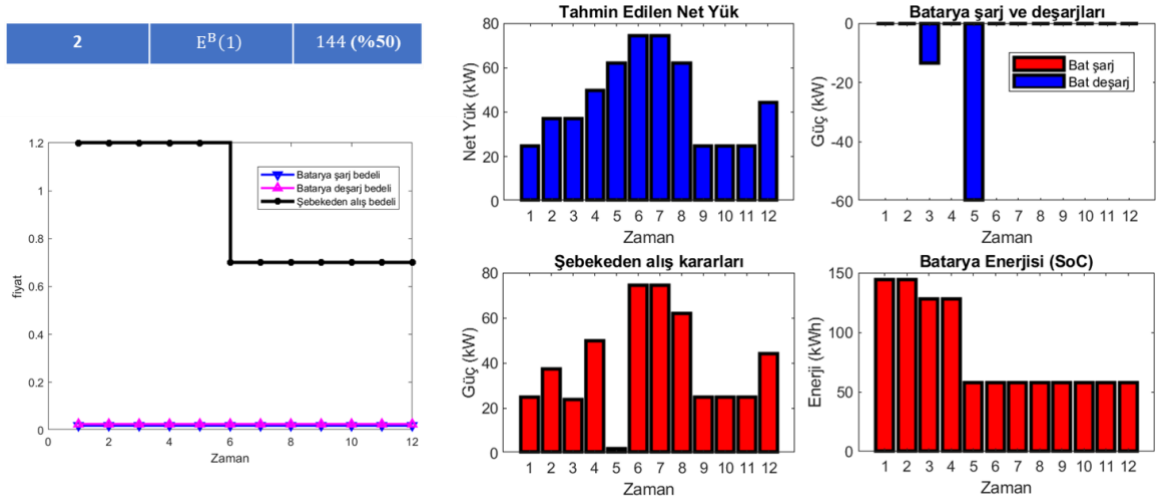
Senaryo	Değişken	Değer
1	$E^B (1)$	144 (%50)
2	$E^B (1)$	144 (%50)
3	$E^B (1)$	57.6 (%20)
4	$E^B (1)$	288 (%100)
5	$E^B (1)$	144 (%50)
6	$E^B (1)$	144 (%50)

Her bir senaryo için başlangıç seviyeleri verilen bataryaların, 12 saatlik ufuk boyunca batarya ve şebeke kararları grafikler üzerinde gösterilmiştir. Tablo 6 ve Tablo 7'deki verilere göre oluşturulan ilk senaryoda şebeke alış fiyatları gün içerisinde yükselmektedir (Şekil 16).

**Şekil 16.** Senaryo 1: Şebeke Alış Fiyatları Gün İçerisinde Yükselmektedir

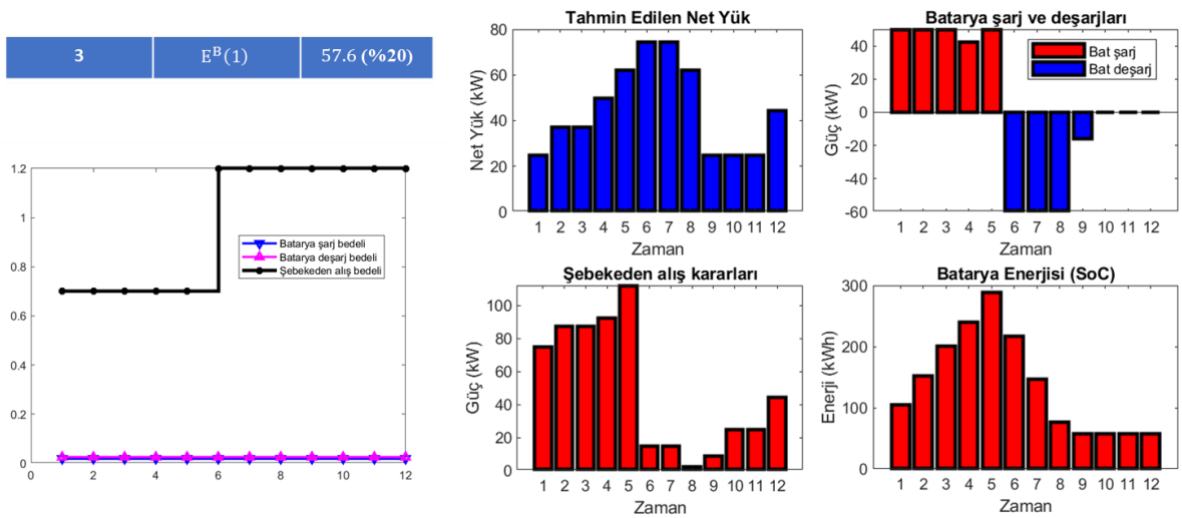
İkinci senaryoda ise şebeke alış fiyatlarının gün içerisinde düşmesi ele alınmıştır. Şekil 17'de bu senaryoya ait veriler gösterilmektedir.





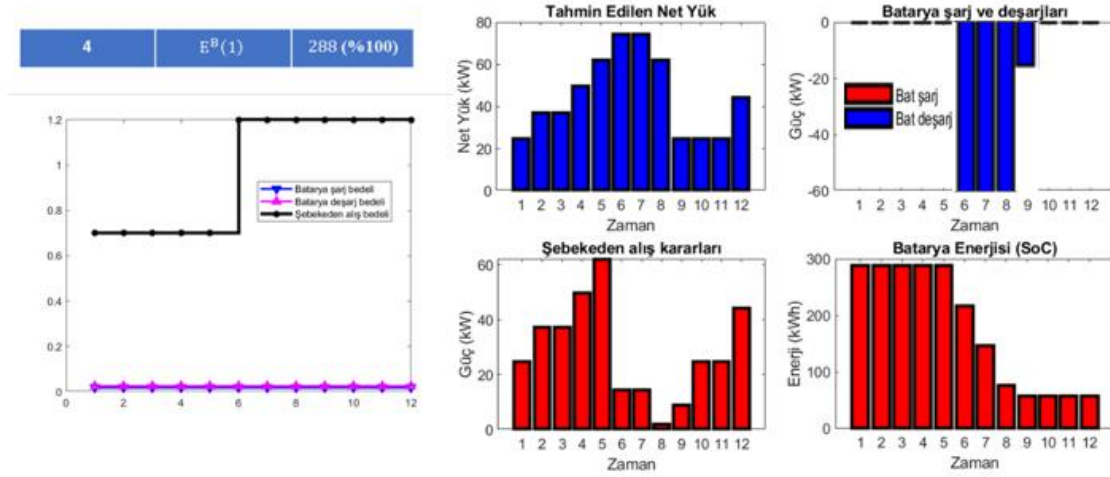
Şekil 17. Senaryo 2: Şebeke Alış Fiyatları Gün İçerisinde Düşmektedir

Üçüncü senaryoda ise birinci senaryoda alınan şebeke fiyatları geçerli olup, batarya başlangıçta minimum seviyede olması ele alınmıştır ve Şekil 18 bu detayları içermektedir.



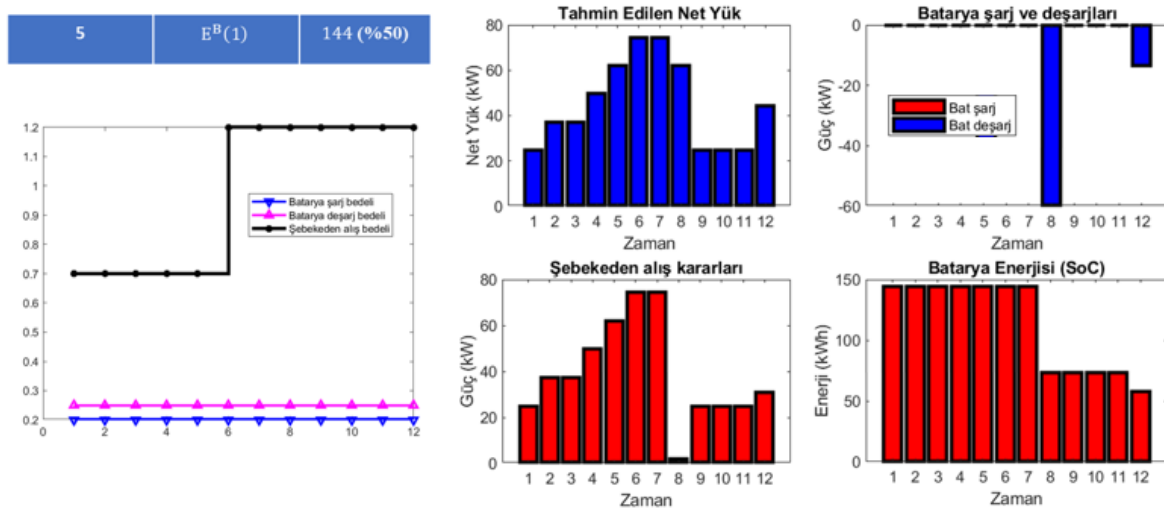
Şekil 18. Senaryo 3: 1. Senaryoda Alınan Şebeke Fiyatları Geçerli Olup, Batarya Başlangıçta Minimum Seviyededir.

Dördüncü senaryoda üçüncü senaryonun tam aksine birinci senaryodaki batarya başlangıçta maksimum seviyede olduğu ele alınmıştır. Şekil 19'da bu duruma ait görseller yer almaktadır.



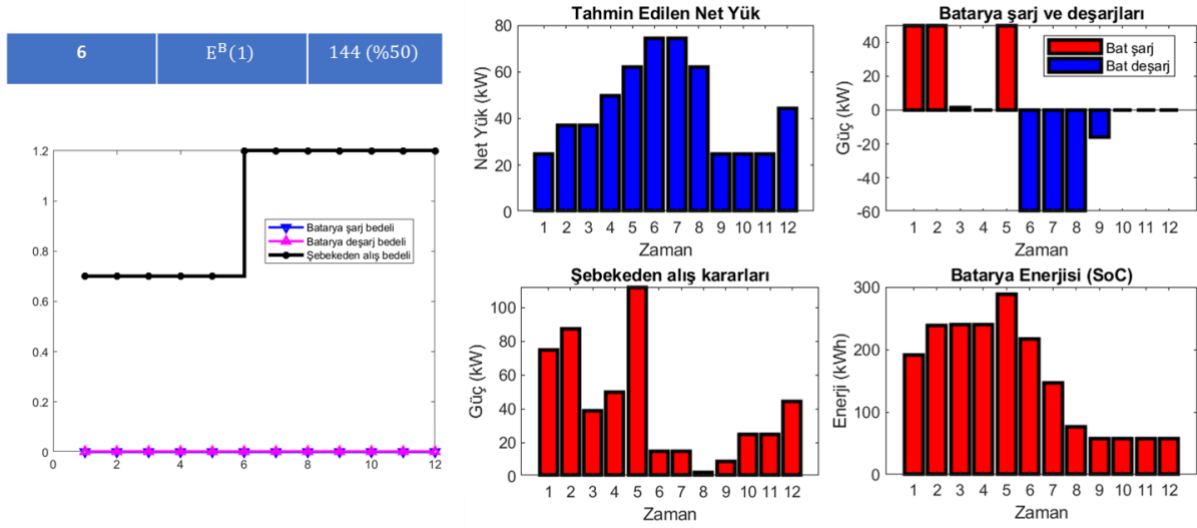
**Şekil 19.** Senaryo 4: 1. Senaryoda Alınan Şebeke Fiyatları Geçerli Olup, Batarya Başlangıçta Maksimum Seviyededir.

Senaryo 5’te daha karmaşık bir durum ele alınmıştır. Buna göre birinci senaryoda alınan şebeke fiyatları geçerli olup, batarya ömür maliyeti 3. ve 4. senaryodaki maliyetinin 10 katına eşittir. Bataryanın başlangıçtaki doluluk oranı %50’dir (Şekil 20)



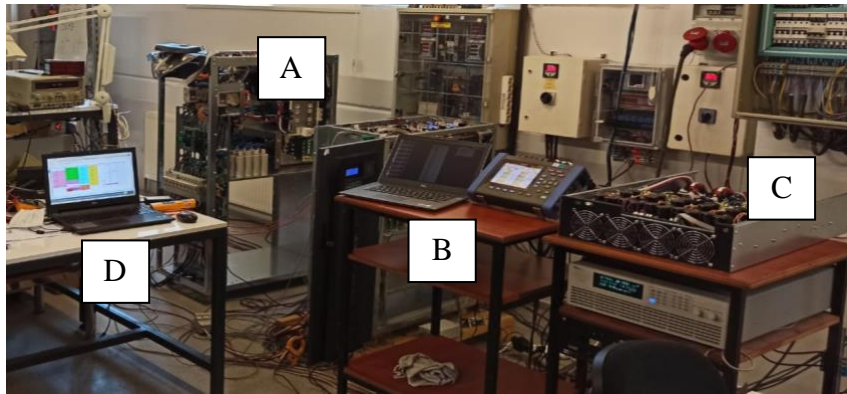
**Şekil 20.** Senaryo 5: 1. Senaryoda Alınan Şebeke Fiyatları Geçerli Olup, Batarya Ömür Maliyeti 3. Ve 4. Senaryodaki Maliyetinin 10 Katına Eşittir. Bataryanın Başlangıçtaki Doluluk Oranı %50’dir.

Senaryo 6’da ise, 1. Senaryoda alınan şebeke fiyatları geçerli olup, batarya ömür maliyeti 3. ve 4. senaryodaki maliyetinin 10’da biri seviyesindedir. Bataryanın başlangıçtaki doluluk oranı %50’dir. Şekil 21 bu duruma ilişkin görselleri içermektedir.



**Şekil 21.** Senaryo 6: 1. Senaryoda Alınan Şebeke Fiyatları Geçerli Olup, Batarya Ömür Maliyeti 3. Ve 4. Senaryodaki Maliyetinin 10'da Biri Seviyesindedir. Bataryanın Başlangıçtaki Doluluk Oranı %50'dir.

Bu senaryolara göre sistemin doğruluğunun kontrolü sağlanmış ve optimizasyon ile uygulamaları gerçekleştirilmiştir. Şekil 22'de çalışan PV sistem simülatörü, geliştirilen güç dönüştürücü sistem ve sistemin uygulama örneğinin verilerini kayıt altına alan veri kaydedici yer almaktadır.



**Şekil 22.** Sistem Optimizasyonu, Bulanık Sistem Tasarımı ve Uygulama Alanı; A) Güç dönüştürücü, B) Veri kayıt cihazı, C) PV simülatör, D) Yazılım

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada akıllı güç dönüştürücü sistemlerinin donanımı ve bu donanımına destek verecek olan yazılımın tasarım çalışmaları gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada güç dönüştürücü tasarımında 10 kW tek faz ve üç faz dönüşümü dijital olarak ayarlanabilen, şebeke ile haberleşebilme yapısına sahip bir donanım geliştirilmiştir. 3 seviyeli eviricilerin  $0,17 \text{ W/cm}^3$  olan güç yoğunluğu çalışma sonucu elde edilen tasarımla  $0,40 \text{ W/cm}^3$ 'e çıkartılarak %135 gibi etkin bir artış gözlenmiştir. Donanım olarak geliştirilen DC-AC evirici modülde minimum %95 verim elde edilmiş olup, solar hibrit

sistemin devreye alınması ile %99 verim tespit edilmiştir. Güç dönüştürücü/batarya biriminin enerji profilindeki dalgalanmaların en aza indirilmesi konusunda destek verecek olan yazılımın tasarımı kapsamında bulanık mantık ile ilk faz gerçeklemiştir. Bu kapsamdaki başarı oranı, batarya kapasitesinin kurulu güç miktarı dikkate alınarak belirlenmesine bağlıdır. Böylece üretilen ve tüketilen enerjinin aynı seviyede tutulmasının sağlanması, bu durumun sonucu olarak da şebekeden çekilen gücün azaltılması sağlanmıştır. Model öngörülü yapay zekâ tasarımında ise; tüketilen güçten kaynaklı oluşan harmoniklerin şebekeye yansıtılmaması sağlanmıştır. Başka bir ifade ile temiz enerjinin gereklilikleri de göz önünde bulundurularak üretilen enerjinin verimli bir şekilde kullanımı sağlanmıştır. Yapılan bu çalışmanın batarya ömrüne olumlu katkı yapacağı öngörülmekle birlikte enerji maliyetlerinin minimum seviyede enerji veriminin ise maksimumu seviyede olacak şekilde kullanımını sağlayan akıllı bir sistemin sektöre kazandırılması sağlanmıştır.

Makale sonucunda elde edilen tasarım paketi ile enerjinin verimli kullanılması, tüketiciye düşük karbon ayak izi sağlanması (dolayısıyla yeşil bina uygulamalarında kullanılabilir olması) ve tüketici maliyetlerinin azaltılmasına yönelik çözümler elde edilmiştir. Bu sistemin sürüm olarak yaygınlaşması evsel kullanımlarda ve ofis kullanımlarında akıllı tüketim oranını artıracak, yapılacak olan tüketim tahminleriyle üretim ve tüketim arasındaki denge daha net bir şekilde sağlanacaktır. Bu çaplı fonksiyonlara sahip, yenilenebilir enerji ile akıllı şebeke uygulamalarını bünyesinde barındıran bir ürün henüz yurt içi ve yurt dışı pazarda bulunmamaktadır. Bu makale sonucu elde edilen ürünün ticarileşmesiyle ülke menfaatleri adına önemli bir Ar-Ge çalışması tamamlanmıştır.

### **Teşekkür**

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde 1160459 Numaralı “1511 Öncelikli Alanlar Araştırma ve Teknoloji Geliştirme Yenilik P.D.P. (Teknoloji Odaklı Sanayi Hamlesi Programı)” ile destek sağlayan TÜBİTAK’a teşekkürü borç bilirim.

### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- Abdelkader, M. R., Al-Salaymeh A., Al-Hamamre, Z. And Sharaf F.” A Comparative Analysis of The Performance of Monocrystalline and Multiocrystalline PV Cells in Semi-Arid Climate Conditions: The Case of Jordan “, Jordan Journal Of Mechanical And Industrial Engineering, Volume 4 Number 5, Pages 543-552, 2010.
- Al Badwawi, R., Issa, W. R., Mallick, T. K., &Abusara, M. (2019). Supervisory control for power management of an islanded AC microgrid using a frequency signaling-based Fuzzy Logic Controller. *IEEE Transactions on Sustainable Energy*, 10(1), 94-104.
- Arcos-Aviles, D. et al. "Battery management fuzzy control for a grid-tied microgrid with renewable generation." *IECON 2012-38th Annual Conference on IEEE Industrial Electronics Society*. IEEE, 2012.
- Arcos-Aviles, D., Pascual, J., Marroyo, L., Sanchis, P., Guinjoan, F., "Fuzzy Logic-Based Energy Management System Design for Residential Grid-Connected Microgrids," in *IEEE Transactions on Smart Grid*, vol. PP, no.99, pp.1-1 doi: 10.1109/TSG.2016. 2555245.
- Aslan, S. N., Uçar, A., and Güzeliş, C. (2020, October). Development of Deep Learning Algorithm for Humanoid Robots to Walk to the Target Using Semantic Segmentation and Deep Q Network. In *2020 Innovations in Intelligent Systems and Applications Conference (ASYU)* (pp. 1-6). IEEE.
- Bergmann, R.B., Berge, C., Rinke, T.J., Schmidt, J., Werner, J.H. “Advances In Monocrystalline Si Thin Film Solar Cells by Layer Transfer “*Solar Energy Materials &Solar Cells*, Volume 74 Issues 1-4, Pages 213-218, 2002.
- Copeland, B.J., Artificial intelligence (AI), *Encyclopedia Britannica*. (2017)
- Erkul, A., “Monokristal, Polikristal ve Amorf-Silisyum Güneş Panellerinin Verimliliğinin İncelenmesi ve Aydınlatma Sistemi Uygulaması”, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye, (2010).
- Ghazali, A., Rahman, A.M. “The Performance of Three Different Solar Panels for Solar Electricity Applying Solar Tracking Device Under the Malaysian Climate Condition “*Energy and Environment Research*, Volume 2 Number 1, Pages 235-243, 2012.
- Ince, T., Vuruşkan, A., Bulgun, E., and Güzelis, C. (2013, April). Application of evolutionary algorithms to garment design. In *2013 21st Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU)* (pp. 1-4). IEEE.
- Janarthanan, R., et al. "Prediction of rainfall using fuzzy logic." *Materials Today: Proceedings* 37 (2021): 959-963.
- Kıyancıçek. E., “Fotovoltaik Sistemlerin Boyutlandırılması İçin PSV2 Paket Programının Gerçekleştirilmesi” Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya, Türkiye, (2013).
- Kiam Heong, A., Chong, G., and Li, Y. "PID control system analysis, design, and technology." *IEEE transactions on control systems technology* 13.4 (2005): 559-576.
- Özkurt, Nalan, Hacer Şekerci Öztura, and Cüneyt Güzeliş. "24-hour electricity consumption forecasting for day ahead market with long short term memory deep learning model." *2020 12th International Conference on Electrical and Electronics Engineering (ELECO)*. IEEE, 2020.
- Özsoy., M.F., “Hibrit Rüzgâr-Güneş Enerji Üretim Sistemi ile Bir Elektrik Laboratuvarının Genel Aydınlatma Tasarımı” Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elektrik Eğitimi Anabilim Dalı, Afyonkarahisar, Türkiye, (2011).
- Rasheed, Mohammed, and Mohammed Abdelhadi Sarhan. "Characteristics of solar cell outdoor measurements using fuzzy logic method." *Insight-Mathematics* 1.1 (2019).
- Russel S., Norvig P., *Artificial Intelligence, A Modern Approach*, Prentice Hall, 2nd Edition, 2003.
- Sharma, Shubham, and Ahmed J. Obaid. "Mathematical modelling, analysis and design of fuzzy logic controller for the control of ventilation systems using MATLAB fuzzy logic toolbox." *Journal of Interdisciplinary Mathematics* 23.4 (2020): 843-849.
- T. Butz, *Fourier Transformation for Pedestrians*. Cham, New York, NY, USA: Springer, 2015.
- Tektaş M. vd., *Yapay Zekâ Tekniklerinin Trafik Kontrolünde Kullanılması Üzerine Bir İnceleme*, Marmara Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, 2002.
- Verma, Akshay, et al. "Fuzzy logic based effective clustering of homogeneous wireless sensor networks for mobile sink." *IEEE Sensors Journal* 20.10 (2020): 5615-5623.
- Zhang, Ronggang, Sathishkumar VE, and R. Dinesh Jackson Samuel. "Fuzzy efficient energy smart home management system for renewable energy resources." *Sustainability* 12.8 (2020): 3115.

Zhou, Haihua, et al. "Composite energy storage system involving battery and ultra-capacitor with dynamic energy management in micro grid applications." IEEE transactions on power electronics 26.3 (2010): 923-930.

## Alüminyum Frezelemede İlerleme Hızının Titreşime Etkisinin İncelenmesi

Burak ÖZDEMİR<sup>1\*</sup>, Erkan BAHÇE<sup>2</sup>, Mehmet Sami GÜLER<sup>3</sup>

### Öz

Bu çalışmada, frezeleme işleminde ilerleme hızı parametresinin etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla Al7075 malzemesi diğer işleme parametreleri sabit tutularak 0.1, 0.15, 0.2, 0.25 ve 0.3 mm/dev ilerleme hızları ile frezelenmiştir. Her bir ilerleme değeri için parça boyunca kanal frezeleme yapılmıştır. Frezeleme sırasında iş parçasında bağlı cihaz ile titreşim ölçülmüştür. Titreşim değerleri istatistiksel olarak değerlendirilmiş ve ilerlemenin titreşime etkisi tartışılmıştır. Titreşim ölçümünden elde edilen verilere göre genel olarak, sabit devirde ilerlemenin artışı titreşimi azaltmıştır. Takımın kesme kabiliyetinin azalması ile verilerin standart sapması artmış ve daha düzensiz bir titreşim seyri tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar frezelemede optimum ilerleme değeri belirleme çalışmalarına destek olacak niteliktedir.

**Anahtar Kelimeler:** Frezeleme, İlerleme hızı, Titreşim.

## Investigation of the Effect of Feed Rate on Vibration in Aluminum Milling

### Abstract

In this study, the effects of the feed rate parameter in the milling process were investigated. For this purpose, Al7075 material was milled with feed rates of 0.1, 0.15, 0.2, 0.25 and 0.3 mm/rev, keeping other machining parameters constant. Milling was done along the part for each feed value. Vibration was measured with the connected device on the workpiece during milling. Vibration values were evaluated statistically and the effect of progress on vibration was discussed. According to the data obtained from the vibration measurement, in general, the increase in the feed at constant speed reduced the vibration. With the decrease in the cutting ability of the tool, the standard deviation of the data increased and a more irregular vibration pattern was detected. The results obtained will support the processes of determining the optimum feed value in milling.

**Keywords:** Milling, Feed Rate, Vibration.

<sup>1</sup>Malatya Turgut Özal Üniversitesi, Hekimhan MES MYO, Malatya, Türkiye, burak.ozdemir@ozal.edu.tr

<sup>2</sup>İnönü Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Malatya, Türkiye, erkan.bahce@inonu.edu.tr

<sup>3</sup>Ordu Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, Ordu, Türkiye, mehmetmetsamiguler@yandex.com

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-5870-0398>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0001-5389-5571>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0003-0414-7707>

## 1. Giriş

Kanal frezeleme, takımın aksenel ve radyal kesici kenarlarını iş parçasına daldırarak yaptığı talaşlı imalat yöntemidir. Bu imalat yönteminde takım olarak çoğunlukla parmak freze kullanılmaktadır (YUE ve ark., 2019). Bu takımlar, işleme parametreleri, kalınlık ve boylarına göre işleme sırasında titreşimin etkilerine maruz kalmaktadır. İşleme koşullarına bağlı olarak değişen titreşim, iş parçasının kalitesi üzerinde büyük bir etkiye sahiptir (Kulekci ve ark., 2017). İşleme sonucunda genellikle derin ve dar bir kanal oluşması, kalitesizliği giderme amaçlı taşlama veya ikincil işleme yapılmasını zorlaştırmaktadır. Bu nedenle parça standartları tek seferde işleme ile karşılanmalıdır. İş parçasının özelliklerine göre uygun işleme koşullarının seçimi önemli bir araştırma motivasyonudur. Kanal açma sırasında ilerleme, devir, takım çapı ve boyu titreşimi etkileyen parametreler olarak bilinmektedir (Guo ve ark., 2020). Yapılan çalışmalarda ilerlemenin titreşim üzerinde en etkili parametre olduğu sonucuna varılmıştır (Antoniali ve ark., 2010; Bhogal ve ark., 2015; Sasaki ve ark., 1996).

Literatürde konuyla ilgili çalışmalar çoğunlukla farklı malzemeler üzerinde ilerleme, devir, takım çapı gibi parametreler kullanılarak frezeleme yapılmış ve kaliteyi etkileyen yüzey pürüzlülüğü, geometrik doğruluk gibi faktörler incelenmiştir (Khorasani ve ark., 2012; Rashid ve ark., 2006).

Çalışmalarda çoğunlukla frezeleme süresince titreşimde bazı düzensiz seyirler olduğu görülmektedir (Subramanian ve ark., 2013; Toh, 2004). Malzeme yapısı ve takım ısınmasına bağlı olarak değişen bu durum belirgin parametre değişimlerinde benzer değerler etrafında toplanmaktadır. Titreşimin yüzey pürüzlülüğüne etkilerinin incelendiği çalışmalarda, titreşimin artması sonucu takımın kesme kenarının iş parçasına tam tutunamadığı ve çoğunlukla parçayı kesmeden kopardığı belirlenmiştir (Gomes ve ark., 2005; Yang ve ark., 2020). Bu durum yüzey pürüzlülüğünü artırmıştır. Devirin artışı çizgisel titreşimi azaltıcı bir etki olmasına rağmen takımın çabuk aşınmasına ve salınımının artmasına neden olmaktadır (Jiang ve ark., 2008). Bazı çalışmalarda ilerleme ve devir ile kesme ağzı sayısının titreşime etkisi incelenmiştir. Kesme ağzı sayısının artışı, takımın aynı devirde parçaya daha fazla temas etmesini sağlamak ve denge kurucu bir rol oynamaktadır (Niu ve ark., 2020). Bununla birlikte birim ilerlemede kesilen talaş miktarını artırarak kuvvete bağlı titreşimi azaltmaktadır. (YILMAZ ve ark., 2014) AISI 1050 çelik malzemede kesme derinliği, ilerleme, devir, uç sayısı parametrelerini titreşim ve pürüzlülüğe etkisini incelemiştir. Parametrelerin tümünün artışı titreşimi artırıcı etki göstermiş ve en etkili parametre ilerleme olarak belirlenmiştir. (YILDIZ ve ark., 2018), ilerleme ve devir ile takım çapı ve takım kaplama kalınlığı parametrelerinin titreşim etkisini incelemiştir. Takımı farklı kalınlıklarda TiAlN malzemesi ile kaplamışlardır. Kaplama kalınlığının artışı ile titreşimin azaldığını tespit etmişlerdir.



Yapılan çalışmalar incelendiğinde genel olarak takımın salınımını artırıcı her türlü etki titreşimi artırdığı görülmektedir. En büyük etkiye sahip olan ilerleme parametresi, takımın kesme ağız noktasından parçaya doğru daha fazla itilmesini sağlayarak tırlama titreşimine neden olmaktadır. Bu çalışmada Al7075 malzemesi aralıkları birbirine yakın 5 farklı ilerleme değeri kullanılarak frezelenmiş ve ilerleme değerlerinin titreşime etkileri incelenmiştir. Bu amaçla düz bir plaka üzerinde sabit çaplı bir takım ile frezeleme işlemi yapılmıştır. İşleme sırasında parça üzerinden titreşim değerleri ölçülmüştür. Her bir ilerleme değeri için elde edilen veriler istatistiksel olarak analiz edilerek sonuçlar açıklanmıştır. Bu çalışma, optimum ilerleme değerinin belirlenerek titreşim kaynaklı yüzey hatalarının önlenmesine ve tek seferde doğru işleme yapılmasına katkı sağlayacaktır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Deney Seti

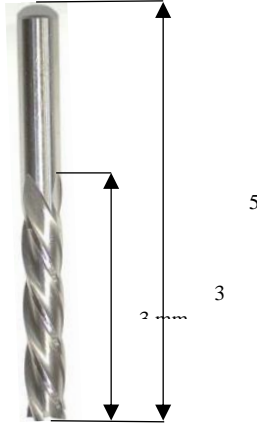
Çalışmada 200\*80\*10 mm ölçülerinde Al7075 malzemesi kullanılmıştır. Malzemenin kimyasal ve mekanik özellikleri tablo 1’de sunulmuştur. Frezeleme işlemi 6 mm HSS 2 ağızlı düz çakı ile yapılmıştır (Şekil 1). Sabit devirde 0.1. 0.15. 0.2. 0.25 ve 0.3 mm/dev ilerleme değerleri kullanılarak parça uzunluğu boyunca yan yana bir hat üzerinde işleme yapılmıştır (Şekil 2).

**Tablo 1.** Al7075 plakanın kimyasal ve mekanik özellikleri.

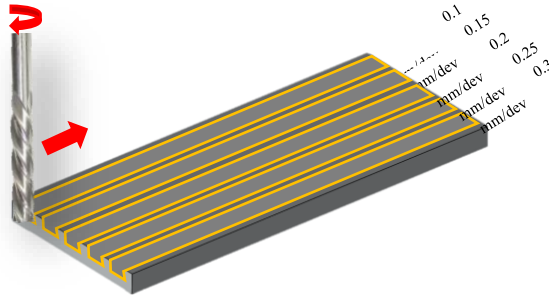
Kimyasal Bileşim (% ağırlık)									
Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Others
89.5	0.0567	0.2763	1.4024	0.0108	2.3800	0.2009	6.0294	0.0778	0.0675
Mekanik Özellikler									
Isıl İşlem (Temper)	Çekme Gerilmesi (MPa)	Akma Direnci (MPa)	Çekme Direnci (%)	Kesme Modülü (MPa)	Elastisite (GPa)				
T651	572	503	11	331	72				

Plaka TAKSAN marka CNC tezgâhta işlenmiştir. Tezgâh 5.5 kw iş mili motoru ve maksimum 8000 rpm işleme hızına sahiptir. Deneylerde soğutma sıvısı kullanılmamıştır. Titreşim ölçümlerinde, düşük empedansa sahip Kistler 8702B500 tipi ivme ölçer kullanılmıştır. İvme ölçerin teknik özellikleri tablo 2’de gösterilmektedir. İvme ölçer iş miline şekil 3’te görüldüğü gibi monte edilmiştir. İvme ölçerin bilgisayar bağlantısı NI9234 DAQ kart ile sağlanmıştır. Cihaz 0.0000395 sn aralıklarla

sinyal almaktadır. Deneyler esnasında oluşan titreşim verilerini bilgisayar ortamına almak için Labview paket programı kullanılmıştır.



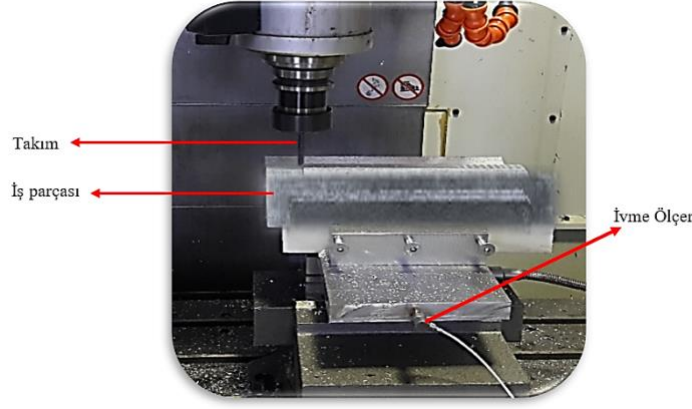
Şekil 1. 6 mm HSS freze çakısı.



Şekil 2. İş parçası frezeleme takım yolları.

Tablo 2. İvme ölçer teknik özellikleri.

Özellikler	Değer
Ölçme Aralığı	$\pm 500g$
Hassasiyet	9.82mV/g
Yatay Hassasiyet	0.2%
Rezonans Frekansı	54.0 kHz
Çalışma Sıcaklığı	-54-120 °C



Şekil 3. Deney seti.

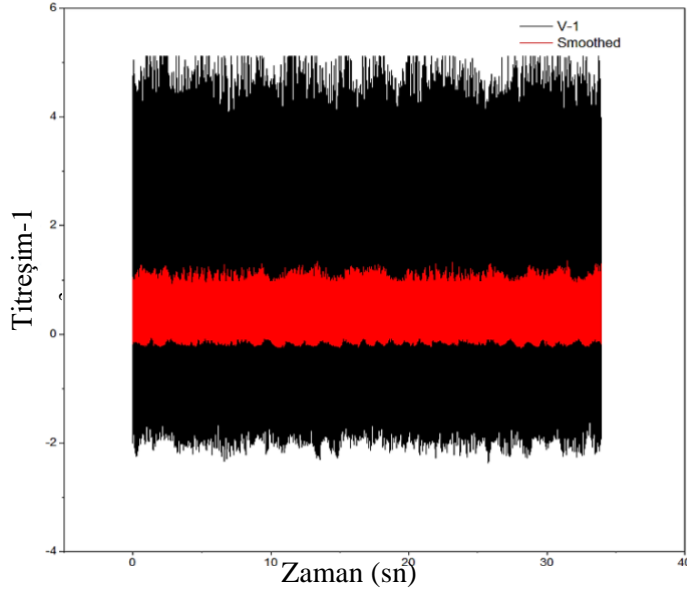
## 2.2. İstatistiksel Analiz

Titreşim verileri istatistiksel olarak değerlendirilmeden önce bazı sinyal düzenleme yöntemleri ile işlenmiştir. Veriler öncelikle Svaitzky-Golay yöntemi kullanılarak gürültüden arındırılmıştır. Savitzky-Golay filtre yöntemi, her değer için yerel bir polinom regresyon gerçekleştirir ve her veri noktası için yeni, düzeltilmiş bir değer oluşturur. Bu yöntem, en yakın komşu ile ortalama olarak tepe yüksekliği ve genişliği gibi verilerin özelliklerini koruyacak şekilde gürültülü verileri temizlemektedir. Gürültüden arındırılan verilere FFT filtresi uygulanmıştır. Filtreleme, bir sinyalden frekans bileşenlerini seçme işlemidir. FFT filtresi girişteki frekans bileşenlerini analiz etmek için Fourier dönüşümlerini kullanır. Frezelemenin sürekli bir trende sahip olması, malzemenin iç yapısı ve takım özellikleri gibi durumların titreşimde anlık yükselme ve düşmeye sebep olması nedeni ile yüksek frekanstaki titreşim verilerinin sonuçları daha anlamlı olmaktadır. Bu sebeple High Pass (Yüksek Geçiş) FFT sistemi kullanılmıştır. Sinyal düzenleme işlemleri Origin Lab Paket programında gerçekleştirilmiştir.

Ön hazırlığı yapılan titreşim verileri SPSS paket programında istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. İlerleme ile titreşim arasındaki korelasyon ve etki değeri istatistiksel olarak araştırılmıştır.

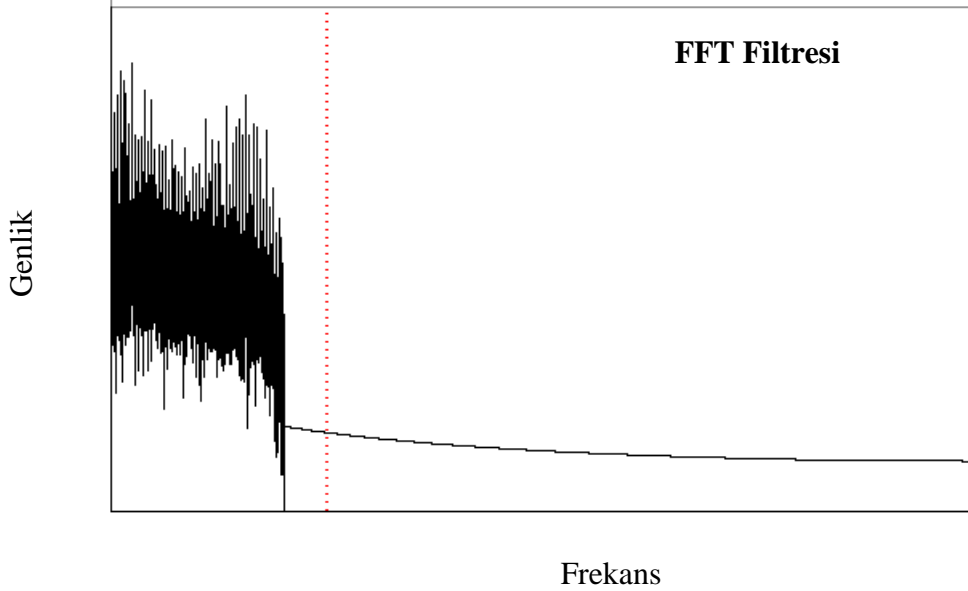
## 3. Bulgular ve Tartışma

Deneylerde, takımın parça boyunca her bir turunda 870400 titreşim sinyali kaydedilmiştir. Veriler gürültüden arındırılmış ve temel titreşim değerleri süzölmüştür. Şekil 4'te 0.1 mm/dev ilerleme değeri için elde edilen titreşim verilerinin gürültü temizlemesi görülmektedir. Grafikteki kırmızı bölge gürültüden arındırılmış bölgeyi temsil etmektedir.



Şekil 4. Gürültüden arındırılmış titreşim verisi (0.1 mm/dev ilerleme).

Gürültüden arındırılan verilere FFT filtresi uygulanarak en yüksek frekansa sahip titreşim değerleri süzölmüştür. Bu sayede frezeleme bileşenlerinden olan malzeme ve takım kaynaklı anlık ve az sayıdaki iniş ve çıkışlar arındırılmıştır. 0.1 mm/dev ilerleme değeri için FFT filtresi uygulaması sonrasında titreşim verilerinin grafiği Şekil 5'te görölmektedir.



Şekil 5. FFT filtresi sonrası titreşim verileri (0.1 mm/dev ilerleme).

Veri çokluğu nedeniyle deney sonuçlarının analizi için tanımlayıcı istatistiksel değerler kullanılmıştır (Tablo 3).

**Tablo 3.** Tanımlayıcı istatistik verileri.

	İstatistik	
0.1_ilerleme	Ortalama	1.2899325
	Standart Sapma	0.92402647
	Skewness	0.889
	Kurtosis	0.275
0.15_ilerleme	Ortalama	1.2890780
	Standart Sapma	0.91701521
	Skewness	0.868
	Kurtosis	0.204
0.2_ilerleme	Ortalama	1.2887065
	Standart Sapma	0.90938696
	Skewness	0.847
	Kurtosis	0.162
0.25_ilerleme	Ortalama	1.2874560
	Standart Sapma	0.90643015
	Skewness	0.843
	Kurtosis	0.151
0.3_ilerleme	Ortalama	1.2877230
	Standart Sapma	0.91008115
	Skewness	0.855
	Kurtosis	0.180

Titreşim ortalama değeri 0.1 mm/dev ilerlemede en yüksek değerdedir. 0.1-0.30 mm/dev arasında ortalama titreşim değeri azalmaktadır. İlerlemenin artışı kesme kuvvetlerini artırmakta ve takımın iş parçası temas noktasına daha fazla baskı yapmaktadır (Salehi et al., 2015). Bu baskı takımın salınımlarını azaltmaktadır. Takım devrinin her bir kesme noktasında yeterli talaş kaldırmaya yetmesi durumunda kesme gerçekleşmekte, aksi takdirde takımın kesme kuvveti yönünde sehim görülmektedir (Yesilyurt & Ozturk, 2006). 0.25 mm/dev ile 0.3 mm/dev arasındaki titreşim farkı çok düşüktür. Bununla birlikte 0.3 mm/dev ilerlemede standart sapma daha büyüktür. Bu durum titreşim değerleri arasındaki standart hatanın daha yüksek olduğunu göstermektedir. 0.25 mm/dev ilerlemeden sonra takım devrinin kesme yeteneği açısından ilerlemeyi karşılayamadığı ve itme kuvvetinin etkisi ile kesik kesik titreştiği sonucuna varılmaktadır (Shaik & J, 2017).

Tüm ilerleme değerleri için Kurtosis ve Skewness değerleri -1.5 ile +1.5 aralığında olması sebebiyle verilerin normal dağılıma uygun olduğu kabul edilmektedir (Tabachnick & Fidell, 2019). Bu sebeple ilerlemeye göre titreşim verileri arasındaki korelasyon Pearson yöntemi ile analiz edilmiştir (Tablo 4).

**Tablo 4.** Korelasyon analizi sonuçları.

		Korelasyon				
		0.1_ilerleme	0.15_ilerleme	0.2_ilerleme	0.25_ilerleme	0.3_ilerleme
0.1_ilerleme	Pearson Korelasyon	1	0.231**	0.080**	-0.048**	-0.088**
0.15_ilerleme	Pearson Korelasyon	0.231**	1	-0.328**	-0.151**	0.491**
0.2_ilerleme	Pearson Korelasyon	.080**	-.328**	1	-0.210**	-0.285**
0.25_ilerleme	Pearson Korelasyon	-0.048**	-0.151**	-0.210**	1	-0.298**
0.3_ilerleme	Pearson Korelasyon	-0.088**	0.491**	-0.285**	-0.298**	1

Korelasyon analizi sonuçlarına göre tüm deneylerde titreşim değerlerinin birbirleri ile olan ilişkileri 0.01 düzeyinde anlamlıdır. 0.25 mm/dev ilerlemede oluşan titreşim değeri diğer deneylerle negatif yönde ilişkilidir. 0.15 mm/dev ilerleme titreşim değerleri 0.1 mm/dev ve 0.3 mm/dev ilerleme titreşim değerleri ile pozitif, diğerleri ile negatif yönde ilişkilidir. 0.3 mm/dev ilerlemedeki titreşim değerleri 0.15 mm/dev ilerleme değerleri ile pozitif, diğerleri ile negatif yönde ilişkilidir. Geriye kalan tüm ilişkiler pozitif yöndedir. En yüksek ilişki 0.491 değeri ile 0.15 mm/dev ile 0.3 mm/dev ilerlemeler arasında gerçekleşmiştir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada frezelemede ilerlemenin titreşim üzerindeki etkisi incelenmiştir. AL7075 malzemesi 0.1-0.15-0.20-0.25-0.30 mm/dev ilerleme değerleri ile sabit devirde bir hat boyunca frezelenmiş ve titreşim ölçümü yapılmıştır. Deney sonuçları istatistiki olarak değerlendirilmiş ve aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- En yüksek titreşim değeri 0.1 mm/dev ilerlemede, en düşük titreşim değeri 0.3 mm/dev ilerlemede gerçekleşmiştir.
- İlerleme arttıkça kesme kuvvetinin etkisi ile titreşim azalmıştır.
- 0.25 mm/dev ve 0.30 mm/dev ilerlemelerdeki titreşim değerleri birbirine çok yakındır. Fakat 0.30 mm/dev’de standart sapma daha büyüktür. Bu durum deneyde kullanılan devir değerinin 0.3 mm/dev ilerleme değerini kesme kabiliyeti açısından tam beslemediği ve takımı kesme kuvvetinin tersi yönünde zayıf talaş kaldırma davranışı ile ittiğini göstermektedir.
- Tüm deneylerdeki titreşim değerleri arasındaki ilişki anlamlıdır. En yüksek ilişki (0.491) 0.15-0.30 mm/dev ilerleme değerleri arasında gerçekleşmiştir.

Çalışma sonucu incelendiğinde ilerlemenin titreşim üzerinde anlamlı bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Çalışma frezeleme işlemlerinde titreşime bağlı yüzey hataları ve takım aşınmasını azaltma yönünde ilerleme parametresinin seçimi ile ilgili literatüre katkı sağlamaktadır.

## Yazarların Katkısı

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

## Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- Antoniali, A. I. S., Diniz, A. E., & Pederiva, R. (2010). Vibration analysis of cutting force in titanium alloy milling. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 50(1), 65-74.
- Bhogal, S. S., Sindhu, C., Dhami, S. S., & Pabla, B. S. (2015). Minimization of surface roughness and tool vibration in CNC milling operation. *Journal of Optimization*, 2015.
- Gomes, S., Renaudin, G., Hagemann, H., Yvon, K., Sulic, M. P., & Jensen, C. M. (2005). Effects of milling, doping and cycling of NaAlH<sub>4</sub> studied by vibrational spectroscopy and X-ray diffraction. *Journal of alloys and compounds*, 390(1-2), 305-313.
- Guo, M., Ye, Y., Jiang, X., & Wu, C. (2020). Comprehensive effect of multi-parameters on vibration in high-speed precision milling. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 108(7), 2187-2195.
- Jiang, H., Long, X., & Meng, G. (2008). Study of the correlation between surface generation and cutting vibrations in peripheral milling. *Journal of Materials Processing Technology*, 208(1-3), 229-238.
- Khorasani, A. M., Saadatkia, P., & Kootsookos, A. (2012). Tool vibration prediction and optimisation in face milling of Al 7075 and St 52 by using neural networks and genetic algorithm. *International Journal of Machining and Machinability of Materials*, 12(1-2), 142-153.
- Kulekci, M. K., Uğur, E. Ş. M. E., Ekşi, A. K., Koçoğlu, Z., & YILMAZ, N. F. (2017). En Aw 5754 (Almg3) alüminyum alaşımının frezelenmesi işleminde kesme parametrelerinin yüzey pürüzlülüğüne etkisinin incelenmesi. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 32(2), 153-160.
- Niu, Q., Jing, L., Wang, C., Li, S., Qiu, X., Li, C., & Xiang, D. (2020). Study on effect of vibration amplitude on cutting performance of SiCp/Al composites during ultrasonic vibration-assisted milling. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 106(5), 2219-2225.
- Rashid, A., & Nicolescu, C. M. (2006). Active vibration control in palletised workholding system for milling. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(12-13), 1626-1636.
- Salehi, M., Albertelli, P., Goletti, M., Ripamonti, F., Tomasini, G., & Monno, M. (2015). Indirect model based estimation of cutting force and tool tip vibrational behavior in milling machines by sensor fusion. *Procedia CIRP*, 33, 239-244.
- Sasaki, K., Masuda, T., Ishida, H., & Mitsuda, T. (1996). Structural degradation of tobermorite during vibratory milling. *Journal of the American Ceramic Society*, 79(6), 1569-1574.
- Shaik, J. H. (2017). Optimal selection of operating parameters in end milling of Al-6061 work materials using multi-objective approach. *Mechanics of Advanced Materials and Modern Processes*, 3(1), 1-11.
- Subramanian, M., Sakthivel, M., Sooryaprakash, K., & Sudhakaran, R. (2013). Optimization of end mill tool geometry parameters for Al7075-T6 machining operations based on vibration amplitude by response surface methodology. *Measurement*, 46(10), 4005-4022.

- Tabachnick, B. G., Fidell, L. S., & Ullman, J. B. (2007). Using multivariate statistics (Vol. 5, pp. 481-498). Boston, MA: pearson.
- Toh, C. K. (2004). Vibration analysis in high speed rough and finish milling hardened steel. *Journal of Sound and Vibration*, 278(1-2), 101-115.
- Yang, B., Guo, K., Liu, J., Sun, J., Song, G., Zhu, S., ... & Jiang, Z. (2020). Vibration singularity analysis for milling tool condition monitoring. *International Journal of Mechanical Sciences*, 166, 105254.
- Yesilyurt, I., & Ozturk, H. (2007). Tool condition monitoring in milling using vibration analysis. *International journal of production research*, 45(4), 1013-1028.
- YILDIZ, M., & SARUHAN, H. (2018). Experimental Vibration Analysis of Titanium Aluminum Nitride (TiAlN) Coated Milling Cutting Tool Effects on Surface Roughness of AISI 4140 Steel Products. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 6(4), 745-753.
- YILMAZ, V., Dilipak, H., SARIKAYA, M., YILMAZ, C., & Meral, G. (2014). Frezeleme işlemlerinde titreşimi ve yüzey pürüzlülüğünü etkileyen parametrelerin optimizasyonu. *Teknik Bilimler Dergisi*, 4(1), 37-44.
- Caixu, Y. U. E., Haining, G. A. O., Xianli, L. I. U., Liang, S. Y., & Lihui, W. A. N. G. (2019). A review of chatter vibration research in milling. *Chinese Journal of Aeronautics*, 32(2), 215-242.



## A Stable Path Following Algorithm Based on Adaptive Target Points for Unmanned Surface Vehicles

Osman ÜNAL<sup>1\*</sup>, Nuri AKKAŞ<sup>2</sup>, Gökhan ATALI<sup>3</sup>, Sinan Serdar ÖZKAN<sup>4</sup>,  
Altuğ YENGİNAR<sup>5</sup>

### Abstract

This study proposes a stable and robust path following algorithm for Unmanned Surface Vehicles (USVs). The main objective of this paper is to optimize a key parameter in the improved algorithm to minimize tracking errors. In this study, firstly a stability criterion is developed to limit this parameter and make stable navigation. This model determines the unique target points for each time step using the optimum and flexible parameter in contrast fixed value used in previous studies. The proposed stability criterion and the turning rate data obtained from the previous time step are used to determine this optimum parameter. It provides smooth and precise navigation at critical points like as sharp turning maneuvers. Moreover, it includes saturation for maximum turning rate to make realistic navigation. The proposed model in this study reduces tracking errors by around 20% compared to the conventional carrot-chasing algorithm. Finally, a numerical simulator for USVs in the Matlab environment has been included in the Appendix to support the work of other researchers.

**Keywords:** Unmanned Surface Vehicle, Path Following Algorithm, Tracking error.

## İnsansız Su Üstü Araçları için Uyarlanabilir Hedef Noktalarına Dayalı Kararlı bir Yol İzleme Algoritması

### Öz

Bu çalışma, insansız su üstü araçları için kararlı bir yol izleme algoritması önermektedir. Bu makalenin temel amacı, izleme hatalarını en aza indirmek için geliştirilmiş algoritmadaki bir anahtar parametreyi optimize etmektir. Bu parametreyi sınırlandırmak ve istikrarlı bir seyir yapmak için kararlılık kriteri belirlenmiştir. Bu model, önceki çalışmalarda kullanılan sabit değere karşılık optimum ve esnek parametreyi kullanarak her zaman adımı için benzersiz hedef noktalarını belirler. Önerilen kararlılık kriteri ve önceki zaman adımından elde edilen dönüş hızı verileri bu optimum parametreyi belirlemek için kullanılmaktadır. Bu çalışmada geliştirilen yöntem, keskin dönüş manevraları gibi kritik noktalarda daha düzgün bir seyirin gerçekleşmesini sağlar. Ayrıca, gerçekçi seyir yapmak için maksimum dönüş hızı için bir üst sınır içerir. Bu çalışmada önerilen model, geleneksel yol izleme algoritmasına kıyasla izleme hatalarını yaklaşık %20 oranında azaltmaktadır. Son olarak, diğer araştırmacıların çalışmalarını kolaylaştırmak için Matlab ortamında hazırlanan sayısal bir simülator, çalışmanın sonuna eklenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** İnsansız Su Üstü Aracı, Yol Takip Algoritması, İzleme hatası.

<sup>1</sup>Sakarya University of Applied Sciences, Department of Mechanical Engineering , Sakarya, Turkey, [osmanunal@subu.edu.tr](mailto:osmanunal@subu.edu.tr)

<sup>2</sup>Sakarya University of Applied Sciences, Department of Mechanical Engineering , Sakarya, Turkey, [nuriakkas@subu.edu.tr](mailto:nuriakkas@subu.edu.tr)

<sup>3</sup>Sakarya University of Applied Sciences, Department of Mechatronic Engineering , Sakarya, Turkey, [gatali@subu.edu.tr](mailto:gatali@subu.edu.tr)

<sup>4</sup>Sakarya University of Applied Sciences, Department of Mechatronic Engineering , Sakarya, Turkey, [sozkan@subu.edu.tr](mailto:sozkan@subu.edu.tr)

<sup>5</sup>Sakarya University of Applied Sciences, Maritime Higher Vocational School, Sakarya, Turkey, [altuyenginar@subu.edu.tr](mailto:altuyenginar@subu.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-1101-6561>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0001-7477-7777>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0003-1215-9249>

<sup>4</sup><https://orcid.org/0000-0003-3509-2374>

<sup>5</sup><https://orcid.org/0000-0002-5382-4690>

## 1. Introduction

Oceans account for more than 90% of the world's water and more than 80% of the oceans haven't been discovered yet. The oceans contain the greatest wealth of natural resources for human beings. The exploration, monitoring, operation, and protection of the oceans are critical to effectively using this natural resource treasure and mitigating the impact of global climate change (Zereik et al., 2018). Autonomous vessels can undertake a variety of maritime operations such as marine data collection and resource exploration, environmental sampling and monitoring, coastal surveillance, reconnaissance, and patrol (Peng et al., 2020; Shi et al., 2017; Liu et al., 2016; Shi et al., 2017; Campbell et al., 2012). Through the development and increased use of autonomous marine vehicles, it is possible to reduce personnel costs and increase operational efficiency.

Path following algorithms are increasingly being used in autonomous marine vehicles due to their adaptability and resilience. Many researchers (Gu et al., 2022), (Garcia & Zangwill, 1981), (Bibuli et al., 2007), (Keller, 1987), (Gould & Tolle, 1983), (Rheinboldt, 1986), (Allgower & Georg, 1993), (Todd, 1976a) and (Seydel, 1988) studied the improvements in numerical path following in terms of adaptations, efficiency, applications, and complexity analysis. Some of these studies in the field of path following were adapted to the maritime sector and autonomous marine vehicles were designed.

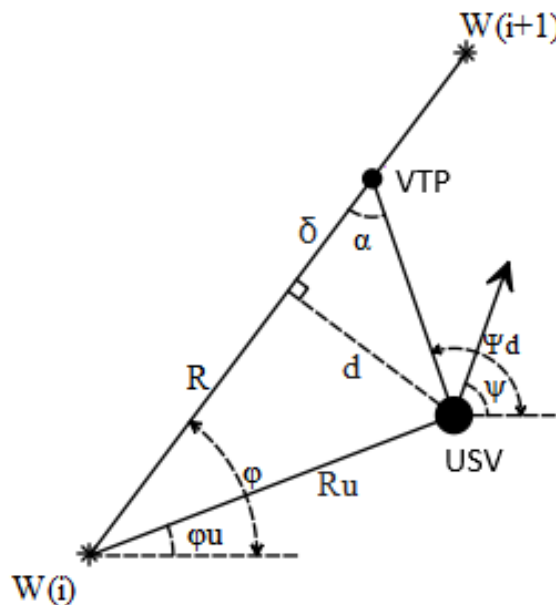
One of the methods used in the path following algorithm is the carrot chasing algorithm in the literature. It is preferred by many researchers (Perez et al., 2019; Chung et al., 2020; Jin et al., 2020) due to its simplicity and easy applicability. Moreover, it is an effective technique to catch the desired path for USVs. However, it has a weakness. In the carrot chasing algorithm, a fixed parameter is used to determine target points ignoring stability condition, maneuverability (maximum turning angle per second), and current position of the autonomous vehicle. This omission leads to substantial tracking errors; furthermore, it causes unstable navigation in some cases. This study proposes a robust flexible value for this crucial key parameter considering turning rate and position of the USV. This flexible parameter is limited to a stability condition improved in this study to make stable and accurate navigation. The proposed algorithm uses the unique target points derived from the flexible value for each time step. The developed algorithm for USVs decreases tracking errors by around 20% compared to the carrot-chasing algorithm.

## 2. Materials and Methods

The large percentage of USV tasks are based on linear lines following the model and this study deals with it. Cross-track error is the difference between the current position of the vehicle and the

planned route. The first expectation from a proper path following algorithm is to minimize the cross-track error. Secondly, it must reduce the difference between the predefined course angle and the vehicle course angle.

There are two types of path following algorithms namely geometric algorithms (Conte et al., 2004; Naini, 2015; Sujit et al., 2014; Nelson et al., 2007; Meenakshisundaram et al., 2010) and control-based algorithms (Lee et al., 2010; Miao & Fang, 2012; Subbarao & Ahmed, 2014). Geometric algorithms are simple to implement and easy to understand. One of the most commonly used geometric algorithms is the Carrot Chasing algorithm. It generates a virtual target point on the desired path to determine the course angle in each time step. Just as a rabbit chases a carrot, the USV continuously follows this virtual target point. The course angle of USV is determined according to this virtual target point. Therefore, the virtual target point on the predefined path must be selected properly to make stable and accurate navigation. Schematic of two-dimensional Carrot Chasing Algorithm has been shown in Figure 1. In Figure 1,  $W(i)$  is previous or initial desired target point,  $W(i+1)$  is desired target point, the distance between  $W(i)$  and  $W(i+1)$  is desired path, USV represents the unmanned surface vehicle, the planned point on desired path is the virtual target point (VTP) of USV,  $d$  is the minimum distance between the desired path and the USV which means cross-track error,  $\Psi$  represents current course angle,  $\Psi_d$  represents desired course angle determined according to the virtual target point and  $\delta$  is a key parameter to make the best navigation.



**Figure 1.** The Carrot Chasing Algorithm.

The conventional Carrot Chasing Algorithm uses a fixed  $\delta$  for every time step. However, the unique  $\delta$  value in each time step must be determined according to the position and turning rate of USV to

make accurate and stable navigation. This paper proposes stability criterion to satisfy stable navigation:

$$v d_t \leq \delta / \cos \alpha \quad (1)$$

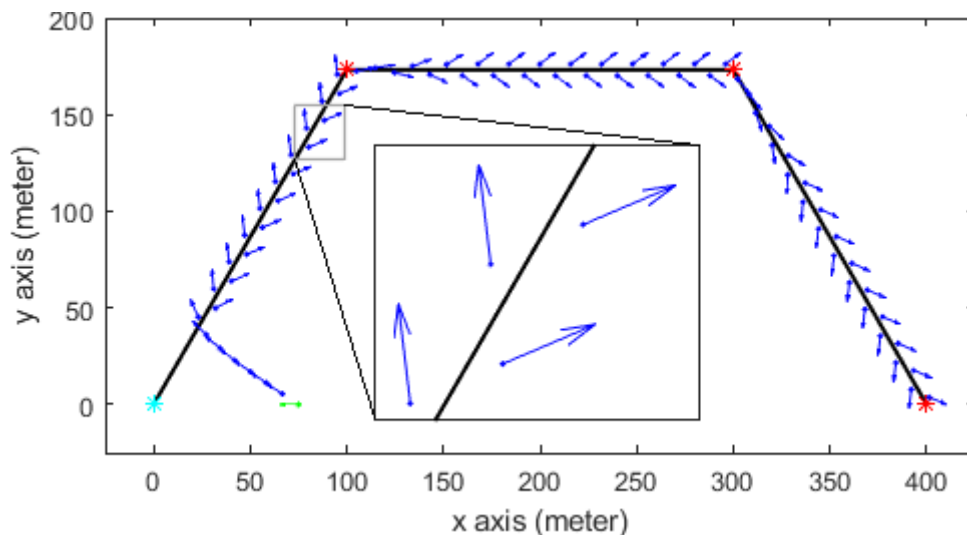
In Equation 1,  $v$  is velocity,  $dt$  is the time step size, and  $\alpha$  is the angle between desired path and desired course. Equation 1 implies that the position change of the USV in each time step must be equal to or lesser than the distance between the virtual target point and the current position of the USV. It means the actual position of the USV in the next time step must be on the predefined path or between the last position of the USV and the predefined path. Otherwise, the navigation of the USV is unstable. Equation 2 shows the minimum distance of  $\delta$  to satisfy stable navigation.

$$\delta \geq v d_t \cos \alpha \quad (2)$$

The value of  $\alpha$ , which maximizes the right-hand side in Equation 2, is zero. In that case, stability criterion is expressed as following Equation 3.

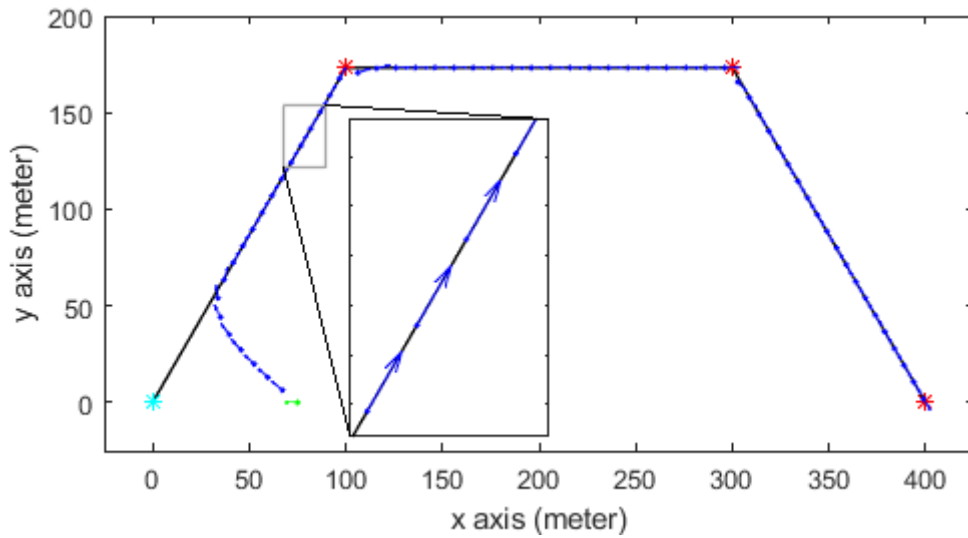
$$\delta \geq v d_t \quad (3)$$

In this study, it is supposed that the velocity of the USV is 20 meter per second and time step size is 0.5 second. In this case, the right hand size in Equation 3 is 10 meter for each time step. The  $\delta$  value must be equal to 10 meter or greater than 10 meter in order to obtain a stable navigation.



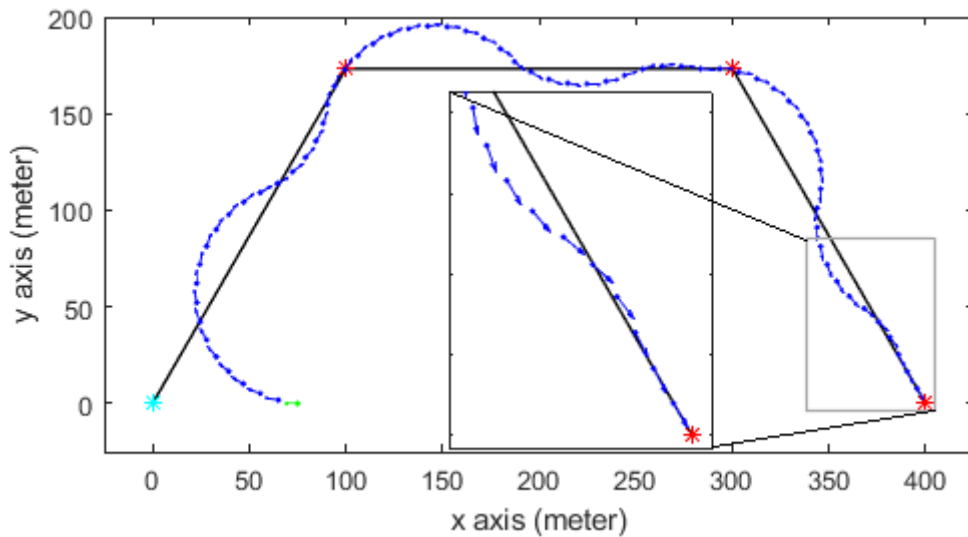
**Figure 2.** An unstable navigation for  $\delta=4$  meter with unlimited turning rate.

Figure 2 shows an unstable navigation for  $\delta$  value is equal to 4 meter for every time step. On the other hand, Figure 3 shows a stable navigation for  $\delta$  value is equal to 11 meter.



**Figure 3.** A stable navigation for  $\delta=11$  meter with unlimited turning rate.

One another important parameter for a realistic and stable navigation is the limit of turning rate of the USV in each time step. Figure 4 shows a stable and realistic navigation using  $\delta$  value is 11 meter and the maximum turning rate is 20 degrees per second.

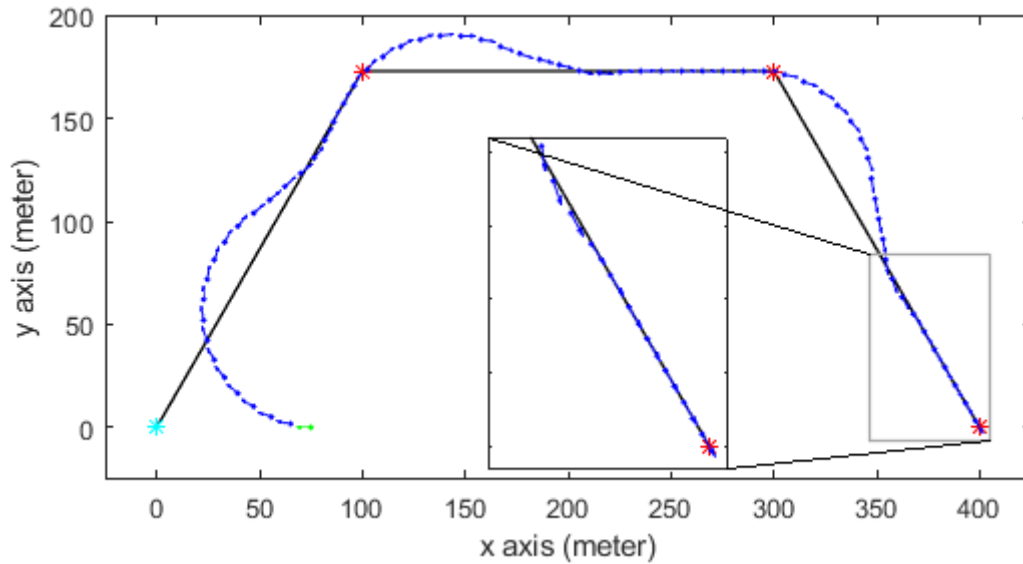


**Figure 4.** A stable and realistic navigation ( $\delta=10$  meter and maximum turning rate=20 deg/s).

Secondly, this study proposes a flexible  $\delta$  value instead of the fixed  $\delta$  parameter to get an optimum, accurate, stable and realistic navigational path. Equation 4 shows proposed flexible  $\delta$  value:

$$\delta \geq v d_t (1 + tr/tr_{max}) \tag{4}$$

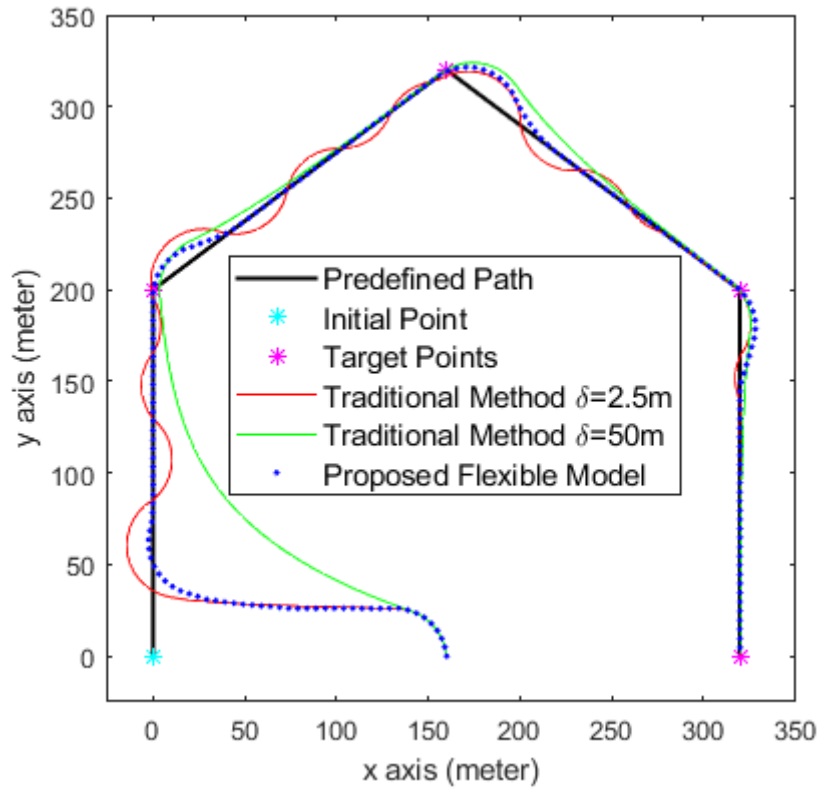
In Equation 4,  $tr$  represents the turning rate of the USV using current course angle, previous course angle and time step size.  $tr_{max}$  is a saturation and it represents maximum turning rate of the USV to simulate a realistic navigation. Figure 5 indicates an optimum, stable and realistic navigation using flexible  $\delta$  value.



**Figure 5.** An optimum and stable and realistic navigation using flexible  $\delta$  value (maximum turning rate=20 deg/s).

### 3. Findings and Discussion

In this section, it is supposed that velocity of the USV is 10 meter per second, maximum turning rate is 20 degrees per second, total simulation time is 100 second, time step size is 0.5 second, and initial course angle of the USV is 90 degrees. Initial position of the USV is (160,0) in coordinate system and four different target points are selected for navigation namely (0,200), (160,320), (320,200) and (320,0). In order to minimize tracking errors during autonomous navigation, the  $\delta$  parameter needs to be optimized. The optimum  $\delta$  value varies according to the maneuverability of the autonomous vehicle and the distance of the autonomous vehicle to the desired route. For this reason, using a fixed  $\delta$  value, as in previous studies, increases the tracking errors significantly. Choosing the  $\delta$  value too small than the optimum value causes stability problems and makes cross tracking errors unacceptable (red colored navigation in Figure 6,  $\delta=2.5$  meter). Although USV catches the predefined path immediately, it makes an aggressive navigation like a snake by crossing to the opposite side of the road. On the other hand, choosing the  $\delta$  value higher than the optimum value causes the autonomous vehicle to travel far from the desired route (green colored navigation in Figure 6,  $\delta=50$  meter), again increasing the tracking errors. Therefore, determining the optimum  $\delta$  value for each time step reduces tracking errors.



**Figure 6.** Advantage of flexible model over the traditional technique.

In Figure 6, unlike conventional methods, proposed flexible model (blue circles) determines the optimal navigational parameter and it adjust the  $\delta$  value according to velocity, maximum turning rate and position of USV. Table 1 shows tracking errors for different  $\delta$  parameters and the proposed flexible model. This study proposes an algorithm that can determine the optimum sigma values for each time step. According to Table 1, the proposed Flexible Algorithm decreases tracking errors significantly compared to the conventional carrot chasing algorithm used a fixed  $\delta$  value.

**Table 1.** Tracking errors (meter) for different navigations.

	Tracking Error (m)	Error Percentage (%)
$\delta=2.5$ m ( $\delta <$ stability criteria)	3784.6	13.7
$\delta=5$ m ( $\delta =$ stability criteria)	3442.5	3.4
$\delta=15$ m ( $\delta >$ stability criteria)	3386.2	1.7
$\delta=25$ m ( $\delta >$ stability criteria)	3522.2	5.8
$\delta=35$ m ( $\delta >$ stability criteria)	3721.1	11.8
$\delta=45$ m ( $\delta >$ stability criteria)	3849.4	15.6
$\delta=50$ m ( $\delta >$ stability criteria)	4024.9	20.9
Proposed flexible $\delta$ value	3329.1	-

#### 4. Conclusion

In previous studies related to the carrot chasing algorithm, fixed  $\delta$  parameters have been used. In this study, it is observed that using the fixed  $\delta$  value is not convenient for every position of the USV on the navigation map and the fixed  $\delta$  parameter is not appropriate for USVs which have different maneuverability (maximum turning rate). This study firstly proposes the stability criterion in order to limit the minimum  $\delta$  value for stable and realistic navigation. Secondly, this paper presents a smooth, accurate as well as stable path following algorithm using the proposed stability criterion. When compared to the traditional carrot-chasing algorithm used fixed parameters ( $\delta=2.5\text{m}$ ,  $\delta=5\text{m}$ , and  $\delta=50\text{m}$ ), the proposed innovative model reduces tracking errors by roughly 14%, 3% and 20% respectively. Using the turning rate data from the previous time step, this algorithm determines the unique target points for each time step. During the sharp turning movements, it enables smooth and precise navigation. The proposed model has also saturation for the highest possible turning rate, allowing for realistic navigation. Moreover, this study also presents a numerical simulator for USVs in the Matlab environment so that alternative path following algorithms can be compared. It is possible to adjust the number and position of waypoints, the USV's initial course angle, and the USV's initial position and velocity in this simulator. Finally, all Matlab codes related to the numerical simulator have been added to this paper to facilitate other researchers' work.

#### Acknowledgements

This work was supported by Research Fund of the Sakarya University of Applied Sciences. Project Number: 132-2023. Authors would like to thank Sakarya University of Applied Sciences.

#### Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

#### References

- Allgower, E. L., & Georg, K. (1993). Continuation and path following. *Acta numerica*, 2, 1-64.
- Bibuli, M., Caccia, M., & Lapierre, L. (2007). Path-following algorithms and experiments for an autonomous surface vehicle. *IFAC Proceedings Volumes*, 40(17), 81-86.
- Campbell, S., Naeem, W., & Irwin, G. W. (2012). A review on improving the autonomy of unmanned surface vehicles through intelligent collision avoidance manoeuvres. *Annual Reviews in Control*, 36(2), 267-283.
- Chung, S. H., Sah, B., & Lee, J. (2020). Optimization for drone and drone-truck combined operations: A review of the state of the art and future directions. *Computers & Operations Research*, 123, 105004.



- Conte, G., Duranti, S., & Merz, T. (2004). Dynamic 3D path following for an autonomous helicopter. *IFAC Proceedings Volumes*, 37(8), 472-477.
- Garcia, C. B. (1981). Pathways to solutions. *Fixed Points and Equilibria*.
- Gould, F. J., & Tolle, J. W. (1983). Complementary pivoting on a pseudomanifold structure with applications in the decision sciences (Vol. 2). Heldermann.
- Gu, N., Wang, D., Peng, Z., Wang, J., & Han, Q. L. (2022). Advances in Line-of-Sight Guidance for Path Following of Autonomous Marine Vehicles: An Overview. *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics: Systems*.
- Jin, X., Mei, W., & Zhaolong, Y. (2020, March). Path Following Control for Unmanned Aerial Vehicle Based on Carrot Chasing Algorithm and PLOS. In *2020 IEEE International Conference on Artificial Intelligence and Information Systems (ICAIS)* (pp. 571-576). IEEE.
- Keller, H. B. (1987). Lectures on numerical methods in bifurcation problems. *Applied Mathematics*, 217, 50.
- Lee, S., Cho, A., & Kee, C. (2010). Integrated waypoint path generation and following of an unmanned aerial vehicle. *Aircraft Engineering and Aerospace Technology*.
- Liu, Z., Zhang, Y., Yu, X., & Yuan, C. (2016). Unmanned surface vehicles: An overview of developments and challenges. *Annual Reviews in Control*, 41, 71-93.
- Meenakshisundaram, V. S., Gundappa, V. K., & Kanth, B. S. (2010). Vector field guidance for path following of MAVs in three dimensions for variable altitude maneuvers. *International Journal of Micro Air Vehicles*, 2(4), 255-265.
- Miao, C. X., & Fang, J. C. (2012). An adaptive three-dimensional nonlinear path following method for a fix-wing micro aerial vehicle. *International Journal of Advanced Robotic Systems*, 9(5), 206.
- Naini, S. J. (2015). Optimal Line-of-Sight guidance law for moving targets. In *14th International Conference of Iranian Aerospace Society*.
- Nelson, D. R., Barber, D. B., McLain, T. W., & Beard, R. W. (2007). Vector field path following for miniature air vehicles. *IEEE Transactions on Robotics*, 23(3), 519-529.
- Peng, Z., Wang, J., Wang, D., & Han, Q. L. (2020). An overview of recent advances in coordinated control of multiple autonomous surface vehicles. *IEEE Transactions on Industrial Informatics*, 17(2), 732-745.
- Perez-Leon, H., Acevedo, J. J., Millan-Romera, J. A., Castillejo-Calle, A., Maza, I., & Ollero, A. (2019, November). An aerial robot path follower based on the 'carrot chasing' algorithm. In *Iberian Robotics conference* (pp. 37-47). Springer, Cham.
- Rheinboldt, W. C. (1986). *Numerical analysis of parametrized nonlinear equations*. Wiley-Interscience.
- Seydel, R. (1988). *From Equilibrium to Chaos. Practical Bifurcation and Stability Analysis* Elsevier Science Publishers.
- Shi, Y., Shen, C., Fang, H., & Li, H. (2017). Advanced control in marine mechatronic systems: A survey. *IEEE/ASME Transactions on Mechatronics*, 22(3), 1121-1131.
- Subbarao, K., & Ahmed, M. (2014). Nonlinear guidance and control laws for three-dimensional target tracking applied to unmanned aerial vehicles. *Journal of Aerospace Engineering*, 27(3), 604-610.
- Sujit, P. B., Saripalli, S., & Sousa, J. B. (2014). Unmanned aerial vehicle path following: A survey and analysis of algorithms for fixed-wing unmanned aerial vehicles. *IEEE Control Systems Magazine*, 34(1), 42-59.
- Todd, M. J. (2013). *The computation of fixed points and applications* (Vol. 124). Springer Science & Business Media.
- Zereik, E., Bibuli, M., Mišković, N., Ridao, P., & Pascoal, A. (2018). Challenges and future trends in marine robotics. *Annual Reviews in Control*, 46, 350-368.

## Appendix

```

clc,clearvars,close all

%Input Data
W0=[0,0]; W1=[0,200]; W2=[160,320]; W3=[320,200]; W4=[320,0];
W=[W0;W1;W2;W3;W4];%positions of waypoints (m)
p=[160,0];%position of usv (m)
v=10;%velocity of usv (m/s)
psip=90;%course angle of usv (degree)
tr_max=20;%max turning rate of usv (degree/s)
tt=100;%total simulation time (s)
dt=0.5;%time interval (s)
cc=0.001; %cos(a) convergence criteria
bk=1000; %break criteria for while loop

%Output Data
j=1;
d=NaN; phi(1:length(W))=NaN; pp=NaN; pp(1,1:2)=p;
plot(p(1),p(2),'go','markerfacecolor','g','MarkerSize',1.8)
hold on
plot(W(1:end,1),W(1:end,2),'k','lineWidth',1.5)
plot(W(1,1),W(1,2),'c*')
% quiver(p(1),p(2),cosd(psip),sind(psip),80,'g','MaxHeadSize',2)
for i=1:length(W)-1
phi(i)=atan2d((W(i+1,2)-W(i,2)),(W(i+1,1)-W(i,1)));
for t=0:dt:tt
Ru=sqrt((W(i,1)-p(1))^2+(W(i,2)-p(2))^2);
phiu=atan2d((W(i,2)-p(2)),(W(i,1)-p(1)));
beta=phi(i)-phiu;
R=abs(Ru*cosd(beta));
d(j)=abs(Ru*sind(beta));

csap=1;
tr=0;
diff_csa=1;
k=1;
while diff_csa>cc
delta=v*dt*csap*(1+tr/tr_max);
if d(j)/v*0.6<=abs(phi(i)-psip)/tr_max; delta=delta/csap; end
% delta=50;
vtp=[W(i,1)+cosd(phi(i))*(R+delta),W(i,2)+sind(phi(i))*(R+delta)];
psi=atan2d((vtp(2)-p(2)),(vtp(1)-p(1)));
tr=abs(psi-psip)/dt;
csa=delta/sqrt(delta^2+d(j)^2);
diff_csa=abs(csa-csap);
csap=csa;
k=k+1;
if k>bk; break; end
end
% disp(k)

if tr>tr_max && psi>psip; psi=psip+tr_max*dt; end
if tr>tr_max && psi<psip; psi=psip-tr_max*dt; end
p=[p(1)+v*cosd(psi)*dt,p(2)+v*sind(psi)*dt];
pp(j+1,1:2)=p;
psip=psi;

```

```
j=j+1;

% set(gcf, 'Units', 'Normalized', 'OuterPosition', [0 0 1 1]);
plot(W(i+1,1),W(i+1,2), 'r*')
plot(p(1),p(2), 'bo', 'markerfacecolor', 'b', 'MarkerSize', 1.8)
% quiver(p(1),p(2), cosd(psi), sind(psi), 80, 'b', 'MaxHeadSize', 2)
axis equal
xlim([-25 350])
ylim([-25 350])
xlabel('x axis (meter)')
ylabel('y axis (meter)')
set(gcf, 'Color', 'white')
% hold off
pause(0.1)
if sqrt( (p(1)-W(i+1,1))^2 + (p(2)-W(i+1,2))^2) < v*dt; break; end
end
end
disp(sum(d))
```

## Doğrudan Güneş Enerjisi Kullanılarak Tekstil Atıksularının Elektrokoagülasyon ile Arıtımı

Gülizar KURTOĞLU AKKAYA<sup>1\*</sup>, İbrahim ÜÇGÜL<sup>2</sup>

### Öz

Bu çalışmada, yenilenebilir bir enerji kaynağı güneş enerjisi ve atık metaller kullanılarak yeşil ve sürdürülebilir bir elektrokoagülasyon prosesi ile yüksek boya konsantrasyonu içeren tekstil atıksuların arıtımı değerlendirilmiştir. Doğrudan bir fotovoltaik panel (PV) ile desteklenen elektrokoagülasyon sürecinde ilk olarak güneş enerjisinden elde edilen akımın, tekstil atıksuyundaki değişimleri on saat boyunca izlenmiş ve kaydedilmiştir. Elde edilen akım değerleri 0,5A-2A aralığında değişmiş ve bu aralıkta yedi farklı akımda farklı elektroliz sürelerinde (0-60 dakika) hurdaya ayrılmış demir elektrotlar kullanılarak elektrokoagülasyon ile arıtım gerçekleştirilmiştir. Arıtım sonrasında KOİ ve renk giderim verimleri belirlenmiş ve her birim akım değeri için optimum elektroliz süresi elde edilmiştir. Ayrıca, asidik, nötr ve alkali pH koşullarında kirlilik giderimi değerlendirilmiştir. Sonuç olarak pilsiz doğrudan elektrokoagülasyonla tekstil atıksularının arıtımı atıksu pH'sında 1A 15 dk işletme koşulunda en yüksek KOİ (%92) ve renk (%95) giderimi elde edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Elektrokoagülasyon, fotovoltaik panel, güneş enerjisi, tekstil atıksuyu

## Treatment of Textile Wastewater by Electrocoagulation Using Direct Solar Energy

### Abstract

In this study, the treatment of textile wastewater containing high dye concentration was evaluated by a green and sustainable electrocoagulation process using solar energy which is a renewable energy source and waste metals. In the electrocoagulation process directly supported energy by a photovoltaic panel (PV), the changes in the current obtained from the solar energy in the textile wastewater were monitored and recorded for ten hours. The current values varied in the range of 0.5A-2A, and in this range, the electrocoagulation was carried out using scrap iron electrodes at different electrolysis times (0-60 min) at seven different currents. After the treatment, the COD and color removal efficiencies were determined, and the optimum electrolysis time was obtained for each unit current value. In addition, pollution removal was evaluated at acidic, neutral and alkaline pH conditions. As a result, the highest COD and color removal were achieved in the treatment of textile wastewater with battery-free direct electrocoagulation at 1A 15 min operating condition at wastewater pH and were determined as 92% and 95%, respectively.

**Keywords:** Electrocoagulation, photovoltaic panel, solar energy, textile wastewater.

<sup>1</sup>Necmettin Erbakan Üniversitesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye, ka.gulizar@gmail.com, gakkaya@erbakan.edu.tr

<sup>2</sup>Süleyman Demirel Üniversitesi, Yenilenebilir Enerji Kaynakları Uygulama ve Araştırma Merkezi, Isparta, Türkiye,

<sup>2</sup>Süleyman Demirel Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye, ibrahimucgul@sdu.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-4779-0428>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0001-9794-0653>

## 1. Giriş

Tekstil endüstrisi, haşıl sökme, yıkama, ağartma, boyama ve baskı gibi birçok farklı ıslak işleme operasyonları için önemli miktarda su tüketen ve çok çeşitli özelliklere sahip olan bir atıksu üretmektedir. Bu nedenle, gerçek endüstriyel tekstil atıksuları, son derece karmaşık bir matrise sahip yüksek oranda kirlenmiş ve zehirli atıksulardır (Jegatheesan ve ark., 2016). Yüksek oksijen ihtiyacı (özellikle kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ), yüksek renk konsantrasyonu ve büyük miktarda toplam askıda ve çözünmüş katı madde tekstil atıksu matrisinin en belirgin özellikleridir (Aouni ve ark., 2009; El-Gohary & Tawfik, 2009). Bu sebeple, uygun bir arıtma yönteminin seçimi kirleticilerin zararlı etkilerini en aza indirmek için önemlidir.

Tekstil atıksularının arıtılması için biyolojik arıtma, adsorpsiyon, iyon değişimi ve membran filtrasyonu, kimyasal pıhtılaşma ve elektrokoagülasyon gibi fiziksel veya elektrokimyasal prosesler uygulanmaktadır (Siddique ve ark., 2017). Elektrokoagülasyon, endüstriyel atıksuların arıtılması için etkili ve öne çıkan proseslerden biridir ve geleneksel pıhtılaşma yöntemlerine göre birçok avantajı bulunmaktadır (De Maman ve ark., 2022; Pacheco ve ark., 2022).

Elektrokoagülasyon, sulu çözelti içerisinde daldırılmış anot ve katottan oluşan metal elektrotlara elektrik akımının uygulanması ile atıksu arıtımını sağlayan bir prosesdir. Uygulanan akım ile elektrotlar çözelti içerisinde çözünür ve çözünen anotta oksidasyon katotta ise indirgeme meydana gelmektedir (Mollah ve ark., 2001). Çözünmüş metalik iyonlar ile suda bulunan kirleticilerin reaksiyona sonucu atıksu arıtımı gerçekleşmektedir. Genellikle proseste demir (Fe) ve alüminyum metalleri kullanılmaktadır. Elektrokoagülasyonda Fe elektrot kullanıldığında sulu çözeltide meydana gelen ana anodik ve katodik reaksiyonlar Denklem (1) ve (2)'de verilmiştir.



Elektrokoagülasyon ile atıksu arıtımında elektrot maliyeti ve enerji tüketim maliyetleri, arıtma prosesinin kullanılabilirliğini sınırlayan faktörlerdir. Bu sebeple birçok araştırmacı bu konu üzerinde araştırmalar yapmaktadır. Birçok çalışmada atık hurda metallerin elektrokoagülasyonda kullanılarak elektrot maliyetinin ortadan kaldırılabilceği belirtilmiştir (Akkaya, 2022; Bani-Melhem ve ark., 2023; Nippatla & Philip, 2020). Saf metaller kadar verimli bir arıtma sağlayan hurda metaller, son yıllarda elektrokoagülasyon çalışmalarında tercih edilmeye başlanmıştır.

Bununla birlikte, enerji maliyetini en aza indirmek için elektrokimyasal arıtma teknikleri ile yenilenebilir bir enerji kaynağı kombine edilerek yeşil teknolojiler geliştirilmiştir. En yaygın ve incelenenlerden biri fotovoltaiik güçtür (Valero ve ark., 2008). Fotovoltaiik hücreler (PV) sayesinde

güneş enerjisinden arıtma için gerekli olan elektrik akımı sağlanarak etkili ve ucuz arıtma yapılabilmektedir. Bu nedenle, birçok araştırmacı çalışmalarını elektrokimyasal süreçlere güç sağlamak için yeşil enerjilerin kullanımına odaklanmıştır (Pandey ve ark., 2021; Park ve ark., 2008; Valero ve ark., 2014). Çalışmalarda, PV modülü doğrudan reaktöre bağlanarak, güneş enerjisinin daha kolay bir şekilde daha yüksek verimlilikle çalıştırılması, ekipman ve bakım maliyetlerinde azalma sağlanması ve enerji depolama için gerekli pilin kullanılmaması ile sonrasında meydana gelecek pil atığının olmaması düşünülmüştür (Thomson & Infield, 2003; 2005). Buna ilaveten, güneşten elde edilen enerjinin gece ve sıfır üretim saatlerinde kullanılabilmesi için enerji depolama ekipmanına ihtiyaç olduğu da belirtilmektedir. Ancak, enerjinin depolamasında kimyasal ve elektrik enerjileri arasındaki dönüşüm enerji kayıplarına yol açabilmektedir.

Yapılan çalışmada, yüksek boya konsantrasyonu içeren bir tekstil atıksuyunun etkili ve düşük maliyetli arıtımı için pilsiz, doğrudan güneş enerjisi kullanılarak elektrokoagülasyon ile arıtımı amaçlanmıştır. Çalışmanın ilk adımında PV modülden sağlanan enerjinin tekstil atıksuyu üzerindeki akım değişimleri kaydedilmiştir. Elde edilen en düşük ve en yüksek akım değerleri arasında belirlenen farklı akım koşullarında hurda metaller kullanılarak renk ve kirletici giderimi gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonunda, hem PV hem de hurda metaller kullanılan elektrokoagülasyon ile etkili ve sıfır arıtma maliyetli atıksu arıtımı sağlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Atıksu Temini ve Karakterizasyonu

Tekstil atıksuyu, reaktif boyar maddelerin kullanıldığı bir iplik fabrikasının atıksu arıtma tesisinden alınmıştır. Fabrikada, iplik boyama için çektirme (exhaust), terbiye için ise emdirme (pad batch) yöntemleri kullanılmaktadır. Reaktif boyar madde türü fabrikadan talep edilen ipliğin rengine göre çeşitlilik göstermektedir. Terbiye tesisinde boyanan iplikteki boya fazlalığını gidermek için zaman zaman yıkama yapılmaktadır. Fabrika atıksu arıtma tesisine, fabrikanın iplik boyama, evsel atıksu ve terbiye tesisi birimlerinden atıksular gelmektedir. Bu atıksular sülfirik asit veya hidroklorik asit (HCl) ile nötralize edilerek biyolojik arıtma yapılmaktadır. Arıtılan su çöktürme işlemlerinden sonra şehir kanalizasyon hattına deşarj edilmektedir.

Bu çalışmada arıtma tesisi girişinden ayın farklı iki gününde atıksu numuneleri alınmıştır. Kompozit tekstil atıksuyunun karakterizasyonu Tablo1'de verilmiştir. Arıtma tesisine terbiye tesisinden gelen yıkama suları sebebiyle bu çalışmada kullanılan KOİ konsantrasyonu 479 mg/L olmuştur. Atıksu deneysel çalışmalar gerçekleşene kadar +4 °C'de bekletilmiştir.

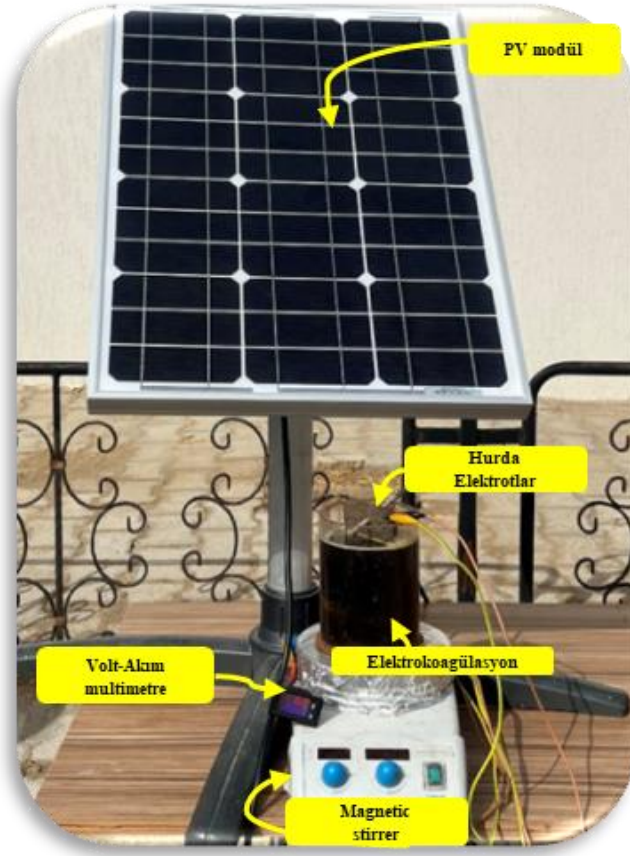
**Tablo 1.** Deneysel çalışmada kullanılan atıksu bileşimi

<b>Parametre</b>	<b>Değer (mg/L)</b>
KOİ	479
pH	10,1
Klorür	9,99
Renk	1049 Pt-Co
NH <sub>3</sub> -N	19,2
Bulanıklık	22,8 NTU
İletkenlik	4,30 mS/cm
<b>Metaller</b>	<b>Değer (mg/L)</b>
K	17,36
Cr	0,01
Mn	0,04
Fe	0,68
Co	<0,00
Ni	<0,00
Cu	0,24
Zn	0,43
As	0,01
Se	<0,00
Cd	<0,00
Pb	0,04

Atıksuyun iletkenlik ve pH ölçümleri, Hach Multi-HQ40d Cihazları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. KOİ, potasyum dikromat yöntemi (Standart Methods 5220-D) ile birlikte kapalı reflux yöntemi kullanılarak analiz edilmiştir (APHA, 1981). Numunenin renk değerleri, bir DR 6000 HACH spektrofotometresinde 455 nm’de Pt-Co olarak ölçülmüştür. Bulanıklık, bir bulanıklık ölçer (Hach 2100 Series) kullanılarak belirlenmiştir. Atıksuyun metal tayini için öncelikle mikrodalga parçalama (MARS 6 Microwave Acid Digestion) yapılmıştır. Sonrasında elde edilen örnekler, endüktif olarak eşleştirilmiş bir plazma kütle spektrometresi (ICP-MS) (Agilent Technologies-7900 ICP-MS/ASX 500) kullanılarak metal konsantrasyonları tayin edilmiştir (APHA, 1981). Atıksuyun pH'sını değiştirmek için HCl (6M, 0.01 M) ve sodyum hidroksit (NaOH, 6M, 0.01 M) kullanılmıştır. Ayrıca atıksuyun iyonik gücünü arttırmak için atıksuya 0,5 g/L NaCl eklenmiştir.

## 2.2. PV Modül-Elektrokoagülasyon Prosesi

Çalışmada kullanılan PV modül modül tipi 40w-mONO’dır. Maksimum güç akımı 2,273 amper (A) ve maksimum güç voltajı 17,60 voltur (V). Ağırlığı 3 kg ve boyutları 565\*420\*28 mm şeklindedir. Akım ve voltaj değerlerini gösteren bir multimetre PV modüle bağlanmıştır. Elektrokoagülasyon reaktörü pleksiglas malzemeden yapılmış, çapı 9 cm, yüksekliği 15 cm’dir. Elektrokoagülasyonda 2\*70\*110 mm boyutlarda iki çift Fe plaka elektrotlar kullanılmış ve elektrotlar, hurdaya ayrılmış malzemelerden şekillendirilmiştir. Deneysel çalışmanın görüntüsü Şekil 1’de verilmiştir.



Şekil 1. Pilsiz PV modüle bağlanmış elektrokoagülasyon prosesi

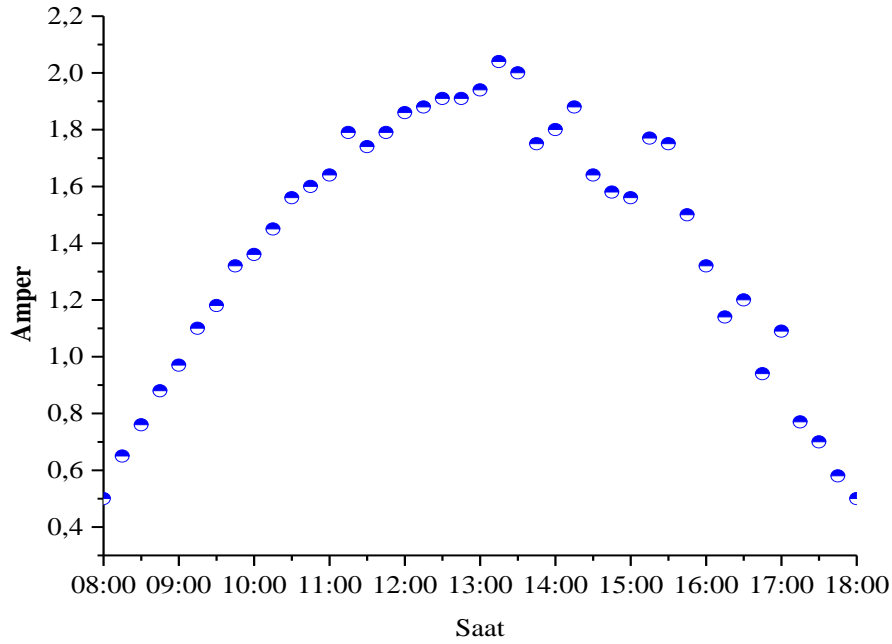
Çalışmalar, Süleyman Demirel Üniversitesi Yenilenebilir Enerji Kaynakları ve Uygulama Merkezi bahçesinde gerçekleştirilmiştir. PV modül, güneş ışınlarının en verimli sağlandığı noktaya yerleştirilmiştir. PV modülden Fe-Fe elektrotlar vasıtasıyla aktarılan enerji, atıksu iletkenliğine ve elektrot cinsine göre farklılık gösterebilmektedir. Dolayısıyla, arıtım çalışmaları öncesinde atıksuya PV modül vasıtasıyla geçen akım tayin edilmiştir. Bunun için, 23 Haziran 2022’de sabah 08.00-18.00 arası her 15 dk’da bir multimetre aracılığı ile atıksuya geçen akım değerleri not edilmiştir. Eş zamanlı olarak aynı işlem doğru akım güç kaynağına bağlı elektrotlarla yapılarak elde edilen akım ve voltaj değerleri kontrolü yapılmıştır. Elde edilen veriler ışığında, atıksuyun kendi pH değerinde ve farklı elektroliz sürelerinde (0, 5, 10, 15, 20, 25, 35, 45 ve 60 dk) 250 mL tekstil atıksu numunesinde elektrokoagülasyon deneyleri yapılmıştır. Reaktörde atıksuyun homojen bir karışımı, bir manyetik karıştırıcı vasıtasıyla 200 rpm hız ile sağlanmıştır. Elektrotlar, her elektrokoagülasyon çalışmasından önce aseton ve ardından damıtılmış su ile yıkanmıştır. Çalışmalar tamamlandıktan sonra numuneler laboratuvar koşullarında 1 saat bekletilmiştir. Elde edilen duru fazların, KOİ analizi ve renk tayinleri yapılmış ve giderim verimleri hesaplanmıştır. Analizler iki tekrarlı yapılmıştır.



### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Tekstil atıksuyunun üzerinde PV modülün performansı

Tekstil atıksuyunun elektrokoagülasyon prosesi ile arıtılması için gerekli olan akım, PV modül aracılığıyla güneşten sağlanmıştır. PV modüle bağlı multimetre ile 8.00-18.00 arası atıksuya verilen akım izlenmiş ve 15 dk arayla not edilmiştir. Şekil 2’de elde edilmiş akım değerleri gösterilmiştir. Sonuçlara göre güneşin dik açı ile geldiği saatlerde daha fazla akım elde edilmiştir. Gün içerisinde, güneşe bağlı olarak akım değerleri öğle saatlerine kadar artma ve öğle sonrasında azalma göstermiştir. Çalışma esnasında, bazı saatlerde bulutlar güneş ışınlarının etkili bir şekilde gelmesine engel olmuştur. Bu durum, akım değerlerinde dalgalanmalar meydana getirmiştir. Sonuç olarak, en düşük 0,5A, en yüksek 2A’lık akım elde edilmiştir.



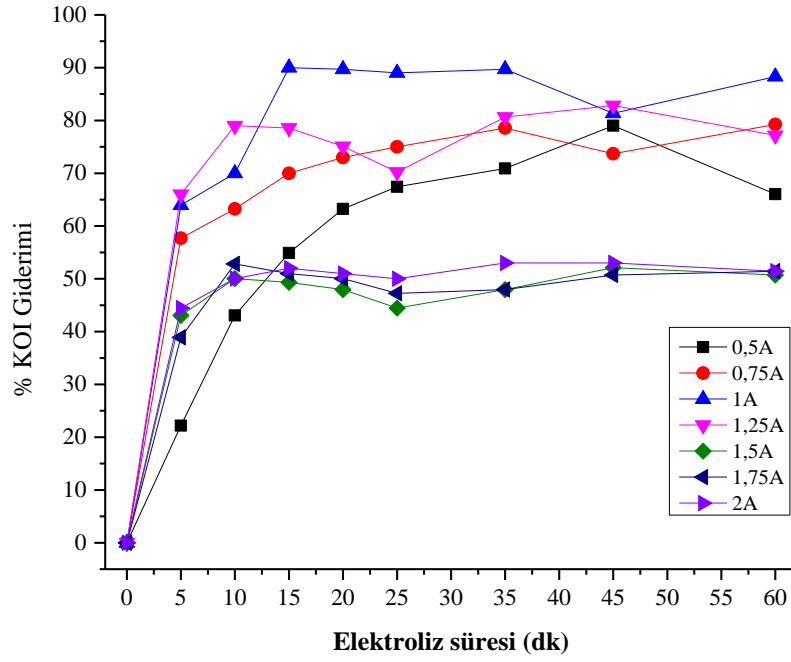
Şekil 2. PV modül aracılığıyla elektrokoagülasyon prosesine sağlanan akım değerleri

#### 3.2. Uygulanan akım etkisi

PV modülünden 10 saatlik süre içerisinde 0,5-2A aralığıyla akım elde edilmiştir. Pilsiz çalıştırılan bir PV-Elektrokoagülasyonda atıksuyun arıtma performansını değerlendirmek için yedi farklı akım değerinde (0,5A, 0,75A, 1A, 1,25A, 1,5A, 1,75A, 2A) sekiz farklı arıtma süresinde (0, 5, 10, 15, 20, 25, 35, 45, 60 dk) deneysel çalışma yapılmıştır. Akım süreleri maksimum 1 saatlik arıtma

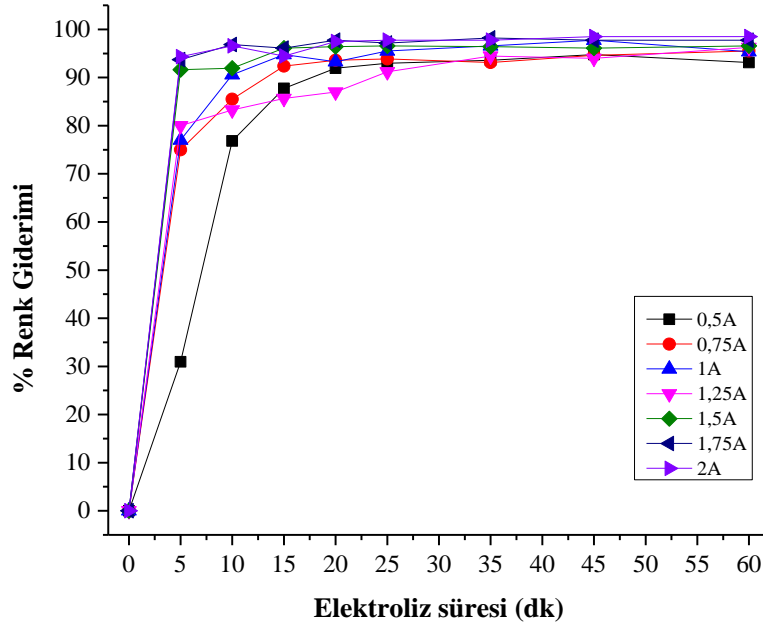
süresi dikkate alınarak belirlenmiştir. Uzun arıtma sürelerinin fazla enerji gereksinimi olması sebebiyle 1 saatle sınırlı tutulmuştur.

Şekil 3'te, tekstil atıksuyunun PV-Elektrokoagülasyon ile KOİ giderimi gösterilmiştir. En düşük giderim verimi 0,5A 5 dk'da (%22) elde edilmiştir. Ancak elektroliz süresinin artması ile giderim verimi artmış 0,5A için en optimum reaksiyon süresinin 45 dk (%79) olduğu görülmüştür. Ancak, 0,5A 60 dk gerçekleşen elektrokoagülasyonda KOİ giderim verimi düşüş göstermiştir. 0,75A ve 1A'da 5 dk'lık elektroliz süresinde yapılan elektrokoagülasyonda ise 0,5A'dan daha etkili bir arıtım meydana gelmiştir. 0,75A ve farklı elektroliz sürelerinde yapılan çalışmalarda en yüksek giderim verimi 35 dk'da %79 olarak elde edilmiştir. 1A için ise optimum süre 15 dk (%92) ve 1,25A için 10 dk (%79) olmuştur. Buna göre, yüksek KOİ giderimi için ortama verilen akım arttıkça elektroliz süresinin azaldığı görülmüştür. Ortama verilen akım yükseldikçe atıksu arıtımı daha kısa sürede gerçekleşmektedir. Faraday yasasına göre elektrokoagülasyonda metal elektrotların çözünmesiyle teorik üretilen iyon miktarı ortama verilen akım ile doğru orantılıdır. Dolayısıyla, daha yüksek akımda, elektrot malzemesinin daha yüksek çözünmesi (Faraday yasası), daha yüksek demir hidroksit oluşum hızıyla birlikte çökeltme ve koagülasyon yoluyla daha yüksek KOİ giderim verimliliği sağlandığı belirtilmektedir (Golder ve ark., 2007; Guo ve ark., 2006). Ancak, 1,5A, 1,75A ve 2A akım değerlerinde yapılan elektrokoagülasyon çalışmalarında tekstil atıksuyunun arıtımı, aynı elektroliz sürelerinde elde edilen KOİ giderim verimlerine bakıldığında daha düşük giderim verimliliği elde edilmiştir. Atıksuya gerekenden fazla verilen akım, anotun daha fazla çözünmesine sebep olmaktadır. Sulu çözeltilerde, kirleticinin çökeltmesi için yeterli sayıda metal hidroksit yumakları mevcut olduğunda, kirletici giderim verimliliğinde bir artış gözlenmemektedir (Bharath ve ark., 2020). Çok yüksek metal iyon konsantrasyonları kolloidlerin kararsız hale gelmesine sebep olur ve kirletici gideriminde düşüşe neden olabilir (Sahu ve Chaudhari 2015). Bunun dışında, elektrokoagülasyon işleminden sonra katodik elektrodun yüzeyinde biriken ince kahverengimsi bir tabaka sebebiyle KOİ düşüşlerinin gözlemlendiği de bildirilmiştir (Asselin ve ark., 2008). Benzer durumlar, farklı çalışmalarda da ortaya konmuştur ( Sahu ve Chaudhari 2015; Singh ve ark., 2019; Sanei ve ark., 2022).



Şekil 3. Farklı akımlarda PV-Elektrokoagülasyon ile KOİ giderimi

Şekil 4, hurda elektrotlar kullanılarak yapılan PV-Elektrokoagülasyon ile tekstil atıksuyunun arıtımında renk giderim verimini göstermektedir. Farklı akım değerlerinde, 15 dk elektroliz süresinden sonra renk giderim verimi %85 üzeri elde edilmiştir. Sonuçlara göre akımın artması renk gideriminde oldukça etkilidir. En düşük renk giderimi en düşük akım ve elektroliz süresinde (0,5A 5dk) %31 olarak kaydedilmiştir. Ancak, 0,75A ve üzeri değerlerde 5 dk'lık elektroliz süresinde % 80 üzeri giderim verimi elde edilmiştir. Elektroliz süresinin artması renk giderimine katkı sağlamasına rağmen uygulanan elektrik akımının artması kadar hızlı bir katkı değildir. Bu sebeple renk gideriminde akımın artması daha etkili elektrokoagülasyon sağlamaktadır. Her ne kadar yüksek akım değerleri KOİ gideriminde etkili olmasa da renk gideriminde bu durum söz konusu değildir. Akım ve elektroliz süresi artışı neredeyse % 100 renk giderimi sağlamıştır.

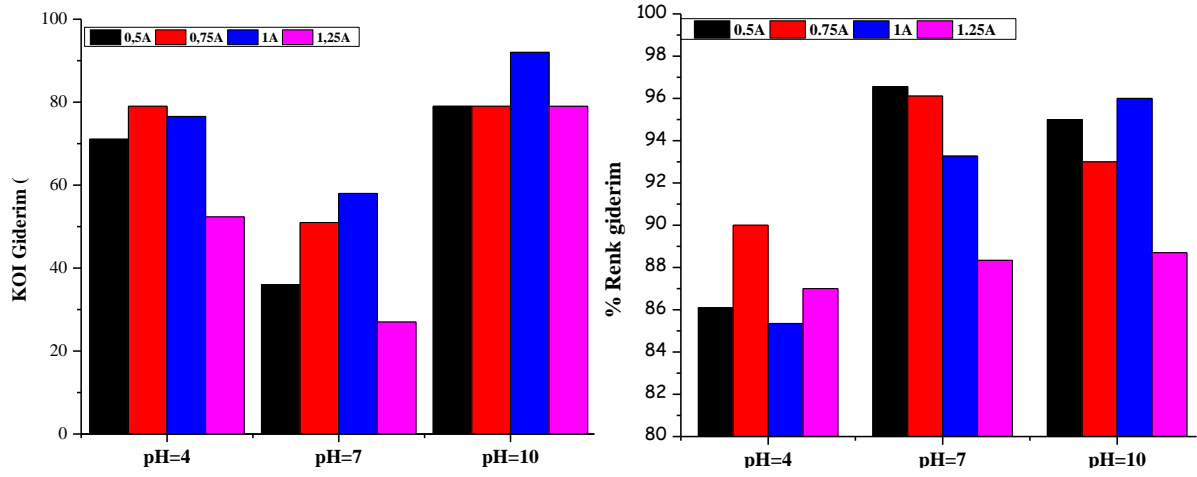


Şekil 4. Farklı akımlarda PV-Elektrokoagülasyon ile renk giderimi

KOİ ve rengin uzaklaştırma verimliliği, zamana ve potansiyel elektrolize bağlı üretilen  $Fe^+$  miktarına bağlıdır. Bu iki parametreden biri arttığında, koagülant metalik iyonların yoğunluğunun dağılımı daha etkilidir. Bu durum, ilgili koagülasyonu artırır ve kirleticilerin uzaklaştırılmasını tamamlar. Çalışmada PV'den elde edilen akımlar hava şartlarına göre değişiklik göstermektedir. Buna bağlı olarak atıksuya verilen akım değerleri değişiklik gösterebilmektedir. Bu yüzden her bir akım değeri için optimum elektrokoagülasyon şartları belirlenmiştir. En iyi KOİ ve renk gideriminin sağlandığı 0,5A, 0,75A, 1A ve 1,25A için elektroliz süresi sırasıyla 45dk, 35dk, 15dk ve 10dk'dır.

### 3.3. pH etkisi

Elektrokoagülasyon çalışmalarında pH etkili bir parametredir. Proseste,  $Fe^{+2}$  ve  $Fe^{+3}$  hidroksitlerin oluşumunda pH önemli bir rol oynamaktadır (Ghanbari & Moradi, 2015). Tekstil atıksuyunun pH değeri 10,1'dir. PV-Elektrokoagülasyon çalışmasında, optimum akım ve elektroliz sürelerinde asidik, nötr ve alkali atıksu koşullarında atıksu arıtımının etkinliği belirlenmiştir. Şekil 5'te pH'ya bağlı KOİ ve renk giderim verimleri verilmiştir.



Şekil 5. Asidik, nötr ve alkali şartlarda KOİ ve renk giderim verimlerinin karşılaştırılması

Tüm akım değerlerinde atıksuyun kendi pH'sında en etkili arıtım sağlandığı görülmektedir. KOİ giderimi nötr pH'da, pH=4 ve pH=10'a göre düşüş göstermiştir. Düşük pH (<4) değerlerinde, elektrokoagülasyonda anotta oluşan  $Fe^{+2}$  gibi metal türleri, tekstil atıksuyunda bulunan anyonik kolloidal partiküllere bağlanarak yüklerini nötralize eder ve çözünürlüklerini azaltarak çökelmelerini sağlamaktadır. Bu sebeple KOİ giderimi nötr pH'ya göre daha yüksek elde edilmiştir. Ancak, tam oksidasyon için pH>7 civarında bir pH değeri gereklidir. Ayrıca, pH 9'dan daha yüksek bir değerde  $Fe(OH)_3$  üretimi artmaktadır. Atıksuda oluşan  $Fe(OH)_3$  çökeltileri,  $Fe(OH)_2$ 'den daha iyi pıhtılaşma özelliğine sahip ve daha kararlıdır. Bu sebeple giderim verimliliği alkali pH'da daha yüksek olduğu belirtilmektedir (Zaroual ve ark., 2006; Mollah ve ark., 2001; Vepsäläinen ve ark., 2012). Dolayısıyla KOİ giderimi için en etkili pH, atıksu pH'sı olmuştur.

Asidik koşullar altında  $OH^-$  konsantrasyonları metal hidroksit türlerinin oluşumu için yeterli değildir. Bu nedenle, asidik pH'da metal hidroksitleri oluşturmak için yeterli  $OH^-$  üretmek zordur. Buna karşılık, alkali koşullar altında, metal hidroksitler kolaylıkla oluşturulabilir. Bu durum renk gideriminde ortaya çıkmıştır. Çalışmada, renk giderim verimi tüm koşullarda %86 üzeri elde edilmiştir. Çıkış suyunun renksizleşmesi ortamın asidik pH'ında çok düşükken, nötr veya alkali koşullarda çok yüksektir. Benzer durum Huda ve ark. çalışmasında da rastlanmıştır (Huda ve ark., 2017). Oluşan demir hidroksitler, alkali koşullar altında adsorpsiyon, pıhtılaşma ve birlikte çökelme yoluyla kirleticilerin uzaklaştırılmasını indükleyen bir süspansiyon olarak kalır (Gengec ve ark., 2012). Bu, nötr ve alkali pH altında renk gideriminde artışa yol açar. Daha önceki çalışmalarda, elektrokoagülasyon prosesinde pH'nın önemli bir faktör olduğu ve bu prosesin çözeltinin pH'ına oldukça bağımlı olduğu ve metal hidroksit türlerinin oluşumu ile iyonların ve kirleticilerin uzaklaştırma mekanizması üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu kanıtlanmıştır (Bayramoğlu ve ark., 2007; Emamjomeh & Sivakumar, 2009). Sonuç olarak, KOİ ve renk giderim verimleri birlikte

değerlendirildiğinde tüm optimum değerlerde, tekstil atıksuyunun kendi pH'sında elektrokoagülasyon ile arıtımı su kalitesi açısından daha etkili olduğu bulunmuştur.

Pilsiz doğrudan güneş enerjisi kullanılarak elektrokoagülasyonla atıksu arıtımı, güneş ışınlarının meteorolojik koşullar, mevsim, günün saati ve PV dizi yönü gibi faktörlere bağlı olarak değişkenlik göstermesi sebebiyle optimum işletme koşullarında çalışılmasına izin vermemektedir (Cao & Hu, 2016; Rahman & Xu, 2016). Bu sebeple bu çalışmada gün boyu sağlanan en düşük ve en yüksek akım değerlerinde en yüksek kirlilik giderim verimi elde edilen optimum koşullar elde edilmiştir. Bunlar 0,5A 45 dk; 0,75A 30dk; 1A 15dk, ve 1,25A 10 dk ve pH=10 olmuştur. Sırasıyla KOİ ve renk giderim verimleri ise %79, %79, %92 ve %79; %95, %93, %96 ve %87'dir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Mevcut çalışmada, yenilenebilir enerji ile geri kazanım prensibine dayalı bir elektrokoagülasyon prosesi ile tekstil atıksularının arıtımı gerçekleştirilmiştir. Elektrokoagülasyon için gereken enerji PV modül sayesinde geneşten sağlanmış ve doğrudan güneş enerjisi arıtma prosesinde kullanılmıştır. Elektrotlar ise hurdaya ayrılmış demir malzemelerden elde edilmiştir. Çalışmada, ilk olarak PV modülden elde edilen enerjinin tekstil atıksuyuna iletilen akım değerleri belirlenmiştir. Burada atıksuya verilen en düşük ve en yüksek akım değerleri 0,5A ve 2A olarak kaydedilmiştir. Sonrasında, 0,5A-2A aralığında belirlenen yedi farklı akım değerlerinde ve sekiz farklı elektroliz süresinde elektrokoagülasyonla arıtım gerçekleştirilmiştir. En iyi arıtım verimleri KOİ ve renk giderim verimi için sırasıyla 0,5A 45 dk için %79 ve %79; 0,75A 30dk için %79 ve %95; 1A 15dk için %92 ve %96; 1,25A 10 dk için ise %79 ve %87 elde edilmiştir. Sonuç olarak, pilsiz doğrudan elektrokoagülasyonla tekstil atıksularının arıtımı en iyi arıtım atıksu pH'sında 1A 15 dk işletme koşulunda elde edilmiştir.

Yüksek kirletici içeren atıksuların arıtılması için güneş enerjisinin kullanılması, atıksu arıtma prosesindeki etkinlikleri nedeniyle gözden geçirilmesi ve dikkate alınması gereken önemli bir konudur. Endüstrilerin atıksularını atıksu deşarj standartlarına uygun arıtım yapabilmeleri için büyük maliyetli atıksu arıtma tesislerine ihtiyaç duyulmaktadır. Ayrıca dünyada büyüyen enerji krizi yenilenebilir enerjinin kullanımını zorunlu kılmıştır. Bu sebeple yapılan çalışma, yenilikçi, yeşil, sürdürülebilir ve düşük maliyetli bir prosestir. Elektrokoagülasyon ve PV modüle etki eden parametrelerce, daha kapsamlı çalışmalar yapılarak ve tam maliyet ve giderim verimliliği değerlendirilerek endüstrilerde kullanılması önerilmektedir. Bunun dışında, pil kullanılmaması enerjinin üretilmediği saatlerde arıtmanın olamayacağı anlamına gelse de, düşük kapasiteli atıksu arıtma veya ön arıtmanın kullanıldığı endüstriler için yeterli olacağı ön görülmektedir.

## Kaynaklar

- Akkaya, G. K. (2022). Treatment of petroleum wastewater by electrocoagulation using scrap perforated (Fe-anode) and plate (Al and Fe-cathode) metals: Optimization of operating parameters by RSM. *Chemical Engineering Research and Design*, 187, 261–275. <https://doi.org/10.1016/J.CHERD.2022.08.048>
- Aouni, A., Fersi, C., Ben Sik Ali, M., & Dhabbi, M. (2009). Treatment of textile wastewater by a hybrid electrocoagulation/nanofiltration process. *Journal of Hazardous Materials*, 168(2–3), 868–874. <https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2009.02.112>
- APHA-AWWA-WPCF. 1981. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA American Public Health Association.
- Asselin, M., Drogui, P., Benmoussa, H., & Blais, J. F. (2008). Effectiveness of electrocoagulation process in removing organic compounds from slaughterhouse wastewater using monopolar and bipolar electrolytic cells. *Chemosphere*, 72(11), 1727-1733.
- Bani-Melhem, K., Al-Kilani, M. R., & Tawalbeh, M. (2023). Evaluation of scrap metallic waste electrode materials for the application in electrocoagulation treatment of wastewater. *Chemosphere*, 310, 136668. <https://doi.org/10.1016/J.CHEMOSPHERE.2022.136668>
- Bayramoglu, M., Eyvaz, M., & Kobya, M. (2007). Treatment of the textile wastewater by electrocoagulation: Economical evaluation. *Chemical Engineering Journal*, 128(2–3), 155–161. <https://doi.org/10.1016/J.CEJ.2006.10.008>
- Bharath, M., Krishna, B. M., & Manoj Kumar, B. (2020). Degradation and biodegradability improvement of the landfill leachate using electrocoagulation with iron and aluminum electrodes: a comparative study. *Water Practice and Technology*, 15(2), 540-549.
- Cao, W., & Hu, Y. (2016). Renewable Energy: Utilisation and System Integration. BoD–Books on Demand.
- De Maman, R., da Luz, V. C., Behling, L., Dervanoski, A., Dalla Rosa, C., & Pasquali, G. D. L. (2022). Electrocoagulation applied for textile wastewater oxidation using iron slag as electrodes. *Environmental Science and Pollution Research*, 29(21), 31713–31722.
- El-Gohary, F., & Tawfik, A. (2009). Decolorization and COD reduction of disperse and reactive dyes wastewater using chemical-coagulation followed by sequential batch reactor (SBR) process. *Desalination*, 249(3), 1159–1164. <https://doi.org/10.1016/J.DESAL.2009.05.010>
- Emamjomeh, M. M., & Sivakumar, M. (2009). Fluoride removal by a continuous flow electrocoagulation reactor. *Journal of Environmental Management*, 90(2), 1204–1212. <https://doi.org/10.1016/J.JENVMAN.2008.06.001>
- Gengec, E., Kobya, M., Demirbas, E., Akyol, A., & Oktor, K. (2012). Optimization of baker's yeast wastewater using response surface methodology by electrocoagulation. *Desalination*, 286, 200–209.
- Ghanbari, F., & Moradi, M. (2015). A comparative study of electrocoagulation, electrochemical Fenton, electro-Fenton and peroxi-coagulation for decolorization of real textile wastewater: Electrical energy consumption and biodegradability improvement. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 3(1), 499–506. <https://doi.org/10.1016/J.JECE.2014.12.018>
- Golder, A. K., Samanta, A. N., & Ray, S. (2007). Removal of trivalent chromium by electrocoagulation. *Separation and Purification Technology*, 53(1), 33–41. <https://doi.org/10.1016/J.SEPPUR.2006.06.010>
- Guo, Z. R., Zhang, G., Fang, J., & Dou, X. (2006). Enhanced chromium recovery from tanning wastewater. *Journal of Cleaner Production*, 14(1), 75–79. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2005.01.005>
- Huda, N., Raman, A. A. A., Bello, M. M., & Ramesh, S. (2017). Electrocoagulation treatment of raw landfill leachate using iron-based electrodes: effects of process parameters and optimization. *Journal of Environmental Management*, 204, 75–81.
- Jegatheesan, V., Pramanik, B. K., Chen, J., Navaratna, D., Chang, C. Y., & Shu, L. (2016). Treatment of textile wastewater with membrane bioreactor: A critical review. *Bioresource Technology*, 204, 202–212. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2016.01.006>
- Mollah, M. Y. A., Schennach, R., Parga, J. R., & Cocke, D. L. (2001). Electrocoagulation (EC)—science and applications. *Journal of Hazardous Materials*, 84(1), 29–41.
- Nippatla, N., & Philip, L. (2020). Electrochemical process employing scrap metal waste as electrodes for dye removal. *Journal of Environmental Management*, 273, 111039. <https://doi.org/10.1016/J.JENVMAN.2020.111039>
- Pacheco, H. G. J., Elguera, N. Y. M., Sarka, H. D. Q., Ancco, M., Eguiluz, K. I. B., & Salazar-Banda, G. R. (2022). Box-Behnken Response Surface Design for Modeling and Optimization of Electrocoagulation for Treating Real Textile wastewater. *International Journal of Environmental Research*, 16(4), 1–12.

- Pandey, A. K., Reji Kumar, R., B. K., Laghari, I. A., Samykano, M., Kothari, R., Abusorrah, A. M., Sharma, K., & Tyagi, V. V. (2021). Utilization of solar energy for wastewater treatment: Challenges and progressive research trends. *Journal of Environmental Management*, 297, 113300. <https://doi.org/10.1016/J.JENVMAN.2021.113300>
- Park, H., Vecitis, C. D., & Hoffmann, M. R. (2008). Solar-powered electrochemical oxidation of organic compounds coupled with the cathodic production of molecular hydrogen. *The Journal of Physical Chemistry A*, 112(33), 7616–7626.
- Rahman, F., & Xu, W. (2016). *Advances in solar photovoltaic power plants*. Springer.
- Sahu, O. P., & Chaudhari, P. K. (2015). Electrochemical treatment of sugar industry wastewater: COD and color removal. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 739, 122-129.
- Siddique, K., Rizwan, M., Shahid, M. J., Ali, S., Ahmad, R., & Rizvi, H. (2017). Textile wastewater treatment options: a critical review. *Enhancing Cleanup of Environmental Pollutants*, 183–207.
- Singh, S., Mahesh, S., & Sahana, M. (2019). Three-dimensional batch electrochemical coagulation (ECC) of health care facility wastewater—clean water reclamation. *Environmental Science and Pollution Research*, 26, 12813-12827.
- Sanei, E., & Mokhtarani, N. (2022). Leachate post-treatment by electrocoagulation process: Effect of polarity switching and anode-to-cathode surface area. *Journal of Environmental Management*, 319, 115733.
- Thomson, M., & Infield, D. (2003). A photovoltaic-powered seawater reverse-osmosis system without batteries. *Desalination*, 153(1–3), 1–8. [https://doi.org/10.1016/S0011-9164\(03\)80004-8](https://doi.org/10.1016/S0011-9164(03)80004-8)
- Thomson, M., & Infield, D. (2005). Laboratory demonstration of a photovoltaic-powered seawater reverse-osmosis system without batteries. *Desalination*, 183(1–3), 105–111. <https://doi.org/10.1016/J.DESAL.2005.03.031>
- Valero, D., García-García, V., Expósito, E., Aldaz, A., & Montiel, V. (2014). Electrochemical treatment of wastewater from almond industry using DSA-type anodes: Direct connection to a PV generator. *Separation and Purification Technology*, 123, 15–22. <https://doi.org/10.1016/J.SEPPUR.2013.12.023>
- Valero, D., Ortiz, J. M., Exposito, E., Montiel, V., & Aldaz, A. (2008). Electrocoagulation of a synthetic textile effluent powered by photovoltaic energy without batteries: Direct connection behaviour. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 92(3), 291–297.
- Vepsäläinen, M., Pulliainen, M., & Sillanpää, M. (2012). Effect of electrochemical cell structure on natural organic matter (NOM) removal from surface water through electrocoagulation (EC). *Separation and Purification Technology*, 99, 20–27. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2012.08.011> (2017).
- Zaroual, Z., Azzi, M., Saib, N., & Chaïnet, E. (2006). Contribution to the study of electrocoagulation mechanism in basic textile effluent. *Journal of Hazardous Materials*, 131(1-3), 73-78.



## Sac Malzemelerin Boyanabilme Kabiliyetlerine Temper Haddeleme Ezme Miktarının Etkisi

Batuhan ÖZAKIN<sup>1\*</sup>, Emir YILMAZ<sup>2</sup>

### Öz

Boyalı çelik sac malzemelerin yüzeyleri otomotiv, beyaz eşya vb. sektörlerde ürünün son kalitesini ortaya koyduğundan tüketicinin dikkate aldığı önemli unsurlardan biridir. Bu sektörlerde kullanılan çelik sac malzemeler genellikle soğuk haddeleme üretim sürecinin son basamağında boyanabilme ve şekillendirme açısından pürüzlü olarak üretilir. Yüzeyde meydana gelen pürüzlülük profili sac malzemelerin boyanabilme kabiliyetini etkilemektedir. Aynı zamanda sac malzemelerin farklı pürüzlülüklerde temin edilebilmesinden dolayı yapışma mukavemetlerinin ve boyanabilme kabiliyetlerinin farklı olduğu ortadadır. Ayrıca yine haddeleme ve yüzey pürüzlülük parametreleri boya ve kaplamaların malzeme yüzeyine yapışma mukavemetini ve boyanabilme kabiliyetini etkilemektedir. Bu çalışmada HC420LA sac malzemelerin boyanabilme kabiliyetlerine temper haddeleme ezme miktarının etkisi araştırılmıştır. İlk olarak sac malzeme numuneleri farklı ezme miktarlarıyla temper haddeleme işlemine tabi tutulmuştur. Temper haddelemiş HC420LA sac malzeme numunelerinin yüzeylerinin pürüzlülük parametreleri belirlenmiştir. Farklı ezme miktarları ile haddelemiş ve farklı pürüzlülüklere sahip çelik sac malzemeler poliüretan akrilik esaslı boya ile kaplanmıştır. Son olarak boyanmış yüzeylerin yapışma mukavemetleri, dolayısıyla boyanabilme kabiliyetleri çapraz kesim (cross-cut) testinden elde edilmiştir. Temper haddeleme ezme miktarı arttıkça yüzeyin pürüzlülük profilinde değişimler meydana gelmiştir. Temper haddeleme ezme miktarı arttıkça (%0-1 aralığında) boyanın yapışma mukavemeti artmış ve %1 ezme miktarının üzerindeki artışlarda boyanın yapışma mukavemetinin azaldığı tespit edilmiştir. Tepelerin yüksekliklerinin ( $R_{pk}$ ) ve vadilerin derinliklerinin ( $R_{vk}$ ) boyanın yapışma mukavemetinde oldukça etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Sac malzemeler, Temper haddeleme, Yüzey pürüzlülüğü, Boyanabilme kabiliyeti, Çapraz kesme (Cross-Cut) testi.

## The Effect of Reduction Ratio of Temper Rolling on the Paintability of Sheet Materials

### Abstract

Since the surfaces of painted steel sheet materials reveal the final quality of the product in sectors such as automotive, white goods, etc., it is one of the important factors that the consumer takes into account. Steel sheet materials used in these sectors are generally produced as rough in the last step of the cold rolling manufacturing process in terms of dyeability and shaping. The roughness profile on the surface affects the paintability of sheet materials. At the same time, since sheet materials can be supplied in different roughnesses, it is obvious that their adhesion strength and paintability are different. In addition, rolling parameters and surface roughness parameters affect the adhesion strength and paintability of paints and coatings to the material surface. In this study, the effect of reduction ratio of skin-pass rolling on the paintability of HC420LA sheet materials was investigated. Firstly, the sheet material samples were subjected to skin-pass rolling process with different crushing amounts. The roughness parameters of the surfaces of the skin-pass rolled HC420LA sheet material samples were determined. Steel sheet materials rolled with different crushing amounts and having different roughness are coated with polyurethane acrylic based paint. Finally, the adhesion strength of the painted surfaces, thus their ability to be painted, were obtained from the cross-cut test. As the reduction ratio of skin-pass rolling increased, changes occurred in the roughness profile of the surface. It was determined that the adhesion strength of the paint decreased as the reduction ratio of skin-pass rolling increased (in the range of 0-1%) and the adhesion strength of the paint increased with an increase above 1% reduction ratio. It was concluded that the peaks heights ( $R_{pk}$ ) and valleys depths ( $R_{vk}$ ) were highly effective on the adhesion strength of the paint.

**Keywords:** Sheet materials, Skin-pass (temper) rolling, Surface roughness, Paintability, Cross-Cut test.

<sup>1</sup> Samsun Üniversitesi, Kavak Meslek Yüksekokulu, Samsun, Türkiye, [batuhan.ozakin@samsun.edu.tr](mailto:batuhan.ozakin@samsun.edu.tr)

<sup>2</sup> Samsun Üniversitesi, Kavak Meslek Yüksekokulu, Samsun, Türkiye, [emirbyc1616@outlook.com](mailto:emirbyc1616@outlook.com)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-1754-949X>

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-5967-0223>

## 1. Giriş

Boyalı çelik sac yüzeylerin görselliği, özellikle otomotiv, beyaz eşya vb. endüstrilerde, genellikle ürünün kalitesini ortaya koyduğundan her zaman yakından ilgilenilmiştir. Yüzeyin görselliği açısından çevresel etkilerde önemli zorluklardan biridir. Genellikle pürüzlülük ne kadar yüksek olursa, şekillendirme yeteneğinin o kadar iyi olduğu, ancak boyamadan sonraki görünümün daha kötü olduğu gözlemlenir. Artan dalgalılık ve profil yüksekliği ile ilişkili tüm pürüzlülük parametreleri ile boyama sonrası yüzey görünüm kalitesinin azaldığı bulunmuştur. Pik ve vadi yoğunluğu pürüzlülük parametrelerinin artmasıyla boya görünümünün iyileştiği raporlanmıştır. Metal şekillendirmede çelik sacların yüzey yapısı, yaygın olarak çeşitli yöntemlerle pürüzlendirilen merdaneler ile elde edilmektedir. Bu yöntem soğuk haddeleme sürecinin son basamağı olan temper haddeleme prosesi olarak bilinir. Temper haddeleme, tavlanan soğuk haddelenmiş şerit veya sac malzeme özelliklerinin, düzlüğünün ve yüzey morfolojisinin müşteri gereksinimlerini karşılayacak şekilde uyarıldığı son haddeleme aşamasıdır. Temper haddeleme ile oluşturulan yüzeyin işlevi, bitmiş ürün üzerinde mükemmel bir boya görünümü elde etmek içindir (Pfestorf ve ark., 1998; Scheers ve ark., 1998; Plicht ve ark., 2007; Nunes ve ark., 2014; Özakın ve Kurgan, 2019; Özakın ve Kurgan, 2022a).

Temper haddelemenin en önemli parametrelerinden biri ezme miktarıdır. Ezme miktarının değişimi sonucunda farklı pürüzlülük profiline sahip yüzeyler elde edilebilmektedir. Ezme miktarının artması ile yüzeyin pürüzlülük değeri genellikle artmaktadır (Wu ve ark., 2019; Özakın ve ark., 2021). Dolayısıyla piyasaya arz edilen sac malzemelerin farklı ezme miktarları ile üretildiği varsayılırsa, ezme miktarı yüzey pürüzlülüğünü etkileyen en önemli parametrelere dendir. Ayrıca ezme miktarının yüzey pürüzlülük özelliklerini değiştirmesinden dolayı boya ve kaplamaların sac malzeme yüzeyine yapışma mukavemetini de etkilemektedir. Metal şekillendirmede soğuk haddeleme ile üretilen çelik sacların yüzey yapıları farklı profil yüksekliğine sahip olabilmektedir. Dolayısıyla bu farklı yüzey pürüzlülük profilleri değerlendirildiğinde genel olarak, “Avrupa Otomobil Endüstrisi” üreticileri için SEP 1940 standardına göre otomotiv endüstrisinde kullanılan yassı ürün çelik sac malzeme yüzeyinin, aritmetik ortalama pürüzlülük ( $R_a$ ) değeri  $1.5 \mu\text{m}$ 'den az ve standartta tanımlanan tepe sayısının ( $R_{pc}$ )  $50 \text{ cm}^{-1}$  değerinden fazla olması istenmektedir (Scheers ve ark., 1998; Özakın, 2021). Bununla birlikte belirtilen sınırlamalar göz önüne alındığında farklı pürüzlülüğe sahip sac malzemelerin çevresel etkilere karşı boya gibi organik kaplamalar ile kaplanmasında yapışma mukavemetinin farklı olacağı bir gerçektir. Ayrıca haddeleme parametreleri ve yüzey pürüzlülük parametreleri yapışma mukavemetini ve boyanabilme kabiliyetini etkileyecektir.

Literatür bilgisi dahilinde boya ve kaplamaların yapışma kabiliyetinin veya yapışma mukavemetinin incelendiği çalışmalar şu şekildedir. Almeida ve arkadaşları (1999), boya

sistemlerinin antikorozyf performansını anlamak için kaplamaların yapışma ölçümlerini çapraz kesme (cross-cut) ve çekme (pull-off) testleri kullanarak yapmışlardır. Çalışmada en iyi antikorozyf davranışın çinko bakımından zengin astarlar ve epoksi-poliamid boya sistemleri tarafından sağlandığı sonucuna varmışlardır. Zhao ve arkadaşları (2008), AZ31 magnezyum alaşımı üzerine organik kaplamalar ve akımsız biriktirme tekniklerini kullanarak bir bakır film kaplamışlardır. Çapraz kesme testi ile alt tabaka ve ara tabaka arasındaki yapışmanın iyi olduğunu göstermişlerdir. Eslami ve arkadaşları (2014), çeşitli konsantrasyonlarda iki tip şeffaf poliüretan akrilik esaslı nanokompozit kaplamalara uygulanan çapraz kesme ve çekme testi bulgularından çeliğe iyi bir yapışmanın elde edilebileceği sonucunu elde etmişlerdir. Monetta ve arkadaşları (2015), su bazlı bir epoksi reçinesine grafen nano-pulları dahil etmişler ve daha sonra AA2024-T3 numunelerine hibrit kaplama uygulamışlardır. Çapraz kesim testi sonuçlarından hareketlenerek grafen ilavesinin kürlenme sürecini veya yapışma özelliklerini etkilemediğini göstermişlerdir. Deyab ve arkadaşları (2018), korozyon önleyici uygulamalar için H<sub>2</sub>Pc/Epoksi nanokompozit kaplama üretmişler ve H<sub>2</sub>Pc parçacıklarının epoksi reçinenin çapraz kesim yapışmasını, darbe direncini ve termal stabilitesini iyileştirdiğini bulmuşlardır. Asmatulu ve arkadaşları (2019), vakumlu fırında hazırlanmış ve ardından bir dizi farklı yüzey işleme (oksijen plazması, UV ışığı) prosesi görmüş karbon fiber takviyeli kompozitlere iki kat astar ve bir son kat koruyucu kaplama uygulamışlardır. Kaplamaları, suya batırma/daldırma ve kapsamlı UV ışığına maruz bırakma testlerinden önce ve sonra çapraz kesim testleri ile analiz etmişlerdir. Çapraz kesim ve optik mikroskop çalışmaları, suya daldırma ve UV'ye maruz kalma testleri sırasında kaplama yüzeylerinin pullanma, kemikten ayrılma ve tabakalara ayrılma yoluyla ciddi şekilde hasar gördüğünü göstermişler ve bununla birlikte, yüzeyi işlenmiş kompozit panellerin daha az hasar gördüğü sonucuna ulaşmışlardır. Literatür bilgisi değerlendirildiğinde boya, polimer vb. organik kaplamaların bir yüzey üzerine yapışma kabiliyetinin veya yapışma mukavemetinin çapraz kesme (cross-cut) ve çekme (pull-off) testlerinin yaygın bir şekilde kullanıldığını göstermektedir. Bu çalışmaya yakın olan literatür kaynakları şu şekildedir. Kim ve arkadaşları (1998), sac malzemelerin boyanabilme kabiliyetlerinin, baz metalin topografik özelliklerinden (pik sayısı, yüzey pürüzlülüğü) güçlü bir şekilde etkilendiğini belirtmişlerdir. Kim ve Kim (2008), otomobil dış kısmında kullanılan suda çözünür boyaların görüntü kalitesini ve parlaklığını iyileştirmek için boyama işleminde zımparalamanın etkisini test etmişlerdir. P80 boyutlu aşındırıcı zımparanın yüzeyde aşırı çizikler meydana getirdiğini, P400 boyutlu aşındırıcı zımparanın ise kusurları kapatamadığını bu yüzden kaplama yapılması gereken malzemenin üç farklı aşamada zımparalanmasının parlaklık ve görüntü kalitesini iyileştirdiğini tespit etmişlerdir. Ayrıca suda çözünür boya ile kaplama filminin kalınlığı 120 µm veya daha fazla olması durumunda, farklı yüzey pürüzlülüğüne sahip altlık malzemelerinin yapışma mukavemeti açısından benzer sonuçlar sergilediğini ifade etmişlerdir. Nunes ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada (2014), soğuk

haddeleme işleminden elde edilen farklı yüzey dokuları beş farklı katmanda boyanmış, boyanabilirlik testleri (derecelendirme ve spektral eğri) açısından dış görünüşleri değerlendirmiş, soğuk işlenmiş saclardan elde edilen pürüzlülük parametreleri (2D ve 3D) ile ilişkilendirmiş ve bazı eğilimler oluşturmuşlardır. Araştırmacılar bu parametreler arasında bir ilişki olduğunu ve daha ayrıntılı çalışmalara ihtiyaç olduğunu belirtmişlerdir. Guo ve arkadaşları (2018), sıcak daldırma galvanizli %55Al-Zn alaşımının şekillendirme, elektrokimyasal, eğilme, boyanabilme kabiliyeti vb. performansına kaplama içerisine eklenen 0.5-4.0 mm çaplı boyutlarda pul ilavesinin etkilerini araştırmışlardır. Pul ilavesi ile hazırlanan boyalı numunelerin çapraz kesme (cross-cut) testi sonuçlarından farklı pul boyutlarına sahip numunelerin boyama katmanlarında pul pul dökülme olmadığını yani boyama kabiliyetinin %100 yeterli olduğunu göstermişlerdir. Schirmer ve arkadaşları (2018), farklı yöntemlerle ön işleme (kimyasal işlem, yaşlandırma, O<sub>2</sub>-plazma) tabi tutulmuş esnek polietilen tereftalat (PET) altlık malzeme üzerine gümüş bir macun kaplama yapmışlar ve yapışma kalitesini çekme (pull-off) ve çapraz kesme (cross-cut) testi ile belirlemişlerdir. Kimyasal işlem uygulanan yüzeyde boyanın daha fazla miktarda söküldüğünü, O<sub>2</sub>-plazma uygulanan yüzeyde ise en az miktarda sökülme olduğunu belirlemişlerdir. Ayrıca yapışma kabiliyetinin değerlendirilmesinde yeni bir değerlendirme önermişler ve her iki yöntemde de benzer sonuçlar almışlardır. Tüm literatür değerlendirildiğinde farklı pürüzlülüğe sahip sac malzemelerin çevresel etkilere karşı boya gibi organik kaplamalar ile kaplanmasında boyanabilme kabiliyetlerinin araştırılması ve ayrıca haddeleme parametreleri ile birlikte yüzey pürüzlülüğünün boyanabilme kabiliyetine etkisinin belirlenmesinin önem arz ettiği görülmektedir. Bununla birlikte sac malzemeler esasen temper haddeleme ile üretim süreci sonrasında nihai kullanıma sunulmaktadır. Çoğunlukla görsel olarak yüzeylerin pürüzlülüklerindeki farklılıkların belirlenmesi zor olduğundan bilinçsiz bir şekilde kullanılabilir. Bu doğrultuda sac malzemelerin, üretim parametrelerinden ezme miktarının boyanabilme kabiliyeti etkisi hakkında yeterli bir bilgi bulunmamaktadır. Dolayısıyla bu durumun açıklığa kavuşturulması gerekmektedir.

Bu çalışmada HC420LA sac malzemenin boyanabilme kabiliyetine temper haddeleme ezme miktarının etkisini araştırmak için numuneler farklı ezme miktarlarıyla temper haddeleme işlemine tabi tutulmuştur. Temper haddelenmiş HC420LA sac malzeme numunelerinin boyanabilme kabiliyetleri çapraz kesim (cross-cut) testinden elde edilmiştir. Ezme miktarı ve yüzey pürüzlülüğünün sac malzemelerin üzerine uygulanan boya kaplamalarının yapışma mukavemetine etkisi değerlendirilmiş ve tartışılmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Malzeme

Çalışmada kullanılan malzeme, motorlu araçlarda yakıt tüketimi, CO<sub>2</sub> emisyonları ve ağırlıklarının azaltılabilmesi amacıyla kullanılan geleneksel yüksek mukavemetli çeliklerden (HSS), yüksek mukavemet düşük alaşım (HSLA) kalite çelik sac malzemedir (Rodionova ve ark., 2020). HSLA kalite sac malzemelerden HC420LA (ERD7140) kalite sac malzeme (1.0 mm kalınlık) bu çalışmada tercih edilmiştir. Bu kalite sac malzemenin kimyasal bileşimi ve mekanik özellikleri daha önce yapılmış olan bir çalışmada elde edilmiştir (Özakın ve Kurgan, 2021). Malzemenin kimyasal bileşimi ve çekme özellikleri Tablo 1’de verilmektedir. Sac malzeme numuneleri, deneysel çalışmalar için 30 mm genişlik ve 250 mm uzunlukta kesilerek hazır hale getirilmiştir.

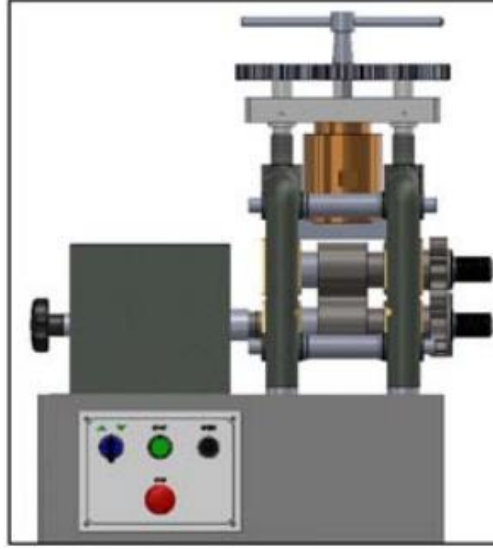
**Tablo 1.** HSLA kalite sac malzemenin kimyasal bileşimi ve çekme özellikleri (Özakın ve Kurgan, 2021)

Kimyasal bileşim (% ağı.)													
Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al	Nb	Ti	V
Dng	0.084	0.014	1.017	0.019	0.010	0.035	0.032	0.053	0.004	0.053	0.057	0.056	0.042
Malzeme kalitesi					Standart		Akma mukavemeti (MPa)		Çekme mukavemeti (MPa)		Toplam uzama (%)		
HC420LA					EN 10268		445 ± 10		549 ± 8		18.4± 0.2		

### 2.2. Temper Haddelme Deneyleri

Temper haddelme işlemi sac malzemeye %0.0-%5.0 aralığında ezme miktarı verilerek gerçekleştirilir (Çolak ve Kurgan, 2018). Deneysel çalışmada özel olarak imal edilen haddelme düzeneği kullanılmıştır. Haddelme düzeneği 1.5 kW güce sahiptir. 0-100 dev/dk aralığındaki haddelme hızlarında çalışabilmektedir. 2’li merdane düzenine sahip düzenekte merdaneler 75 mm çapında ve 50 mm uzunluğundadır. Merdane çiftleri soğuk iş takım çeliğinden üretilmiş ve elmasla özel olarak pürüzlendirilmiştir (Özakın ve ark., 2021; Çolak, 2021). Merdane çiftinin aritmetik ortalama pürüzlülük değeri 3.4 µm’dir. Deney düzeneğinin şematik resmi Şekil 1’de gösterilmektedir. Bu çalışma kapsamında dört farklı ezme miktarı ile malzemeler temper haddelme testine tabi tutularak yüzeylerine pürüzlülük transfer edilmiştir. Temper haddelme testleri sonrasında sac malzeme yüzeylerine ait pürüzlülük parametreleri, Mitutoyo SJ-410 pürüzlülük ölçüm cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Çalışmada pürüzlülük parametrelerinden R<sub>a</sub> (aritmetik ortalama pürüzlülük), R<sub>k</sub> (çekirdek pürüzlülüğü), R<sub>pk</sub> (çekirdek pürüzlülük üzerinde bulunan tepelerin

yüksekliği) ve  $R_{vk}$  (çekirdek pürüzlülük altında bulunan vadilerin derinliği) dikkate alınmıştır (Özakın ve Kurgan, 2020).



Şekil 1. Temper haddeleme deney düzeneği (Çolak, 2021)

### 2.3. Yüzeylerin Boyanması ve Çapraz Kesim (Cross-Cut) Testi

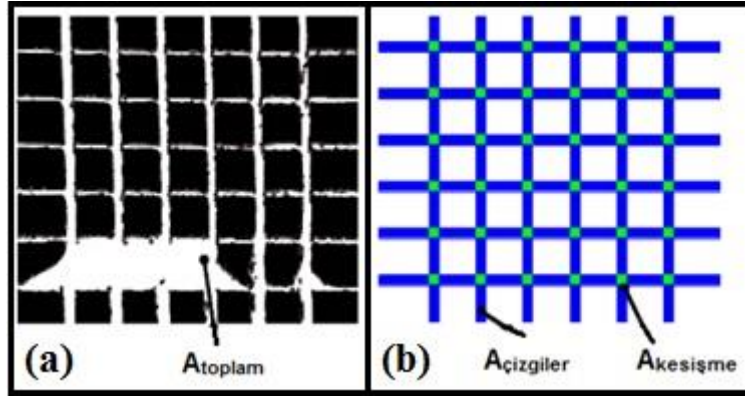
Yüzeylerin boyanması aşamasında polietilen akrilik esaslı otomotiv boyası piyasadan temin edilmiştir. Bu temin edilen boya karışımı püskürtme tabancası kullanılarak numuneler üzerinde homojen bir film tabaka oluşturacak şekilde yüzeye püskürtülmüştür. Boya tabakası astarlama işlemi dahil olmak üzere 3 kat uygulanmış ve her bir kat için kurutma işlemi 24 saat oda sıcaklığında sağlanmıştır. Boya tabakasının kalınlığı sac malzemenin boya öncesi ve sonrası kalınlığı mikrometre ile ölçülerek  $60 \pm 5 \mu\text{m}$  olarak hazırlanmıştır.

Yapışma mukavemeti ve dolayısıyla boyanabilme kabiliyeti, çapraz kesme (cross-cut) testi ile belirlenmiştir. Bu testin uygulama aşamasında numuneler ilk olarak 3 kat boya tabakası ile kaplanmıştır. Boyanan sac malzeme numuneleri fırça ile temizlenmiş ve ardından yüzey kareleme-kesme işlemine tabi tutulmuştur. Kareleme-kesme işlemi uygulanan kaplama yüzeylerine adezyon bandı yapıştırılmış ve  $90^\circ$ 'lik açı ile yüzeyden sökülüştür. Sökülen yüzeyin şekline göre (Şekil 2) yapışma mukavemeti, Denklem (1)'de yerine konularak tayin edilmiş ve yapışma mukavemeti belirlenmiştir.

$$A_{\text{sökülen}}(\%) = \frac{A_{\text{toplam}} - (A_{\text{çizgiler}} - A_{\text{kesişme}})}{A_{\text{resim}} - (A_{\text{çizgiler}} - A_{\text{kesişme}}} \times 100 \quad (1)$$

Denklemden;  $A_{\text{toplam}}$ : Şekil 2.a'daki beyaz bölgelerin,  $A_{\text{resim}}$ : Şekil 2.a'daki siyah bölgenin alanıdır. En başta yüzeyin kareleme-kesme işleminden meydana gelen alanlardan  $A_{\text{çizgiler}}$ : malzeme

yüzeyinden kesilen alanı (Şekil 2.b),  $A_{kesişme}$  ise kesişen alanları (Şekil 2.b) bir defa hesaba katılması için kullanılan alanları tanımlamaktadır (Schirmer ve ark., 2018).



Şekil 2. Yapışma mukavemetinin belirlenmesi (Schirmer ve ark., 2018)

### 3. Bulgular ve Tartışma

Temper haddeleme testleri dört farklı ezme miktarı ile gerçekleştirilmiştir. Temper haddeleme testleri sonrasında malzeme numunelerinde ezme miktarı Denklem (2) yardımıyla hesaplanmıştır. Bu denklemde  $r_0$ ; numunelerin haddeleme işlemi öncesinde kalınlığı iken  $r_s$ ; haddeleme sonrasında malzemenin kalınlığıdır. Malzeme numunelerinin kalınlıkları hassas mikrometre ile ölçülerek sac malzemelerde meydana gelen ezme miktarları ve numunelerin isimlendirilmeleri Tablo 2’de verilmiştir. HC420LA kalite sac malzeme numunelerinde meydana gelen ezme miktarları değerlendirildiğinde; literatür ile uyumlu olarak %0.0-5.0 aralığında ezme miktarları ile malzemenin haddeleme işlemine tabi tutularak yüzeyine özel pürüzlülük profili kazandırılmıştır (Koh ve ark., 2010).

$$r (\%) = \frac{r_0 - r_s}{r_0} \times 100 \quad (2)$$

**Tablo 2.** Sac malzeme numunelerinde meydana gelen ezme miktarları ve numunelerin isimlendirilmeleri

Numune adı	Ezme miktarı (%)
S0	0.00
S025	0.25
S075	0.75
S275	2.75
S425	4.25

Farklı ezme miktarları ile temper haddelenen HC420LA sac malzeme numuneleri kesildikten sonra yüzeyleri Şekil 3’teki gibi görüntülenmiştir. Bu yüzeyler görsel olarak değerlendirildiğinde

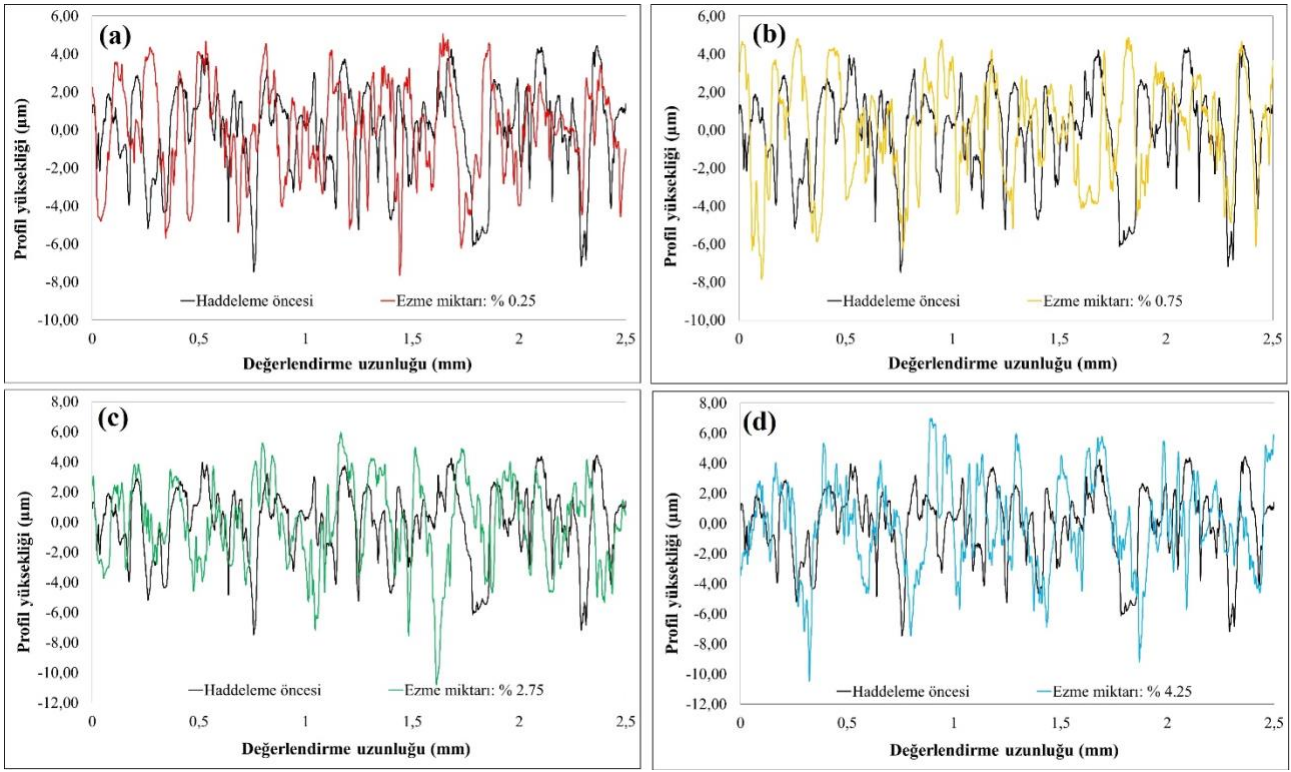
ezme miktarı arttıkça yüzeyde meydana gelen pürüzlülüğün arttığı belirgin bir şekilde göze çarpmaktadır. Numuneler içerisinde S0 yani haddelenme öncesi numunenin yüzey pürüzlülük dokusunun %4.25 ezme miktarı ile haddelenen numuneye göre daha az olduğu görülmektedir.



**Şekil 3.** Farklı ezme miktarları ile temper haddelenen HC420LA sac malzeme numunelerinin yüzey görüntüleri

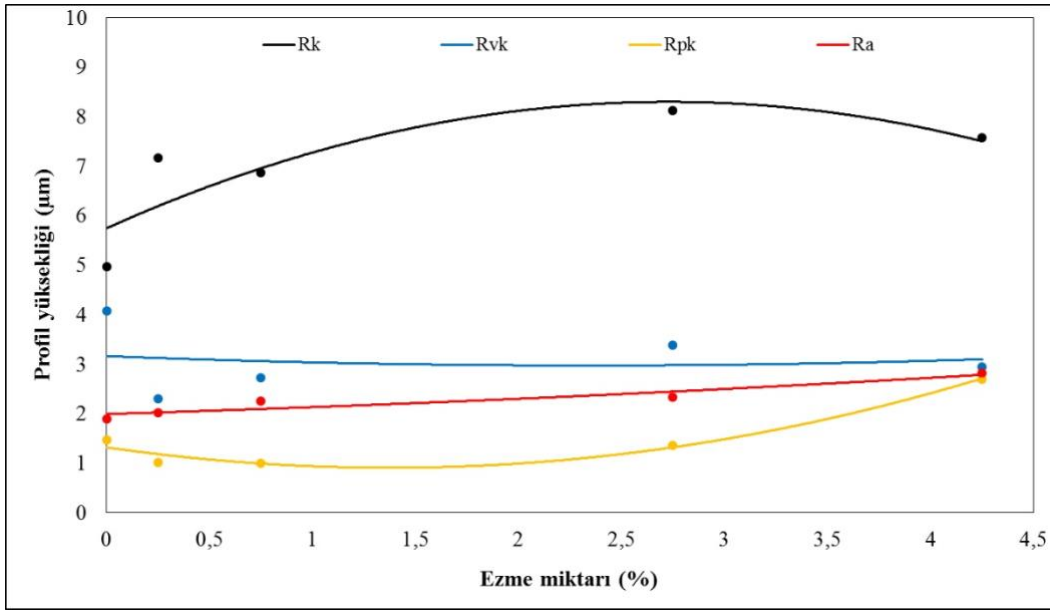
Yüzeylerin boyanma işleminden önce sac malzeme numunelerinin yüzeylerinden pürüzlülük ölçümleri, çizgisel olarak hareket eden probun yüzeyi taraması sonucunda belirlenmiştir. Temper haddelenen yüzeylerden alınan pürüzlülük ölçümlerinden elde edilen pürüzlülük profilleri, Şekil 4'te gösterilmektedir. Bu durumda haddelenme öncesi malzeme yüzey pürüzlülük profili ile %0.25 ezme miktarı (Şekil 4.a), %0.75 ezme miktarı (Şekil 4.b), %2.75 ezme miktarı (Şekil 4.c) ve %4.25 ezme miktarı (Şekil 4.d) kullanılarak gerçekleştirilen temper haddelenme neticesinde yüzeylerdeki pürüzlülük profil yükseklikleri karşılaştırılmıştır. Ezme miktarı arttıkça haddelenme öncesi duruma göre profil yüksekliklerinde pozitif ve negatif bölgede bir artış gerçekleştiği görülmektedir. Profil yüksekliğindeki bu artış, pürüzlülük parametrelerinden aritmetik ortalama pürüzlülük ( $R_a$ ) değerini artırmaktadır. Temper haddelenme ezme miktarının artması ile birlikte yüzey pürüzlülüğü artış göstermektedir. Ayrıca tepe yükseklikleri ile vadi derinliklerinde de bir artış meydana geldiği görülmektedir. Bu durumdan hareketle yüzey pürüzlülüğünün yükseklik profilini yansıtan parametrelerinin değerlendirilmesi gerektiğini açıkça ortaya koymaktadır.





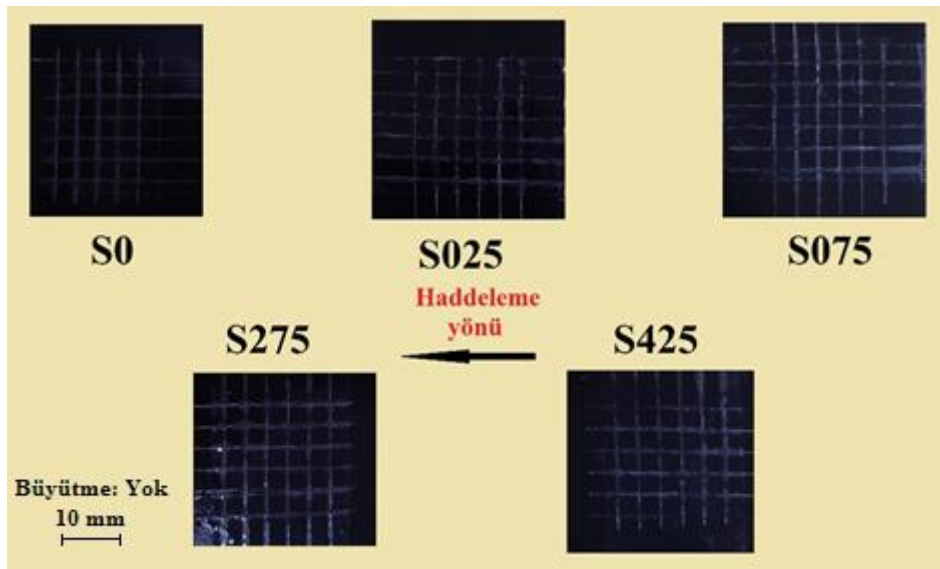
Şekil 4. Temper haddelenen yüzeylerden alınan pürüzlülük ölçümlerinden elde edilen pürüzlülük profilleri

Yüzey pürüzlülüğünün yükseklik profilini yansıtan parametreleri belirlenerek değerlendirilmiştir. Pürüzlülük ölçümlerinde  $R_a$ ,  $R_k$ ,  $R_{pk}$  ve  $R_{vk}$  parametreleri ölçülen parametreler arasındadır. Bu doğrultuda Şekil 5'te bu parametreler için ezme miktarı ile yüzey profil yüksekliği arasındaki grafiksel ilişki verilmektedir.  $R_a$  parametresi yüzeyin aritmetik ortalama pürüzlülüğünü göstermektedir. Sıklıkla kullanılan pürüzlülük parametrelerinden biridir. Ancak bazı durumlarda yüzeyi değerlendirilmesinde tek başına yeterli değildir. Bundan ötürü çalışma temelinde yüzeyin pürüzlülük profilinin tepelerin yükseklikleri ( $R_{pk}$ ) ve vadilerin derinlikleri ( $R_{vk}$ ) boyama açısından önemli olmasından ötürü bu pürüzlülük parametreleri ölçülmüştür. Ayrıca tepe yükseklikleri ve vadi derinliklerinin yüzey profilinin değerlendirilmesinde yine çekirdek pürüzlülük değeri ( $R_k$ ) vazgeçilmez olup bu dört parametrenin ( $R_a$ ,  $R_k$ ,  $R_{pk}$  ve  $R_{vk}$ ) değerleri bu çalışmada ölçülmüştür. Şekil 5 değerlendirildiğinde ezme miktarı arttıkça çekirdek pürüzlülük ( $R_k$ ) değeri ve aritmetik ortalama pürüzlülük ( $R_a$ ) değeri genel olarak bir artış sergilemiştir. Bununla birlikte küçük ezme miktarlarında  $R_a$  ve  $R_k$  parametreleri daha hızlı bir artış içerisindedir. Tepe yükseklikleri ( $R_{pk}$ ) ve vadi derinlikleri ( $R_{vk}$ ) parametreleri ise %0.75 ezme miktarına kadar azalma sergilerken, bundan daha büyük ezme miktarlarında  $R_{pk}$  ve  $R_{vk}$  parametrelerinde bir artış meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu durumun boyama kabiliyetine yani yapışma mukavemetine %0.75 ezme miktarına kadar olumlu etkisi olmuş ve bir sonraki aşamada değerlendirmesi cross-cut (çapraz kesim) testlerinin sonuçları ile birlikte değerlendirilmiştir.



Şekil 5.  $R_a$ ,  $R_k$ ,  $R_{pk}$  ve  $R_{vk}$  pürüzlülük parametreleri için ezme miktarı ile yüzey profil yüksekliği arasındaki ilişki

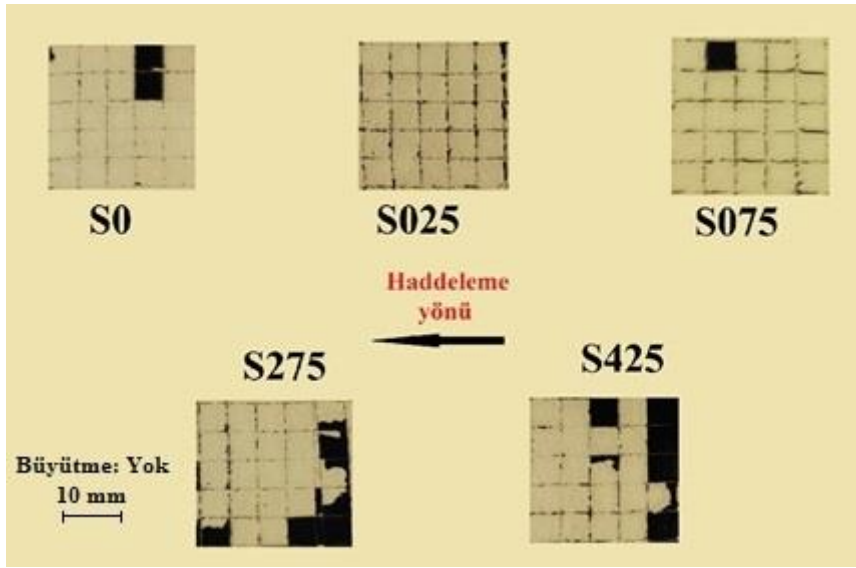
Temper haddelemede ezme miktarının boyanabilme kabiliyetine etkisini değerlendirmek için gerçekleştirilen cross-cut (çapraz kesim) testinde yüzeylerde meydana getirilen kareleme-kesme işlemi Şekil 6'da gösterilmiştir. Test gerçekleştirilmeden önce malzeme üzerindeki boya tabakasının kalınlığı ölçülmüş ve yaklaşık  $60 \pm 5 \mu\text{m}$  olarak tespit edilmiştir. Boya tabakasının kareleme-kesme işlemleri sonrasında yüzeylere adezyon bant yapıştırılmış ve bantların yüzeyden sökülmesi sonucunda boyanın yapışma mukavemeti tayin edilmiştir.



Şekil 6. Cross-cut (çapraz kesim) testinde yüzeylerde meydana getirilen kareleme-kesme işlemi

Çapraz kesim testi ile yüzeyden ayrılan bantların üzerinde kalan siyah katmanlar ile boyanın yapışma mukavemeti belirlenmiştir. Bu doğrultuda cross-cut (çapraz kesim) testi sonrası yüzeyden

ayrılan adezyon bantları Şekil 7’de gösterilmiştir. Yüzeylerden sökülen boya parçalarının alanları belirlenerek Denklem 1 yardımıyla yapışma mukavemetleri tayin edilmiştir. Temper haddeleme testleri neticesinde yüzeylerden sökülen alanlara ait çizelge Tablo 3’de verilmiştir. Sökülen alanların büyüklüğüyle orantılı olarak yapışma mukavemetleri orantılıdır. Dolayısıyla ezme miktarı %0.25 iken sökülen alan en az olup yapışma mukavemeti en yüksektir. En yüksek oranda yüzeyden boyanın söküldüğü %4.25 ezme miktarında ise yapışma mukavemeti en düşüktür. %15 oranından fazla sökülen alan otomotiv endüstrisinde uygun görülmeyen bir yapışma mukavemeti olduğu göz ardı edilmemelidir (Schirmer ve ark., 2018).



Şekil 7. Cross-cut (çapraz kesim) testi sonrası yüzeyden ayrılan adezyon bantları

Tablo 3. Temper haddeleme testleri neticesinde yüzeylerden sökülen alanlara ait çizelge

Numune adı	$A_{\text{sökülen}}$ (%)
S0	8.5
S025	2.5
S075	4.5
S275	17.5
S425	22

Çalışmadan elde edilen bulguların tümü birlikte değerlendirildiğinde temper haddeleme işleminde ezme miktarı artışının merdane yüzeyinden sac malzeme yüzeyine transfer edilen pürüzlülük dokusunun belirgin bir şekilde oluşmasına katkıda bulunduğu görülmektedir. Ezme miktarı arttıkça pürüzlülük parametrelerindeki farklılıklar, boyanın yüzeye yapışmasında farklılıklar oluşmasına sebebiyet vermiştir. Pürüzlülük profilinde ezme miktarı arttıkça (%0-1 aralığında) tepelerin yüksekliklerinde ( $R_{pk}$ ) ve vadilerin derinliklerinde ( $R_{vk}$ ) bir azalma meydana gelmiştir. Boyanın yüzeye yapışma mukavemeti de benzer bir davranış sergilediği göz önüne alındığında tepelerin yüksekliklerinin ve vadilerin derinliklerinin boyanın yapışma mukavemetinde oldukça etkili

olduğunu ortaya koymaktadır. Temper haddeleme ezme miktarının artması  $R_a$  ve  $R_k$  parametrelerinin artmasına sebep olmuştur. Bununla birlikte  $R_a$  ve  $R_k$  parametrelerinin boyanın yapışma mukavemeti üzerinde net bir etkisinden bahsedilememektedir. Ayrıca ezme miktarının artmasının yüzey sertliğinin de artmasına sebep olmasından ötürü yapışma mukavemetinin azalmasına katkıda bulunduğu söylenebilir (Özakın ve Kurgan, 2022b).

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada temper haddelenmiş HC420LA sac malzeme numunelerinin boyanabilme kabiliyetleri çapraz kesim (cross-cut) testinden elde edilmiştir. Ezme miktarı ve yüzey pürüzlülüğünün sac malzemelerin üzerine uygulanan boya kaplamalarının yapışma mukavemetine etkisi değerlendirilen çalışmanın sonuçları ve gelecekte yapılması önerilen çalışmalar aşağıda sunulmaktadır.

- Temper haddeleme ezme miktarı arttıkça yüzeyin pürüzlülük profilinde değişimler meydana gelmiştir.
- Temper haddeleme ezme miktarı arttıkça yüzeyin  $R_a$ ,  $R_k$  değerleri haddeleme öncesine göre yaklaşık olarak sırasıyla %30 ve %20 oranında artmıştır. Temper haddeleme ezme miktarı arttıkça (%0-1 aralığında) yüzeyin  $R_{pk}$ ,  $R_{vk}$  değerleri haddeleme öncesine göre yaklaşık olarak sırasıyla %25 ve %10 oranında azalmıştır. %1 oranının üzerindeki ezme miktarı artışlarında  $R_{pk}$  ve  $R_{vk}$  değerleri haddeleme öncesine göre yaklaşık olarak sırasıyla %80 ve %10 oranında artış sergilemiştir.
- Temper haddeleme ezme miktarı arttıkça (%0-1 aralığında) boyanın yapışma mukavemeti kayda değer bir oranda (haddeleme öncesine göre yaklaşık olarak %50-100) artmıştır. %1 oranının üzerindeki ezme miktarı artışlarında boyanın yapışma mukavemetinin yüksek bir oranda (haddeleme öncesine göre yaklaşık olarak %200-250) azaldığı tespit edilmiştir.
- Yüzey profilindeki tepelerin yükseklikleri ve vadilerin derinlikleri arttıkça boyanın yapışma mukavemetinin azaldığı ve bu durumun tersinin de geçerli olduğu sonucuna varılmıştır.
- Gelecekte yapılabilecek araştırmalara bakılacak olursa; sac malzemelere uygulanan farklı boya türlerinin yapışma mukavemetine etkilerini araştıran bir çalışma gelecekte yapılabilir. Ayrıca sac malzemelere uygulanabilen farklı yüzey pürüzlendirme tekniklerinin boya yapışma mukavemetine etkisinin incelendiği araştırma ileride yapılabilecek çalışmalara konu olabilir.

## **Teşekkür**

Bu çalışma, TÜBİTAK 2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı tarafından desteklenmiştir.

## **Yazarların Katkısı**

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

## **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## **Kaynaklar**

- Almeida, E., Santos, D., and Uruchurtu, J. (1999). Corrosion performance of waterborne coatings for structural steel, *Progress in Organic Coatings*, 37(3-4), 131-140.
- Asmatulu, R., Erukala, K. S., Shinde, M., Alarifi, I. M., and Gorji, M. R. (2019). Investigating the effects of surface treatments on adhesion properties of protective coatings on carbon fiber-reinforced composite laminates, *Surface and Coatings Technology*, 380, 125006.
- Çolak, B., and Kurgan, N. (2018). An experimental investigation into roughness transfer in skin-pass rolling of steel strips, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 96(9), 3321-3330.
- Çolak, B. (2021). How the skin-pass rolling reduction ratio affects the strain aging behaviour of low-carbon steel sheets”, *Ironmaking & Steelmaking*, 48(10), 1254-1260.
- Deyab, M. A., De Riccardis, A., Bloise, E., and Mele, G. (2018). Novel H2Pc/Epoxy nanocomposites: Electrochemical and mechanical property investigation as anti-corrosive coating”, *Progress in Organic Coatings*, 119, 31-35.
- Eslami, R., Bagheri, R., Hashemzadeh, Y., and Salehi, M. (2014). Optical and mechanical properties of transparent acrylic based polyurethane nano silica composite coatings, *Progress in Organic Coatings*, 77(7), 1184-1190.
- Guo, T., Liu, C., Ran, C., and Dong, X. (2018). Effects of spangle size on performances of hot-dip 55% Al-Zn alloy coating, *International Journal of Electrochemical Science*, 13, 9505-9519.
- Kim, S. K., Kim, M. K., and Jeon, E. C. (1998). A study on the characteristics of electro-discharge texturing for temper mill work roll, *KSME International Journal*, 12(1), 153-159.
- Kim, S. K., and Kim, M. K. (2008). A study on the painting characteristics of waterborne paint for automotive refinish, *Journal of the Korean Society of Manufacturing Process Engineers*, 7(4), 68-75.
- Koh, Y. H., Lee, M. H., and Kim, S. K. (2010). Texture evolution in low-C flat rolled steels on the physical properties. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 11(3), 445-452.
- Monetta, T., Acquesta, A., Bellucci, F. (2015). Graphene/epoxy coating as multifunctional material for aircraft structures, *Aerospace*, 2(3), 423-434.

- Nunes, E., de Oliveira, A. F., Sekeres, T., Wichern, C., and Plaut, R. L. (2014). Inter-relationship among skin pass reduction, 3d and 2d roughness parameters and the stampability/paintability of cold rolled steel sheets for the automotive industry: a preliminary analysis, *In Materials Science Forum*, 783, 1039-1045.
- Özakın, B., ve Kurgan, N. (2019). Temper haddelemede pürüzlülük transferini etkileyen parametrelerin incelenmesine yönelik bir derleme çalışması, *International Periodical of Recent Technologies in Applied Engineering*, 1(2), 67-78.
- Özakın, B., ve Kurgan, N. (2020). DC04 kalite sac malzemelere temper haddeleme ile pürüzlülük transferinde yağlayıcının etkisinin incelenmesi. *Uluslararası Doğu Anadolu Fen Mühendislik ve Tasarım Dergisi*, 2(2), 325-336.
- Özakın, B. (2021). *Temper haddelemede mekanik özellik-yüzey pürüzlendirme ilişkisinin incelenmesi*. Doktora Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Samsun.
- Özakın, B., and Kurgan, N. (2021). Experimental investigation of roughness transfer with skin-pass rolling to high strength low alloy (HSLA) material, *Arabian Journal for Science and Engineering*, 46(12), 12137-12144.
- Özakın, B., Çolak, B., and Kurgan, N. (2021). Effect of material thickness and reduction ratio on roughness transfer in skin-pass rolling to DC04 grade sheet materials, *Industrial Lubrication and Tribology*, 73(4), 676-682.
- Özakın, B., ve Kurgan, N. (2022a). AISI 304 paslanmaz çelik sac malzemelere temper haddeleme ile pürüzlülük transferinde haddeleme parametrelerinin etkisinin incelenmesi. *Politeknik Dergisi*, 25(3), 1201-1209.
- Özakın, B., and Kurgan, N. (2022b). Effect of temper rolling reduction ratio on microhardness and microstructure of DC04 grade sheet material. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 11(2), 393-399.
- Pfectorf, M., Engel, U., and Geiger, M. (1998). 3D-surface parameters and their application on deterministic textured metal sheets, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 38(5-6), 607-614.
- Plicht, G., Schillak, H., Lin, M., Edwards, R., Mebrahtu, T., Hofinghoff, H. and Demski, T. (2007). Skin-pass rolling of steel strip using liquid nitrogen, *Materials Science & Technology (MS&T) 2007*, (s. 149-157). Michigan.
- Rodionova, I. G., Amezhnov, A. V., D'yakonov, D. L., Shaposhnikov, N. G., Baklanova, O. N., and Gladchenkova, Y. S. (2020). Study of the effect of microstructure characteristics on corrosion resistance of cold-rolled micro-alloyed sheet steels (HSLA) of strength classes 340–420 for automobile building, *Metallurgist*, 63(11), 1165-1177.
- Scheers, J., Vermeulen, M., De Mare, C., and Meseure, K. (1998). Assessment of steel surface roughness and waviness in relation with paint appearance, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 38(5-6), 647-656.
- Schirmer, J., Roudenko, J., Reichenberger, M., Neermann, S., and Franke, J. (2018). Adhesion measurements for printed electronics: A novel approach to cross cut testing, *41st International Spring Seminar on Electronics Technology (ISSE)*, (s. 1-5). Zlatibor: University of Novi Sad.
- Wu, C., Zhang, L., Qu, P., Li, S., and Jiang, Z. (2019). A new method for predicting the three-dimensional surface texture transfer in the skin pass rolling of metal strips. *Wear*, 426, 1246-1264.
- Zhao, H., Huang, Z., and Cui, J. (2008). A novel method of electroless plating on AZ31 magnesium alloy sheet, *Journal of Materials Processing Technology*, 203(1-3), 310-314.

## Türkiye Piyasasında Satışa Sunulan Spagetti Makarnaların Bazı Kalite Özellikleri

Sultan ACUN<sup>1\*</sup>, Hülya GÜL<sup>2</sup>

### Öz

Günlük beslenmede önemli bir yere sahip olan makarnanın bileşimi ve kalitesi tüketici tercihini etkilemektedir. Bu çalışmada; Türkiye’de tüketiciler tarafından tercih edilen ve farklı fiyat skalasında satışa sunulan spagetti tipi makarnaların bazı kalite özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda 10 adet spagetti örneği nem, kül, protein, çap, uzunluk, renk, optimum pişme süresi, suya geçen madde miktarı (pişme kaybı), hacim artışı ve su absorpsiyonu bakımından değerlendirilmiştir. Ayrıca kuru makarnaların sertlik ve kırılabilirlik, pişmiş makarnaların ise tekstür profil analizleri (TPA) ve sıklık özellikleri belirlenmiştir. Spagettilerin nem, kül ve protein içeriklerinin sırasıyla %8.73-13.28, %0.24-1.29 ve %10.50-12.77 arasında değiştiği saptanmıştır. Kuru spagetti örneklerinin sertlik ve kırılabilirlik değerleri sırasıyla 153.57-316.39 g ve 30.48-31.81 mm arasında bulunurken, pişmiş spagettilerin çiğnenebilirlik ve sertlik değerleri sırasıyla 998.48-1256.56 ve 1611.46-2341.66 g arasında bulunmuştur. Makarnaların sarılık değerleri 24.07-31.04, çapları 1.47-1.63 mm, uzunlukları ise 25.07-26.27 mm olarak tespit edilmiştir. Spagetti örnekleri pişme özellikleri bakımından değerlendirildiğinde ise; optimum pişme sürelerinin 10.36-13.00 dakika, suya geçen madde miktarının %4.92-9.49; hacim artışının %248.15-374.18; su absorpsiyon değerinin ise %165.74-226.32 arasında değiştiği belirlenmiştir. Türkiye piyasasında satışa sunulan farklı firmalara ait spagetti tipi makarnaların incelenen kalite özellikleri değerlendirildiğinde; aralarında niteliksel farklılıklar olduğu tespit edilmiştir. Bu farklılıklar, ürünün kimyasal bileşimine de bağlı olarak pişme özelliklerini, tekstürünü ve duyu özelliklerini değiştirmektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Tekstür, pişme kaybı, optimum pişme süresi, tüketici tercihi

## Some Quality Characteristics of Spaghetti Pasta Sold in the Türkiye Market

### Abstract

The preference of consumers is influenced by the composition and quality of pasta, which plays an important role in the diet. In this study; it was aimed to determine some quality characteristics of spaghetti type pasta (STP) preferred by consumers in Turkey and offered for sale at different price scales. In this context, 10 STP belonging to different companies were evaluated in terms of moisture, ash, protein, diameter, length, color, optimum cooking time, cooking loss, volume increase and water absorption capacity. In addition, the hardness, and fracturability properties of dry pasta and texture profile analysis (TPA) and firmness properties of cooked pasta were determined. Moisture, ash, and protein contents of the STP samples varied between 8.73-13.28%, 0.24-1.29%, and 10.50-12.77%, respectively. Hardness and fracturability values of dry STP samples were found between 153.57-316.39 g and 30.48-31.81 mm, respectively. Chewiness of cooked STP samples determined between 998.48-1256.56, while hardness values were found between 1611.46-2341.66 g. The b value, which is the indicator of the yellowness of the pasta, was determined as 24.07-31.04, the diameter was 1.47-1.63 mm and the length was 25.07-26.27 mm. When the STP samples were evaluated in terms of cooking properties, it was determined that the optimum cooking time was 10.36-13.00 minutes, the amount of matter passed into water (cooking loss) was 4.92-9.49%, the volume increase was 248.15-374.18% and the water absorption value varied between 165.74-226.32%. When the quality characteristics of STP of different companies offered for sale in the Turkish market were evaluated in general, it was determined that there were qualitative differences between them. These differences change the cooking properties, texture, and sensory properties of STP depending on the chemical composition of the product.

**Keywords:** Texture, cooking loss, optimum cooking time, consumer preference

<sup>1</sup>Amasya Üniversitesi, Suluova Meslek Yüksekokulu, Gıda İşleme Bölümü, Amasya, Türkiye, [sultan.acun@amasya.edu.tr](mailto:sultan.acun@amasya.edu.tr)

<sup>2</sup>Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye, [hulyagul@sdu.edu.tr](mailto:hulyagul@sdu.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-1954-6102>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-6791-817X>



## 1. Giriş

Tahıllar, insanların günlük besin ihtiyacının karşılayan temel gıda maddesidir. Tahılların üretimiyle beraber medeniyetler şekillenmiş ve buğday, farklı kültürlerde değişik şekillerde işlenerek çeşitli tahıl ürünleri üretilmiştir. Ekmek, makarna, kek, kraker, bisküvi, erişte (noodle) en çok tüketilen tahıl ürünlerindedir. Makarna en az ekmek kadar bilinen ve tüketilen tahıl ürünlerinden biridir.

Günümüzde her yaş grubu ve gelir düzeyindeki bireylerin severek tükettiği makarnanın tarihi konusunda farklı görüşler mevcuttur. Makarnanın milattan önce 1700'lü yıllarda Çin'de ortaya çıktığı ve makarna ile Avrupa'nın tanışması 1200'lü yıllarda Marco Polo'nun Çin ziyaretinden sonra olduğu söylene de başka bir görüşe göre Araplar tarafından bulunan makarna Orta Doğu'dan Avrupa'ya taşınmıştır. Türkiye'de ise 1800'lü yıllarda makarnanın alternatifi olarak görülen ve daha çok evlerde üretilen erişte tüketimi yaygındır. İrmikten yapılan makarna ile tanışma 1856 yılında İstanbul'da kurulan bir işletmeyle başlamış ancak sanayileşme 1922 yılında gerçekleşmiştir (Muslu ve ark., 2021; Varlık, 2021). Günümüzde Türkiye'de yaklaşık 26 makarna fabrikasının faaliyet gösterdiği bilinmektedir (Taşcı ve ark., 2022).

Makarna, ekmekten sonra dünya genelinde en çok tüketilen tahıl ürünlerinden biridir. Avrupa Birliği Makarna Üretici Örgütü'ne göre 2021 yılında dünya genelinde kişi başı makarna tüketimi en yüksek olan ülke 23.5 kg ile İtalya'dır. 17 kg/kişi ile Tunus ikinci, 15 kg/kişi ile Venezuela üçüncü sıradadır (Anonim, 2022a). Türkiye'de ise kişi başı yıllık makarna tüketimi 8.5 kg'dır. (Anonim, 2022b). Türk Gıda Kodeksine göre "*Triticum durum* buğdayından üretilen irmiğe su katılıp tekniğine uygun yoğrularak hazırlanan hamurun şekillendirilip kurutulmasıyla elde edilen ürün" olarak tanımlanan makarnanın besin bileşimi oldukça zengindir (Anonim, 2022c). Bir porsiyonuyla günlük esansiyel aminoasit ihtiyacının %50'sini karşılayan makarna %11.57 protein, %75 karbonhidrat, 1.5 mg/100 g demir, 16 mg/100 g kalsiyum, 125 mg/100 g potasyum, 0.153 mg/100 g tiamin ve 0.046 mg/100 g riboflavin içermektedir (Demirkol ve İçöz, 2002). Besin bileşiminin zenginliği, uzun süre muhafaza edilebilir olması, çeşitlendirilebilmesi, lezzetli bir ürün olması, hazırlama kolaylığı ve diğer gıda maddelerine kıyasla daha uygun fiyata sahip olması makarnanın yaygın olarak tüketilmesini sağlamaktadır (Köten ve Atlı, 2021).

Tüketiminin yaygın olması nedeniyle gelecekte önde gelen sektörlerden biri olacak makarna sektörü, büyüme hızını koruyabilmesi için ürün kalitesine dikkat etmek zorundadır. Tüketicilerin tercih edeceği kaliteli bir makarna üretmek isteyen firmaların kaliteli hammadde kullanması önemlidir. Türkiye'de faaliyet gösteren makarna firmaları makarna üretiminde kullanılmak üzere temin edilen durum buğdayında en çok irmik rengine, protein oranına, camısı tane oranına ve gluten miktarına dikkat etmektedir (Taşcı ve ark., 2022). Bu faktörlerin, üretilen makarna kalitesine



doğrudan etkisi bulunmaktadır. Satın alınan altın sarısı renge sahip makarnanın pişme sonrasında rengini koruması önemlidir. Eğer pişme sonrasında renk açılması görülüyorsa irmik içerisine un karıştırıldığı yönünde bir düşünce oluşmaktadır (Yüksel ve ark., 2011). İyi kalitedeki bir makarna parlak sarı, yarı şeffaf renkte, düzgün yüzeyli olmalı; benek ya da nokta bulundurmamalıdır (Köten ve ark., 2014). Ayrıca protein oranı ve gluten kalitesi makarnanın pişme özelliklerini etkilemektedir. Ancak gliadin miktarı makarna kalitesini protein oranından daha fazla etkilemektedir. Gliadin oranı düşük olan çeşitlerden üretilen makarnalar tüketicilerin istedikleri dirilik ve sertlik özelliğine sahiptirler (Özkaya ve Özkaya, 1993; Köten ve ark., 2014). Tüketicilerin tercihini etkileyen pişme kalitesi pişme sonrası renk, tekstür, elastikiyet, sertlik ve pişme suyuna geçen madde miktarıyla ilgilidir. Makarnalarda suya geçen madde miktarının kuru makarna ağırlığının %7-8'ini aşması istenmez (Yeyinli ve Köse, 2006). Ayrıca makarnalar piştikten sonra kıvamını, tekstürünü ve sert yapısını koruyabilmeli, yapışkanlığa ve yüzey dağılmasına dayanıklı olmalıdır (Muslu ve ark., 2021).

Tüketicilerin tercihini etkileyen birçok kalite faktörü bulunmaktadır. Bu nedenle piyasada üretim yapan firmaların ürünlerinde kalite özelliklerinin ve tüketici tercihlerini etkileyen duyuşal özelliklerin belirlenmesi sektör için büyük önem taşımaktadır. Bu çalışmada Türkiye piyasasında satışa sunulan 10 farklı firmaya ait spagetti tipi makarnanın kalitesi, kimyasal, fiziksel, tekstürel ve duyuşal açıdan incelenmiş ve farklılıkların ortaya konulması amaçlanmıştır.

## **2. Materyal ve Metot**

### **2.1. Materyal**

Çalışmada kullanılan 10 farklı ticari firmaya ait 10 adet spagetti-tipi makarna örneği 500 g'lık paketlerde İzmir ve Isparta'da faaliyet gösteren marketlerden temin edilmiştir. Pişme testlerinde kullanılan makarnalar 4 cm uzunluğunda kesilerek analize hazırlanmıştır. Kimyasal analizler için ise makarna örnekleri Tefal kahve öğütücüsü (GT110838, Fransa) ile öğütülmüştür. Duyuşal analizlerde ise spagettiler orijinal boyutlarında pişirilerek kullanılmıştır.

### **2.2. Metot**

#### **2.2.1. Kimyasal Analizler**

Makarna örneklerinde nem (metot 44-01.01), kül (metot 08-01.01) ve protein (metot 46-12) içeriklerinin belirlenmesinde AACC metotları kullanılmıştır (AACC, 2000).

### 2.2.2. Fiziksel Analizler

#### *Çap ve Uzunluk ölçümü*

Makarnaların boyut özelliklerini belirlemek amacıyla 5 adet spagettinin dijital kumpas yardımıyla çap ve uzunluk değerleri ölçülmüştür (Morreale ve ark., 2019).

#### *Renk*

Makarnaların parlaklık (L), kırmızılık (a) ve sarılık (b) renk değerleri Minolta CR-410 (Osaka, Japonya) renk cihazı yardımıyla üç tekerrürlü olarak belirlenmiştir (Larrosa ve ark., 2016).

### 2.2.3. Optimum pişme süresi (OPS)

Makarnaların optimum pişme süresi AACC metot no 66.50.01'e göre üç tekerrürlü olarak belirlenmiştir. Bu amaçla 6. dakikadan itibaren her 30 sn'de bir makarna örneği alınarak iki cam arasında sıkıştırılmış ve makarna çubuğunun ortasında pişmemiş nişastanın göstergesi olan beyaz çizgi kaybolduğunda süre kaydedilmiştir.

### 2.2.4. Su absorpsiyonu

25 g makarna ( $m_1$ ) 250 ml su içerisinde optimum pişme süresi kadar pişirilmiş ve 3 dakika kadar süzülükten sonra tartılarak ağırlıkları ( $m_2$ ) kaydedilmiştir. Pişmemiş ağırlıkları da dikkate alınarak % su absorpsiyonu aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır (Elgün ve Erturgay, 2002).

$$\% \text{Su absorpsiyonu} = ((m_2 - m_1) / m_1) * 100$$

### 2.2.5. Hacim artışı

Su absorpsiyonunda yapılan işlemlere benzer şekilde 25 g makarnanın pişmeden önce hacmi ölçülmüş ( $V_1$ ) ve OPS sonunda makarna hacimleri ( $V_2$ ) tekrar belirlenmiştir. Hacim artışı aşağıdaki formüle göre % olarak hesaplanmıştır (Elgün ve Erturgay, 2002).

$$\% \text{Hacim artışı} = ((V_2 - V_1) / V_1) * 100$$

### 2.2.6. Suya geçen madde miktarı (pişme kaybı)

25 g makarna 250 ml kaynayan suya ilave edilmiş ve OPS süresince pişmesi sağlanmıştır. Süre sonunda beher içeriği bühner hunisinden damlama kesilinceye kadar süzümüştür. Üzerine 90 ml su

ilave edilerek yıkanan makarnalar tekrar süzölmüş ve pişirme suyu ile yıkama suyu birleştirilmiştir. Saf su ile toplam hacim 350 ml'ye tamamlanıp iyice karıştırıldıktan sonra daha önceden sabit tartıma getirilerek darası alınmış behere bu karışımdan 50 ml aktarılmıştır. Su banyosunda suyu uçurulduktan sonra 98°C'deki etüvde sabit ağırlığa kadar kurutularak tartılmıştır (Elgün ve Erturgay, 2002).

### 2.2.7. Tekstürel Analizler

Makarnaların kırılmalık, kesme kuvveti ve tekstür profil analizi (TPA) gibi tekstürel özellikleri TA-XT PLUS cihazı (TAXT Plus, İngiltere) ile belirlenmiştir.

#### *Kuru makarnada kırılmalık*

Kuru makarnaların kırılmalık özellikleri Ungureanu-Iuga ve ark. (2020) tarafından bildirilen metodun modifiye edilmesiyle belirlenmiştir. 8 cm uzunluğunda kesilen makarnaların kırılmalığı ve sertliği, 3 nokta bükme tertibatlı alüminyum prob kullanılarak belirlenmiştir. Prob üzerine yerleştirilen makarnalar ön test hızı 1 mm/s, test hızı 3 mm/s, son test hızı 10 mm/s ve 50 kg yük hücresi ile kesilmiş ve makarnaları kırmak için gerekli olan maksimum kuvvet kırılmalık değeri mm olarak kaydedilmiştir.

#### *Pişmiş makarnada kesme kuvveti*

Pişmiş makarnanın kesilmesi için gerekli kuvvetin belirlenmesi amacıyla kesme kuvveti analizi yapılmıştır. Bu analizde kesici dişlerin ısırma hareketini simüle etmek amacıyla A/LKB (light knife blade) probu kullanılarak makarna %100 oranında sıkıştırılmıştır. Bu amaçla optimum pişirme süresi (OPS) boyunca pişirilen makarnalar oda sıcaklığına soğutulmuş ve makarnalardan 5 tanesi tabana dizilerek prop yardımıyla sıkıştırılmış ve sıkıştırma sonucunda kesme kuvveti (N.mm) belirlenmiştir (Larrosa ve ark., 2016). Test parametreleri ön test hızı 0.17 mm/s, son test hızı 10 mm/s; yük hücresi 50 kg'dır.

#### *TPA (Tekstür profil analizi)*

Bu analiz için Padalino ve ark. (2013) ve Larrosa ve ark. (2016) tarafından kullanılan metotlar modifiye edilerek kullanılmış ve makarnaların dokusal özellikleri belirlenmiştir. OPS süresince pişirilmiş makarnalardan 5 adet makarna taban üzerinde yan yana dizilmiş ve 2 cm çapındaki düz silindirik prob ile iki kez sıkıştırılarak sıkıştırma-gevşeme-gerilim profil eğrisi elde edilmiştir. Sıkıştırma mesafesi olarak da makarnanın orijinal boyutunun %50'si alınmıştır. Zaman kuvvet eğrisinden sertlik, kohezyon, adezyon (ilk sıkıştırma döngüsünün negatif kuvveti), esneklik, çıgnenebilirlik ve elastikiyet değerleri belirlenmiştir (Szczeniak, 2002). Test parametreleri ön test hızı 1 mm/2, test hızı 5 mm/s, son test hızı 5 mm/s; yük hücresi 5 kg şeklinde ayarlanmıştır.

### 2.2.8. Duyusal Analiz

Makarnalar OPS boyunca pişirilerek duyusal analize tabi tutulmuşlardır. Duyusal analiz için rastgele seçilen 3 basamaklı kodlama kullanılmıştır. Makarna örnekleri panelistlere her biri ayrı ayrı ve sıcak olarak sunulmuş ve örnekler arasında ağız tadının nötürlenmesi için su ikram edilmiştir. Makarnaların renk, koku, tekstür, tat, genel beğeni ve satın alınabilirlik özellikleri 7 puanlık (1:Aşırı kötü, 7:Mükemmel) bir skalayla değerlendirilmiştir. Yarı eğitilmiş 10 panelistin verdiği puanların ortalaması alınarak makarnaların duyusal özellikleri belirlenmiştir (Özgören, 2019).

### 2.2.9. İstatistiksel Değerlendirme

Analiz sonuçları IBM SPSS Statistics 26 paket programı ile değerlendirilmiştir. Sonuçların ortalamalarındaki farklılıklar tek yönlü varyans analizi kullanılarak belirlenmiştir. Bu farklılıklar Duncan çoklu karşılaştırma testi ile %95 güven sınırı düzeyinde belirlenmiştir.

## 3. Bulgular ve Tartışma

### 3.1. Spagettilerin kimyasal özellikleri

Spagetti örneklerinin nem değeri %8.73-13.28 arasında değişmiştir (Tablo 1). TS 1620 Makarna Standardı'na göre makarnaların en fazla %13 nem içermesi gerekmektedir (Anonim, 2016). Farklı firmalara ait makarna örneklerden sadece 4 numaralı firmaya ait makarnaların belirtilen kriterden biraz yüksek nem değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Nem değerinin yüksek olması makarnaların üretimindeki kurutma aşamasından ya da depolama şartlarından kaynaklanmış olabilir. Ayrıca bu durum mikrobiyal ve kimyasal bozulmaya etki edebilir (Köten ve ark., 2014). Nem içeriğinin yüksek olması su aktivitesini arttıracığından lipoksigenaz enziminin faaliyetini de artırabilmektedir (Köten ve ark., 2014). Bu durum renkte açılma meydana getirebilir. Nitekim Tablo 2'de ki renk verileri incelendiğinde 4 numaralı örnekte, sarı rengin göstergesi olan b değeri en düşük değere sahiptir.

**Tablo 1.** Spagetti örneklerine ait kimyasal özellikler\*

Spagetti Örnekleri	Nem (%)	Kül (%)	Protein (%)
1	10.05±0.1 <sup>b</sup>	0.63±0.17 <sup>cd</sup>	11.47±0.25 <sup>cd</sup>
2	9.61±0.08 <sup>b</sup>	0.56±0.07 <sup>d</sup>	11.09±0.18 <sup>e</sup>
3	10.46±0.09 <sup>b</sup>	0,56±0.1 <sup>d</sup>	10.67±0.21 <sup>f</sup>
4	13.28±0.04 <sup>c</sup>	0.24±0.00 <sup>e</sup>	10.50±0.1 <sup>f</sup>
5	9.01±0.13 <sup>f</sup>	0.30±0.17 <sup>e</sup>	12.77±0.15 <sup>a</sup>
6	10.49±0.04 <sup>ab</sup>	0.37±0.03 <sup>e</sup>	11.13±0.32 <sup>de</sup>
7	9.65±0.11 <sup>e</sup>	0.93±0.04 <sup>b</sup>	12.10±0.1 <sup>b</sup>
8	8.73±0.01 <sup>g</sup>	0.78±0.03 <sup>bc</sup>	10.73±0.15 <sup>f</sup>
9	10.26±0.09 <sup>c</sup>	1.29±0.05 <sup>a</sup>	12.10±0.3 <sup>b</sup>
10	10.67±0.20 <sup>a</sup>	1.15±0.07 <sup>a</sup>	11.50±0.1 <sup>c</sup>

\*Aynı sütunda aynı harfle verilen örnekler arasında istatistiksel olarak fark yoktur ( $p<0.05$ )

Organik maddelerin yakılması sonucunda elde edilen inorganik maddelerin miktarını veren ve tahıl ürünlerinde oldukça önemli bir kalite kriteri olan kül değeri makarna örneklerinde %0.24-1.15 arasında değişmiştir (Tablo 1). TSE 1620’de makarnaların sahip olması gereken kül değeri ile ilgili bir sınırlama bulunmazken Türk Gıda Kodeks’inde bu değerin sade makarnada %1 olması gerektiği belirtilmiştir (Anonim, 2022c). Kül değeri bakımından örneklerin ikisi hariç diğerleri Türk Gıda Kodeks’ine uygun bulunmuştur. Makarna üretiminde kül içeriği yüksek irmik kullanılması durumunda üretilen makarnaların da kül miktarı artabilir (Köten ve ark., 2014). 9 ve 10 numaralı örneklerin kül değerinin yüksek olması üretimde kül içeriği yüksek irmiğin kullanılmış olabileceğini düşündürmüştür. Gull ve ark. (2015) irmikten ürettikleri makarnanın kül değerinin %0.71 olduğunu bildirirken Biernacka ve ark. (2018) ise 16 spagetti örneğinin kül değerinin %0.46-1.66 arasında değiştiğini bildirmiştir.

Protein içeriği makarnanın kalitesini etkileyen en önemli faktörlerden biridir. TSE 1620 ve Türk Gıda Kodeks’inde sade makarnanın sahip olması gereken minimum protein oranının kuru maddede en az %10.5 olması gerektiği bildirilmiştir. Tüm makarna örnekleri protein değeri bakımından TSE ve Türk Gıda Kodeksi’ne uygun bulunmuştur. Köten ve ark. (2014) inceledikleri on beş makarna örneğinin protein değerinin %9.53-11.73 arasında değiştiğini bildirmiştir. Kemahlıoğlu ve Demirağ (2018) ise erişte ve erişte (noodle) örneklerinde protein oranının sırayla %11.45-13.55 ve %9.65-10.95 arasında değiştiğini rapor etmiştir. Kullanılan hammadde özelliğine göre protein oranı

değişiklik göstermektedir. Çalışmada değerlendirilen spagetti örneklerinin protein değeri daha önceki çalışmalar ile benzerlik göstermiştir.

### 3.2. Spagettilerin fiziksel özellikleri

Birçok gıda ürünüde olduğu gibi spagettilerde de tüketici tercihini etkileyen en önemli faktör renktir. Özellikle makarnalarda rengin sarı olması beklenmektedir (Hayıt ve ark., 2023). Koyu bir renk, makarnanın üretildiği irmiğin kepekli olduğunu düşündürmektedir. TSE 1620’de renk ile ilgili sayısal bir değer verilmemiş ancak duyusal olarak tanımlama yapılmıştır (Anonim, 2016). Pişmemiş spagettilerde açıklık-koyuluk göstergesi olan L değeri en yüksek 7 numaralı örnekte 58.19 olarak belirlenmiştir (Tablo 2). Pişirildikten sonra duyusal analizde ise en yüksek renk puanını (5.22) 9 numaralı örnek almıştır (Şekil 2). Şekil 1’den de görüleceği üzere sarılık göstergesi olan b değerinin aynı şekilde 7 numaralı örnekte en yüksek olduğu belirlenmiştir. Kırmızılık değeri (a) bakımından ise 8 numaralı spagetti en yüksek değere (6.92) sahip olurken, 2 numaralı spagetti örneği 3.98 ile en düşük kırmızılık değerine sahip olmuştur (Tablo 2). Spagettilerin renklerindeki farklılığın üretimde tercih edilen irmikten ve uygulanan üretim prosesinden kaynaklandığı söylenebilir.

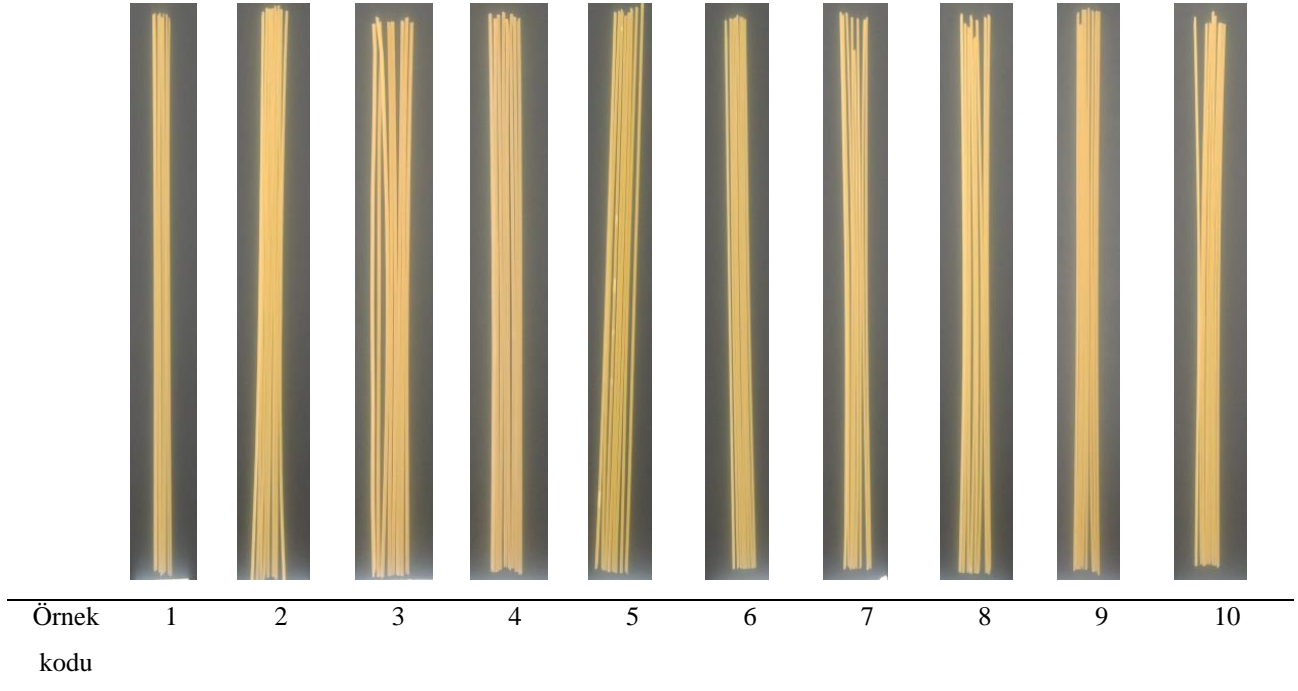
**Tablo 2.** Spagetti örneklerine ait fiziksel özellikler\*

Spagetti Örnekleri	L	a	b	Çap (mm)	Uzunluk (mm)
1	49.22±0.48 <sup>abc</sup>	4.32±0.02 <sup>fg</sup>	24.25±0.19 <sup>c</sup>	1.57±0.06 <sup>bc</sup>	25.07±0.2 <sup>c</sup>
2	41.04±0.93 <sup>c</sup>	3.98±0.09 <sup>g</sup>	24.92±0.71 <sup>c</sup>	1.47±0.11 <sup>c</sup>	25.63±0.2 <sup>b</sup>
3	46.65±0.44 <sup>bc</sup>	6.26±0.08 <sup>bc</sup>	22.41±0.19 <sup>d</sup>	1.63±0.06 <sup>ab</sup>	25.63±0.2 <sup>b</sup>
4	45.84±0.35 <sup>bc</sup>	5.95±0.09 <sup>c</sup>	21.21±0.35 <sup>e</sup>	1.60±0.1 <sup>ab</sup>	26.27±0.05 <sup>a</sup>
5	48.30±0.13 <sup>abc</sup>	4.64±0.04 <sup>ef</sup>	24.42±0.07 <sup>c</sup>	1.73±0.06 <sup>a</sup>	25.17±0.2 <sup>bc</sup>
6	49.99±0.23 <sup>abc</sup>	4.13±0.02 <sup>g</sup>	24.78±0.08 <sup>c</sup>	1.63±0.06 <sup>ab</sup>	25.57±0.2 <sup>bc</sup>
7	58.19±0.52 <sup>a</sup>	5.37±0.18 <sup>d</sup>	31.04±0.34 <sup>a</sup>	1.57±0.06 <sup>bc</sup>	25.37±0.2 <sup>bc</sup>
8	56.25±0.44 <sup>ab</sup>	6.92±0.25 <sup>a</sup>	29.82±0.09 <sup>b</sup>	1.63±0.06 <sup>ab</sup>	25.53±0.4 <sup>bc</sup>
9	55.98±0.73 <sup>ab</sup>	6.55±0.16 <sup>b</sup>	29.36±0.31 <sup>b</sup>	1.53±0.06 <sup>bc</sup>	25.40±0.1 <sup>bc</sup>
10	48.42±1.20 <sup>abc</sup>	4.87±0.49 <sup>e</sup>	24.07±1.07 <sup>c</sup>	1.67±0.06 <sup>ab</sup>	25.30±0.6 <sup>bc</sup>

\*Aynı sütunda aynı harfle verilen örnekler arasında istatistiksel olarak fark yoktur (p<0.05)

Tablo 2’den spagetti örneklerine ait çap ve uzunluk değerlerine bakıldığında 2 numaralı örneğin en küçük, 10 numaralı örneğin ise en büyük çapa sahip olduğu görülmektedir. Serin ve ark. (2020) pişmemiş 16 spagetti numunesinin çaplarının 1.403-1.803 mm arasında değiştiğini bildirmiştir. Uzunluk değerleri bakımından örnekler arasında önemli bir farklılık olmamasına rağmen 4 numaralı örneğin (26.27 mm) diğer örneklerden daha uzun olduğu tespit edilmiştir. 1 numaralı spagetti ise

25.07 mm uzunluk değeri ile en kısa makarna örneği olmuştur. Gallo ve ark. (2020) pişmemiş spagetti uzunluğunun 25.6 cm olduğunu bildirmiştir.



Şekil 1. Spagetti örneklerine ait görseller

### Spagettilerin pişme özellikleri

Makarna kalitesinin belirlenmesinde pişme özellikleri en önemli özelliklerden biridir. Kimyasal bileşimin pişme süresi, suya geçen madde miktarı, hacim artışı ve su absorpsiyonuyla korelasyon gösterdiği bildirilmiştir (Köten ve ark., 2014). Protein içeriği yüksek olan makarnaların pişme süresinin uzun olduğu ve hacim artışının daha fazla olduğu belirtilmiştir. Suyu daha fazla temas edebilen nişasta hızla çirşlenerek pişme süresinin kısalmasına neden olabilmektedir. Eğer protein ağırları zayıfsa temas daha mümkün olabilmektedir (Sözer ve Kaya, 2002).

Tablo 3. Spagetti örneklerine ait pişme özellikleri\*

Spagetti Örnekleri	Pişme süresi (dk.)	Suya geçen madde (%)	Hacim artışı (%)	Su absorpsiyonu (%)
1	10.36±0.00 <sup>b</sup>	6.24±0.08 <sup>e</sup>	289.11±18.68 <sup>cde</sup>	206.17±11.87 <sup>abc</sup>
2	12.33±1.43 <sup>ab</sup>	4.92±0.2 <sup>g</sup>	277.78±11.11 <sup>cde</sup>	181.53±18.80 <sup>cde</sup>
3	13.00±0.25 <sup>a</sup>	5.95±0.03 <sup>f</sup>	272.22±5.55 <sup>de</sup>	190.44±0.5 <sup>bcde</sup>
4	12.23±1.14 <sup>ab</sup>	6.72±0.15 <sup>d</sup>	341.18±5.88 <sup>ab</sup>	226.32±1.51 <sup>a</sup>
5	13.06±1.52 <sup>a</sup>	6.28±0.07 <sup>e</sup>	282.35±5.88 <sup>cde</sup>	190.57±7.8 <sup>bcde</sup>
6	12.33±0.96 <sup>ab</sup>	5.99±0.06 <sup>f</sup>	324.75±15.00 <sup>bc</sup>	207.76±3.93 <sup>ab</sup>

7	11.18±0.61 <sup>ab</sup>	8.35±0.14 <sup>b</sup>	316.67±81.86 <sup>bcd</sup>	193.24±4.96 <sup>bcd</sup>
8	12.24±1.02 <sup>ab</sup>	7.93±0.1 <sup>c</sup>	374.18±10.76 <sup>a</sup>	178.87±2.84 <sup>de</sup>
9	11.53±1.29 <sup>ab</sup>	7.89±0.05 <sup>c</sup>	248.15±15.71 <sup>e</sup>	167.13±6.28 <sup>de</sup>
10	11.36±0.34 <sup>ab</sup>	9.49±0.06 <sup>a</sup>	277.78±15.06 <sup>cde</sup>	165.74±1.48 <sup>e</sup>

\*Aynı sütunda aynı harfle verilen örnekler arasında istatistiksel olarak fark yoktur (p<0.05)

Spagettilerin pişme süresi 10.36-13.06 dk arasında değişmiştir (Tablo 3). Pişme süresi (13.06 dk) en uzun olan spagetti örneğinin protein içeriği (%12.77) de yüksek olan 5 numaralı örnek olduğu saptanmıştır. Daha önce yapılan çalışmalarda araştırmacılar optimum pişme süresinin 9.3-11.15 dk. arasında değiştiğini bildirmiştir (Köten ve ark., 2014; Serin ve ark., 2020).

Protein ağları arasında tutunamayan nişastanın suda çözünmesine bağlı olarak suya geçen madde miktarında artış meydana gelmektedir. Pişme suyunda nişasta çözünmesine bağlı olarak bulanıklık meydana gelirken makarnaların yapışkanlığı da artmaktadır (Sözer ve Kaya, 2002). Belirli bir süre sabit sıcaklıkta pişirilen spagettilerin suya geçen madde miktarının TSE 1620 ve Türk Gıda Kodeksi'ne göre %10'dan az olması istenmektedir (Anonim, 2016; Anonim, 2022c). Spagetti örneklerinin tamamında suya geçen madde miktarı %10'dan az bulunmuştur. İki numaralı örneğin suya geçen madde miktarı %4.92 ile en düşük, 10 numaralı spagetti örneği ise %9.49 ile en yüksek değere sahip olmuştur (Tablo 3). 10 numaralı spagetti numunesinin kül değerinin (%1.15) yüksek olması protein ağlarının zayıflamasına ve nişastanın suya daha çok geçmesine neden olmuş olabilir. Makarnada suya geçen madde miktarının %6'dan az olması makarna kalitesinin iyi olduğunun bir göstergesidir (Köten ve ark., 2014). Buna göre 2, 3 ve 6 numaralı spagetti örneklerinin diğer örneklerden suya geçen madde miktarı bakımından daha iyi kaliteye sahip olduğu söylenebilir.

Hacim artışı ve su absorpsiyonu makarna kalitesi üzerine etki eden diğer önemli etmenlerdir. İyi bir makarnanın hacminin 3-4 kat artması ve ağırlığının 2 katı kadar su çekmesi beklenmektedir (Köten ve ark., 2014). Ayrıca protein içeriği yüksek olan makarnalarda protein ağları su geçişini engellediği için nişasta moleküllerinin suyu absorbe etmesi zorlaşmaktadır. Bu durum hacim artışı ve su absorpsiyonu değerinin düşük olmasına neden olmaktadır (Sözer ve Kaya, 2002; Köten ve ark., 2014). Ayrıca kullanılan hammadde de su absorpsiyonu üzerine etki etmektedir. Eğer üretimde kullanılan irmik boyutu küçükse makarnaların daha fazla su çekmesi beklenmektedir ve iyi bir makarnada su absorpsiyon değerinin %254-267 arasında olması istenmektedir (Serin ve ark., 2020). Tablo 3'te görüldüğü üzere spagetti örneklerinin hacim artışı %248.15-341.18 arasında değişirken, su absorpsiyon değerleri %165.74-226.32 arasında değişmiştir. 4 numaralı spagetti örneğinin en yüksek su absorpsiyon ve hacim artışı değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Buna göre bu spagettinin küçük partikül boyutuna sahip irmiklerden üretildiği düşünülmektedir. Bu spagettinin düşük kül ve protein değerine sahip olması nişastanın daha fazla su absorbe etmesine imkan sağlamış olabilir.



### 3.3. Spagettilerin tekstürel özellikleri

Tekstürel özellikler paketlenme, taşıma, depolama sırasında ürün dayanıklılığı açısından ve tüketicilerin beğenisini kazanabilmesi için önemlidir (Jayasena ve Nasar-Abbas 2012; Desai ve ark., 2018). Pişirmeden önce belirlenen kuru makarnaların kırılma değeri Tablo 4'te verilmiştir. Kuru spagetti örneklerinin sertlik değeri 153.57-316.39 g arasında, kırılma değeri ise 30.48-31.81 mm arasında değişmiştir. Spagetti örnekleri arasında 8 numaralı örneğin sertlik değeri diğerlerinden daha yüksek bulunmuştur. Hayıt ve ark. (2023) glutensiz makarna örneklerinde yaptıkları çalışmada sertlik değerinin 182.23- 403.74 g, kırılma değerinin ise 25.61-31.80 mm arasında değiştiğini bildirmiştir. Köten ve Atlı ise tam arpa unu kullanarak ürettikleri makarnaların sertlik değerinin 28.02-38.54 N arasında değiştiğini bildirmiştir.

**Tablo 4.** Spagetti örneklerine ait sertlik ve kırılma değerleri\*

Spagetti Örnekleri	Sertlik (g)	Kırılma (mm)
1	216.59±8.19 <sup>bc</sup>	31.49±0.16 <sup>b</sup>
2	206.29±2.49 <sup>c</sup>	31.35±0.13 <sup>b</sup>
3	172.7±3.09 <sup>e</sup>	31.81±0.09 <sup>a</sup>
4	153.57±1.25 <sup>f</sup>	31.33±0.08 <sup>b</sup>
5	316.39±12.73 <sup>a</sup>	31.48±0.05 <sup>b</sup>
6	170.93±0.46 <sup>e</sup>	31.77±0.07 <sup>a</sup>
7	192.16±2.91 <sup>e</sup>	30.86±0.09 <sup>cd</sup>
8	310.27±2.16 <sup>a</sup>	30.48±0.08 <sup>e</sup>
9	222.38±6.67 <sup>b</sup>	30.79±0.12 <sup>d</sup>
10	211.76±14.2 <sup>bc</sup>	31.00±0.11 <sup>c</sup>

\*Aynı sütunda aynı harfle verilen örnekler arasında istatistiksel olarak fark yoktur ( $p<0.05$ )

Pişmiş makarnaların sıklık ve kesme kuvveti özellikleri ise Tablo 5'te verilmiştir. Spagettilerin sıklık değeri 179.50-324.30 N arasında değişmiştir. Kesme kuvveti ise 18.91-39.41 N.mm arasında değişmiştir. Yapılan bir çalışmada pişmemiş spagettilerin sıklık değerinin 350-360 N, pişmiş makarnaların sıklık değerinin 245-260 N ve aşırı pişmiş makarnaların sıklık değerinin 160-185 N arasında değiştiği bildirilmiştir (Manthey ve Dick, 2012; Anonim, 2022d). Spagettiler 20 dakika pişirildikten sonra sıklık değeri bakımından incelendiğinde 4 numaralı spagetti örneğinin aşırı pişirilmiştir; 5,6,7 ve 8 numaralı örneklerin ise yetersiz pişirilmiş sıklık değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Pişme sırasında nişastanın jelatinize olmasıyla sıklık değerinde azalma meydana gelmektedir. 5, 6 ve 7 numaralı spagetti örneklerindeki yüksek protein pişme sırasında suyun nişasta molekülleri tarafından absorbe edilmesini zorlaştırmış ve nişastanın jelatinize olması gecikmiş

olabilir. 4 numaralı spagettide ise düşük protein miktarı nedeniyle protein ağlarının azlığı suyun nişastayla temasını önlememiş ve hızlı jelatinizasyona olanak sağlamış olabilir.

**Tablo 5.** Spagetti örneklerine ait sıklık ve kesme kuvveti değerleri\*

Spagetti Örnekleri	Sıklık (N)	Kesme kuvveti (N.mm)
1	239,81±2.66 <sup>c</sup>	26.06±0.54 <sup>e</sup>
2	230.00±1.51 <sup>f</sup>	25.68±0.52 <sup>e</sup>
3	243.63±0.37 <sup>c</sup>	26.41±0.83 <sup>e</sup>
4	179.50±0.86 <sup>h</sup>	18.91±0.77 <sup>h</sup>
5	324.30 ±3.16 <sup>a</sup>	39.41±0.99 <sup>a</sup>
6	284.82±2.74 <sup>b</sup>	31.11±0.64 <sup>b</sup>
7	202.67 ±1.20 <sup>g</sup>	20.49±0.58 <sup>g</sup>
8	265.48±3.11 <sup>c</sup>	29.80±0.75 <sup>c</sup>
9	260.59±2.38 <sup>d</sup>	28.29±0.31 <sup>d</sup>
10	226.29±4.02 <sup>f</sup>	24.41±0.53 <sup>f</sup>

\*Aynı sütunda aynı harfle verilen örnekler arasında istatistiksel olarak fark yoktur (p<0.05)

Spagetti örneklerine ait TPA değerleri Tablo 6'da verilmiştir. Çiğneme özellikleri bakımından en önemli değerlerden biri olan sertlik değeri 1611.46-2341.66 g arasında değişmiştir. Optimum pişme süresi içerisinde pişirilen makarnaların kimyasal bileşiminin farklı olması tekstürel özelliklerin de farklılaşmasına yol açmıştır. Ainsa ve ark. (2021) yaptıkları çalışmada pişmiş spagetti örneğinde sertlik değerinin 3726.35 g olduğunu bildirmiştir. Kullanılan irmiğin protein (%12.5) ve lif içeriği (%1.2) nedeniyle çalışmada değerlendirilen spagettilerden daha yüksek sertlik değerine sahip olduğu düşünülmektedir.

Spagetti örneklerinin yapışkanlık değeri -13.81 g.sn ile -21.05 g.sn arasında değişmiştir. Dil, diş ve ele yapışma özelliklerinin ifadesi olan yapışkanlık değerinin, protein değeri düşük, nişasta jelatinizasyonunun yüksek oluşu ve küçük partiküllü irmikler ile üretilen makarnalarda daha yüksek çıktığı bildirilmiştir (Büyükbeşe ve ark., 2020). Suya geçen madde miktarı %6'dan yüksek olan 1,8,9 ve 10 numaralı spagettelerde yapışkanlık değeri yüksek çıkmıştır. Köten ve Atlı (2021) yaptıkları çalışmada spagetti yapışkanlık değerinin -0.65 olduğunu, Hayıt ve ark (2023) ise bu değer -22.13 olduğunu bildirmiştir.

Esneklik özelliği bakımından spagetti örnekleri arasında önemli bir farklılık belirlenmezken kohezyon değeri 0.60-0.74 arasında değişmiştir. Kohezyon moleküllerin birbirini çekmesiyle oluşan kuvvet değeridir. Kohezyon değeri yüksek olan makarnaların küçük partiküllü irmiklerden üretildiği ve nişasta içeriğinin yüksek olduğu düşünülmektedir. Bu makarna örneklerinin yapısındaki nişasta

nedeniyle iç bağlarının kuvvetli olması sonucunda kohezyon değeri yüksek çıkmış olabilir. Çiğnenebilirlik özelliği ise 998.48-1535.62 arasında değişmiştir. Spagettilerin elastikiyet değeri 0.76-1.13 arasında değişmiştir. Hayıt ve ark. (2023) yaptıkları çalışmada spagetti elastikiyet değerinin 1.05 olduğunu bildirmiştir.

**Tablo 6.** Spagetti örneklerine ait tekstür profil analiz (TPA) değerleri\*

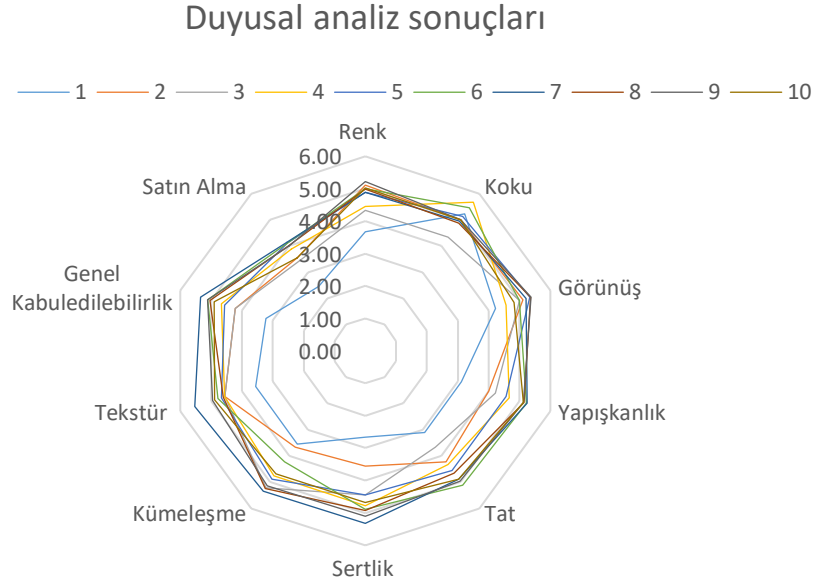
Spagetti Örnekleri	Sertlik (g)	Yapışkanlık (g.sn)	Esneklik	Kohezyon	Çiğneyebilirlik	Elastikiyet
1	2155.61±34.63 <sup>b</sup>	-21.05±0.81 <sup>c</sup>	0.90±0.00 <sup>ab</sup>	0.61±0.02 <sup>d</sup>	1182,78±65.2 <sup>bdc</sup>	0.95±0.04 <sup>bc</sup>
2	1722.83±12.69 <sup>e</sup>	-17.02±3.6 <sup>abc</sup>	0.90±0.01 <sup>ab</sup>	0.68±0.04 <sup>bc</sup>	1045,36±35.99 <sup>d</sup>	0.87±0.04 <sup>cd</sup>
3	1899.15±17.37 <sup>d</sup>	-13.81±0.9 <sup>a</sup>	0.92±0.01 <sup>a</sup>	0.60±0.00 <sup>d</sup>	1048,12±13.71 <sup>d</sup>	0.82±0.01 <sup>de</sup>
4	1767.57±27.82 <sup>e</sup>	-15.03±1.76 <sup>ab</sup>	0.90±0.01 <sup>ab</sup>	0.69±0.03 <sup>ab</sup>	1095,14±41.5 <sup>cd</sup>	1.00±0.1 <sup>b</sup>
5	1858.66±13.69 <sup>d</sup>	-16.73±1.79 <sup>abc</sup>	0.91±0.0 <sup>ab</sup>	0.62±0.01 <sup>d</sup>	1048,65±17.77 <sup>d</sup>	0.76±0.03 <sup>e</sup>
6	2015.57±57.9 <sup>c</sup>	-14.78±3.4 <sup>a</sup>	0.90±0.00 <sup>ab</sup>	0.63±0.04 <sup>cd</sup>	1147,79±105.2 <sup>c</sup>	0.88±0.03 <sup>cd</sup>
7	1639.49±37.63 <sup>f</sup>	-18.35±3.8 <sup>abc</sup>	0.90±0.01 <sup>ab</sup>	0.68±0.04 <sup>bc</sup>	1007,27±61.82 <sup>d</sup>	0.98±0.08 <sup>b</sup>
8	1972.82±76.26 <sup>c</sup>	-20.19±2.44 <sup>bc</sup>	0.89±0.01 <sup>b</sup>	0.72±0.02 <sup>ab</sup>	1256,56±9.76 <sup>b</sup>	0.98±0.03 <sup>b</sup>
9	2341.66±5.21 <sup>a</sup>	-20.97±1.18 <sup>c</sup>	0.89±0.01 <sup>b</sup>	0.74±0.01 <sup>a</sup>	1535,62±65.75 <sup>a</sup>	1.13±0.04 <sup>a</sup>
10	1611.46±48.63 <sup>f</sup>	-18.77±2.93 <sup>abc</sup>	0.89±0.00 <sup>b</sup>	0.69±0.00 <sup>ab</sup>	998,48±27.1 <sup>d</sup>	0.93±0.00 <sup>bc</sup>

\*Aynı sütunda aynı harfle verilen örnekler arasında istatistiksel olarak fark yoktur ( $p<0.05$ )

### 3.4. Spagettilerin duyuşsal özellikleri

Duyuşsal analiz gıdalar için en önemli analizlerden biridir ve tüketicilerin tercihlerinin belirlenmesini sağlar. Spagetti örnekleri duyuşsal olarak değerlendirildiğinde renk bakımından en yüksek beğeniye sahip olan örnek 9 numaralı spagetti örneği olmuştur (Şekil 2). Koku bakımından ise 4 numaralı spagetti örneği daha çok beğenilirken tat olarak 6 numaralı spagetti daha çok beğenilmiştir.

Spagettiler sertlik değeri bakımından değerlendirildiğinde ise 1 numaralı örnek en az beğenilen spagetti olurken 7 numaralı örnek en çok beğenilen spagetti olmuştur. Tekstür özellikleri bakımından makarnalar hemen hemen birbirine benzer özelliklerde olsa da 1 numaralı örneğin tekstürü en düşük, 7 numaralı örneğin tekstürü en yüksek puanı almıştır. Tüm duyuşsal özellikler değerlendirildiğinde 7 numaralı örnek en çok beğenilen ve satın alınabilir makarna olmuştur.



#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Farklı firmalara ait makarna örneklerden sadece bir tanesinin TSE 1620’de belirtilen maksimum nem değerinin üzerinde olduğu, kül değeri bakımından ise iki tanesinin Türk Gıda Kodeksi’nde belirtilen maksimum %1 değerinin üzerinde bir kül değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Tüm makarna örnekleri protein değeri bakımından TSE ve Türk Gıda Kodeksi’ne uygun bulunmuştur. Farklı üreticilere ait spagetti örnekleri arasında çap ve uzunluk bakımından tolere edilebilecek düzeyde küçük farklılıklar olduğu görülmüştür. Pişme süresi en kısa (10.36 dakika) olan spagetti ile en uzun (13.06 dakika) olan spagetti örneği arasında istatistiksel fark görülürken, diğer örneklerin pişme süreleri arasında anlamlı bir fark saptanmamıştır. Spagetti örneklerinin suya geçen madde miktarları arasında önemli farklar olduğu dikkat çekmiştir. Makarna için suya geçen madde miktarının az olması istenen bir özelliktir. Test edilen spagetti örneklerinin hacim artışı ve su absorpsiyonlarının iyi bir makarnadan beklenen değerlerde hatta bazılarında daha da yüksek olduğu görülmüştür. Bu özellik makarnaların tüketici tercihi üzerinde önemli rol oynamaktadır. Spagetti örneklerinin tekstürel ve duysal özellikleri arasında da önemli farklılıklar tespit edilmiştir. Üretimde kullanılan hammaddelerin bileşimi ve makarna üretim prosesinde farklılıklar nedeniyle farklı firmalara ait spagetti makarnaların pişme özellikleri değişmektedir. Bu durum pişirilen makarnaların fiziksel, tekstürel, duysal özelliklerini değiştirmekte ve satın alınabilirliğini de etkilemektedir. Makarna üretiminde kullanılan irmiğin kalitesine dikkat edilmelidir. Çünkü kullanılan irmik makarna kalitesini doğrudan etkilemektedir. Ülkemizde üretilen makarnalık buğdayın üretimi, depolanması işlenmesi sırasında çeşitli kurumlar iş birliği içerisinde olmalıdır. Bu durumda elde edilen makarnaların da kalitesinin ve dolayısıyla makarna ihracatının artacağı umulmaktadır.

## Yazarların Katkısı

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

## Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı


Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- AACC. 2000. *Approved methods of the American Association of Cereal Chemists Methods 08-01, 44-01, 46-12, 66-50*, 10th ed. The Association, St Paul, MN.
- Ainsa, A., Honrado, A., Marquina, P. L., Roncalés, P., Beltrán, J. A., Calanche M, J. B. (2021). Innovative development of pasta with the addition of fish by-products from two species. *Foods*, 10(8), 1889.
- Anonim, (2022a). Erişim adresi: <https://www.pasta-unafpa.org/newt/unafpa/default.aspx?IDCONTENT=102>, (Erişim Tarihi: 12.11.2022).
- Anonim, (2022b). Erişim adresi: <https://musad.org/wp-content/uploads/2022/10/Makarna-Sektor-Raporu-Agustos-2022.pdf>, (Erişim tarihi: 12.11.2022).
- Anonim, (2022c). Türk Gıda Kodeksi Makarna Tebliği. Erişim adresi: [https://members.wto.org/crnattachments/2022/SPS/TUR/22\\_2895\\_00\\_x.pdf](https://members.wto.org/crnattachments/2022/SPS/TUR/22_2895_00_x.pdf), (Erişim tarihi: 12.11.2022)
- Anonim, (2022d). Pasta Firmness and Cook Profile. Erişim adresi: <https://www.textureanalyzers.com/publications/pasta-firmness-and-cook-profile>, (Erişim Tarihi: 16.11.2022).
- Anonim, (2016). TS 1620 Makarna Standardı. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- Biernacka, B., Dziki, D., Rozylo, R., Mis, A., Romankiewicz, D., Krzysiak, Z. (2018). Relationship between the properties of raw and cooked spaghetti–new indices for pasta quality evaluation. *International agrophysics*, 32(2).
- Büyükbeşe, D., Emre, E.E., Kaya, A. (2020). Farklı oranlarda gam, protein ve emülgatör kullanımı ve jelatinizasyonun pirinç makarnası kalitesine etkisi. *Akademik Gıda*, 18(1), 45-63.
- Demirkol, O., İçöz, A. (2002). Makarnanın besin değeri ve mikrobiyal kalitesi. *Sakarya University Journal of Science*, 6(1), 115-118.
- Desai, A., Brennan, M. A. and Brennan, C. S. (2018). “The effect of semolina replacement with protein powder from fish (*Pseudophycis bachus*) on the physicochemical characteristics of pasta”. *Food Science and Technology*, 89, 52-57,
- Elgün, A., Ertugay, Z., Certel, M., Kotancılar H.G. (2002). *Tahıl ve Ürünlerinde Analitik Kalite Kontrolü ve Laboratuvar Uygulama Kılavuzu*. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ofset Tesisleri, Erzurum.
- Gallo, V., Romano, A., Masi, P. (2020). Does the presence of fibres affect the microstructure and in vitro starch digestibility of commercial Italian pasta? *Food Structure*, 24, 100139.
- Gull, A., Prasad, K., Kumar, P. (2015). Effect of millet flours and carrot pomace on cooking qualities, color and texture of developed pasta. *Food Science and Technology*, 63(1), 470-474.

- Hayit F., Acun S, Gül H. (2023). Ticari Olarak Satışta Olan Glutensiz Makarnaların Bazı Fiziksel, Kimyasal ve Tekstürel Kalitelerinin Belirlenmesi. *Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*; 6(1): 700-719.
- Jayasena, V., Nasar-Abbas, S. M. (2012). Development and quality evaluation of high-protein and high-dietary-fiber pasta using lupin flour. *Journal of Texture Studies*, 43(2), 153-163.
- Kemahlıoğlu, K., Demirağ, K. (2018). İzmir’de tüketime sunulan çeşitli firmalara ait erişte ve noodle ürünlerinin bazı kimyasal ve fiziksel kalite nitelikleri. *Akademik Gıda*, 16(1): 60-66.
- Köten, M., Atlı, A. (2021). Tam arpa unu ile zenginleştirilmiş spagetti makarnanın besinsel, tekstürel ve pişme özelliklerinin belirlenmesi. *Gıda*, 46(1), 53-68.
- Köten, M., Ünsal, A.S., Atlı, A. (2014). Türkiye’de üretilen makarnaların bazı kimyasal bileşimlerinin ve pişme kalitelerinin belirlenmesi. *Gıda*, 39(1): 33-40
- Larrosa, V., Lorenzo, G., Zaritzky, N., Califano, A. (2016). Improvement of the texture and quality of cooked gluten-free pasta. *Food Science and Technology*, 70, 96-103.
- Manthey, F. A., Dick, T. (2012). Assessment of probe type for measuring pasta texture. *Cereal Foods World*, 57(2), 56.
- Morreale, F., Boukid, F., Carini, E., Federici, E., Vittadini, E., Pellegrini, N. (2019). An overview of the Italian market for 2015: Cooking quality and nutritional value of gluten-free pasta. *International Journal of Food Science and Technology*, 54(3), 780-786.
- Muslu, A., Gider, S., Dereli, F. B., Yüksel, F. (2021) Üniversite öğrencilerinin makarna tüketim alışkanlıklarını ve bunu etkileyen faktörlerin incelenmesi. *gümüşhane üniversitesi sağlık bilimleri dergisi*, 10(2), 273-281.
- Özgören, E. (2019). *Balık eti kullanımının makarna kalite özellikleri üzerine etkisi*. Doktora Tezi. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli.
- Özkaya, H., Özkaya, B. (1993). Buğday, İrmik ve makarna kalitesini değerlendirme yöntemleri. *Makarnalık Buğday ve Mamülleri Sempozyumu*, (s. 296-306). Ankara,
- Padalino, L., Mastromatteo, M., Lecce, L., Cozzolino, F., Del Nobile, M.A. (2013). Manufacture and characterization of gluten-free spaghetti enriched with vegetable flour. *Journal of Cereal Science*, 57(3), 333-342.
- Serin, S., Yarım, K., Sayar, S. (2020). Relationship between spaghetti prices and quality parameters in pasta market. *Akademik Gıda*, 18(2), 135-142.
- Sözer N, Kaya A. (2002). Spagettinin Dokusal ve Pişirme Özellikleri. *Hububat Ürünleri Teknolojisi Kongre ve Sergisi*, (s. 339-351), Gaziantep.
- Szczesniak, A. S. (2002). Texture is a sensory property. *Food Quality and Preference*, 13(4): 215-225.
- Taşcı, R., Karabak, S., Şanal, T., Evlice, A. K., Sarı, G., Candemir, S., Bayramoğlu, Z. (2022). Türkiye’de makarna fabrikalarının buğday tedarik yapısı ve alım kriterleri. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 9(3), 502-508.
- Ungureanu-Iuga, M., Dimian, M., Mironeasa, S. (2020). Development and quality evaluation of gluten-free pasta with grape peels and whey powders. *Food Science and Technology*, 130, 109714.
- Varlık, M.B. (2021). Türkiye’de makarna sanayiinin geçmişi üzerine birkaç not. *Kebikec: İnsan Bilimleri İçin Kaynak Araştırmalı Dergisi*, (51).
- Yeyinli, N., Köse, E. (2006). Makarnada kaliteyi belirlemede kullanılan yöntemler. *Türkiye*, 9, 747-740.
- Yüksel, F, Koyuncu, M. Sayaslan, A. (2011). Makarnalık buğday (Triticum Durum) kalitesi. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*, 4 (2), 25-3.

## Unit-Weibull Distribution: Different Method of Estimations

Hasan Hüseyin GÜL<sup>1\*</sup> 

### Abstract

Recently, the unit-Weibull (UW) distribution is used quite effectively in analyzing lifetime data. The main goal of this article is to investigate the performance of seven estimation methods, namely maximum likelihood (ML), least square (LS), weighted least square (WLS), Anderson-Darling (AD), right-tail Anderson-Darling (RAD), Cramer-von-Mises (CVM) and percentile (PCE) for parameter estimation. An extensive Monte Carlo simulation study is considered to compare the performances of these methods through biases and mean square errors (MSEs). The numerical results show that the PCE estimator has significantly smaller MSE value for different sample sizes and parameter values in most cases. In addition, the ML and LS estimators have lower bias values than the other estimators in general. Finally, a real data set is presented for illustrative purposes.

**Keywords:** Unit-Weibull distribution, Estimation methods, Maximum likelihood, Anderson-Darling, Least square.

## Unit-Weibull Dağılımı: Tahmin Metotları

### Öz

Son zamanlarda Unit-Weibull (UW) dağılımı yaşam zamanı verilerin analizinde oldukça etkin bir şekilde kullanılmaktadır. Bu makalenin temel amacı, en çok olabilirlik (ML), en küçük kareler (LS), ağırlıklı en küçük kareler (WLS), Anderson-Darling (AD), sağ kuyruklu Anderson-Darling (RAD), Cramer-von-Mises (CVM) and percentile (PCE) olmak üzere yedi tahmin yönteminin performansını karşılaştırmaktır. Bu yöntemlerin performanslarını yan ve hata kare ortalaması (MSE'ler) aracılığıyla karşılaştırmak için kapsamlı bir Monte Carlo simülasyon çalışması düşünülmüştür. Sayısal sonuçlar, PCE tahmin edicisinin çoğu durumda farklı örneklem büyüklükleri ve parametre değerleri için önemli ölçüde daha küçük MSE değerine sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca ML ve LS tahmin edicileri genel olarak diğer tahmin edicilere göre daha düşük yan değerlerine sahiptir. Son olarak, açıklama amacıyla gerçek bir veri seti sunulmuştur.

**Anahtar Kelimeler:** Unit-Weibull dağılımı, Tahmin metotları, En çok olabilirlik, Anderson-Darling, En küçük kareler.

<sup>1</sup>Giresun University, Faculty of Arts and Science, Department of Statistics, Giresun, Turkey, [hasan.huseyin@giresun.edu.tr](mailto:hasan.huseyin@giresun.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-4280-4800>

## 1. Introduction

The traditional Weibull distribution was originally proposed by Waloddi Weibull (1951), which includes exponential and Rayleigh as special cases. It is a popular distribution and is widely used in many fields such as engineering, quality control, medicine and biological applications, meteorology, physics and others, see Rinne (2008). The Weibull distribution with parameters  $\alpha > 0$  and  $\beta > 0$  has a probability density function (pdf) and a cumulative distribution function (cdf) respectively given by

$$f(x; \alpha, \beta) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{x}{\beta}\right)^{\alpha-1} \exp\left\{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^{\alpha}\right\} \quad (1)$$

$$F(x; \alpha, \beta) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^{\alpha}\right\} \quad (2)$$

where  $\alpha$  and  $\beta$  are the shape and scale parameters of the Weibull distribution, respectively.

However, this distribution does not exhibit bathtub or unimodal shapes. Many researchers have studied generalizations and modifications of the Weibull distribution to overcome this shortcoming, in the recent past. For example; the exponentiated Weibull by Mudholkar and Srivastava (1993), the extended Weibull by Marshall and Olkin (1997), the modified Weibull by Xie et al. (2002), the beta Weibull by Lee et al. (2007), the Kumaraswamy Weibull by Corderio et al. (2010), the beta modified Weibull by Silva et al. (2010), the truncated Weibull by Zhang and Xie (2011), the beta generalized Weibull by Singla et al. (2012), the transmuted modified Weibull by Khan and King (2013), the transmuted Weibull by Khan et al. (2017).

In many practical applications, a continuous distribution with a bounded interval is needed to describe the uncertainty of a bounded phenomenon. This interval happens to be (0,1) which is called the unit interval. Beta, uniform, Kumaraswamy and Topp-Leone are some well-known distributions having supports in (0,1). Unit distributions are obtained by applying the transformation of the type  $X = e^{-Y}$ , where  $Y$  is the baseline distribution and  $X$  is the newly obtained distribution with support on (0,1). In recent years, several works have been introduced as new distributions on the unit interval. Notable studies related to unit distributions are as follows: Mazucheli et al. (2018) proposed unit-Gamma distribution, Mazucheli et al. (2018) introduced unit-Birnbaum-Saunders distribution, Mazucheli et al. (2018) suggested unit-Weibull distribution, Mazucheli et al. (2019) studied unit-Gompertz distribution, Mazucheli et al. (2019) proposed unit-Lindley distribution.

The main aim of this article is to study how the different estimators of the unknown parameters of unit-Weibull (UW) distribution behave for different parameter values and sample sizes. The pdf and cdf of UW distribution, respectively, are expressed as



$$f(x; \alpha, \beta) = \frac{1}{x} \alpha \beta (-\log x)^{\beta-1} \exp\{-\alpha(-\log x)^\beta\} \quad (3)$$

$$F(x; \alpha, \beta) = \exp\{-\alpha(-\log x)^\beta\} \quad (4)$$

where  $0 < x < 1$  and  $\alpha, \beta > 0$ .

In this article, the maximum likelihood estimators (MLE), least-squares estimators (LSE) and weighted least-squares estimators (WLSE), estimators based on percentile (PCE), method of Cramer-von-Mises (CVM) and the methods of Anderson-Darling (AD) and right-tail Anderson-Darling (RAD) are considered. An extensive Monte Carlo simulation study is carried out to evaluate the performances of the estimators. A real data set is used as an example for illustrative purposes.

The remaining sections go as follows. Section 2 describes seven methods of estimation. The Monte Carlo simulation results are provided in Section 3. Section 4 presents an illustrative example based on a real data set to find the seven estimators for the unknown parameters of UW distribution. Finally, Section 5 offers some concluding remarks.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Method of ML

Let  $x_1, x_2, \dots, x_n$  be random sample from UW distribution with pdf (3), then the log-likelihood function,  $L$ , is given as follows:

$$L = n(\log \alpha + \log \beta) - \sum_{i=1}^n \log x_i + (\beta - 1) \sum_{i=1}^n \log(-\log x_i) - \alpha \sum_{i=1}^n (-\log x_i)^\beta. \quad (5)$$

The normal equations become:

$$\frac{dL}{d\alpha} = \frac{n}{\alpha} - \sum_{i=1}^n (-\log x_i)^\beta = 0. \quad (6)$$

$$\frac{dL}{d\beta} = \frac{n}{\beta} + \sum_{i=1}^n \log(-\log x_i) - \alpha \sum_{i=1}^n (-\log x_i)^\beta \log(-\log x_i) = 0. \quad (7)$$

The Eq. (6) can be solved algebraically for  $\alpha$ , say  $\hat{\alpha}(\beta)$ , where

$$\hat{\alpha}(\beta) = \frac{n}{\sum_{i=1}^n (-\log x_i)^\beta}. \quad (8)$$

To obtain  $\hat{\beta}$ ,  $\hat{\alpha}(\beta)$  is substituted into Eq. (7) and is solved for  $\beta$ . Then,  $g(\beta)$  is given by

$$g(\beta) = \frac{n}{\beta} + \sum_{i=1}^n \log(-\log x_i) - \frac{n \sum_{i=1}^n (-\log x_i)^\beta \log(-\log x_i)}{\sum_{i=1}^n (-\log x_i)^\beta} = 0. \quad (9)$$

Therefore, MLE of  $\beta$ , say  $\hat{\beta}_{MLE}$ , can be obtained by maximizing Eq. (9) with respect to  $\beta$ .

## 2.2. Methods of LS and WLS

LSE and WLSE were introduced by Swain et al. (1998) to estimate the parameters of the Beta distribution. Assume that  $Y_1, Y_2, \dots, Y_n$  is random sample of size  $n$  from a distribution function  $G(\cdot)$  and  $Y_{(1)}, Y_{(2)}, \dots, Y_{(n)}$  denotes the order statistics of the observed sample. It is known that

$$E(G(Y_{(i)})) = \frac{i}{n+1}.$$

The LS estimators can be obtained by minimizing Eq. (10)

$$\sum_{i=1}^n \left( G(Y_{(i)}) - \frac{i}{n+1} \right)^2, \quad (10)$$

with respect to unknown parameters. The LS estimators of the unknown parameters of UW distribution can be obtained by minimizing Eq. (11)

$$\sum_{i=1}^n \left( \exp\{-\alpha(-\log y_{(i)})^\beta\} - \frac{i}{n+1} \right)^2, \quad (11)$$

with respect to  $\alpha$  and  $\beta$ .

The WLS estimators can be obtained by minimizing Eq. (12)

$$\sum_{i=1}^n w_i \left( G(Y_{(i)}) - \frac{i}{n+1} \right)^2, \quad (12)$$

with respect to unknown parameters, where

$$w_i = \left( 1 / \left( V \left( G(Y_{(i)}) \right) \right) \right) = \frac{(n+1)^2(n+2)}{i(n-i+1)}.$$

Similar to the LS method, the WLS estimators of the unknown parameters of UW distribution can be obtained by minimizing Eq. (13)

$$\sum_{i=1}^n w_i \left( \exp \left\{ -\alpha (-\log y_{(i)})^\beta \right\} - \frac{i}{n+1} \right)^2, \tag{13}$$

with respect to  $\alpha$  and  $\beta$ .

### 2.3. Minimum distance estimators

In this section, three methods that determine the values of parameters that minimize the distance between the estimate of the cdf and the empirical distribution function, CVM, AD and RAD are presented, see D’Agostino and Stephens (1986) and Luceno (2006).

#### 2.3.1. CVM estimator

The CVM estimators can be obtained by minimizing Eq. (14)

$$CVM = \frac{1}{12n} + \sum_{i=1}^n \left( G(Y_{(i)}) - \frac{2i-1}{2n} \right)^2, \tag{14}$$

with respect to unknown parameters. The CVM estimators of the unknown parameters of UW distribution can be obtained by minimizing Eq. (15)

$$CVM = \frac{1}{12n} + \sum_{i=1}^n \left( \exp \left\{ -\alpha (-\log y_{(i)})^\beta \right\} - \frac{2i-1}{2n} \right)^2, \tag{15}$$

with respect to  $\alpha$  and  $\beta$ .

#### 2.3.2. AD and RAD estimators

The AD estimators can be obtained by minimizing Eq. (16)

$$AD = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2i - 1) \left\{ \log G(Y_{(i)}) + \log \left( 1 - G(Y_{(n+1-i)}) \right) \right\}, \tag{16}$$

with respect to unknown parameters. The AD estimators of the unknown parameters of UW distribution can be obtained by minimizing Eq. (17)

$$AD = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2i - 1)$$

$$\times \left\{ \log \left( \exp \left\{ -\alpha \left( -\log y_{(i)} \right)^\beta \right\} \right) + \log \left( 1 - \exp \left\{ -\alpha \left( -\log y_{(n+1-i)} \right)^\beta \right\} \right) \right\}, \quad (17)$$

with respect to  $\alpha$  and  $\beta$ .

The RAD estimators can be obtained by minimizing Eq. (18)

$$RAD = \frac{n}{2} - 2 \sum_{i=1}^n G(Y_{(i)}) - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2i - 1) \log \left( 1 - G(Y_{(i)}) \right), \quad (18)$$

with respect to unknown parameters. Similar to the CVM method, the RAD estimators of the unknown parameters of UW distribution can be obtained by minimizing Eq. (19)

$$RAD = \frac{n}{2} - 2 \sum_{i=1}^n \exp \left\{ -\alpha \left( -\log y_{(i)} \right)^\beta \right\} - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2i - 1) \log \left( 1 - \exp \left\{ -\alpha \left( -\log y_{(i)} \right)^\beta \right\} \right), \quad (19)$$

with respect to  $\alpha$  and  $\beta$ .

#### 2.4. Estimators based on percentile

The estimator based on percentile (PCE) was originally proposed by Kao (1958, 1959) to estimate the parameters by comparing the sample points with the theoretical points. The cdf and In-cdf of UW distribution are given as follows

$$F(x; \alpha, \beta) = \exp \left\{ -\alpha \left( -\log x \right)^\beta \right\},$$

$$\ln[F(x; \alpha, \beta)] = -\alpha \left( -\log x \right)^\beta.$$

Suppose  $X_{(1)} < X_{(2)} < \dots < X_{(n)}$  be the order statistics obtained by UW distribution. If  $p_i$  denotes some estimate of  $F(x_{(i)}; \alpha, \beta)$ , then the estimators of  $\alpha$  and  $\beta$  can be obtained by minimizing Eq. (20)

$$\sum_{i=1}^n \left( \ln(p_i) - \alpha \left( -\log x_{(i)} \right)^\beta \right)^2, \quad (20)$$

with respect to  $\alpha$  and  $\beta$ .

### 3. Findings and Discussion

Since it is difficult to compare the theoretical performances of the estimators introduced in Section 2, the results are presented numerically. So, an extensive Monte Carlo simulation study is carried out to compare the performances of the various estimators (MLE, LS, WLS, CVM, AD, RAD and PCE) for different sample sizes and different parameter values with respect to their biases and mean square errors (MSEs). The data is generated from the UW distribution by taking  $X = e^{-Y}$ , where  $Y \sim Weibull(\alpha, \beta)$ . The generated samples are of size  $n = 10, 20, 30, 40, 50$ , from the UW distribution with parameters  $\alpha, \beta = 0.5, 1.0, 2.0$ . The biases and MSEs were calculated over 10000 replications for different cases. The results are reported in Tables 1-8.

From Tables 1-8, the conclusions are summarized as follows:

i) According to the bias comparisons of the estimators:

- Some of the points are quite clear from Tables 1-3 that the ML estimator presented lower bias for  $\alpha$ , whereas the LS estimator has lower bias for  $\beta$ .
- From Tables 4-5, it is observed that when  $n=10$ , the PCE method for  $\alpha$  and the WLS method for  $\beta$  have a lower bias, whereas the WLS method for  $\alpha$  and the LS method for  $\beta$  have a lower bias when  $n=20$ . The LS method shows the best performance as the sample size  $n$  increases.
- The LS estimator works the best in all the cases considered for estimating both  $\alpha$  and  $\beta$ , in Table 6 and Table 8.
- It is evident from Table 7 that the CVM estimator presented lower bias for  $\alpha$ , while the LS estimator has lower bias for  $\beta$ .

ii) According to the bias comparisons of the estimators:

- The method of PCE shows the best performance among the other methods with the smallest MSE in all cases in Tables 4, 5, 6 and 8.
- From Tables 1-3 it can be concluded that the ML estimator has the smallest MSE values for  $\alpha$ . While the PCE estimator has lower MSE values at the small sample sizes, the efficiency of the ML estimator increases as the sample sizes increase.
- From Table 7, it is observed that the CVM estimator has lower MSE for  $\alpha$ , whereas the PCE estimator has lower MSE for  $\beta$ .

Note that, as the sample size increases, the biases and MSEs decrease. It verifies the consistency of all the estimators.

**Table 1.** Simulation results for  $\alpha = 0.5, \beta = 0.5$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0080	0.0392	0.0416	0.0282	0.0551	0.0205	0.0680
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0546	0.0632	0.0555	0.0518	0.2369	0.0941	0.0156
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0831	0.0057	0.0085	0.0283	0.0663	0.0989	0.0668
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0369	0.0409	0.0363	0.0276	0.0601	0.0770	0.0173
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0030	0.0195	0.0168	0.0139	0.0158	0.0069	0.0474
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0244	0.0244	0.0250	0.0240	0.0267	0.0269	0.0061
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0377	0.0017	0.0049	0.0123	0.0297	0.0407	0.0530
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0120	0.0143	0.0124	0.0106	0.0174	0.0192	0.0096
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0016	0.0132	0.0120	0.0091	0.0123	0.0043	0.0388
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0154	0.0161	0.0158	0.0158	0.0168	0.0171	0.0033
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0246	0.0009	0.0039	0.0082	0.0161	0.0264	0.0443
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0068	0.0086	0.0074	0.0068	0.0099	0.0105	0.0068
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0008	0.0110	0.0071	0.0055	0.0090	0.0042	0.0341
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0114	0.0119	0.0117	0.0117	0.0116	0.0125	0.0024
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0177	0.0007	0.0032	0.0059	0.0121	0.0184	0.0396
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0046	0.0061	0.0054	0.0048	0.0070	0.0071	0.0054
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0004	0.0081	0.0057	0.0054	0.0063	0.0026	0.0306
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0090	0.0095	0.0092	0.0092	0.0098	0.0098	0.0018
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0139	0.0005	0.0029	0.0048	0.0100	0.0141	0.0355
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0036	0.0049	0.0041	0.0039	0.0057	0.0055	0.0044

**Table 2.** Simulation results for  $\alpha = 0.5, \beta = 1.0$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0091	0.0621	0.0376	0.0304	0.0641	0.0230	0.0646
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0564	0.0638	0.0552	0.0497	0.7967	0.0897	0.0140
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1701	0.0104	0.0148	0.0523	0.1342	0.1940	0.1373
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.1526	0.1587	0.1477	0.1056	0.2332	0.2877	0.0697
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0034	0.0241	0.0162	0.0146	0.0188	0.0084	0.0468
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.5034	0.0246	0.0238	0.0243	0.0276	0.0271	0.0058
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0760	0.0045	0.0126	0.0248	0.0551	0.0770	0.1034
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0475	0.0540	0.0515	0.0429	0.0685	0.0727	0.0378
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0008	0.0128	0.0090	0.0081	0.0128	0.0040	0.0379
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0158	0.0162	0.0154	0.0157	0.0175	0.0173	0.0031
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0504	0.0010	0.0101	0.0150	0.0388	0.0517	0.0891
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0283	0.0347	0.0309	0.0274	0.0421	0.0422	0.0269
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0007	0.0089	0.0077	0.0082	0.0080	0.0021	0.0339
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0113	0.0119	0.0119	0.0115	0.0125	0.0125	0.0024
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0365	0.0011	0.0077	0.0109	0.0240	0.0374	0.0787
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0186	0.0240	0.0215	0.0192	0.0283	0.0279	0.0214
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0002	0.0071	0.0071	0.0052	0.0076	0.0100	0.0308
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0092	0.0096	0.0092	0.0092	0.0095	0.0102	0.0018
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0283	0.0009	0.0052	0.0096	0.0190	0.0293	0.0702
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0144	0.0190	0.0165	0.0156	0.0218	0.0214	0.0173

**Table 3.** Simulation results for  $\alpha = 0.5, \beta = 2.0$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0096	0.0398	0.0415	0.0294	0.0449	0.0219	0.0663
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0584	0.0657	0.0597	0.0544	0.0949	0.1162	0.0144

	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.3425	0.0237	0.0308	0.1067	0.2802	0.4018	0.2764
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.6003	0.6494	0.5767	0.4209	0.9421	1.2094	0.2837
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0045	0.0213	0.0185	0.0145	0.0217	0.0090	0.0464
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0250	0.0251	0.0135	0.0236	0.0287	0.0279	0.0055
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1541	0.0031	0.0243	0.0472	0.1131	0.1685	0.2089
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.1992	0.2339	0.2040	0.1726	0.2835	0.3213	0.1526
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0028	0.0115	0.0117	0.0084	0.0097	0.0026	0.0383
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0154	0.0157	0.0154	0.0154	0.0164	0.0168	0.0032
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1003	0.0025	0.0106	0.0297	0.0692	0.1027	0.1784
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.1106	0.1358	0.1199	0.1085	0.1610	0.1652	0.1044
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0017	0.0077	0.0087	0.0065	0.0079	0.0031	0.0344
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0112	0.0118	0.0117	0.0118	0.0118	0.0124	0.0024
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0736	0.0033	0.0094	0.0209	0.0513	0.0746	0.1542
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0773	0.1005	0.0840	0.0786	0.1120	0.1165	0.0835
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0016	0.0086	0.0083	0.0059	0.0094	0.0021	0.0309
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0093	0.0099	0.0092	0.0091	0.0096	0.0102	0.0018
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0563	0.0016	0.0086	0.0124	0.0359	0.0602	0.1380
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0590	0.0796	0.0644	0.0585	0.0879	0.0896	0.0679

**Table 4.** Simulation results for  $\alpha = 1.0, \beta = 0.5$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.1094	0.0683	0.0676	0.0714	0.2526	0.2070	0.0558
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.2647	0.2947	0.3760	0.2615	3.4638	6.4504	0.0724
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0872	0.0097	0.0088	0.0308	0.0677	0.1040	0.0151
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0390	0.0408	0.0363	0.0285	0.0579	0.0839	0.0112
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0418	0.0253	0.0222	0.0293	0.0675	0.0581	0.0515
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0777	0.0771	0.0791	0.0698	0.1310	0.1083	0.0479
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0395	0.0019	0.0040	0.0112	0.0290	0.0431	0.0098
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0124	0.0147	0.0126	0.0105	0.0179	0.0202	0.0040
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0239	0.0115	0.0164	0.0148	0.0411	0.0298	0.0417
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0447	0.0450	0.0449	0.0424	0.0624	0.0532	0.0350
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0228	0.0025	0.0061	0.0079	0.0171	0.0237	0.0173
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0066	0.0087	0.0077	0.0066	0.0102	0.0105	0.0019
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0179	0.0113	0.0136	0.0151	0.0304	0.0245	0.0367
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0318	0.0335	0.0325	0.0311	0.0415	0.0379	0.0284
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0179	0.0011	0.0023	0.0063	0.0132	0.0196	0.0191
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0048	0.0064	0.0052	0.0048	0.0071	0.0074	0.0013
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0143	0.0087	0.0095	0.0120	0.0226	0.0189	0.0366
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0242	0.0255	0.0247	0.0248	0.0323	0.0281	0.0226
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0139	0.0009	0.0024	0.0045	0.0098	0.0145	0.0198
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0036	0.0049	0.0041	0.0038	0.0055	0.0055	0.0008

**Table 5.** Simulation results for  $\alpha = 1.0, \beta = 1.0$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.1064	0.0805	0.0653	0.0725	0.1810	0.1886	0.0599
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.2484	0.6826	0.5010	0.2060	0.6175	0.8854	0.0727
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1703	0.0158	0.0149	0.0608	0.1339	0.2023	0.0281
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.1485	0.1599	0.1404	0.1096	0.2293	0.3073	0.0429
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0407	0.0236	0.0223	0.0301	0.0701	0.0554	0.0507

	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0753	0.0741	0.0705	0.0694	0.1268	0.0991	0.0473
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0739	0.0023	0.0091	0.0262	0.0544	0.0793	0.0171
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0476	0.0580	0.0499	0.0417	0.0699	0.0780	0.0171
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0216	0.0106	0.0188	0.0176	0.0402	0.0290	0.0400
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0450	0.0452	0.0437	0.0433	0.0587	0.0536	0.0347
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0520	0.0017	0.0070	0.0146	0.0328	0.0546	0.0332
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0277	0.0344	0.0292	0.0261	0.0396	0.0423	0.0085
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0183	0.0111	0.0123	0.0107	0.0340	0.0244	0.0382
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0313	0.0333	0.0311	0.0303	0.0428	0.0379	0.0266
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0369	0.0013	0.0066	0.0128	0.0288	0.0394	0.0393
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0189	0.0246	0.0212	0.0194	0.0288	0.0286	0.0043
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0165	0.0107	0.0122	0.0094	0.0238	0.0210	0.0212
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0250	0.0262	0.0250	0.0244	0.0312	0.0289	0.0223
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0267	0.0009	0.0062	0.0112	0.0212	0.0270	0.0404
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0144	0.0196	0.0169	0.0154	0.0225	0.0219	0.0032

**Table 6.** Simulation results for  $\alpha = 1.0, \beta = 2.0$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.1098	0.0522	0.0633	0.0691	0.2189	0.1578	0.0585
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.3175	0.2818	0.3613	0.1886	0.7589	0.8427	0.0728
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.3398	0.0159	0.0365	0.1192	0.2730	0.3917	0.0681
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.6181	0.5588	0.6025	0.4271	0.9003	1.1010	0.1890
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0379	0.0195	0.0273	0.0308	0.0712	0.0507	0.0476
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0755	0.0731	0.0778	0.0696	0.1215	0.0974	0.0491
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1630	0.0053	0.0118	0.0534	0.1063	0.1693	0.0327
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.1989	0.2284	0.2051	0.1719	0.2736	0.3097	0.0700
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0248	0.0152	0.0195	0.0177	0.0380	0.0340	0.0395
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0451	0.0479	0.0455	0.0418	0.0629	0.0574	0.0355
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1033	0.0041	0.0142	0.0295	0.0628	0.1098	0.0654
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.1121	0.1381	0.1220	0.1057	0.1627	0.1695	0.0332
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0144	0.0065	0.0123	0.0129	0.0323	0.0194	0.0381
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0323	0.0335	0.0311	0.0302	0.0410	0.0378	0.0273
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0741	0.0013	0.0109	0.0763	0.0509	0.0765	0.0777
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0772	0.1007	0.0845	0.0767	0.1119	0.1166	0.0194
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0152	0.0078	0.0112	0.0115	0.0238	0.0179	0.0331
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.0243	0.0253	0.0253	0.0249	0.0314	0.0279	0.0226
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0542	0.0010	0.0138	0.0155	0.0391	0.0519	0.0804
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0596	0.0785	0.0663	0.0589	0.0895	0.0872	0.0134

**Table 7.** Simulation results for  $\alpha = 2.0, \beta = 0.5$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.5156	0.2306	0.3062	0.2816	0.5736	0.2070	0.1488
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	2.7325	4.2459	4.5032	2.3505	4.1321	6.4504	0.2112
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0812	0.0126	0.0073	0.0285	0.0404	0.1040	0.0141
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0361	0.0392	0.0359	0.0279	0.0306	0.0839	0.0068
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.2064	0.0836	0.0978	0.1086	0.2663	0.0581	0.1032
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.4845	0.6521	0.5922	0.3896	2.3620	0.1083	0.1205
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0383	0.0011	0.0070	0.0114	0.0262	0.0431	0.0152
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0124	0.0151	0.0127	0.0104	0.0171	0.0202	0.0045
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.1249	0.0387	0.0502	0.0632	0.1501	0.0298	0.0804



	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.2242	0.2685	0.2662	0.2087	0.4419	0.0532	0.0837
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0232	0.0024	0.0039	0.0069	0.0174	0.0237	0.0162
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0067	0.0082	0.0075	0.0065	0.0101	0.0105	0.0035
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0930	0.0352	0.0322	0.0478	0.1014	0.0245	0.0675
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.1477	0.1850	0.1526	0.1454	0.2778	0.0379	0.0654
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0176	0.0016	0.0032	0.0059	0.0105	0.0196	0.0164
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0048	0.0063	0.0052	0.0049	0.0069	0.0074	0.0030
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0704	0.0184	0.0365	0.0439	0.0921	0.0189	0.0526
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.1099	0.1309	0.1208	0.1123	0.2105	0.0281	0.0516
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0141	0.0009	0.0040	0.0052	0.0111	0.0145	0.0153
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0036	0.0049	0.0041	0.0038	0.0056	0.0055	0.0026

**Table 8.** Simulation results for  $\alpha = 2.0, \beta = 1.0$ .

n	Est.	ML	LS	WLS	AD	RAD	CVM	PCE
10	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.2897	0.0850	0.1641	0.1732	0.4177	0.4137	0.1525
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.7443	0.7806	1.5188	0.8192	3.3774	2.0900	0.2079
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.1213	0.0050	0.0111	0.0377	0.0870	0.0879	0.0298
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0787	0.0984	0.0801	0.0551	0.1122	0.1026	0.0264
20	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.1966	0.0701	0.0872	0.1162	0.2935	0.2728	0.0993
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.4524	0.5798	0.5766	0.3798	1.2874	1.0939	0.1176
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0737	0.0031	0.0109	0.0280	0.0574	0.0786	0.0308
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0471	0.0566	0.0505	0.0438	0.0687	0.0763	0.0180
30	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.1250	0.0413	0.0524	0.0705	0.1540	0.1594	0.0769
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.2288	0.2768	0.2406	0.2117	0.5138	0.3878	0.0826
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0498	0.0018	0.0056	0.0149	0.0338	0.0528	0.0311
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0279	0.0356	0.0297	0.0270	0.0411	0.0435	0.0142
40	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0881	0.0257	0.0440	0.0490	0.1166	0.1094	0.0603
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.1481	0.1815	0.1561	0.1430	0.2846	0.2303	0.0628
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0361	0.0013	0.0081	0.0124	0.0261	0.0376	0.0307
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0191	0.0255	0.0218	0.0197	0.0282	0.0295	0.0120
50	Bias ( $\hat{\alpha}$ )	0.0698	0.0218	0.0307	0.0442	0.0863	0.0871	0.0550
	MSE ( $\hat{\alpha}$ )	0.1086	0.1341	0.1227	0.1134	0.2024	0.1621	0.0524
	Bias ( $\hat{\beta}$ )	0.0282	0.0020	0.0034	0.0098	0.0195	0.0288	0.0313
	MSE ( $\hat{\beta}$ )	0.0142	0.0191	0.0163	0.0154	0.0216	0.0215	0.0105

### 3.1. Applications of real data analysis

In this section, two real data sets are used to illustrate the proposed estimation methods presented in the previous sections. The first data set is available from Dumonceaux and Antle (1973) and refer to 20 observations of the maximum flood level for Susquehanna River at Harrisburg, Pennsylvania. The second data set can be found in Mazucheli et al. (2018), it represents 48 observations obtained from 12 core samples from petroleum reservoirs that were sampled by 4 cross-sections. Both data sets are given in Table 9.

**Table 9.** Flood level data and Petroleum reservoirs data.

Data Set I
0.26, 0.27, 0.30, 0.32, 0.32, 0.34, 0.38, 0.38, 0.39, 0.40, 0.41, 0.42, 0.42, 0.42, 0.45, 0.48, 0.49, 0.61, 0.65, 0.74
Data Set II
0.09, 0.11, 0.12, 0.12, 0.13, 0.14, 0.15, 0.15, 0.15, 0.15, 0.15, 0.16, 0.16, 0.16, 0.16, 0.17, 0.17, 0.18, 0.18, 0.18, 0.18, 0.19, 0.19, 0.20, 0.20, 0.20, 0.20, 0.20, 0.20, 0.23, 0.23, 0.23, 0.23, 0.24, 0.25, 0.26, 0.26, 0.28, 0.28, 0.28, 0.29, 0.31, 0.33, 0.33, 0.34, 0.42, 0.44, 0.46

The Kolmogorov-Smirnov (KS) test statistic is applied to confirm which estimator of  $\alpha$  and  $\beta$  makes the UW distribution fits better to these data sets. The values of estimators of  $\alpha$  and  $\beta$  and the KS test statistics for UW distribution with different estimators are reported in Table 10.

**Table 10.** The values of estimators of  $\alpha$  and  $\beta$  and the KS test statistics for UW distribution with different estimators.

Method	Data Set I			Data Set II		
	$\hat{\alpha}$	$\hat{\beta}$	KS	$\hat{\alpha}$	$\hat{\beta}$	KS
ML	1.0249	3.9036	0.1448	0.0602	5.1131	0.1008
LS	0.9648	3.8769	0.1278	0.0608	5.0620	0.0956
WLS	0.9578	3.7089	0.1319	0.0635	5.0034	0.1011
AD	0.9854	3.8085	0.1364	0.0597	5.1236	0.0994
RTAD	0.9416	3.5112	0.1354	0.0631	4.9934	0.0969
CVM	0.9901	4.2191	0.1225	0.0560	5.2264	0.0943
PCE	0.9129	4.3156	0.1530	0.0728	4.7469	0.1063

This table shows that the values of estimators of  $\alpha$  and  $\beta$  are quite close to each other. In terms of KS test statistic, the CVM estimator provides the best fit among the competing estimators for both data sets. In general, the smaller value of the KS test statistic, the better fit to the data.

#### 4. Conclusions and Recommendations

In this study, the UW distribution introduced by Mazucheli et al. (2018) is studied in terms of point estimations. The model parameters are estimated by seven methods of estimation, namely maximum likelihood estimator, least square estimator, weighted least square estimator, Anderson-Darling estimator, right-tail Anderson-Darling estimator, Cramer-von-Mises estimator and estimator based on percentile. A Monte-Carlo simulation study is carried out to compare the performance of seven estimation methods with different sample sizes and parameter values. To show capability of the UW distribution, two real data applications are conducted. The results show that, according to efficiency, the method of PCE performs better than its counterparts and it is followed by the method of ML. In terms of bias, the LS shows better performance than the rest in most cases. Considering all

the points above, it is recommended to use the LS estimator in terms of bias and the CVM estimator in terms of MSE for estimating unknown parameters of UW distribution.

### Authors' Contributions

The authors contributed equally to the study.

### Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.

### Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

### References

- Cordeiro, G. M., Ortega, E. M., and Nadarajah, S. (2010). The Kumaraswamy Weibull distribution with application to failure data. *Journal of The Franklin Institute*, 347(8), 1399-1429.
- Dumonceaux, R., and Antle, C. E. (1973). Discrimination between the log-normal and the Weibull distributions. *Technometrics*, 15(4), 923-926.
- D'Agostino, R. B., and Stephens, M. A. (1986). *Goodness-of-Fit Techniques*. Dekker, New York, NY.
- Kao, J. H. (1958). Computer methods for estimating Weibull parameters in reliability studies. *IRE Transactions on Reliability and Quality Control*, 15-22.
- Kao, J. H. (1959). A graphical estimation of mixed Weibull parameters in life-testing of electron tubes. *Technometrics*, 1(4), 389-407.
- Khan, M. S., and King, R. (2013). Transmuted modified Weibull distribution: A generalization of the modified Weibull probability distribution. *European Journal of Pure and Applied Mathematics*, 6(1), 66-88.
- Khan, M. S., King, R., and Hudson, I. L. (2017). Transmuted Weibull distribution: Properties and estimation. *Communications in Statistics-Theory and Methods*, 46(11), 5394-5418.
- Lee, C., Famoye, F., and Olumolade, O. (2007). Beta-Weibull distribution: some properties and applications to censored data. *Journal of Modern Applied Statistical Methods*, 6(1), 17.
- Luceño, A. (2006). Fitting the generalized Pareto distribution to data using maximum goodness-of-fit estimators. *Computational Statistics & Data Analysis*, 51(2), 904-917.
- Marshall, A. W., and Olkin, I. (1997). A new method for adding a parameter to a family of distributions with application to the exponential and Weibull families. *Biometrika*, 84(3), 641-652.
- Mazucheli, J., Menezes, A. F. B., and Dey, S. (2018). Improved maximum-likelihood estimators for the parameters of the unit-gamma distribution. *Communications in Statistics-Theory and Methods*, 47(15), 3767-3778.
- Mazucheli, J., Menezes, A. F. B., and Dey, S. (2018). The unit-Birnbaum-Saunders distribution with applications. *Chilean Journal of Statistics*, 9(1), 47-57.
- Mazucheli, J., Menezes, A. F. B., and Ghitany, M. E. (2018). The unit-Weibull distribution and associated inference. *Journal of Applied Probability and Statistics*, 13(2), 1-22.
- Mazucheli, J., Menezes, A. F. B., and Dey, S. (2019). Unit-Gompertz distribution with applications. *Statistica*, 79(1), 25-43.

- Mazucheli, J., Menezes, A. F. B., and Chakraborty, S. (2019). On the one parameter unit-Lindley distribution and its associated regression model for proportion data. *Journal of Applied Statistics*, 46(4), 700-714.
- Mudholkar, G. S., and Srivastava, D. K. (1993). Exponentiated Weibull family for analyzing bathtub failure-rate data. *IEEE Transactions on Reliability*, 42(2), 299-302.
- Rinne, H. (2008). *The Weibull distribution: a handbook*. Chapman and Hall/CRC.
- Silva, G. O., Ortega, E. M., and Cordeiro, G. M. (2010). The beta modified Weibull distribution. *Lifetime Data Analysis*, 16(3), 409-430.
- Singla, N., Jain, K., and Sharma, S. K. (2012). The beta generalized Weibull distribution: properties and applications. *Reliability Engineering & System Safety*, 102, 5-15.
- Swain, J. J., Venkatraman, S., and Wilson, J. R. (1998). Least-squares estimation of distribution functions in Johnson's translation system. *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 29(4), 271-297.
- Weibull, W. (1951). A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics*, 18(3), 293-297.
- Xie, M., Tang, Y., and Goh, T. N. (2002). A modified Weibull extension with bathtub-shaped failure rate function. *Reliability Engineering & System Safety*, 76(3), 279-285.
- Zhang, T., and Xie, M. (2011). On the upper truncated Weibull distribution and its reliability implications. *Reliability Engineering & System Safety*, 96(1), 194-200.

## Kelkit Vadisi'nde Ceviz Yetiştiriciliğine Uygun Alanların Tespitinde Coğrafi Bilgi Sistemlerinin (CBS) Kullanımı: Giresun İli Şebinkarahisar İlçesi Örneği

Bahadır ATMACA<sup>1\*</sup>, Mustafa CÜCE<sup>2</sup>

### Öz

Bu çalışmada, Kelkit Vadisi sınırları içerisinde bulunan ve ceviz üretiminde önemli bir yere sahip olan Şebinkarahisar ilçesinde ceviz yetiştiriciliğine uygun alanların coğrafi bilgi sistemleri (CBS) kullanılarak belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, ArcGIS-ArcMap 10.3 programı kullanılarak Giresun ili Şebinkarahisar ilçesinin yükselti, eğim, bakı, büyük toprak grupları, arazi kullanım kabiliyet sınıfı ve toprak derinliği haritaları oluşturulmuş ve alan hesaplamaları yapılmıştır. İlçenin ceviz yetiştiriciliğine uygunluk haritasının yapımı için 750-1.700 m aralığında yükselti, % 0-6 ve % 6-20 arası eğim, kuzey bakı ve güney bakı grupları (kuzey, kuzeybatı, kuzeydoğu, doğu, güney, güneybatı, güneydoğu ve batı) arazi özellikleri olarak değerlendirmeye alınmıştır. Bununla beraber büyük toprak gruplarından alüvyal, kahverengi, gri kahverengi podzolik, kolüvyal, kahverengi orman ve kireçsiz kahverengi orman toprakları, arazi kullanım kabiliyet sınıflarından I., II., III. ve IV. sınıf araziler ile derin ve orta derin topraklar da değerlendirme kriteri olarak kullanılmıştır. Sonraki aşamada, ilçede ceviz yetiştiriciliği için belirlenen değerlendirme kriterleri göz önünde bulundurularak arazi ve toprak özellikleri haritaları ArcGIS-ArcMap 10.3 programında çakıştırılmış ve ceviz yetiştiriciliğine uygunluk haritası oluşturulmuştur. Yapılan analizlerin neticesinde Şebinkarahisar ilçesinde 159,695 km<sup>2</sup> yüzölçümüne sahip alan ceviz dikimi için uygun bulunmuştur. Ceviz dikimine uygun bulunan alanlardaki toprakların pH, tuz, kireç, organik madde, bitki besin elementleri ve tekstür analizlerinin yapılması önemlidir. İlçede ceviz için yeni yapılacak çalışmalarda su kaynaklarına yakın alanların değerlendirilmesinin faydalı olacağı düşünülmektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Ceviz, Kelkit Vadisi, CBS, Yer Seçimi, Şebinkarahisar.

## The Use of Geographic Information Systems (GIS) in Determining the Areas Suitable for Walnut Cultivation in Kelkit Valley: Giresun Province Şebinkarahisar District Sample

### Abstract

In this study, determination of the areas suitable for walnut cultivation in Şebinkarahisar district, which is located within the borders of Kelkit Valley and has an important place in walnut production, by using geographical information systems (GIS) is aimed. For this purpose, elevation, slope, aspect, great soil groups, land use capability class and soil depth maps of Şebinkarahisar district of Giresun province were created using ArcGIS-ArcMap 10.3 program, and area calculations were also made. For the construction of the map of the suitability of the district for walnut cultivation, the elevation in a range of 750-1.700 m, the slope between 0-6% and 6-20%, the northern and southern aspect groups (north, northwest, northeast, east, south, southwest, southeast and west) were considered as the characteristics of land. However, alluvial, brown, gray-brown podzolic, colluvial, brown forest and non calcic brown forest soils from great soil groups, class I, II, III and IV lands from land use capability classes and deep and medium deep soils were also used as evaluation criteria. In the next stage, land and soil characteristics maps were overlapped in ArcGIS-ArcMap 10.3 program by considering the evaluation criteria determined for walnut cultivation in the district and a map of suitability for walnut cultivation was created. As a result of the analyzes, the lands with a total area of 159,695 km<sup>2</sup> in Şebinkarahisar district was found suitable for walnut planting. It is important to analyze pH, salt, lime, organic matter, plant nutrients and texture of the soils in the areas found suitable for walnut planting. It is considered that it will be useful to evaluate the areas close to water sources in new studies to be conducted for walnuts in the district.

**Keywords:** Walnut, Kelkit Valley, GIS, Location Selection, Şebinkarahisar.

<sup>1</sup>Giresun Üniversitesi, Şebinkarahisar Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Gıda Teknolojisi Bölümü, Giresun, Türkiye, bahadir.atmaca@giresun.edu.tr

<sup>2</sup>Giresun Üniversitesi, Şebinkarahisar Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Gıda Teknolojisi Bölümü, Giresun, Türkiye, mustafa.cuce@giresun.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-4829-180X>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0001-7406-171X>

## 1. Giriş

Ceviz (*Junglas regia* L.) dünyada yaygın olarak yetiştiriciliği yapılan sert kabuklu meyvelerin başında gelmektedir. *Junglas regia*, yayılış alanı itibari ile Karpat Dağlarından güneyden itibaren Doğu Avrupa ve Türkiye, Irak, İran'ın doğusundan ve Himalaya Dağlarının ötesinde kalan ülkeleri kapsayan geniş bir alanın tabii bitkisidir (Akça, 2001). Ceviz Orta Asya sıradağlarının, yani Doğu Türkistan, Kazakistan, Özbekistan, Kırgızistan ve Türkmenistan'ın doğal bitkisidir (Karadeniz ve Şişman, 2015). Türkiye'nin yıllık ceviz üretimi 2020 yılı verilerine göre 286.706 ton; 2021 yılı verilerine göre ise 325.000 ton olarak belirlenmiştir (TÜİK, 2022a). Türkiye'nin ceviz üretimi, iç tüketime yetmediği için ülkemiz net ceviz ithalatı yapan bir ülke konumundadır. İthalat ve ihracat farkı yaklaşık 100 milyon dolar civarındadır. Bu farkı giderebilmek için, verimlilik ve kaliteyi artıran uygulamalar gerekmektedir. 2015 ile 2019 yılı Türkiye ceviz istatistiklerine göre, ceviz bahçeleri alanında % 11,4'lük bir artış gözlenirken üretimde yalnızca % 4,7'lik bir artış gözlenmiştir. 2015-2019 yılları arasında ortalama ağaç başına verim değerinde ise % 9,1 oranında azalma gözlenmiştir. 2018 yılı dünya ceviz üretim miktarlarına bakıldığında, Çin'in dünya üretiminin % 43,31'ini, ABD'nin ise % 16,74'ünü karşıladığı, bu iki ülkeyi dünya üretiminden aldıkları % 11,18'lik payla İran'ın ve % 5,87'lik payla Türkiye'nin izlediği belirlenmiştir (Akça, 2021). Türkiye'de kapama ceviz bahçelerinin kurulmasında ve ağaçlandırma çalışmalarında ağırlıklı olarak Yalova 1, Yalova 2, Yalova 3, Yalova 4, Yavuz, Tokat TU 1, Şen 1, Şen 2, Kaman 1, Kaman 5, Şebin ve Bilecik çeşitlerine yer verilmiştir. Son yıllarda Chandler, Pedro, Fernor ve Fernette gibi geç yapraklanan ve yan dallarda meyve veren çeşitlerin kullanımı yaygınlaşmıştır (Anonim, 2016a).

Giresun iline bağlı olmasına rağmen Kelkit Vadisi sınırları içerisinde yer alan ve iklimsel özellikleri bakımından bir geçiş bölgesi konumunda bulunan Şebinkarahisar, ceviz üretiminde önemli bir yere sahiptir (Cüce, 2020). 2004-2021 yılları arasındaki TÜİK verilerine göre, Şebinkarahisar ilçesinde yıllık ortalama ceviz üretimi 593,56 ton olarak belirlenmiştir. Aynı yıllar içerisinde toplu meyveliklerin alanı 300 dekar ile 3170 dekar aralığında değişiklik göstermektedir (TÜİK, 2022b). Şebin ceviz çeşidinin orijini Şebinkarahisar ilçesi Kırkgöz Mahallesi'dir (Akça, 2001). Adını yöresinden alan ve 1993 yılında tescil edilen Şebinkarahisar ceviz çeşidi, geç yapraklanması nedeni ile ilkbahar geç donlarına toleransı, yan dallarda yeterli meyve, salkımda en az 2-4 adet meyve, ince kabuklu meyve, iç kısmın parlak renkte ve kabuktan kolay ayrılabilir olması ve yüksek toplam yağ asidi oranı gibi özelliklerden dolayı bölgede en çok yetiştirilen çeşit konumundadır (Karadeniz ve Şişman, 2015). Ancak son yıllarda özellikle iklimsel faktörlerden kaynaklanan ürün kayıpları üreticileri bölgede farklı ceviz çeşitlerinin fidanlarını dikmeye zorlamakta bu da bölgede dikimi yapılacak ceviz alanlarının teknolojik yöntemler ile belirlenmesini gerekli kılmaktadır.

Türkiye son yıllarda sürdürülebilir bir tarım, tarımsal planlamalar açısından kayıt sistemleri ve veri tabanlarının oluşturulması ve tarımsal istatistiklerin oluşturulması gibi AR-GE konularına hız vermiştir (Banger, 2000; DPT, 2001). Bilgisayar ve uydu teknolojisinde meydana gelen gelişmeler mevcut arazi kaynaklarının envanterlerinin çıkarılmasında, bu arazilerde meydana gelen değişimlerin izlenmesinde önemli kolaylıklar sağlamakta ve pek çok yazılımın üretilmesine ve kullanılabilir olmasına zemin hazırlamaktadır (Everest ve ark., 2011). Coğrafi Bilgi Sistemleri (CBS), uzaktan algılama teknikleri kullanarak bir bölgenin topoğrafyasını oluşturan doğal kaynakları, geçim kaynakları, iklimi, tarımı, ulaşımı, eğitim seviyesi, yerleşim yerinin özellikleri ve niteliği, gelişebilirlik potansiyeli, su imkânları, erozyon, sel, vb. gibi etkenlerin artan veri setlerinin toplanmasını sağlayan, düzenli hale getiren, veri karmaşıklığını azaltan ve verilerin işlenerek akıllandırılmasını sağlayan bu teknolojik sistemlerin başında gelmektedir. Haritalandırma imkânı ile görselliğin ön plana çıktığı bu uygulama çabuk, doğru ve objektif çeşitli analiz ve sorgulamalara da olanak sağladığından pek çok araştırmacı tarafından tercih edilmektedir (Susam ve Oğuz, 2006; Özşahin, 2015; Özyazıcı ve ark., 2016; Erbaş, 2019).

Bu çalışmada, araştırma sonucunda CBS yazılımlarından yararlanarak Şebinkarahisar ilçesinde yetiştiriciliği üst düzeyde olan ve ilçedeki dut, buğday, çavdar, fiğ, yonca, nohut, fasulye, domates, patates gibi ürünlere alternatif tarımsal üretimden biri olan ceviz için uygun fidan dikim alanlarının belirlenmesi ve geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu nedenle çalışmadaki uygulama bölgesi vadi içerisinde bulunan ve kendi adına da tescilli ceviz üretimi ile ön plana çıkan Şebinkarahisar ilçesi olarak seçilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

Kelkit Vadisi; Amasya, Tokat, Sivas, Giresun, Erzincan ve Gümüşhane illerindeki, Taşova, Erbaa, Niksar, Başçiftlik, Almus, Doğanşar, Reşadiye, Koyulhisar, Şebinkarahisar, Alucra, Çamoluk, Suşehri, Akıncılar, Gölova, Refahiye, Şiran, Kelkit ve Köse olmak üzere 18 ilçeyi kapsayan büyük bir vadiden oluşmaktadır (Doğan, 2009; Karadağ ve ark., 2021). Çalışma kapsamında değerlendirilen, Giresun iline bağlı bir ilçe merkezi olmasına karşın Kelkit Vadisi sınırları içerisinde yer alan ve İç Anadolu ile Karadeniz Bölgesi arasında köprü konumunda olan Şebinkarahisar, Doğu Karadeniz Dağlarının güney yamaçlarında ve Avutmuş Çayı Vadisinin kuzey yamaçlarında kurulmuştur (Yılmaz, 2006). Merkezi 1364 m yükseltiye sahip olan Şebinkarahisar ilçesinin (Anonim, 2022) yüzölçümü bu çalışmada 1365 km<sup>2</sup> olarak hesaplanmıştır. İlçede geçim kaynağı olarak genellikle hayvancılık ve tarımla uğraşmaktadır.

Orta Kelkit Havzasında (Alucra, Şebinkarahisar, Akıncılar, Gölova, Suşehri ve Koyulhisar) kışları soğuk ve karlı geçmekle birlikte son yıllarda iklim değişikliğinin hissedilmesiyle bu bölgedeki

kışlar daha sıcak geçmekte ve daha az kar yağışı görülmektedir. Bölgede meyve üretim miktarı bakımından 2100 tonluk üretime sahip elmadan sonra 784 tonluk üretim ile ikinci sırada bulunan cevizin yetiştiriciliğinde önde gelen üretim merkezi Şebinkarahisar'dır. Ceviz daha çok tohumdan çıkma ağaçlar şeklinde yetiştirilmektedir. Üreticiler ilkbahar geç donlarından dolayı zarara uğramayacak şekilde geç çiçeklenen, pazar değeri yüksek, düzenli ve tekdüze meyve veren çeşitleri kullanarak modern bahçeler biçiminde ceviz yetiştirmeye başlamışlardır (Sümbül ve Yıldız, 2019).

Tablo 1'de, Anonim (2022)'den elde edilen Şebinkarahisar ilçesinin uzun yıllar iklim verileri ortalamaları sunulmuştur. Buna göre, 1965 ve 2021 yılları arasındaki 57 yıllık zaman diliminde yıllık toplam yağış miktarı ortalama 583,5 mm; yıllık ortalama sıcaklık değeri 9,23 °C; yıllık ortalama nispi nem % 60,52 ve yıllık ortalama rüzgâr hızı da 1,01 m/s olarak belirlenmiştir. Bununla beraber Şebinkarahisar'da yıllık ortalamalara göre; yağışlı gün sayısı 106,44 ve açık (Bulutsuz) günlerin sayısı da 110,10 olarak saptanmıştır.

**Tablo 1.** Şebinkarahisar ilçesinin 1965-2021 yılları arasındaki 57 yıllık iklim verileri ortalamaları

Aylar	Sıcaklık (°C)	Yağış (mm)	Nispi Nem (%)	Yağışlı Gün Sayısı	Rüzgâr Hızı (m/s)	Açık (Bulutsuz) Günler Sayısı
1	-2,1	50,9	68,6	11,14	0,8	4,00
2	-1,0	48,8	66,2	11,11	0,9	4,50
3	3,1	59,2	62,6	12,00	1,1	5,00
4	8,8	86,0	58,4	13,05	1,3	4,50
5	13,0	71,2	59,0	13,25	1,2	6,30
6	16,4	44,1	57,3	8,14	1,2	11,20
7	19,6	15,5	54,0	2,72	1,2	17,50
8	19,9	11,8	53,3	2,32	1,2	19,00
9	16,4	23,8	53,8	4,60	1,0	15,50
10	11,4	54,4	59,6	7,68	0,8	10,20
11	5,0	61,8	64,4	9,11	0,7	7,20
12	0,2	56,0	69,0	11,32	0,7	5,20
<b>YILLIK</b>	<b>9,23</b>	<b>583,5</b>	<b>60,52</b>	<b>106,44</b>	<b>1,01</b>	<b>110,10</b>

Kaynak: Anonim (2022)

Şebinkarahisar ilçesindeki ceviz üretimine ilişkin 2004-2021 yılları arasındaki TÜİK (TÜİK, 2022b) verilerine göre, meyve veren yaşta ağaç sayısında en yüksek değerler 34500 ile 2018-2021 yılları arasında, meyve vermeyen yaşta ağaç sayısında da en yüksek değerler 14180 ile 2019-2021 yılları arasında belirlenmiştir. Cevizde en fazla verim ve üretim; 36 kg/meyve veren ağaç ve 1166 ton olarak 2015 yılında gerçekleşmiştir. Toplu meyveliklerin alanında en yüksek değer 2013'te 3170 dekar olarak; en düşük değer ise 2006'da 300 dekar olarak bulunmuştur. 2016 yılında verim (1 kg/meyve veren ağaç) ve üretim miktarı (28 ton) değerleri en düşük seviyelerde saptanmıştır. Şebinkarahisar'daki ceviz üretimine ilişkin değerlerdeki dalgalanmaların en önemli nedenlerinin,



ilçede farklı ceviz çeşitlerinin üretimine başlanması ve iklimsel koşulların son yıllarda düzensizleşmesi olduğu düşünülmektedir (Tablo 2).

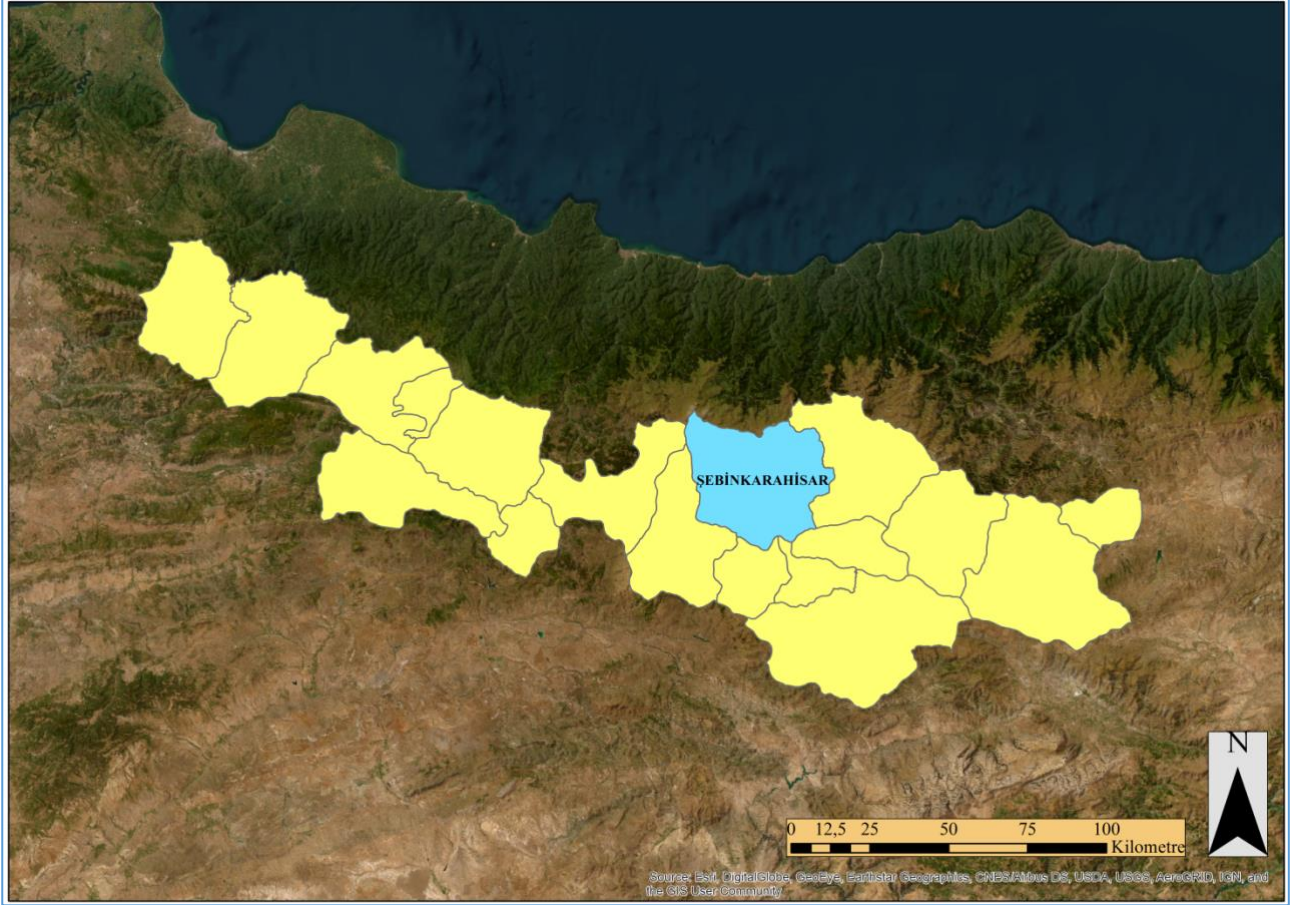
**Tablo 2.** Şebinkarahisar ilçesinin 2004-2021 yılları arasındaki ceviz üretim verileri

Yıllar	Meyveler, İçecek ve Baharat Bitkileri				
	Meyve Veren Yaşta Ağaç Sayısı	Meyve Vermeyen Yaşta Ağaç Sayısı	Toplu Meyveliklerin Alanı (Dekar)	Verim (Kg/Meyve Veren Ağaç)	Üretim Miktarı (Ton)
2004	30500	11500	3000	7	213
2005	30500	12000	3100	4	122
2006	30500	12000	300	4	110
2007	31000	10000	3000	25	775
2008	31000	10000	3000	25	775
2009	31000	10000	3000	25	775
2010	31000	10000	3000	25	775
2011	32000	9000	3000	25	800
2012	32000	9000	3145	25	800
2013	32000	9000	3170	24	764
2014	32000	9000	2733	4	128
2015	32400	8100	750	36	1166
2016	32400	8100	750	1	28
2017	33250	10800	958	18	591
2018	34500	11900	1050	16	567
2019	34500	14180	1050	33	1122
2020	34500	14180	1050	32	1121
2021	34500	14180	1050	2	52

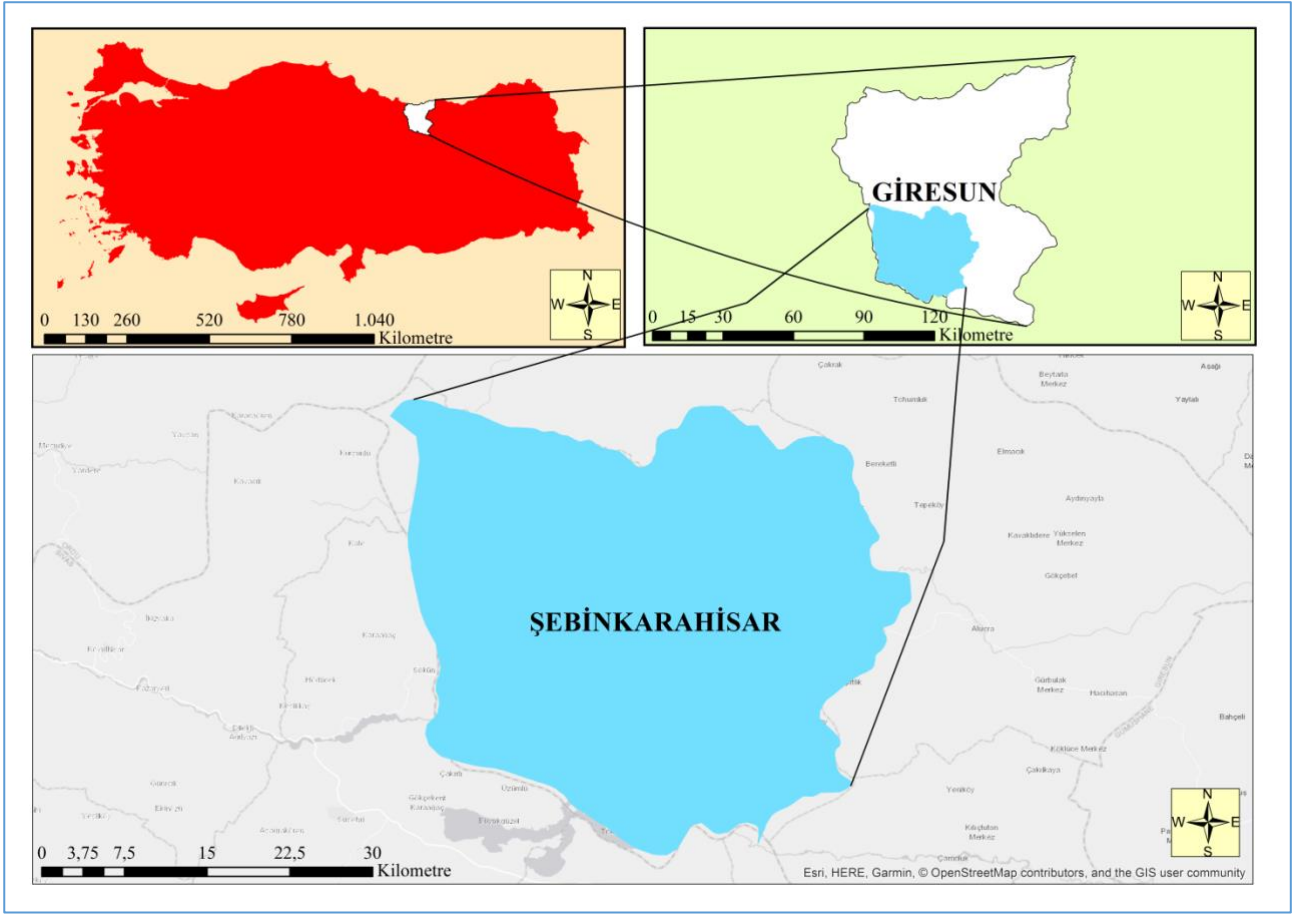
Kaynak: TÜİK (2022b)

Şebinkarahisar'ın Kelkit Vadisi içerisindeki konumunu gösteren harita Şekil 1'de ve Şebinkarahisar ilçesinin yer bulduru haritası da Şekil 2'de sunulmuştur. ArcGIS-ArcMap 10.3 programında hazırlanmış olan bu haritalar için; Anonim (2021)'den elde edilen Türkiye mülki idare sınırları verileri ve Anonim (2020)'den ulaşılan Giresun ili Şebinkarahisar ilçesi 1/25000 ölçekli büyük toprak grubu haritası verileri kullanılmış olup, bu ilçede yapılacak olan ceviz yetiştiriciliğinde uygun arazi ve toprak özellikleri ceviz yetiştiriciliği için daha önceden literatürde belirtilen uygun arazi ve toprak özellikleri ile karşılaştırılarak belirlenmiştir. Şebinkarahisar ilçesinde yetiştirilen cevizin yer seçiminde etkili olan faktörlerden yükselti, eğim, bakı, büyük toprak grupları, arazi kullanım kabiliyet sınıfı ve toprak derinliğine ilişkin haritalar oluşturulmuş ve alan hesaplamaları yapılmıştır. Bu haritaların yapımında USGS (2022)'den elde edilen sayısal yükseklik modeli (DEM) verisi (SRTM 1 Arc-Second Global/~30 meters) ve Anonim (2020)'den faydalanılmıştır. Sonraki aşamada, ilçede ceviz yetiştiriciliği için belirlenen değerlendirme kriterleri (Tablo 3) baz alınarak, arazi ve toprak özellikleri haritaları ArcGIS-ArcMap 10.3 programında karşılaştırılmıştır. Bunun

sonucunda Şebinkarahisar ilçesi için ceviz yetiştiriciliğine uygunluk haritası oluşturulmuş ve alan hesaplaması yapılmıştır. Araştırma kapsamında hazırlanan tüm haritaların datum/projeksiyon dönüşümleri WGS 1984 UTM Zone 37 N olacak şekilde yapılmıştır. DEM verisinin ve diğer raster verilerin hücre boyutu (X, Y) 30 m, 30 m olacak biçimde ayarlanmıştır. Haritaların oluşturulması ve alanların hesaplanması için ArcGIS-ArcMap 10.3 programı kullanılmıştır.



Şekil 1. Kelkit Vadisi içerisinde Şebinkarahisar'ın konumunu gösteren harita



Şekil 2. Şebinkarahisar ilçesinin yer bulduru haritası

Türkiye'nin, toprak yapısı ve iklim koşulları bakımından ceviz üretiminde önemli bir potansiyeli vardır (Kadakoğlu ve ark., 2022). Cevizin rüzgârla tozlanması sebebiyle tozlanmayı garanti altına alacak yeterli bir rüzgâr ve açık hava, ceviz yetiştiriciliği için arzulanan iklim isteklerindedir. Özellikle tozlanma zamanı havaların sisli gitmesi arzulamaz (Akça, 2001). Kış donları, ilkbahar geç donları ve sonbahar erken donları; bir bölgede ceviz yetiştiriciliğini sınırlayan en önemli faktörlerin başında gelmektedir. İlkbahar geç donlarının yaşandığı ekolojilerde, erken yapraklanan ceviz çeşitlerinin yetiştirilmesi asla tavsiye edilmez. Aşırı kış soğukları ceviz ağaçlarının sürgünlerinde önemli zararlanmalara yol açabilir. Tohumdan yetişmiş yabancı ceviz ağaçları, kış aylarında  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  ile  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar dayanabilmektedir. Çeşitler kendi orijinlerinde  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  ile  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar düşük sıcaklıklara dayanıklıdır. Ceviz için 400-1800 saatlik bir soğuklanma süresi yeterli olabilir. Ceviz çeşitlerinden bazıları, yüksek sıcaklığa duyarlıdır. Yaz ortasında, meyve gelişim döneminde  $38\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'yi geçen sıcaklıklar, iç ceviz rengini karartır ve meyve iriliği küçülebilir. Ağaçların su stresi altında olması durumunda, sorun daha da artar (Akça, 2021). Tam verime yatmış bir ceviz plantasyonunda ağaçlar yüksek oranda verime sahipse yıllık sulama suyu ihtiyacı yağışlarla beraber, ekolojik koşullara göre değişmekle birlikte 1200-1350 mm civarındadır. Eğer toplam yağış miktarı su ihtiyacını karşılayamayacak seviyede ise ceviz için mutlaka ek sulamaya ihtiyaç duyulacaktır. Sulama suyunun kalitesi de önemlidir (Akça, 2001). Cevizde sulama sistemi olarak en

doğru yöntem damla (yağmurlama) sulamadır (Anonim, 2016b). Sulama uygulamalarının çok yoğun olmadığı, damla sulama uygulamalarının oldukça yeni olduğu ve ceviz yetiştiriciliğinde artış görülen Trakya Bölgesi'nde toprak ve su kaynaklarının korunması bakımından özellikle tuzluluk kontrolü için izleme ve kontrol aşamaları önemlidir (Ötken ve Erdem, 2022).

Ceviz bahçesi kurulacak arazinin yamaç yönü kuzey ise çiçekler daha geç açacak ve bu gecikme don vurmasının önüne geçebilecektir. Aşılı ceviz çeşitlerinden yükseltiye göre uygun ceviz çeşitleri şunlardır: 0-800 m arasında Yalova 1, Yalova 3, Yalova 4, Kaplan 86 ve Pedro; 0-1200 m arasında Chandler ve Franquette; 800-1200 m arasında Kaman 1, Gültekin, Yavuz, Bilecik, Oğuzlar 77, Akça ve Bayrak; 1200-1700 m arasında Şebin, Fernor, Sütyemez 1, Maraş 18, Şen, Çakır, Ekiz ve Altay çeşitleri (Anonim, 2016b). Kahramanmaraş genelinin tamamında ceviz 2.000 m yüksekliklere kadar yetişmektedir. Kahramanmaraş'ta ceviz yetiştiriciliği genelde dağ etek ve yamaçlarında yoğunlaşmıştır. Kaynak sularının yoğun olduğu kuzey ve doğu kesimdeki bazı bölgeler adeta dağın birer ceviz bahçesi durumundadır (Sütyemez, 2015). Ceviz 600-1500 m yüksekliklerde ekonomik olarak yetiştirilebilmekte olup, belirtilen yükseltelerin altındaki ve üstündeki değerlerde verim ve kalite problemleriyle karşılaşmaktadır (Bayazıt ve ark., 2020). Ceviz dikimi düşünülmeyen bir bölge olan Karadeniz Bölgesi'nde Trabzon ilinin Büyükliman Havzası'ndaki Tonya ilçesi incelenmiştir. Tonya çok eğimli bir bölge olup, düz alan bulmak neredeyse imkânsız olduğundan eğim için % 40'lara kadar uygun sayılabilecek biçimde, yönleri güney, güneydoğu ve doğu-batı ağırlıklı olan ve yüksekliği 750-1250 m aralığında olan alanlar ceviz yetiştiriciliği için uygun olarak belirlenmiştir (Erbaş, 2019). Özellikle ilkbahar geç donlarının tehlike olarak yaşandığı yörelerde bahçe yeri olarak kuzey ve eğimli yerlerin seçilmesi arzulanır (Akça, 2001). Giresun ili ve ilçelerinde sahilten itibaren Kelkit Vadisini de içine alacak şekilde yapılan çalışma, Giresun Merkez, Bulancak, Alucra, Şebinkarahisar ve Çamoluk ilçelerinde yoğunlaşmıştır. Bu bölgede yetişmekte olan ceviz ağaçlarının tamamına yakını tohumdan yetişmiş olup aşısızdır. İncelenen ceviz ağaç yerlerinin denizden yükseklikleri 190 m ile 1620 m arasında değişiklik göstermektedir (Karadeniz ve Şişman, 2015).

Ceviz bahçesi için yer seçiminde iklim koşulları, toprak yapısı, su mevcudiyeti, sulama suyu kalitesi, enerji kaynakları, ulaşım imkânları, kümelenme yaklaşımı, nitelikli ve niteliksiz işgücü piyasası, sosyolojik yapı ve güvenlik konuları önem arz etmektedir. Ceviz ağacı kökleri, 3 metre derinliğe kadar inebilmektedir. Kaliforniya'daki en verimli ceviz bahçeleri, alüvyon ve taşkın yatakları üzerindeki derin, iyi drene edilmiş tınlı topraklarda yer alır. Sel baskın riski taşıyan yerlerle, yüksek taban suyu olan taban arazileri ceviz yetiştiriciliği için uygun değildir. Eğimi dik ve uzun alanlarda mutlaka teraslama yapılması gerekir. Toprak işleme gerekiyorsa, arazide eğime yatay işleme ve dikim yapılmalıdır. Yeni meyve bahçelerinde, kontur dikimi ve teraslama erozyon kayıplarını en aza indirebilir (Akça, 2021). Tekirdağ ili Merkez ilçeye bağlı toplam 55 köyde ceviz yetiştiriciliğine uygun alanların belirlenmesi amacıyla; güney, güneybatı ve güneydoğu bakılı alanlar,

eğimi % 3-10 arasındaki alanlar, alüvyal topraklar, kestane rengi topraklar, kahverengi orman toprakları, kireçsiz kahverengi orman toprakları ve kireçsiz kahverengi topraklar, 2 m'den fazla toprak derinliğine sahip alanlar ve I-II-III-IV. sınıf araziler değerlendirme kriteri olarak belirlenmiş ve CBS ortamında üst üste çakıştırılmıştır. Alanın yüksekliği 0-946 m arasında değişmektedir (Delibaş ve ark., 2015). Ülkemiz ceviz yetiştiriciliğinde, anaç olarak kullanılan *J. regia* anaçları üzerine aşılı ceviz ağaçları için kesintisiz 270-300 cm derinliğinde bir toprak istenir. Ceviz yetiştiriciliğinde tavsiye edilen toprak; orta tekstürlü, kumlu, tınlı, siltli ve kumlu-tınlı topraklardır. Yaygın şekilde kullanılan ceviz çeşitleri, havasızlığa çok duyarlıdır. Cevizler, toprak ve sulama suyundaki tuzluluğa da aşırı derecede duyarlı olarak kabul edilirler. Bahçe toprağının ağır olmayan iyi drene olmuş ve organik maddece zengin olması arzulanan özelliklerdendir. Sıkı, geçirimsiz bir katman veya yüksek taban suyuna sahip topraklarda iyi bir ağaç gelişiminin olmayacağı unutulmamalıdır (Akça, 2001). İran'da 3000 m üzerindeki yükseltilerde bulunan alanlar ve % 30'dan fazla eğime sahip alanlar ceviz yetiştiriciliği için uygun bulunmamıştır (Vahdati ve ark., 2019). Çatak (Van) ilçesinde ceviz yetiştiriciliği için oldukça uygun ve uygun olan 1000-2000 m ve 2000-3000 m rakımlara sahip alanlar, tüm alanın % 92,92'sini kaplamaktadır. % 0-5 eğimli alanlar 56,98 km<sup>2</sup>; % 5-15 eğimli alanlar 299,58 km<sup>2</sup> ve % 15-30 eğimli alanlar 643,31 km<sup>2</sup> yüzölçümlerine sahiptirler. % 30'dan fazla eğime sahip olan 919,98 km<sup>2</sup>'lik alan ceviz için uygun bulunmamıştır. Derin ve orta derin topraklar, Çatak ilçesinde cevizin yetişebileceği topraklardır. Mevcut ceviz tarlaları genel olarak güneydoğu, güney, güneybatı, batı ve kuzeybatı yönlerine bakmakta olup, bu durum ceviz için ekonomik bir sorun oluşturmamaktadır. Don zararından korunmak için kuzey yönü, geç hasat için güney yönü tercih edilmelidir (Kandilli ve ark., 2021). Çepel (1995) tarafından Türkiye'de güneşli bakılar (güneydoğu, güney, güneybatı ve batı) daha sıcak, gölgeli bakılar da (kuzeybatı, kuzey, kuzeydoğu, doğu) daha serin olarak tanımlanmıştır. Acar ve ark. (2001) çalışmalarında; kuzey bakı grubu (kuzey, kuzeybatı, kuzeydoğu ve doğu) ve güney bakı grubu (güney, güneybatı, güneydoğu ve batı) olarak 2 bakı grubu oluşturmuşlardır. Şebinkarahisar ilçesinin bakı sınıflandırması yapılırken, Çepel (1995) ve Acar ve ark. (2001) tarafından belirtilen şekilde kuzey bakı (K, KB, KD ve D) ve güney bakı (G, GB, GD ve B) olmak üzere bakı grupları oluşturulmuştur.

Ceviz yetiştirme koşulları, cevize uygun yer seçimi ile ilgili geçmişte farklı yörelerde yapılmış olan araştırmalar ve Şebinkarahisar'ın iklim, arazi ve toprak özellikleri göz önünde bulundurularak, ceviz yetiştiriciliği uygunluk haritası için bu çalışmada değerlendirilen kriterler Tablo 3'te sunulmuştur.

**Tablo 3.** Ceviz yetiştiriciliğine uygunluk haritası için değerlendirmeye alınan arazi ve toprak özellikleri

Arazi/Toprak özelliği	Ceviz yetiştiriciliği için değerlendirme kriterleri
Yükselti	750-1.700 m
Eğim	% 0-6 ve % 6-20
Bakı	Kuzey bakı ve Güney bakı Grupları (K, KB, KD, D, G, GB, GD, B)
Büyük Toprak Grubu	Alüvyal, Kahverengi, Gri Kahverengi Podzolik, Kolüvyal, Kahverengi Orman ve Kireçsiz Kahverengi Orman Toprakları
Arazi Kullanım Kabiliyet Sınıfı	I., II., III. ve IV. Sınıf araziler
Toprak Derinliği	A (Derin: 90+ cm) ve B (Orta Derin: 90-50 cm)

Kaynak: Anonim (2016b), Sütyemez (2015), Bayazıt ve ark. (2020), Erbaş (2019), Akça (2001), Karadeniz ve Şişman (2015), Akça (2021), Delibaş ve ark. (2015), Vahdati ve ark. (2019), Kandilli ve ark. (2021), Çepel (1995), Acar ve ark. (2001), Atmaca (2021), Çorumlu (2017), Uzun ve Paris (2013), Anonim (1987), Anonim (2020)

### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Arazi Özellikleri

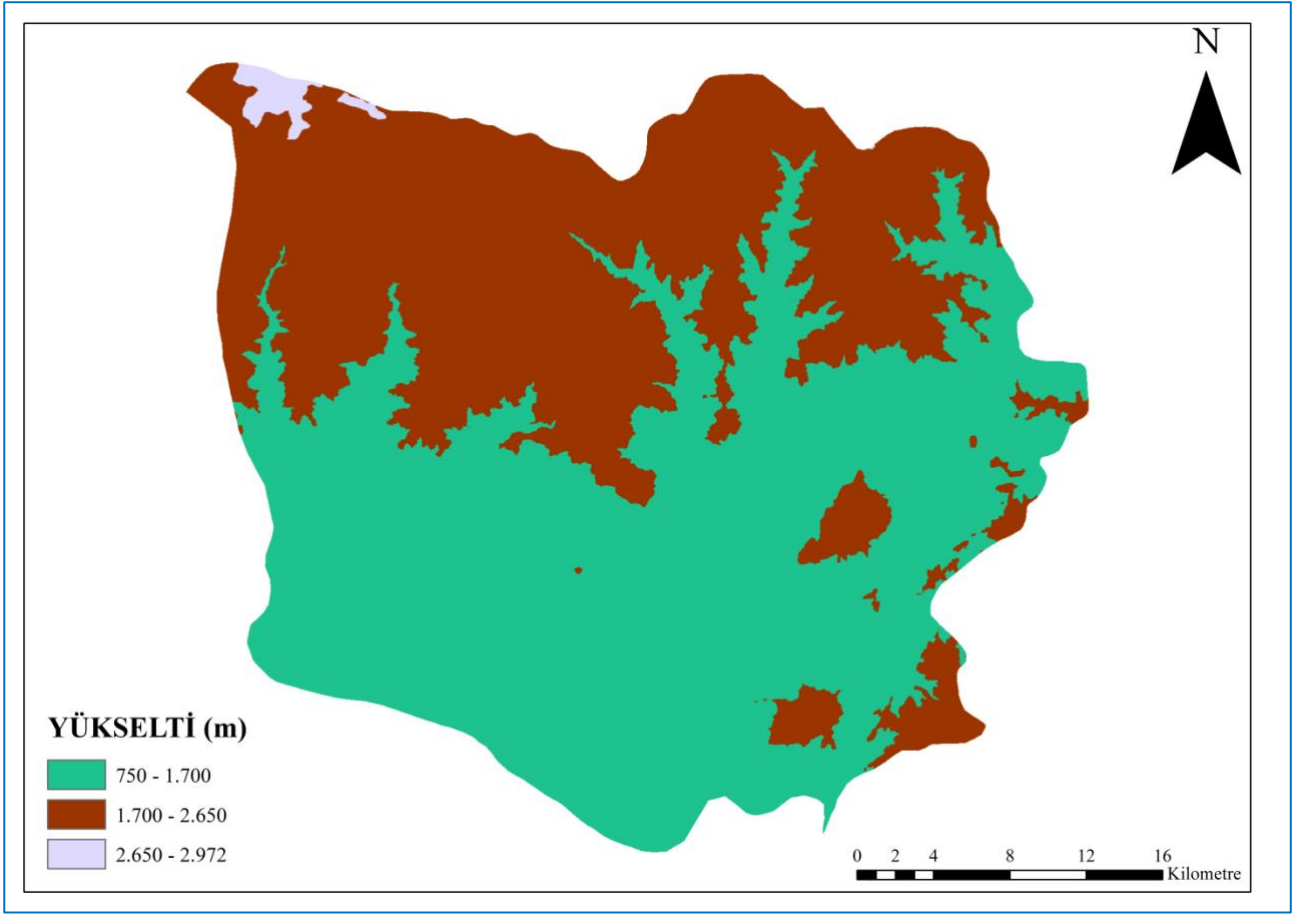
Şebinkarahisar ilçesinde yükselti ve eğim değerleri tarım için sınırlandırıcı faktörlerdir (Atmaca, 2021). İlçe yükseltisinde kuzeyden güneye bir azalma görülmektedir. Şebinkarahisar ilçesinde gerçekleştirilen bu çalışmada, üç gruba ayrılmış olan yükselti verilerine göre en geniş alana sahip yükselti grubu 750-1.700 m olarak belirlenmiştir [788,737 km<sup>2</sup> (% 57,792)]. En az alana sahip yükselti grubu, 9,977 km<sup>2</sup> (% 0,731) ile 2.650-2.972 m olarak tespit edilmiştir. 1.700 m-2.650 m yükselti grubu da 566,068 km<sup>2</sup> (% 41,477) alan kaplamaktadır. İlçe yükseltisinin başlangıcı olan 750 metrenin ceviz yetiştiriciliği için uygun alt sınır olabileceği düşünülmektedir. Bununla beraber arazi gözlemleri, yöreyi tanıyan kişilerle yapılan değerlendirmeler ve Anonim (2016b) tarafından bildirilen Şebinkarahisar cevizinin 1.700 m yükseltiye kadar yetiştirilebileceği durumu da dikkate alınarak, bu çalışmada ceviz yetiştiriciliği için 750-1.700 m yükselti grubunun uygun olduğu değerlendirilmiştir. İlçenin yükselti haritası Şekil 3'te, yükselti gruplarının alan ve oranları da Tablo 4'te gösterilmiştir. Çorumlu (2017), İskilip'te yapmış olduğu envanter çalışmasında cevizlerin 512 m ile 1480 m rakımlarında bulunduğunu belirtmiştir. Uzun ve Paris (2013), Kayseri'deki çalışmalarında değerlendirdikleri ceviz ağaçlarının buldukları rakımların 1064 m ve 1550 m arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Bayazıt ve ark. (2020), yaptıkları çalışmada Akdeniz Bölgesi'nde 100 m (Amik ovası/Hatay), 400 m (Yayladağı/Hatay), 800 m (Belen/Hatay) ve 1100 m (Feke/Adana) olmak üzere 4 farklı yükseklikte yetişen Chandler ceviz çeşidine ait meyveleri kullanmışlardır. Özellikle yetiştiriciliğin gerçekleştirileceği iklim koşulları ve iklim koşullarını doğrudan etkileyen, yöney ve yükselti gibi

faktörlerin verim ve meyve kalitesini etkilemekte olduğunu ifade etmişlerdir. Yetiştirildiği ekoloji ve yükseltinin çeşidinin meyve özelliklerini etkilediğini araştırmaları sonucunda rapor etmişlerdir.

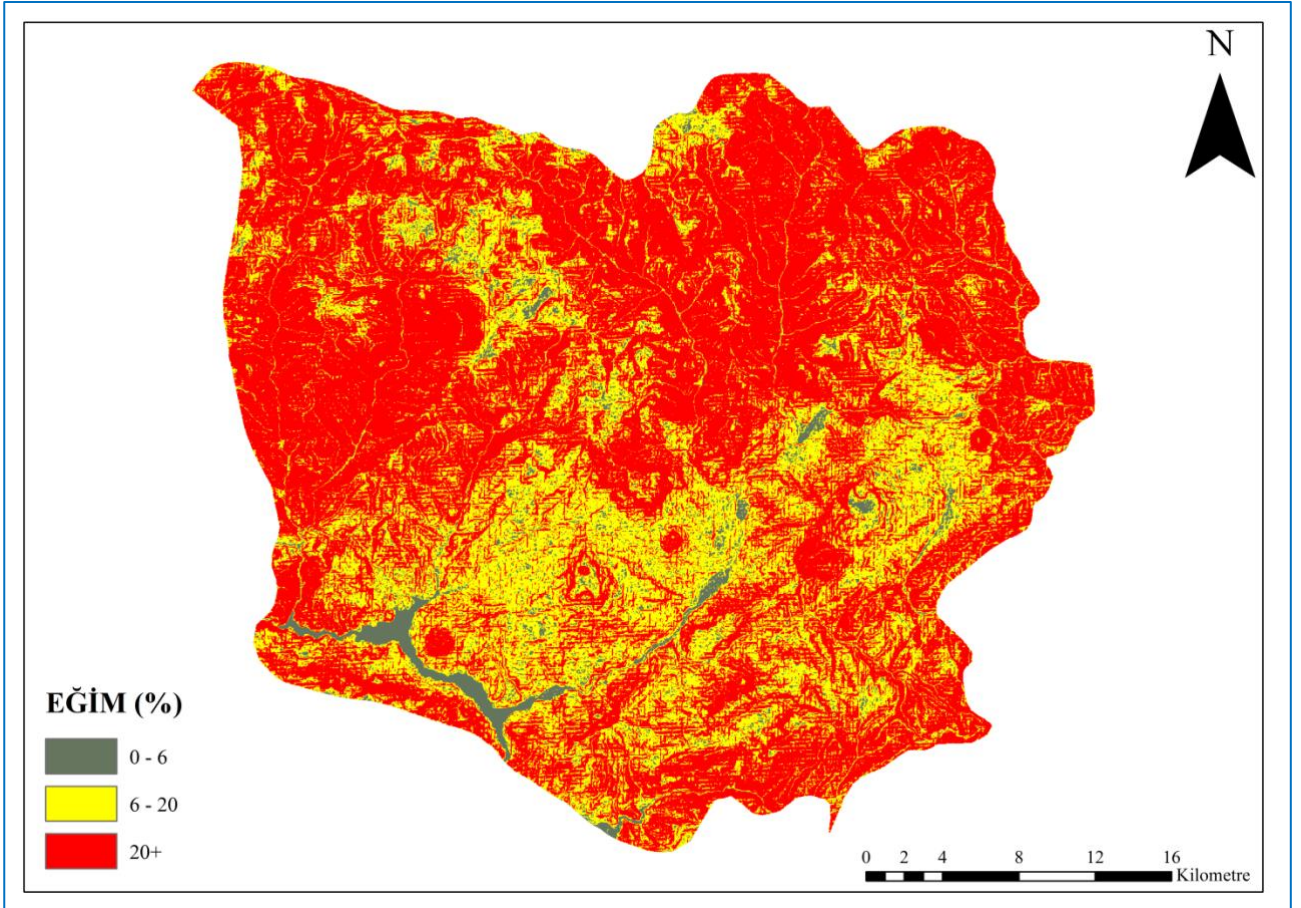
Şebinkarahisar’da eğim, Anonim (1987)’in belirttiği biçimde % 0-6 (hafif), % 6-20 (orta) ve % 20+ (dik) olarak 3 grupta sınıflandırılmıştır (Şekil 4). İlçede dik (% 20+) eğim grubunun en geniş alana sahip olduğu belirlenmiştir [903,504 km<sup>2</sup> (% 66,207)]. Ceviz fidanı dikim alanları üzerine yürütülen farklı çalışmalarda uygun eğim için farklı derecelerde eğime sahip olan (% 3-40) alanlar seçilse de (Delibaş ve ark., 2015; Erbaş, 2019), Şebinkarahisar ilçesinde ceviz yetiştiriciliği için uygun olabileceği düşünülen hafif (% 0-6) ve orta (% 6-20) eğim gruplarındaki alanların sırasıyla 54,99 km<sup>2</sup> (% 4,03) ve 406,166 km<sup>2</sup> (% 29,763) yüzölçümlerine sahip oldukları saptanmıştır (Tablo 4).

Giresun ilinin Şebinkarahisar ilçesindeki bu çalışma kapsamında belirlenen bakı yönleri ve dereceleri Şekil 5’teki haritada; bakı gruplarının alanları ve oranları da Tablo 4’te verilmiştir. Düz (-1°) bakıya sahip alanlar 10,165 km<sup>2</sup> (% 0,745)’lik bir yüzölçümünü kaplamaktadır. Kuzey [(0°-22.5°) + (337.5°-360°)] bakıya sahip olan alanların toplamı 126,322 km<sup>2</sup> (% 9,256) olarak bulunmuştur. Kuzeybatı (292.5°-337.5°), kuzeydoğu (22.5°-67.5°) ve doğu (67.5°-112.5°) bakılı alanların yüzölçümlerinin sırasıyla; 150,413 km<sup>2</sup> (% 11,022), 122,228 km<sup>2</sup> (% 8,957) ve 171,627 km<sup>2</sup> (% 12,577) oldukları belirlenmiştir. Güney (157.5°-202.5°) bakılı alanların 221,794 km<sup>2</sup> (% 16,253)’lik bir alanı kapladığı saptanmıştır. Güneybatı (202.5°-247.5°) bakılı alanların 180,377 km<sup>2</sup> (% 13,218); güneydoğu (112.5°-157.5°) bakılı alanların 193,145 km<sup>2</sup> (% 14,153) ve batı (247.5°-292.5°) bakılı alanların 188,58 km<sup>2</sup> (% 13,819) yüzölçümlerine sahip oldukları belirlenmiştir. Şebinkarahisar ilçesindeki bu çalışmada, Acar ve ark. (2001)’nin bildirdiği şekilde oluşturulan kuzey bakı grubunun (kuzey, kuzeybatı, kuzeydoğu ve doğu) toplam kapladığı alan 570,59 km<sup>2</sup> (% 41,812) olarak ve güney bakı grubunun (güney, güneybatı, güneydoğu ve batı) toplam kapladığı alan da 783,896 km<sup>2</sup> (% 57,443) olarak hesaplanmıştır (Tablo 4). Kış donları, ilkbahar geç donları ve sonbahar erken donlarından korunmak için kuzey yönü, geç hasat için de güney yönü tercih edilmesi ceviz yetiştiriciliği için uygun olacağından (Akça, 2021; Kandilli ve ark., 2021) Şebinkarahisar ilçesi için kuzey ve güney bakı grupları birlikte değerlendirmeye alınmıştır.



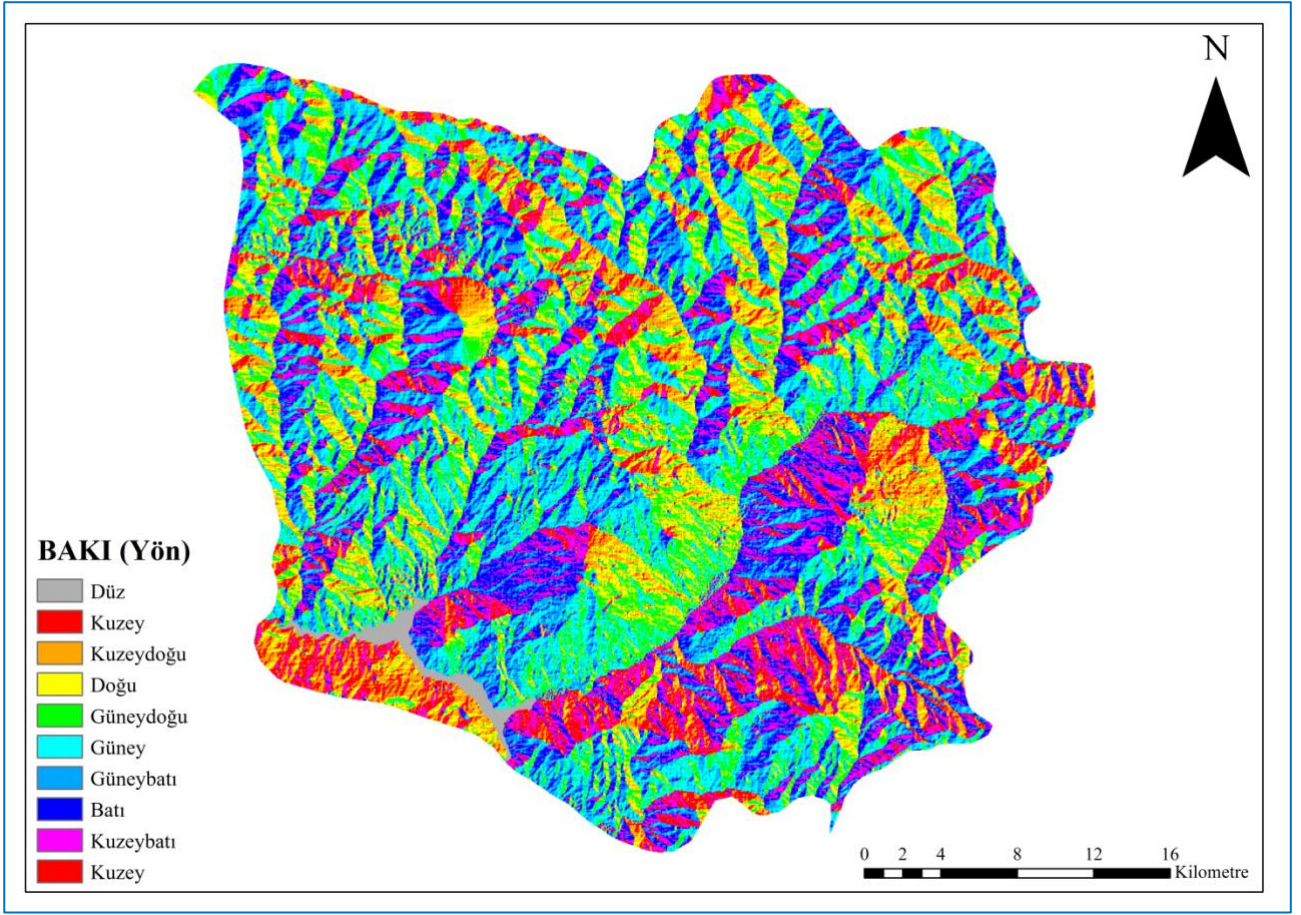


Şekil 3. Şebinkarahisar ilçesine ait yükselti haritası



Şekil 4. Şebinkarahisar ilçesine ait eğim haritası





Şekil 5. Şebinkarahisar ilçesine ait bakı haritası

Tablo 4. Şebinkarahisar ilçesinin yükselti, eğim ve bakı özelliklerine ilişkin alan ve oran değerleri

Yükselti Grubu (m)	Alan (km <sup>2</sup> )	Oran (%)
750-1.700	788,737	57,792
1.700-2.650	566,068	41,477
2.650-2.972	9,977	0,731
Eğim Grubu (%)	Alan (km <sup>2</sup> )	Oran (%)
0-6	54,99	4,03
6-20	406,166	29,763
20+	903,504	66,207
Bakı Grupları	Alan (km <sup>2</sup> )	Oran (%)
Düz	10,165	0,745
Kuzey Bakı Grubu (K, KB, KD, D)	570,59	41,812
Güney Bakı Grubu (G, GB, GD, B)	783,896	57,443

### 3.2. Toprak özellikleri

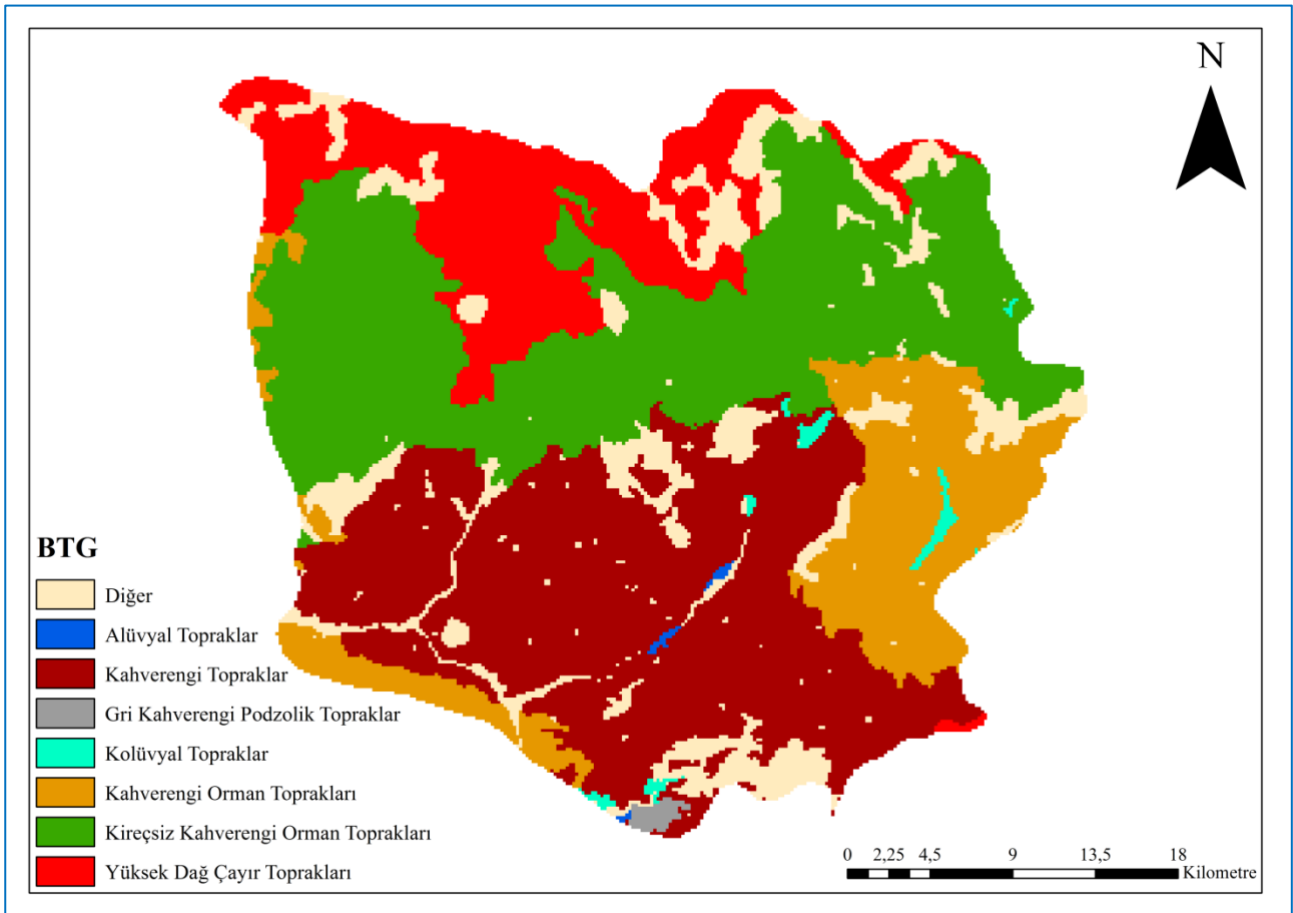
Şebinkarahisar ilçesinin büyük toprak grupları haritası Şekil 6'da sunulmuştur. İlçede kahverengi topraklar 420,764 km<sup>2</sup> ve % 30,828 oranla en çok alan kaplayan büyük toprak grubu olarak saptanmıştır. Bunu çok yakın bir değerle (417,209 km<sup>2</sup> ve % 30,568 oran) kireçsiz kahverengi orman toprakları takip etmektedir. Kolüvyal, gri kahverengi podzolik ve alüvyal toprakların toplam miktarı 13,854 km<sup>2</sup> (% 1,015) olarak bulunmuştur. Yüksek dağ çayır toprakları ve kahverengi orman topraklarının sırasıyla 195,107 km<sup>2</sup> (% 14,295) ve 171,143 km<sup>2</sup> (% 12,539) yüzölçümlerine sahip oldukları belirlenmiştir. Diğer (ırmak taşkın yatakları, çıplak kaya ve molozlar, ırmak ve nehirler, yerleşim alanı, gölet, göl) alanların yüzölçümü 146,779 km<sup>2</sup> (% 10,754)'dir (Tablo 5). Delibaş ve ark. (2015)'nin Tekirdağ ilinde yapmış oldukları çalışmada ceviz yetiştiriciliği için alüvyal, kestane rengi, kahverengi orman, kireçsiz kahverengi orman ve kireçsiz kahverengi toprakların uygun olduğu belirlenmiştir. Buna ek olarak Kaliforniya'daki en verimli ceviz bahçelerinin, alüvyon ve taşkın yatakları üzerindeki topraklarda yer aldığı da rapor edilmiştir. Bununla birlikte sel baskın riski taşıyan yerlerle, yüksek taban suyu olan taban arazilerinin ceviz yetiştiriciliği için uygun olmadığı değerlendirilmiştir (Akça, 2021). Şebinkarahisar ilçesindeki bu çalışmada, ceviz için uygun olarak değerlendirmeye alınan topraklar; alüvyal, kahverengi, gri kahverengi podzolik, kolüvyal, kahverengi orman ve kireçsiz kahverengi orman topraklarıdır. Yüksek dağ çayır toprakları ve diğer alanlar ceviz uygunluk haritası için değerlendirme dışı bırakılmıştır.

Şebinkarahisar'ın arazi kullanım kabiliyet sınıfları haritası Şekil 7'de gösterilmiştir. Şebinkarahisar'da en fazla alanı VII. sınıf arazilerin kapladığı belirlenmiştir (692,856 km<sup>2</sup> ve % 50,764 oran). VI. sınıf araziler 272,85 km<sup>2</sup> ve % 19,991 oranla en fazla alana sahip ikinci arazi kullanım kabiliyet sınıfı olarak bulunmuştur. IV. sınıf arazilerin yüzölçümleri 222,289 km<sup>2</sup> (% 16,287) olarak saptanmıştır. İlçede III., II. ve I. sınıf arazilerin alanları ve oranları sırasıyla 21,16 km<sup>2</sup> (% 1,55), 8,089 km<sup>2</sup> (% 0,593) ve 0,834 km<sup>2</sup> (% 0,061) olarak belirlenmiştir. Arazi kullanım kabiliyet sınıfları haritasında Şebinkarahisar ilçesi için diğer alanlar 6,712 km<sup>2</sup> (% 0,492) olarak ve VIII. sınıf araziler de 140,067 km<sup>2</sup> (% 10,262) olarak hesaplanmıştır. Anonim (2020) tarafından I., II., III. ve IV. sınıf araziler toprak işlemeli tarıma elverişli olarak; V., VI. ve VII. sınıf araziler toprak işlemeli tarıma elverişsiz olarak ve VIII. sınıf araziler tarıma elverişsiz olarak tanımlanmıştır. Delibaş ve ark. (2015), I-II-III-IV. sınıf arazileri Tekirdağ ilinde ceviz yetiştiriciliğine uygun alanları belirlemek amacıyla değerlendirme kriteri olarak kullanmışlardır. Şebinkarahisar'daki bu çalışmada da toprak işlemeli tarıma elverişli olan I., II., III. ve IV. sınıf araziler ceviz uygunluk haritası için değerlendirme kriteri olarak değerlendirilmiştir.

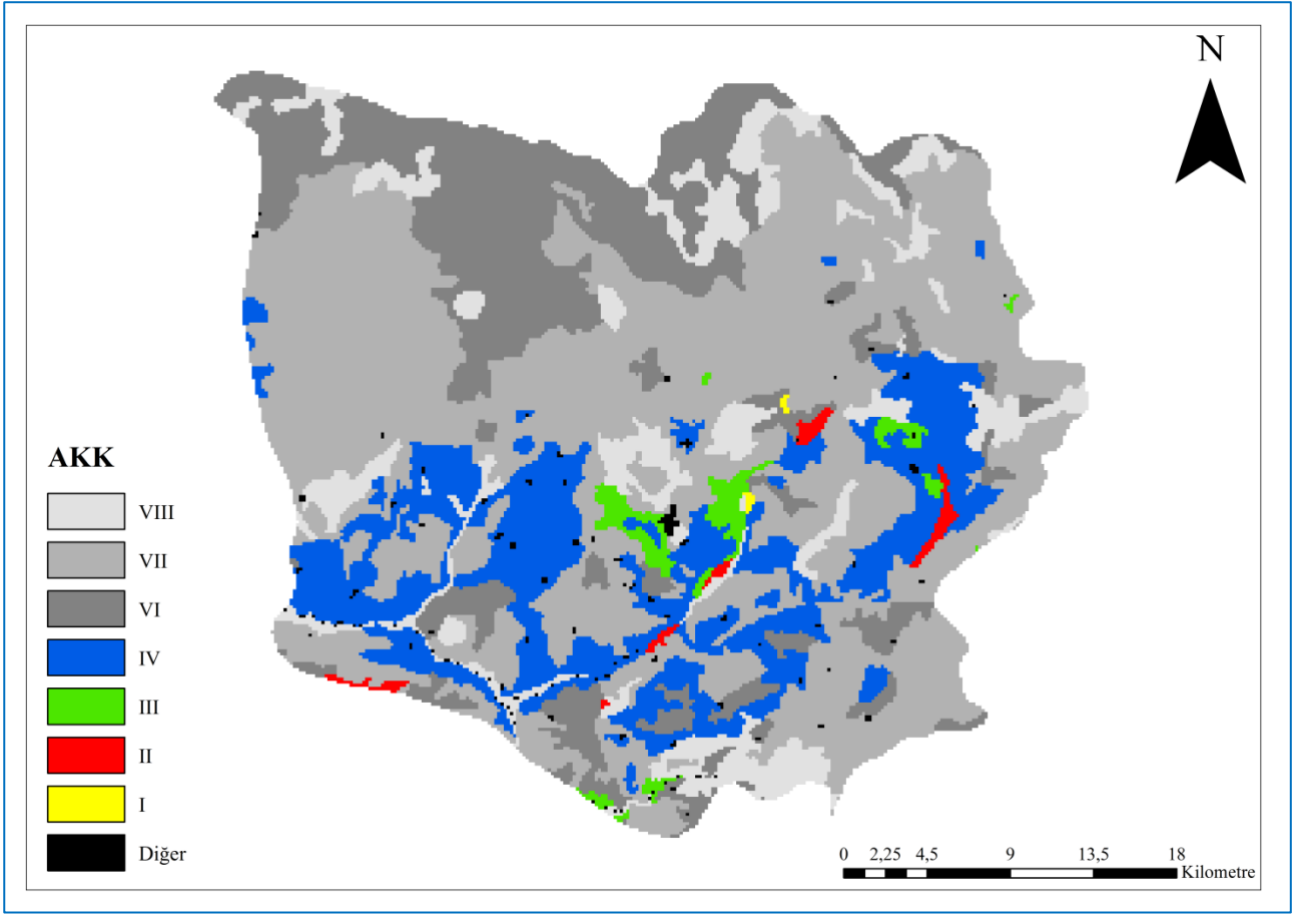
Şebinkarahisar ilçesinin toprak derinlik sınıflarını gösteren harita Şekil 8'de verilmiştir. İlçede en fazla yüzölçümünü sığ (50-20 cm) toprakların kapladığı belirlenmiştir (401,087 km<sup>2</sup> ve % 29,387

oran). Çok sığ (20-0 cm) ve litozolik toprakların sırasıyla 357,125 km<sup>2</sup> (% 26,166) ve 111,144 km<sup>2</sup> (% 8,143) yüzölçümlerine sahip oldukları bulunmuştur. Şebinkarahisar ilçesinin ceviz uygunluk haritasında toprak derinliği yönünden değerlendirmeye alınan derin (90+ cm) ve orta derin (90-50 cm) toprakların alansal değerleri sırasıyla 7,522 km<sup>2</sup> (% 0,551) ve 341,201 km<sup>2</sup> (% 24,999) olarak hesaplanmıştır. Akça (2021) ceviz ağacı köklerinin, 3 metre derinliğe kadar inebildiğini bildirmiştir. Delibaş ve ark. (2015) toprak derinliği 2 metreden fazla olan alanları ceviz uygunluk haritası için kriter olarak kullanmışlardır. Kandilli ve ark. (2021) Van ili Çatak ilçesinde ceviz yetiştirmek için derin ve orta derin toprakların uygun olduklarını değerlendirmişlerdir.

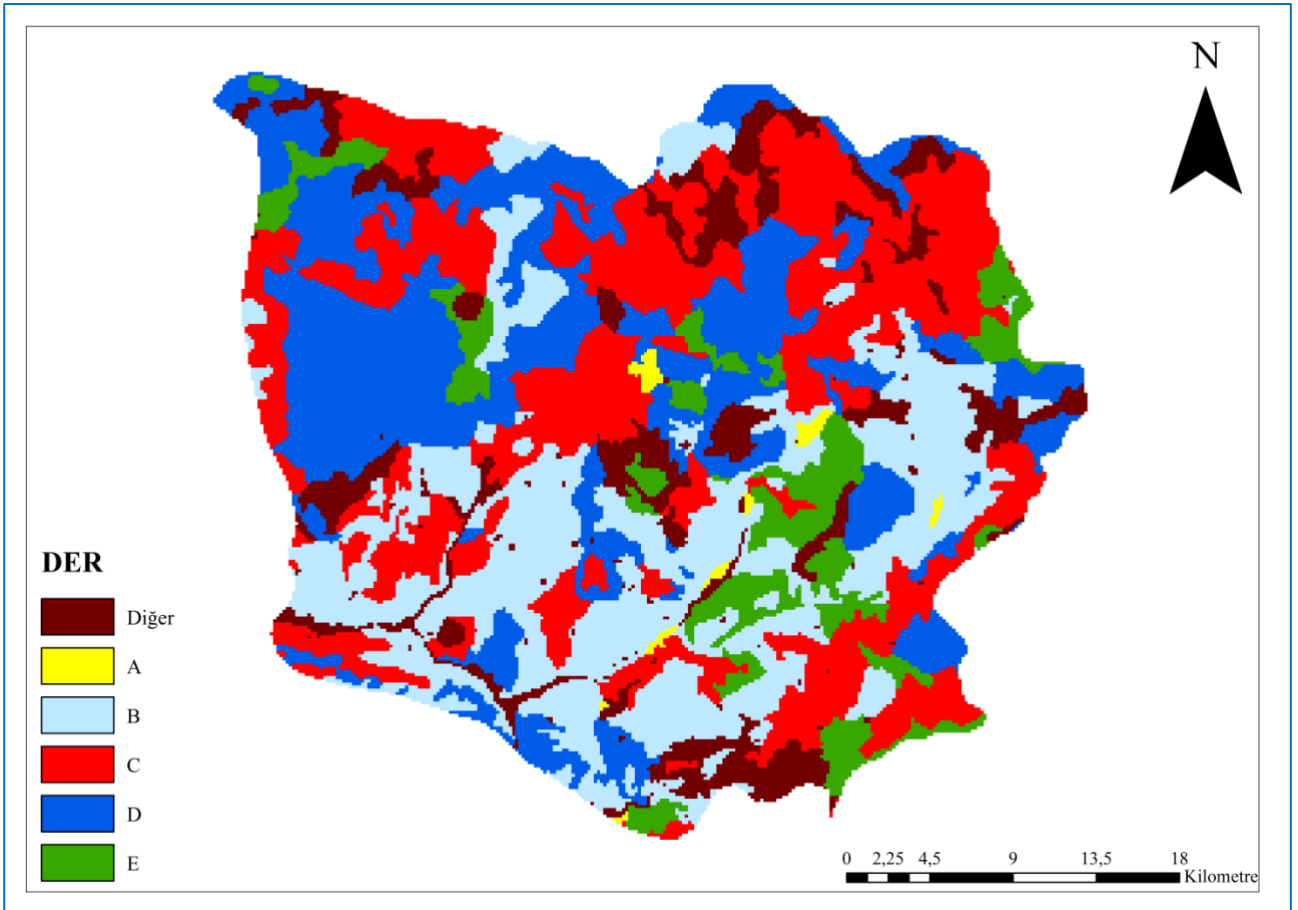
Şebinkarahisar ilçesinin büyük toprak grupları, arazi kullanım kabiliyet sınıfları ve toprak derinlik sınıfları haritalarının yapımında Anonim (2020)'den elde edilen verilerden yararlanılmıştır.



Şekil 6. Şebinkarahisar ilçesinin büyük toprak grupları haritası



Şekil 7. Şebinkarahisar ilçesinin arazi kullanım kabiliyet sınıfları haritası



Şekil 8. Şebinkarahisar ilçesinin toprak derinliği sınıfları haritası

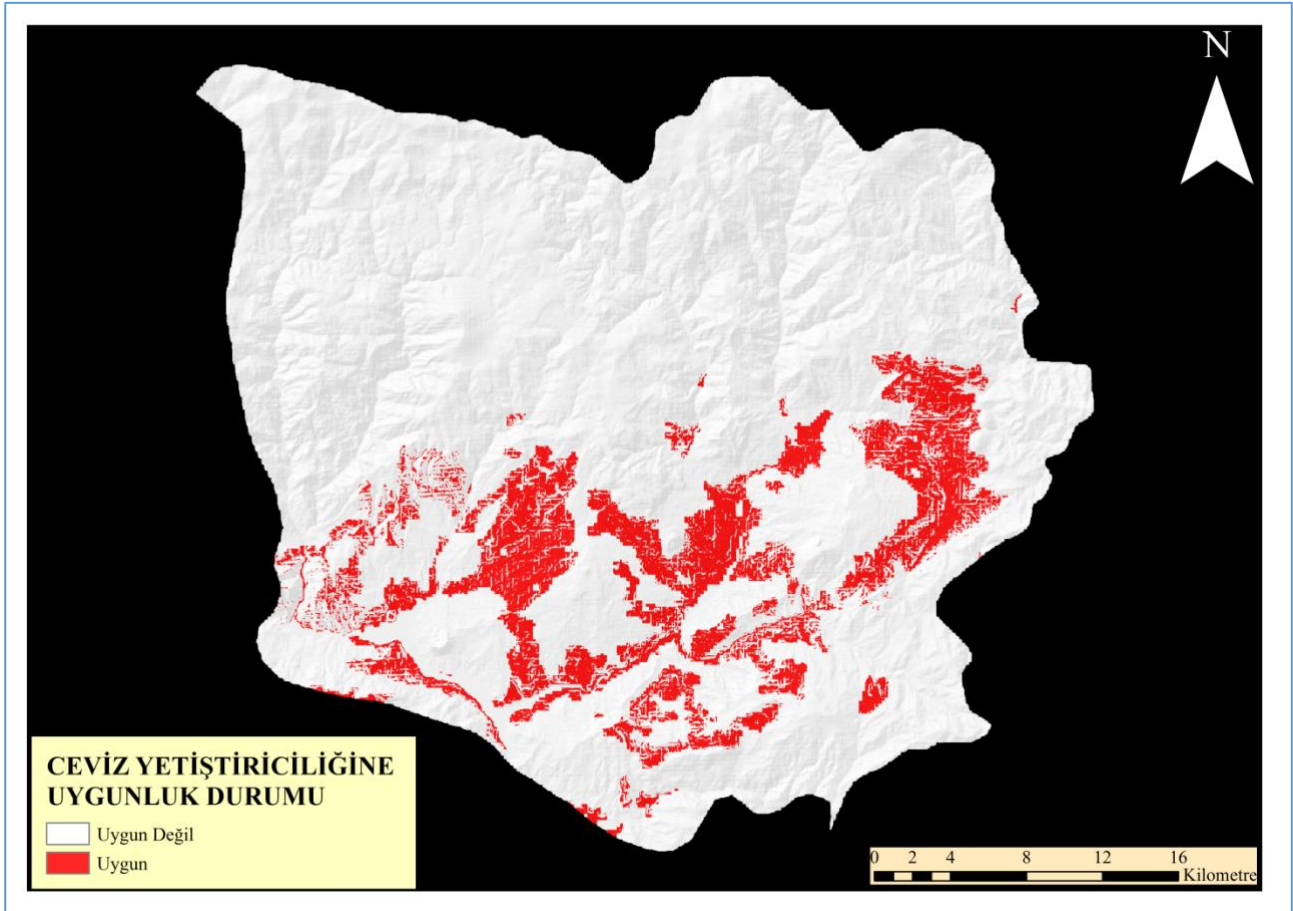
**Tablo 5.** Şebinkarahisar ilçesinin toprak özelliklerine ilişkin alan ve oran değerleri

Büyük Toprak Grupları (BTG)	Alan (km <sup>2</sup> )	Oran (%)
Kahverengi Topraklar	420,764	30,828
Kireçsiz Kahverengi Orman Toprakları	417,209	30,568
Yüksek Dağ Çayır Toprakları	195,107	14,295
Kahverengi Orman Toprakları	171,143	12,539
Kolüvyal Topraklar	8,046	0,590
Gri Kahverengi Podzolik Topraklar	3,949	0,289
Alüvyal Topraklar	1,859	0,136
Diğer	146,779	10,754
Arazi Kullanım Kabiliyet Sınıflaması (AKK)	Alan (km <sup>2</sup> )	Oran (%)
VIII	140,067	10,262
VII	692,856	50,764
VI	272,85	19,991
IV	222,289	16,287
III	21,16	1,55
II	8,089	0,593
I	0,834	0,061
Diğer	6,712	0,492
Derinlik (DER) (cm)	Alan (km <sup>2</sup> )	Oran (%)
A (Derin: 90+ cm)	7,522	0,551
B (Orta Derin: 90-50 cm)	341,201	24,999
C (Sığ: 50-20 cm)	401,087	29,387
D (Çok Sığ: 20-0 cm)	357,125	26,166
E (Litozolik)	111,144	8,143
Diğer	146,779	10,754

Şebinkarahisar ilçesinde ceviz yetiştiriciliğine uygun alanların saptanması için yapılan bu çalışmada, ceviz için uygun olan arazi ve toprak özellikleri dikkate alınarak uygun haritalar oluşturulmuş, alan hesaplamaları yapılmış ve bu haritalar ArcGIS-ArcMap 10.3 programında karşılaştırılmıştır. Bu analizler neticesinde 159,695 km<sup>2</sup> yüzölçümüne sahip alan ceviz için uygun bulunmuştur. İlçede ceviz yetiştiriciliği için uygun olan alanların genellikle ilçenin yüksek kuzey kesimleri (1.700-2.972 m) hariç diğer alanlar olduğu belirlenmiştir. Uygunluk haritası Şekil 9'da gösterilmiştir. Erbaş (2019), yalnızca Tonya ilçesi baz alınarak değerlendirildiğinde ilk başta 103,27 km<sup>2</sup> olarak ortaya çıkan potansiyel ceviz yetiştiriciliği alanlarının orman verilerinin de eklenerek karşılaştırılması neticesinde 7,23 km<sup>2</sup>'ye düştüğünü ve ilgili alanların yerinde ziyareti ile alanların uygunluğunun kesinleştirildiğini ifade etmiştir. Delibaş ve ark. (2015), Tekirdağ' da cevizin merkez

ilçeye bağlı 55 köyde ve toplam 111,40 km<sup>2</sup> alanda yetiştirilebileceğini ortaya koymuşlardır. Kandilli ve ark. (2021), Van ili Çatak ilçesinde ceviz üretimi için oldukça uygun alanların 303,23 km<sup>2</sup>; uygun alanların da 660,26 km<sup>2</sup> olduğunu belirtmişlerdir. Vahdati ve ark. (2019), İran'ın toplam yüzölçümünün % 35,36'sından fazlası bir alanın şu anda ceviz ekimi için uygun olduğunu ve uygun alanların da İran'ın kuzey ve batısının büyük bir bölümünde yer aldığını ifade etmişlerdir.

Şebin ceviz çeşidinin kurağa ve güneş yanıklığına hassas olması sebebiyle, özellikle Haziran-Eylül arasında iç ceviz kalitesi üzerine mutlak anlamda etki eden su sıkıntısı olan yerlerde ek sulamalara önem verilmelidir. Ceviz kurulacak bir bahçede mutlaka toprak analizi yapılmalıdır. Özellikle toprağın Ca, Na, Mg, Cl, SO<sub>4</sub>, HCO<sub>3</sub> içeriği araştırılmalıdır. Cevizler için en iyi toprak pH'ı 5,5-7,5 arasında değişmektedir. Soğuk havanın biriktiği çukur alanlarda ceviz yetiştirilmemelidir. Aşırı nemli yerler ceviz için uygun olmayabilir. Yine soğuk havanın biriktiği orman kenarlarına kurulacak bahçelerin uzak olması gerekmektedir. Bahçe yerinin ana yollara yakınlığı, bahçede gerekli teknik ve kültürel işlemlerin kolaylığı bakımından yetiştiriciye önemli avantajlar sağlayacaktır (Akça, 2001). Kahramanmaraş'ta ceviz yetiştiriciliği genelde dağ etek ve yamaçlarında yoğunlaşmıştır. Kaynak sularının yoğun olduğu kuzey ve doğu kesimdeki bazı bölgeler adeta dağın birer ceviz bahçesi durumundadır (Sütyemez, 2015).

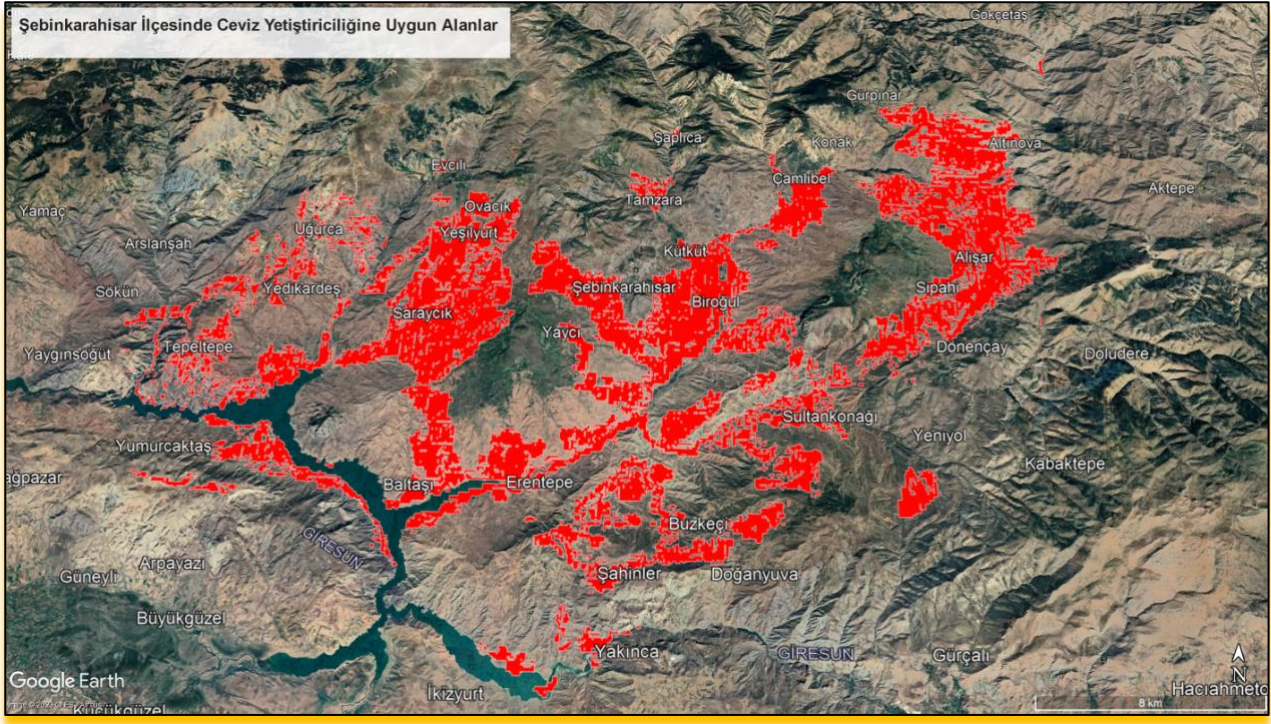


Şekil 9. Şebinkarahisar ilçesinin ceviz yetiştiriciliğine uygunluk durumu haritası

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Kelkit Vadisi'nde ceviz tarımı için çok önemli bir yere sahip olan Şebinkarahisar ilçesinde ceviz dikimi için uygun alanlar yükselti, eğim, bakı, büyük toprak grupları, arazi kullanım kabiliyet sınıfı ve toprak derinliği parametreleri baz alınarak belirlenmiştir. Ceviz dikimi için uygun bulunan toplam alanın yüzölçümü 159,695 km<sup>2</sup> olarak hesaplanmıştır. İlçenin özellikle yüksek kuzey kesimleri hariç diğer alanlar çoğunlukla ceviz yetiştiriciliği için uygun bulunmuştur. Özellikle ilçenin orta kesimlerinde ve ceviz yetiştiriciliği için uygun olan diğer alanların bazı yerlerinde yer yer, bazı yerlerinde ise ceviz yetiştiriciliği için elverişli alanların yoğun bir şekilde kümelenildiği, çalışma sonucunda ortaya konmuştur ki bu alanlardaki eğim hafif ve orta sınıftadır. Çalışmamızda ceviz fidanı dikimi için uygun olduğu belirlenen yeni alanlardaki toprakların pH, tuz, kireç, organik madde, bitki besin elementleri ve tekstür analizlerinin yapılarak yetiştiricilik yapılmasının faydalı olacağı düşünülmektedir. Halihazırda ceviz yetiştiriciliği yapılan arazilerin de toprak ve bitki analizlerinin yapılması önem arz etmektedir. Cevizde sulamanın önemli olmasından dolayı ceviz yetiştiriciliği için yeni yapılacak çalışmalarda ilçedeki su kaynaklarına yakın alanlar değerlendirilmelidir. Ceviz dikimi yapılacak olan alanların ve yakın çevrelerinin erozyon, sel basması gibi doğal afetlerden korunması amacıyla teraslama, ağaçlandırma gibi çalışmaların yapılması ve arazilerin amaçları doğrultusunda kullanımlarının sağlanması büyük öneme sahiptir. Tüm bu süreçler gerçekleştirilirken ilçenin uzun yıllar iklim verilerinin de göz önünde bulundurulması gerekmektedir. Bu çalışmanın sonucunda elde edilen bilgilerin Şebinkarahisar'da oluşturulacak yeni ceviz bahçelerinin kurulum sürecine katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Şebinkarahisar ilçesinde ceviz dikimine en uygun olarak belirlenen alanlar kırmızı renkle işaretlenerek, Google Earth Pro (7.3.6.9345-64 bit) görüntüsü şeklinde gösterilmiştir (Şekil 10). Uygunluk haritası saha çalışmaları ile doğruluk değerlendirilmesine tabi tutulmuştur.





Şekil 10. Şebinkarahisar’da ceviz yetiştiriciliği için uygun olan alanların Google Earth Pro görüntüsü

### Yazarların Katkısı

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

### Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### Kaynaklar

- Acar, C., Var, M., ve Altun, L. (2001). Trabzon ve yöresinin kayalık ortamlarında yetişen örtü bitkileri üzerine ekolojik bir araştırma. *Ekoloji Çevre Dergisi*, 11(41), 20-28.
- Akça, Y. (2001). *Ceviz yetiştiriciliği*. Tokat: Arı Ofset Matbaası, 356 s.
- Akça, Y. (2021). *Ceviz yetiştiriciliği el kitabı* (Birinci baskı). Ankara: Uyum Ajans, 315 s.
- Anonim, (1987). *Türkiye genel toprak amanjman planlaması (Toprak koruma ana planı)*. Ankara: T.C. Tarım Orman ve Köy İşleri Bakanlığı, Köy Hizmetleri Genel Müdürlüğü, Havza Islahı ve Göletler Daire Başkanlığı, 105 s.
- Anonim, (2016a). *Ceviz eylem planı 2012-2016*. Ankara: T.C. Orman ve Su İşleri Bakanlığı, Orman Genel Müdürlüğü, Ağaçlandırma Dairesi Başkanlığı, 44 s.



- Anonim, (2016b). *Tunceli ceviz yetiştiriciliği raporu & yatırım rehberi*. Tunceli: Fırat Kalkınma Ajansı, 36 s.
- Anonim, (2020). *Giresun İli 1/25000 Ölçekli Büyük Toprak Grubu Haritası*. T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı, Tarım Reformu Genel Müdürlüğü, Toprak Etüt ve Planlama Çalışma Grubu Verileri, Ankara / Türkiye.
- Anonim, (2021). *Türkiye Mülki İdare Sınırları Verileri*. T.C. Milli Savunma Bakanlığı, Harita Genel Müdürlüğü, Ankara / Türkiye, <https://www.harita.gov.tr/urun/turkiye-mulki-idare-sinirlari/232> (Erişim Tarihi: 11 Kasım 2021).
- Anonim, (2022). *Giresun Meteoroloji İstasyon Müdürlüğü Verileri*. T.C. Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı, Meteoroloji Genel Müdürlüğü, Giresun / Türkiye.
- Atmaca, B. (2021, December). Bazı arazi özelliklerinin coğrafi bilgi sistemleri ile belirlenmesi ve tarım açısından değerlendirilmesi: Giresun ili Şebinkarahisar ilçesi örneği. *ISPEC 8th International Conference on Agriculture, Animal Sciences and Rural Development*, Proceedings Book: (pp. 830-846). Bingöl: Bingöl University, Turkey. (24-25 December 2021).
- Banger, G. (2000). Türkiye Ulusal Bilgi Sistemi, Genel Esaslar. T.C. Başbakanlık, İdareyi Geliştirme Başkanlığı Yönetim Bilişim Sistemi Merkezi, Ankara / Türkiye. <https://www.hssgm.gov.tr/content/documents/belgeler/T%C3%BCrkiye%20Ulusal%20Bilgi%20Sistemi%20Esaslar%C4%B1.pdf> (Erişim Tarihi: 21 Temmuz 2022).
- Bayazıt, S., Çalışkan, O., ve Kılıç, D. (2020). Yükseltinin Chandler ceviz çeşidinde meyve kalite özelliklerine etkisi. *Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi (GBAD)*, 9(2), 124-132.
- Cüce, M. (2020). Incidence of aflatoxins, ochratoxin A, zearalenone, and deoxynivalenol in food commodities from Turkey. *Journal of Food Safety*, 40(6), e12849.
- Çepel, N. (1995). *Orman ekolojisi*. İstanbul: İstanbul Üniversitesi Yayın No: 3886, Sosyal B.M.Y.O. Yayın No: 433, 536 s.
- Çorumlu, M. S. (2017). İskilip ceviz envanter çalışması. *Bahçe*, 46(Özel Sayı 2), 325-329.
- Delibaş, L., Bağdatlı, M. C., ve Danışman, A. (2015). Topoğrafya ve bazı toprak özelliklerinin coğrafi bilgi sistemleri (CBS) ortamında analiz edilerek ceviz yetiştiriciliğine uygun alanların belirlenmesi: Tekirdağ ili Merkez köyleri örneği. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi (GÜFBED)*, 5(1), 50-59.
- Doğan, H. M. (2009). Mineral composite assessment of Kelkit River Basin in Turkey by means of remote sensing. *J. Earth Syst. Sci.* 118(6), 701-710.
- DPT, (2001). *Sekizinci beş yıllık kalkınma planı. Bilişim teknolojileri ve politikaları özel ihtisas komisyonu raporu*. Ankara: Devlet Planlama Teşkilatı, 49 s.
- Erbaş, Y. S. (2019). Büyükliman Havzasında ceviz dikimi için uygun alanların tespitinde coğrafi bilgi sistemlerinin katkısı: Tonya ilçesi örneği. *Uluslararası Anadolu Ziraat Mühendisliği Bilimleri Dergisi (UAZIMDER)*, 1(4), 33-36.
- Everest, T., Akbulak, C., ve Özcan, H. (2011). Arazi kullanım etkinliğinin değerlendirilmesi: Edirne ili Havsa ilçesi örneği. *Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi*, 26(3), 251-257.
- Kadakoğlu, B., Bayav, A., ve Karlı, B. (2022). Türkiye’de ceviz üretim projeksiyonu ve rekabet gücü analizi. *Meyve Bilimi*, 9(1), 8-15.
- Kandilli, M., Kazankaya, A., ve Doğan, A. (2021). Ceviz (*Junglas regia* L.) yetiştiriciliğinde CBS teknikleri kullanılarak mekânsal karar destek sistemi (MKDS) geliştirilmesinde Çatak-Van (Türkiye) örneği. *Euroasia Journal of Mathematics, Engineering, Natural & Medical Sciences*, 8(17), 58-79.
- Karadağ, H., Yıldız, K., ve Doğan, H. M. (2021). Determination of suitable areas for organic production in Kelkit basin and mapping by geographical information systems. *Turkish Journal of Food and Agriculture Sciences*, 3(1), 7-12.
- Karadeniz, T., ve Şişman, T. (2015). *Giresun Şebinkarahisar cevizleri*. Ankara: ÜÇM Yayınları, 151 s.
- Ötken, M., ve Erdem, T. (2022). Damla sulama uygulamalarının ceviz bahçelerinde toprak tuzluluğuna etkisinin belirlenmesi. *Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Dergisi*, 10(1), 34-43.
- Özşahin, E. (2015). Şehir ve toprak arasındaki ilişkinin coğrafi yaklaşımla incelenmesi: Tekirdağ şehri örneği. *Turkish Studies*, 10(3), 733-758.
- Özyazıcı, M. A., Dengiz, O., Aydoğan, M., Bayraklı, B., Kesim, E., Urla, Ö., Yıldız, H., ve Ünal, E. (2016). Orta ve Doğu Karadeniz Bölgesi tarım topraklarının temel verimlilik düzeyleri ve alansal dağılımları. *Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi*, 31(1), 136-148.
- Susam, T., ve Oğuz, İ. (2006). CBS ile Tokat ili arazi varlığının eğim ve bakı özelliklerinin tespiti ve tarımsal açıdan irdelenmesi. *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 23(1), 67-74.
- Sümbül, A., ve Yıldız, E. (2019, June). Orta Kelkit Havzasının meyvecilik potansiyeli açısından analizi. *3rd International UNIDOKAP Black Sea Symposium "Sustainable Agriculture and Environment"*, Symposium Book: (pp. 760-764). Tokat: Tokat Gaziosmanpaşa University, Türkiye. (21-22-23 June 2019).

- Sütyemez, M. (2015). Türkiye nin en önemli ceviz merkezi Kahramanmaraş'ta "ceviz yetiştiriciliği". Bitkisel Üretimde Kahramanmaraş, *Kahramanmaraş'ta tarım ve yaşam*, 4, 8-9.
- TÜİK, (2022a). *Bitkisel Üretim İstatistikleri 2021*. Türkiye İstatistik Kurumu, Ankara/Türkiye, <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr> (Erişim Tarihi: 08 Eylül 2022).
- TÜİK, (2022b). *Şebinkarahisar İlçesinin 2021 Yılı Bitkisel Üretim İstatistikleri*. Türkiye İstatistik Kurumu, Ankara/Türkiye, <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr> (Erişim Tarihi: 22 Aralık 2022).
- USGS, (2022). *DEM Data (SRTM 1 Arc-Second Global/~30 meters)*. Available from URL: <https://earthexplorer.usgs.gov/> (Date of Access: 29 July 2022).
- Uzun, A., ve Paris, K. (2013). *Kayseri ilinde ceviz (Juglans regia L.) seleksiyonu*. Yüksek Lisans Projesi Sonuç Raporu, T.C. Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi, Kayseri.
- Vahdati, K., Bavani, A. R. M., Khosh-Khui, M., Fakour, P., ve Sarikhani, S. (2019). Applying the AOGCM-AR5 models to the assessments of land suitability for walnut cultivation in response to climate change: A case study of Iran. *PLoS ONE*, 14(6), e0218725.
- Yılmaz, G. (2006). *Şehir coğrafyası açısından Şebinkarahisar*. Yüksek Lisans Tezi, T.C. İstanbul Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, İstanbul.

## Derin Öğrenme ve Makine Öğrenmesi Yöntemleriyle Polisomnografi Sinyallerinden Uyku Evrelerinin Sınıflandırılması

Sinan ALTUN<sup>1\*</sup> 

### Öz

Uyku, fiziksel ve zihinsel sağlığımızın günlük olarak yenilenmesi için önemli bir aktivite zamanıdır ve yaşamımızın üçte birini kaplar. Uyku bozuklukları, psikiyatrik bozuklukları şiddetlendirebilir veya semptomlarına neden olabilir. Bunlardan ilki uyku apnesi olabilir. Diğer bir neden ise huzursuz bacak sendromudur. Depresyon, anksiyete, ağrı ve bazı fiziksel problemler de uykusuzluğa neden olabilir. Uyku apnesi, sinir sistemi probleminden veya soluk yolu tıkanıklığından kaynaklanabilir. Uyku evrelerini incelemek, uyku ile ilgili bozuklukların teşhisinde çok önemlidir. Uyku evreleri de uyku sırasında kişinin yanında olunarak bir profesyonel tarafından belirlenir. Ortalama 8 saatlik uyku evre teşhis süresi düşünüldüğünde, bu bir profesyonel için oldukça uzun bir süredir. Ayrıca uyku evrelerinin tanımlanması ciddi bir uzmanlık ve bilgi birikimi gerektirmektedir. Literatürde tanımlanan hastalıkların teşhis ve tedavi sürecini otomatik olarak yapan bilgisayarlı teşhis sistemi teorik araştırmalara dayalı olarak uygulanmaya başlandı. Bu çalışma, insan sağlığını doğrudan etkileyen uyku bozukluklarının teşhisinde önemli parametreler olan uyku evrelerini otomatik olarak oluşturmak için derin öğrenme ve makine öğrenmesi tekniklerini kullanmayı amaçlamaktadır. Bu çalışmada, rastgele orman algoritması en başarılı sınıflandırmayı (doğruluk = 0,974, duyarlılık = 0,932, özgüllük = 0,983) gerçekleştirmiştir. Bu gelişmiş sınıflama başarısı, uykuya ilişkili bozuklukların teşhisinde/tedavisinde önemli bir faktör olan uyku evrelerini otomatik olarak belirleyebilen bilgisayar destekli bir teşhis sistemi oluşturmanın uygulanabilirliğini göstermektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Polisomnografi, Derin öğrenme, Makine öğrenmesi, Uyku bozuklukları, Uyku evreleri.

## Classification of Sleep Stages from Polysomnography Signals with Deep Learning and Machine Learning Methods

### Abstract

Sleep is an important time of activity for the daily renewal of our physical and mental health, and it occupies a third of our lives. Sleep disorders can exacerbate or cause symptoms of psychiatric disorders. The first of these may be sleep apnea. Another cause is restless legs syndrome. Depression, anxiety, pain, and some physical problems can also cause insomnia. Sleep apnea can be caused by a nervous system problem or airway obstruction. Studying sleep stages is crucial in diagnosing sleep-related disorders. Sleep stages are also determined by a professional by being with the person during sleep. Considering the average sleep stage diagnosis time of 8 hours, this is quite a long time for a professional. In addition, the definition of sleep stages requires serious expertise and knowledge. The computerized diagnosis system, which automatically diagnoses and treats the diseases described in the literature, has started to be implemented based on theoretical research. This study aims to use deep learning and machine learning techniques to automatically generate sleep stages, which are important parameters in the diagnosis of sleep disorders that directly affect human health. In this study, the random forest algorithm performed the most successful classification (accuracy = 0.974, sensitivity = 0.932, specificity = 0.983). This advanced classification success demonstrates the feasibility of creating a computer-aided diagnostic system that can automatically identify sleep stages, which is an important factor in the diagnosis/treatment of sleep-related disorders.

**Keywords:** Polysomnography, Deep learning, Machine learning, Sleep disorders, Sleep stages.

<sup>1</sup>Kahramanmaraş İstiklal Üniversitesi, Yapı İşleri ve Teknik Daire Başkanlığı, Kahramanmaraş, Türkiye. [s.altun@yaani.com](mailto:s.altun@yaani.com)

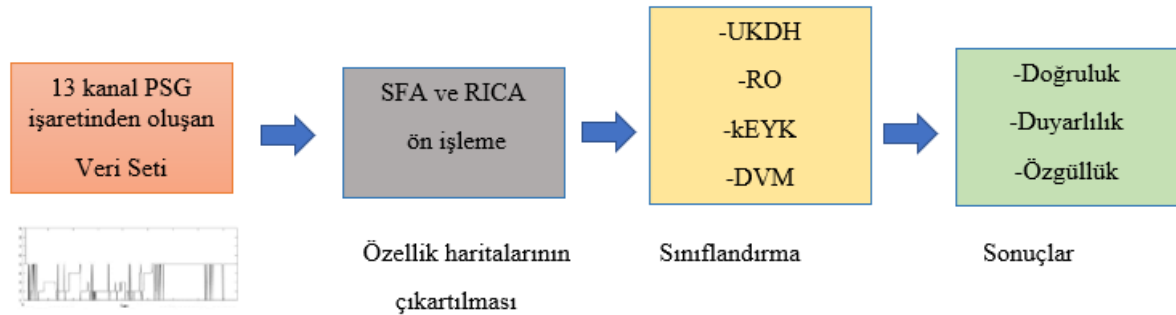
<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-2356-0460>

## 1. Giriş

Uyku oldukça karmaşık bir yapıdır ve fiziksel ve psikolojik yaşam kalitesinde önemli bir faktördür. Uyku araştırmasına yardımcı olacak popüler bir yöntem, “uyku evrelemesi” kavramıdır. Uyku evrelerinin sınıflandırılması uzun süredir uyku mimarisini anlamak için bir yöntem olarak kabul edilmiştir ve uyku araştırmalarında standart hale gelmiştir. (Silber ve ark. 2007). Uyku aşamalarını sınıflandırmak için en yaygın yaklaşım, bir uyku uzmanı tarafından gerçekleştirilen manuel sınıflandırmadır. Bu prosedürü gerçekleştirmek için, kişi uyurken uykuyu değerlendiren uzmandan alınan polisomnogram (PSG) bilgilerine ihtiyaç vardır.

PSG, birden çok biyosinyal verisi içeren çok kanallı bir sinyal topluluğu olarak uyku araştırmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Sinyal topluluğunda; Elektroensefalografi (EEG), Elektrookülografi (EOG), Elektromiyografi (EMG), oksijen doygunluk bilgisi, Elektrokardiyografi (EKG) ve solunum sinyali bilgisini içermektedir (Lu vd., 2022). PSG veri toplamanın amacı uyku ile ilişkili bozuklukları teşhis etmektir. Uyku uzmanları bu işaretleri kullanarak hastalarındaki uyku problemlerini teşhis edebilir. Uyku uzmanı tarafından detaylı ve dikkatli bir muayene gerektiren bu işlem zaman alıcı ve yorucudur. Süreci hızlandıracak bilgisayar destekli tanı sistemleri sayesinde uyku bozuklukları ve uyku ile diğer rahatsızlıklar arasındaki bağ hızlıca ve yüksek doğrulukla ortaya konabilir.

Çalışmamızda PSG işaretleri ile uyku dönemlerinin sınıflandırılması yapılacaktır. Sınıflandırma işlemi yapılmadan önce çeşitli öne işleme teknikleri uygulanarak her bir hasta için 5 milyonun üzerindeki işaretlerden özellikler çıkartılarak veri seti oluşturulacaktır. Bu veri seti hem klasik makine öğrenmesi hem de Uzun Kısa Dönem Hafıza (UKDH) derin öğrenme yöntemi ile sınıflandırılacaktır. Şekil 1’ de çalışmanın görsel olarak anlatıldığı blok diyagram yer almaktadır.



Şekil 1. Çalışmanın blok diyagramı

## 2. Önceki Çalışmalar

EEG sinyallerini kullanarak etkili uyku izleme, uyku apnesi, uykusuzluk, horlama, uykusuz ventilasyon ve huzursuz bacak sendromu gibi uyku bozukluklarının teşhisinde önemlidir. Bu nedenle,

EEG tabanlı otomatik uyku aşaması puanlama yöntemlerinin geliştirilmesi, son yıllarda yoğun araştırma ilgisini çekmiştir. Bu sorunları ele almak için, çok kanallı doku rengi analizine dayalı olarak uyku aşamalarını otomatik olarak sınıflandıran bir zeka modeli önermişlerdir. MILBP ile çıkarılan bilgiler, EEG uyku evrelerini ayırt etmek için bölümlere ayrılır. Çıkarılan öznitelikler test edilir ve EEG uyku evrelerinde kullanılan en etkili öznitelikler sunulur. Seçilen özellikler, belirlenen uyku aşamalarına göre EEG sinyallerini sınıflandırmak için her bir sınıflandırıcı için en uygun ağırlıkları seçmek için kullanılan bir genetik algoritmaya entegre edilmiş bir dizi sınıflandırıcıya beslenir. İki karşılaştırmalı uyku veri setindeki deneysel sonuçlar, önerilen modelin 0,96 ve 0,95 doğruluk ve 0,94 ve 0,93 F1 puanları ile çeşitli temel yöntemlere kıyasla en iyi performansı gösterdiğini göstermektedir (Abdulla vd., 2023).

Kalp atış hızı değişkenliği (Heart rate variability (HRV)), uyku evreleri ve apne olayları tarafından modüle edilir. Çocuklarda yapılan önceki bir çalışma, obstrüktif uyku apnesi (obstructive sleep apnea (OSA)) ve kontrol grupları arasında uyku evrelerindeki geleneksel HRV parametrelerini karşılaştırdığı makalede anlatılmaktadır. Ancak hem uyku evrelerini hem de apne olaylarını içeren HRV tabanlı karakterizasyon gerçekleştirilmemiştir. Çalışmada önerdikleri modelin, HRV, OSA'ya özgü parametreler değerlendirilmemiştir. Bu nedenle, bu çalışmanın amacı klasik ve pediatrik OSA'ya özgü uyku evreleri ve apne olaylarını içeren HRV parametrelerini karakterize etmek ve karşılaştırmak olduğu anlatılmaktadır. Childhood Adenotonsillectomy Trial (CHAT) veri tabanından toplam 1610 elektrokardiyogram, HRV parametrelerini çıkarmak için 10 dakikalık bölümlere ayrıldı. Segmentler uyku evrelerine (uyanıklık, W; hızlı olmayan göz hareketleri, NREMS ve REMS segment başına bir apne olayının altında, e/s; 1-5 e/s; 5-) ayrıldı ve apne olaylarının varlığı değerlendirilmişlerdir. NREMS, REMS'de daha az belirgin olan apne olaylarının artan sıklığı ile HRV parametrelerinde önemli değişiklikler gösterdiği makalede açıklanmaktadır (Martín-Montero vd., 2023).

Uyku bozuklukları, Birleşik Krallık'ta ve dünya genelinde yaygındır ve 13 ülkeden alınan uyku verileri, yetişkinlerin yalnızca %55'inin uykusundan memnun olduğunu gösterdiği anlatılmaktadır. Dünyanın en ciddi hastalıklarından biri olan diyabet, uyku sorunu yaşatır. Özellikle glisemik kontrol ile uyku süresi ve kalitesi arasında bir ilişki bulunmuştur. Diyabetin uyku aşamalarını ve ilişkili performansı nasıl etkilediği şu anda bilinmemektedir. Yapılan çalışma, diyabetik yetişkinlerde ve kontrol katılımcılarında polisomnografi ile ölçülen belirli uyku aşamalarıyla ilişkili spektral güç ilişkilerini karakterize etmeyi amaçlamaktadır. Bu çalışma, eşleştirilmiş bir çift tasarımı kullanılarak uyku sırasında kalp sağlığına ilişkin çok gruplu verilerin ikincil veri analizini içerir. Örnek 414 katılımcı (211 erkek, 203 kadın, ortalama yaş 70.0, %95, 207 diyabet hastası ve 207 eşleştirilmiş kontrol grubundan oluşmaktadır). Sonuçlar, diyabetik hastalarda hafif uyku, özellikle evre 2 NREM uykusu, süre ( $p=0,05$ ) ve orantı ( $p=0,04$ ), yavaş dalga aktivitesi ( $p=0,03$ ) ve delta gücü ( $p=0,04$ )

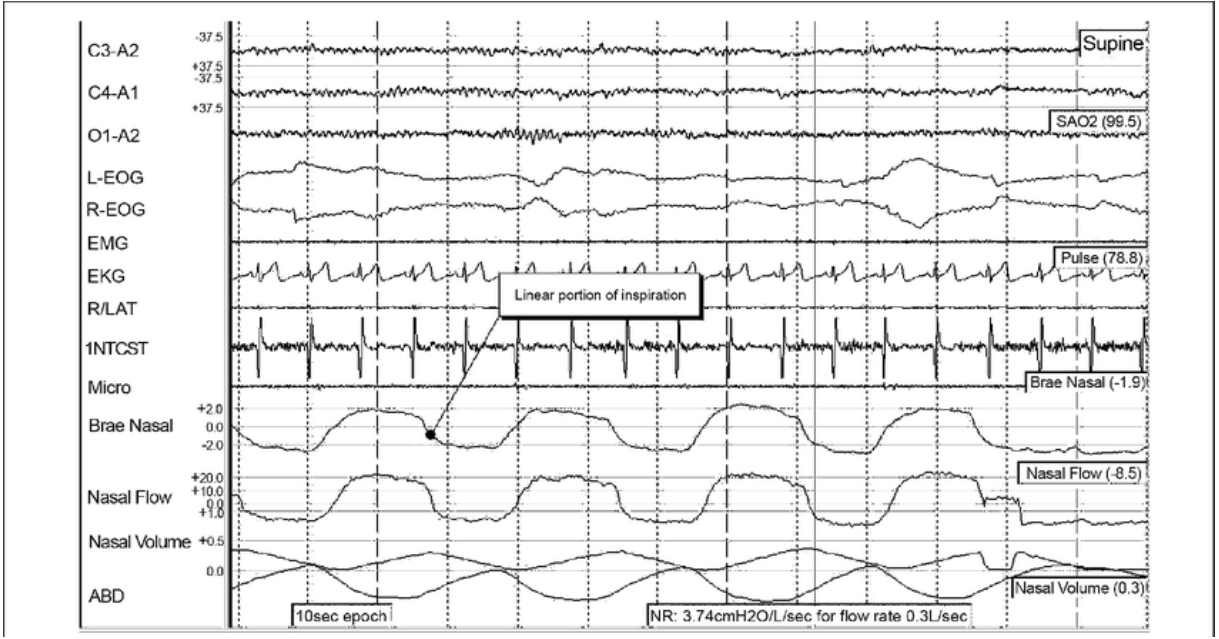
gösterdiği ayrıca 1. evre NREM uykusu sırasında Yavaş dalga uykusunun süresi diyabette ( $p=0.09$ ), delta gücü ( $p<0.01$ ), yavaş dalga aktivitesi ( $p=0.02$ ) ve teta gücü ( $p<0.01$ ) diyabette azaldığı makalede açıklanmaktadır (Johnson vd., 2022).

Uyku evrelerinin skorlanması, uyku bozukluğunun etkili bir şekilde teşhis edilmesi ve müdahale edilmesi için büyük önem taşımaktadır. Bununla birlikte, mevcut otomatik uyku evreleme yöntemleri genellikle zayıf model genelleme yeteneklerinden ve taşınabilir algılama cihazlarından muzdarip olduğu anlatılmaktadır. Makalede, elektrofizyolojik sinyallerine dayalı yeni bir otomatik uyku değerlendirme sistemi önermektedirler. Alından, alın elektroensefalogramı 1 (Fh1), alın elektroensefalogramı 2 (Fh2) ve merkezi alın elektrookülogramı (Fhz) adı verilen üç sinyal kanalı alınır. Spektral, istatistiksel ve entropi özellikleri, Ayrık Dalgacık Dönüşümü (ADD) yöntemleri kullanılarak çıkarılır. Light Gradient Enhancement Machine (LGB), Random Forest (RF) ve Support Vector Machine (SVM) kullanılarak dört uyanıklık durumu, hafif uyku (LS), derin uyku (DS) ve hızlı göz hareketi (REM) sınıflandırmışlardır. Önerilen yöntemin performansı, uyku EDFX veri tabanı ve polisomnografi ve 28 denekten alınan alın sinyalleri dahil olmak üzere tescilli veriler kullanılarak doğrulanmışlardır. Bh1, Fh2 ve Fhz kombinasyonlarını kullanan genel sınıflandırma doğruluğu, 0,857'lik bir kappa katsayısı ile %90,25'e olduğu açıklanmıştır (Guo vd., 2022).

Uyku evresine özgü müdahaleler genellikle uyku işlevini ve bunun altında yatan mekanizmaları aydınlatmak için kullanılır. Bu prosedürde hızlı göz hareketi uykusunun doğru sınıflandırılması esastır. Çalışmada, tek kanallı elektroensefalografi kullanarak uyku aşamalarını gerçek zamanlı olarak sınıflandırmak için bir sistemin in vivo uygulamasını rapor etmektedirler. Bu, deneyde kullandıkları her fare için önceden yapılandırma olmaksızın %90 hassasiyet ve %86 hassasiyetle hızlı göz hareketi uykusuna özgü müdahaleleri mümkün kıldığı açıklanmaktadır. Daha yüksek frekanslı örnekleme ve zaman çözünürlüğü ile sınıflandırılabilir bir sistem türettiklerini anlatmaktadırlar. Bu tak-çalıştır uyku evreleme sistemi, uyku işlevini incelemek için tam otomatik, doğru ve ölçeklenebilir bir araç sağlayarak oldukça elverişli bir yöntem olduğu açıklanmıştır (Koyanagi vd., 2022).

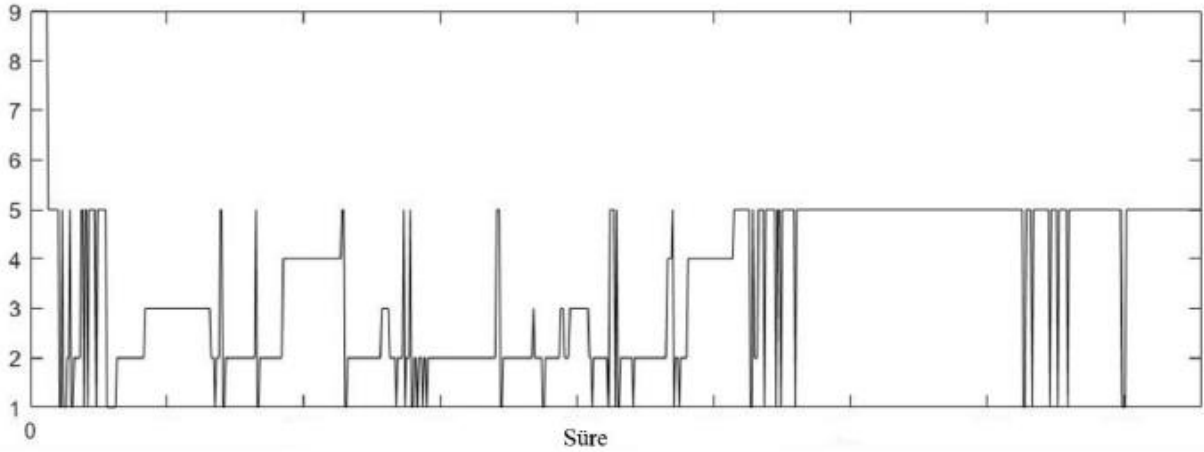
### 3. Materyal

Bu çalışmada, Physionet web sitesinde herkesin erişimine açık olan veri seti, hastane ortamında gerekli görülen polisomnografik sinyallerin kaydedilmesi ile oluşturulan 'Snooze, You Win: the PhysioNet/Computing in Cardiology Challenge 2018' veri seti kullanılmıştır (Ghassemi ve ark. 2018). Bu veri seti 1983 kişiye ait PSG bilgisinden oluştuğu söylene de 994 kişinin bilgileri tam olarak erişilebilmektedir ve çalışmada 994 kişinin PSG işaretleri kullanılmıştır. Şekil 2' de örnek bir PSG görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 2. Örnek polisomnografi görüntüsü (Driver vd., 005)

Çalışmada kullandığımız 'Snooze, You Win: the PhysioNet/Computing in Cardiology Challenge 2018' veri setini Matlab programından elde edilen görüntüsü ise Şekil 3' te yer almaktadır. Eksen üzerindeki 1'den 9'a kadar olan sayılar uyku evrelerini gösterir. Uyanma 5, Rem uyku 4, NonRem3 Uyku 3, NonRem2 Uyku 2, NonRem1 Uyku 1 ve tanımsız olarak etiketlenen kısım 9'dur.



Şekil 3. Veri setinden örnek bir PSG görüntüsü

Kayıtta 13 kanal bilgisi bulunmaktadır. Kanal 1 -6 arasında EEG sinyallerini içerir. EEG sinyalleri uluslararası 10-20 standartlarına göre yerleştirilmiştir. 7. Kanal EOG verilerinin elde edildiği ve sadece sol göz için EOG verileri alınan kanaldır. Kanal 8- 10 EMG sinyallerini içerir. Kanal 8 çene EMG verilerini içerir, kanal 9 abdominal EMG verilerini içerir ve kanal 10 göğüs EMG verilerini içermektedir. Kanal 11 hava akımı bilgisini, Kanal 12 ise oksijen doygunluğu bilgisini ve kanal 13 EKG bilgisini içerir. Oksijen doygunluğu dışındaki sinyaller, 200 Hz frekansında kaydedilmiştir.

Oksijen doygunluğu bilgisi 200 Hz olarak tahmin edilerek diğer sinyallerle senkronize edilmiştir (Ghassemi ve ark. 2018).

Veri setinde oluşturulan etiket dosyaları, uyku uzmanlarının ilgili sinyallere göre her dönem için uyku evrelerini belirlemesi sonucunda oluşturulmuştur. Uyku aşaması sınıflandırması için bir kriter olarak, her bir dönemin çerçeve genişliği 30 saniyedir.

Uyku evresi araştırmasını inceleyen Alan Rechtschaffen ve Anthony Kales, "Handbook of Standardized Terminology, Techniques, and Scoring Systems for Sleep Stages in Human Subjects", 2007 yılında Amerikan Uyku Tıbbı Akademisi tarafından revize edildi. Artık bir yöntem olarak kabul ediliyor ve uluslararası olarak kullanılıyor. Bu çalışmada kullanılan sınıflandırma yöntemi, Amerikan Uyku Tıbbı Akademisi tarafından belirlenen kriterlere göre geliştirilmiştir. Bu standarda göre uykunun 5 aşaması vardır. Bu aşamalar Wake, NonRem1, NonRem2, NonRem3 ve Rem olarak adlandırılır (Colten and Altevogt 2006), (AASM Manual).

Uykunun her aşaması, belirli beyin dalgalarına ve sinirsel aktiviteye bağlıdır. Tipik bir gecede, sağlıklı bir insan, sabahları daha uzun, daha derin bir REM aşamasıyla, NREM ve REM adı verilen uykunun tüm aşamalarından geçer. EEG daha yavaştır, ancak bu aşamada, REM dışı uykunun ikinci aşamasına özgü kısa elektriksel aktiviteler vardır. Bu, uykunun en derin aşamasıdır (Colten and Altevogt 2006), (AASM Manual).

Bu uyku evresinde kişiyi uyandırmak oldukça zordur. Bazen rüyalar REM dışı uyku sırasında ortaya çıkar. Bu aşamada kol ve bacak kasları geçici olarak felç olur ve hayal edilen hareketleri fiziksel olarak gerçekleştiremez hale gelir. Hem REM hem de REM dışı uyku, büyük olasılıkla hafıza onarımı ve yenilenmesi için gereklidir (Colten and Altevogt 2006).

EEG aktivitesi ile ilgili olarak, NonRem1 uykusu hem alfa hem de teta dalgaları ile ilişkilidir. NonRem1 uykusunun erken evreleri, nispeten düşük frekanslarda (8-13 Hz) yüksek genlikli dalgalar üretir. Bu dalgalara alfa dalgaları denir. Bu beyin dalgası aktivitesi paterni, sinyali alan kişinin o sırada çok rahatlamış ancak uykuya dalmamış biri olduğunu gösterir. aktivite artar. Teta dalgaları, alfa dalgalarından daha düşük frekanslı (4-7 Hz) ve daha yüksek genlikli beyin dalgalarıdır. NonRem1 Birini uykusundan uyandırmak kolaydır (Šušmáková, 2004).

NonRem2, Teta dalgaları hala beyin aktivitesine hakimdir uykusuna geçiş sırasında vücut derin bir gevşeme durumuna girer (Šušmáková 2004). Öğrenme ve hafıza sağlayan, yüksek frekanslı beyin dalgalarının Uyku içcikleri denir (Fogel ve Smith 2011). NonRem2 uykusunun belirlenmesini sağlayan K dalga biçimleri de bu aşamada meydana gelir.

NonRem3 uyku aşaması, derin uyku veya yavaş dalga uykusu olarak adlandırılırken düşük frekans (4 Hz'e kadar) ve yüksek genlikli delta dalgaları üretir. Bu sürede, kalp atış hızı ve solunum hızı önemli ölçüde düşer. NonRem3 sırasında, kişiyi uyandırmak diğer aşamalardaki kadar kolay olmayacaktır. İlginç bir şekilde, NonRem3 sırasında artan alfa EEG aktivitesine sahip kişiler, çok



uzun süre uyusalar dahi uyandıktan sonra uykularını alamadıklarını belirtmektedirler (Stone ve ark. 2008).

Hızlı göz hareketleri, REM uykusu olarak sınıflandırılır (AASM Kılavuzu). REM ile ilişkili sinyaller, uyanırken haldeki işaretlere çok benzer ve aşamada, rüya görülebilir. Dolaşım ve nefes almayı sağlayan kaslar dışında kalan kasların felç olması ile ilişkilendirilen uyku evresidir. REM uykusunda normalde istemli kas hareketi yoktur. Beyin aktivitesi yoğun olduğu ve kas hareketinin olmadığı REM paradoksal uyku olarakta adlandırılmaktadır (Colten ve Altevogt, 2006).

## 4. Metod

### 4.1. Ön İşleme

Veri setinde yer alan 994 hastanın her birinin, PSG görüntüsünde, 13 kanal ve her kanalda da 5 milyonun üzerinde işaret bulunmaktadır. Bu işaretlerin herhangi bir ön işleme tabi tutulmayarak sınıflandırılması, sonucu etkilemeyen değerlerinde işlenmesinden dolayı oldukça zaman alacak ve bilgisayara gereksiz bir yük oluşturacaktır. Literatür incelendiğinde, çalışmamızdaki gibi çok sayıda işaret içeren verilerin kullanıldığı çalışmaların neredeyse tamamı ön işleme tabi tutulmaktadır. Çalışmamızda da veri seti ön işleme tabi tutularak özellik vektörleri çıkartılıp sınıflandırma yapılacaktır.

#### 4.1.1. Seyrek Filtreleme Algoritması

Seyrek filtre algoritması (Sparse Filtering Algorithm (SFA)),  $n \times p$  boyutunda veri matrisi ile başlar. Her satır bir gözlemi temsil eder ve her sütun bir ölçümü temsil eder. Sütunlar ayrıca özellikler veya tahmin ediciler olarak da adlandırılır. Algoritma daha sonra ya ilk rasgele  $p$ -by- $q$  ağırlık matrisi  $W$  elde eder ya da başlangıç ağırlıkları ad-değer çiftinde iletilen ağırlıklar matrisini kullanır.  $q$ , seyrek filtrenin hesapladığı istenen özelliklerin sayısıdır. Bu algoritma, bellek kısıtlı bir standart Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno (LBFGS) yarı-Newton iyileştirici kullanarak seyrek filtreleme objektif işlevini en aza indirmeye çalışır (Nocedal ve Wright, 2006). Bu iyileştirici, Yineleme Sınırı (IterationLimit) yinelemeleri gerektirir. Normu Adım toleransı (StepTolerance) değerinden düşük olan bir adım atarsanız veya geçerli noktadaki gradyan normu, skaler  $\tau$  ile çarpılan Azalış Toleransı (GradientTolerance) değerinden daha düşük olarak hesaplanırsa yinelemeleri erken durdurulur. Denklem (1)'de GradientTolerance fonksiyonu yer almaktadır. Denklemde;  $|f|$  amaç fonksiyonunun normunu,  $\|g_0\|_\infty$  başlangıç gradyanının sonsuz normunu ifade eder.

$$\tau = \max\left(1, \min\left(|f|, \|g_0\|_\infty\right)\right) \quad (1)$$

Amaç fonksiyonu, her veri noktası için aynı anda birkaç sıfır olmayan özellik elde etmeye ve sonuçta ortaya çıkan her özelliğin neredeyse eşit ağırlığa sahip olmasını sağlamaya çalışır (Ngiam vd., 2011). Çoğu durumda, 5'ten birkaç yüze nispeten küçük bir IterationLimit değeri ayarlamak yeterli işlevsellik sağlayacaktır. Optimize edicinin devam etmesine izin vermek, çıkarılan özellikler yeni verilere iyi bir şekilde genelleştirilmezse aşırı eğitime yol açabilir. Seyrek Filtre nesnesini oluşturduktan sonra, giriş verilerini yeni çıktı özelliklerine eşlemek için transform yöntemi kullanılır. Amaç fonksiyonunu hesaplamak için seyrek filtre algoritması aşağıdaki adımları kullanır. Amaç fonksiyonu, optimize edicinin değiştirdiği n'ye p veri matrisi X'e ve ağırlık matrisi W'ye bağlıdır. Ağırlık matrisi W, p-by-q boyutlarına sahiptir. p, orijinal özelliklerin sayısı ve q, istenen özelliklerin sayısıdır.

n' ye q matrisi  $x*w'$  yi hesaplanır. F matrisini elde etmek için  $x*w'$  nin her bir elemanına yaklaşık mutlak değer işlevini uygulanır  $\Phi(u) = \sqrt{u^2 + 10^{-8}}$ .  $\Phi$  mutlak değer fonksiyonuna çok yakın, düzgün, negatif olmayan simetrik bir fonksiyondur.

F'nin sütunlarını normalleştiren ve yaklaştıran  $L^2$  normudur.  $\tilde{F}(i, j)$  matrisi Denklem (2)'de görüldüğü gibi normalleştirilir.

$$\|F(j)\| = \sqrt{\sum_{i=1}^n (F(i, j))^2 + 10^{-8}} \quad (2)$$

$$\tilde{F} = F(i, j) / \|F(j)\|$$

$\tilde{F}(i, j)$ 'in satırlarını yaklaşık olarak  $L^2$  norm'a normalleştirilir. Denklem (3)' e göre  $\hat{F}(i, j)$  hesaplanır.

$$\hat{F}(i, j) = \tilde{F}(i, j) / \|\tilde{F}(i)\| \hat{F}(i, j) \quad (3)$$

Matristeki tüm öğelerin toplamı olan amaç fonksiyonu  $h(W)$ 'yi  $F(i, j)$  matrisinin 1-normu olarak hesaplanır. Denklem (4)'te fonksiyon yer almaktadır.

$$h(W) = \sum_{j=1}^q \sum_{i=1}^n \hat{F}(i, j) + \lambda \sum_{j=1}^q w_j^T w_j \quad (4)$$

#### 4.1.2.Yeniden Yapılandırmadan Bağımsız Bileşen Analiz Algoritması

Yeniden Yapılandırmadan Bağımsız Bileşen Analizi (Reconstruction ICA Algorithm (RICA)) algoritması, bir amaç fonksiyonunu en aza indirmeye dayanır. Algoritma, girdi verilerini çıktı

özelliklerine eşler (Coelli ve ark., 2023). Denklem (6)' da RICA algoritmasının fonksiyonu yer almaktadır. Burada;  $x$ ,  $p$  uzunluğunda bir sütun vektörünü,  $\mu$ , sabit bir terimi temsil eden  $p$  uzunluğunda bir sütun vektörünü,  $s$ , elemanları istatistiksel olarak birbirinden istatistiksel olarak bağımsız sıfır ortalama birim varyans rastgele değişkenler olan  $q$  uzunluğunda bir sütun vektörünü,  $A$ ,  $p$ -by- $q$  boyutunda bir karışım matrisini ifade eder.

$$x = \mu + As \quad (6)$$

Amaç işlevi, Kontrast fonksiyonunu ad-değer çifti kullanılarak belirtilen karşıtlık işlevini kullanır. Kontrast işlevi, mutlak değer gibi görünen düzgün bir dışbükey işlevdir. Default Kontrast fonksiyonu  $g = \frac{1}{2} \log \cosh(2x)$  şeklindedir. Lambda adı-değer çiftinin değeri olarak  $\lambda$  düzenleme parametresi ile  $X$  ve  $q$  çıktı özelliklerinin  $n$ -by- $p$  veri matrisi için,  $p$ -by- $q$  matrisinin  $W$  amaç fonksiyonu Denklem (7)' de yer almaktadır. Denklemden;  $\sigma_j, \pm 1$  olarak bilinen bir sabittir.  $\sigma_j = +1$  için,  $h$  amaç fonksiyonunu en aza indirmek,  $w$ 'nin histogramının 0'da (süper Gauss) keskin bir şekilde zirve yapmasına neden olur.  $\sigma_j = -1$  için,  $h$  amaç fonksiyonunu en aza indirmek,  $w$ 'nin histogramını 0 (Gauss altı) civarında düzleştirir.

$$h = \frac{\lambda}{n} \sum_{i=1}^n \|WW^T x_i - x_i\|_2^2 + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^q \sigma_j (w_j^T x_i) \quad (7)$$

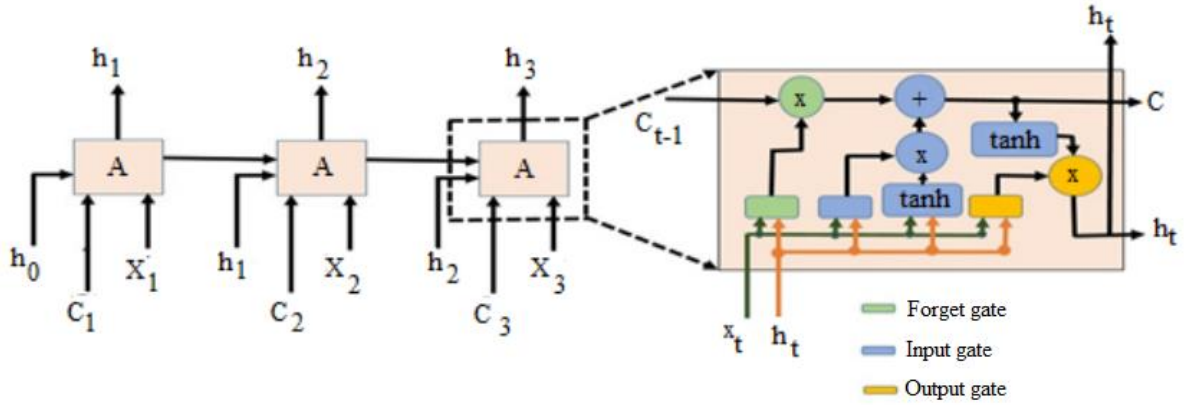
$\lambda$  sıfır ise, amaç fonksiyonunun yarı-minimumu  $h$  sıfır olabilir. Böylece sorgu,  $W$ 'yi 1'e normalize ederek  $h$ 'yi en aza indirir. Yani,  $W$ 'nin her  $w_j$  sütunu  $v_j$  sütun vektörü Denklem 8' e göre hesaplanır.  $v_j$  tarafından küçültülmüş sorgu sonuçlarının minimum  $W$  matrisi,  $X$  girdi verisini  $XW$  çıktı özelliklerine dönüştürür.

$$w_j = \frac{v_j}{\sqrt{v_j^T v_j + 10^{-8}}} \quad (8)$$

## 4.2. Uzun Kısa Dönem Hafıza Derin Öğrenme

Metindeki kelimelerin anlamı ve metnin genel anlamı önceki bilgiler kullanılarak anlaşılabilir. Harfleri eksik olan her kelime, önceki bilgiler kullanılarak tamamlanabilir. Ardışık iki cümlenin ikinci kelimesinde bir kelime eksikse, bu kelime okunabilir. İlk cümlenin anlamından ve ikinci cümledeki kelimelerden anlayabilirsiniz. Yapay sinir ağları kalıcı bellek sağlayamadıkları için kelime tamamlama ve anlamsal tamamlama gibi sorunları etkin bir şekilde çözemezler. Yinelemeli sinir

ağları, bilginin sürekliliğini sağlayarak bu sorunları çözer. Bilginin sürekliliği, yinelenen her ağ hücresi içindeki döngülerle sağlanır. Tekrarlayan ağlar, birçok hücre içermeleri ve veriler üzerinde derin öğrenme gerçekleştirmeleri bakımından geleneksel sinir ağlarından farklıdır. Literatürde yinelenmeli ağ oluşturma, konuşma tanıma ve dil modelleme gibi alanlarda çok başarılı olunan çalışmalar mevcuttur. 1997'de Hochreiter ve Schmidhuber tarafından geliştirilen ve yinelenen ağ hücrelerine ek bir döngü ekleyen UKDH işlemi ile ortadan kaldırılmıştır. UKDH derin öğrenme yöntemi, sorunuza bir çözüm bulmak için tüm uzun süreli veya kısa süreli belleğinize bakar ve sonucu şu şekilde verir. Şekil 4'te görüldüğü gibi. UKDH hücre yapısının 'mavi' ile gösterilen bir giriş kapısı, 'yeşil' ile gösterilen bir unutmama kapısı, 'sarı' ile gösterilen bir çıkış kapısı ve 'c' ile gösterilen bir depolama hücresi vardır. Unutmama kapısı, ne kadar bilgi gönderileceğini belirler. 0 ile 1 arasında bir değer alır; burada 1, verilerin olduğu gibi gönderildiğini ve 0, hiçbir bilginin gönderilmediğini garanti eder. Giriş kapısının 'tanh' işlevi kullanılarak güncellenen veriler. Son çıkış kapısında ise ilk iki kapıdan geçen veri -1 ile 1 arasında bir "tanh" fonksiyonu ile çarpılarak bize sonuç verilir (Altun ve Alkan, 2022).

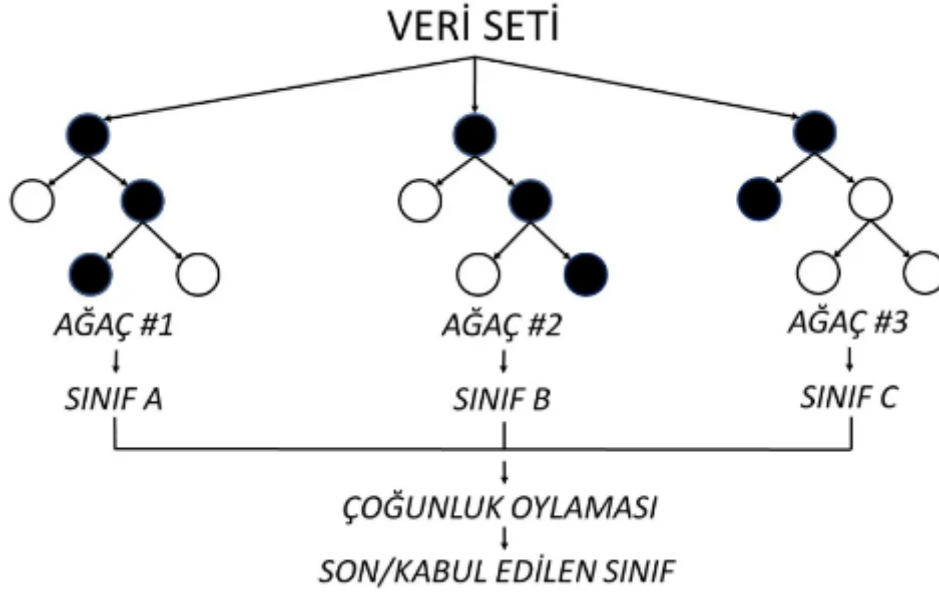


Şekil 4. UKDH mimarisi.

### 4.3. Rastgele Orman

Breiman tarafından 2001 yılında geliştirilen bu algorithmada, bir sınıflandırıcının amacı tek bir karar ağacı oluşturmak değil, her biri farklı bir eğitim setinde eğitilmiş birçok ağacın kararlarını birleştirmektir. Farklı eğitim setleri için aynı dağılıma sahip rastgele öznelik seçimi kullanılır. Bir karar ağacı oluşturulurken her seviyede özellikler belirlendiğinden, her ağaç özellikleri belirlemek için bazı hesaplamalar yapar ve bunlar daha sonra diğer ağaçların özellikleriyle birleştirilerek en sık kullanılan fonksiyon seçilir. Seçilen özellikler ağaca dahil edilir ve aynı işlem diğer seviyelerde tekrarlanır. Algoritmayı başlatmak için kullanıcının her düğümde kaç değişken kullanacağına ve kaç ağaç geliştireceğine karar vermesi gerekir. Rastgele Orman (RO), ağaç oluşturmak için CART (Sınıflandırma ve Regresyon Ağaçları) algoritmasını kullanır. Düğümler ve dallar bu algoritmanın

özelliklerine göre oluşturulur (Daş vd., 2014). Rastgele orman modelinin yapısı Şekil 5'te gösterilmektedir (Subudhi, 2020).



Şekil 5. Rastgele orman dal yapılanması.

#### 4.4. k En Yakın Komşu

K-En Yakın Komşu (k-EYK) algoritması, en iyi bilinen ve yaygın olarak kullanılan makine öğrenimi algoritmalarından biridir. Sınıflandırma, seçilen özellik ile en yakın özellik arasındaki yakınlığa dayalıdır. Burada elde edilen K değeri 3 veya 5 gibi bir sayı ile temsil edilir. Denklem (9)'da gösterilen Öklid mesafesi, nesnelere arasındaki mesafeyi belirlemek için yaygın olarak kullanılır. Burada 'X<sub>i</sub>' birinci ölçülen verinin konumudur, 'X<sub>j</sub>' ikinci ölçülen verinin konumudur ve 'p' veri kümesindeki işlenen veri sayısıdır (Altun vd., 2021; Sunnetci ve Alkan, 2023).

$$d_{(i,j)} = \sqrt{\sum_{k=1}^p (X_{ik} - X_{jk})^2} \quad (9)$$

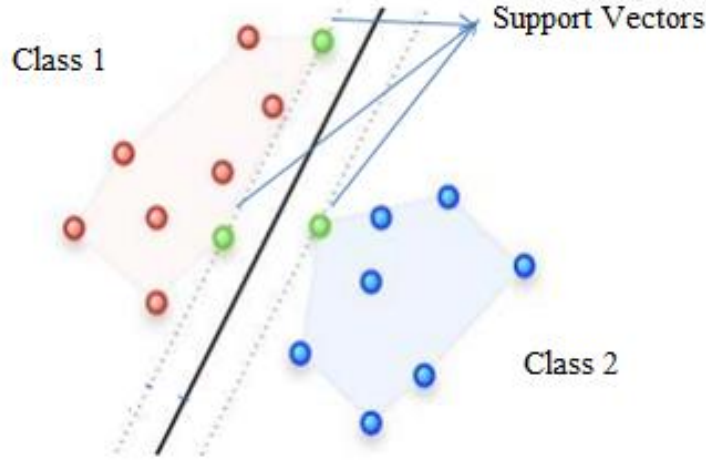
k-EYK, tanımlanan verilere göre tanımlanması gereken yeni bir nesne geldiğinde, önce K değerine bakılır. K sayıları genellikle eşit olmayacak şekilde tek sayı olarak seçilir. Yeni gelen veriler ile diğer veriler arasındaki mesafeyi hesaplamak için kosinüs, Öklid mesafesi veya Manhattan mesafesi gibi yöntemler kullanılmaktadır (Arslan ve Arslan, 2021).

#### 4.5. Destek Vektör Makineleri

Destek vektör makineleri (DVM'), Vapnik (1995) tarafından keşfedilen ve veriye dayalı araştırma alanlarında kullanılan bir makine öğrenimi yaklaşımıdır. DVM, istatistiksel öğrenme teorisine dayanmaktadır. Öncelikle iki veri sınıfı arasında mümkün olduğunca ayırım yapmak için kullanılır. Bu amaçla karar limitleri veya hiperdüzlemler belirlenir. Doğrusal olmayan veri kümeleri için DVM, doğrusal hiper düzlemleri temsil edemez. Yani çekirdek numarası kullanılır. Çekirdek yöntemleri, doğrusal olmayan veriler üzerinde makine öğrenimini önemli ölçüde geliştirir (Sunnetci ve Alkan; 2022). Çekirdek yönteminde, DVM tahminçisi ( $y$ ) işlemleri Denklem (10)'da ifade edilir.

$$y = (K_{xi} * W_{jk}) + b(1) \quad (10)$$

Denklem 2'de, 'b' DVM ağının sapma terimidir ve 'W<sub>jk</sub>' ağırlık vektörü olarak adlandırılır. 'K<sub>xi</sub>', giriş vektörünü yüksek boyutlu bir özellik uzayına eşleyen doğrusal olmayan bir fonksiyondur. Basitleştirilmiş bir SVM mimarisi Şekil 6'da gösterilmiştir. DVM'nin çalışma prensibi, iki sınıf arasındaki en iyi ayırmadır. Bu ayırımı Şekil 6'da görüldüğü gibi iki boyutlu bir veri setinin destek vektörleri ile yapıyoruz (Demirci, 2019).



Şekil 6. DVM makine öğrenme yönteminin destek vektörleri.

#### 4.6. Sınıflandırma Metrikleri

Konfüzyon matrisi, verilerin sınıflandırılması sonucunda en az iki çıktı olduğunda performans ölçüsü olarak yaygın olarak kullanılan bir performans metriğidir. Tablo 1 doğruluk, kesinlik ve hassasiyet için performans ölçümlerini hesaplamak için kullanılan karışıklık matrisini göstermektedir.

**Tablo 1.** Başarı metriklerinin hesaplanmasında kullanılan değerler.

Tahmin Değerleri	Gerçek Değerler		
	Pozitif		Negatif
	Doğru	Doğru Pozitif (DP)	Yanlış Pozitif (YP)
	Yanlış	Yanlış Negatif (YN)	Doğru Negatif (DN)

Doğruluk değerleri, modeldeki doğru tahmin edilen verilerin tüm veri setine oranından hesaplanır. Denklem (11) doğruluk puanının Tablo 1'deki değerlere göre nasıl hesaplandığını gösterir (Powers 2008).

$$Doğruluk = \frac{DP+DN}{DP+YP+DN+YN} \quad (11)$$

Özgüllük, tahmin edilen pozitif değerlerden kaçının gerçekte pozitif olduğunu ifade eder (Yargı, 2021). Denklem (12)'de özgüllük puanının Tablo 1'deki değerlere göre nasıl hesaplandığını gösterir.

$$Özgüllük = \frac{DP}{DP+YP} \quad (12)$$

Duyarlılık, olumlu tahmin edilen işlem sayısının bir ölçüsüdür (Gülcan O., 2020). Denklem 13, duyarlılık puanının Tablo 1'deki değerlere göre nasıl hesaplandığını gösterir.

## 5. Deneysel Çalışmalar

Veri setinde yer alan 13 kanalın tamamı kullanılarak öznelikler çıkartılmıştır. Çalışmanın özünü PSG işaretleri olduğu için çalışmada EEG, EOG, EMG, EKG gibi sınırlar oluşturulmamıştır. 13x5 milyon± boyutunda oluşturulan matrislerden Seyrek Filtreleme Algoritması (SFA) ve Yeniden Yapılandırılmadan Bağımsız Bileşen Analizi (Reconstruction ICA Algorithm (RICA)) ile özellik haritaları oluşturulmuştur. Sınıflandırma 5 kat çapraz doğrulama ile yapılmıştır. 994 kişinin 5 farklı uyku evresi sınıflar olarak kullanılmıştır.

Özellik haritaları derin öğrenme ve klasik makine öğrenme yöntemleri ile sınıflandırılmaya çalışılmıştır. Derin öğrenme yöntemi olarak işaret sınıflandırılmasında sıkça kullanılan UKDH yöntemi ile çalışılmıştır. Bütün yapay zekâ temelli makine öğrenmesi sınıflandırma yöntemlerinde olduğu gibi bu çalışmamızda da, derin öğrenme yöntemi klasik yöntemlerden daha başarılı olamayacağı ortaya konmuştur.

Tablo 2'de yöntem başarıları yer almaktadır. Sınıflandırma çalışmalarında yalnızca doğruluk değerinin verilmesi sonuçların yorumlanması için yeterli olamayacağından Tablo 2' de doğruluk

değerinin yanı sıra duyarlılık ve özgüllük değerleri de verilmiştir. Çalışmamızda, uyku evrelerinin sınıflandırılmasında en başarılı yöntem Rastgele Orman olmuştur. Aslında literatüre bakıldığında gerek işaret gerekse görüntü matrislerinden özellik haritaları çıkarılarak yapılan biyomedikal çalışmalar oldukça yüksek başarılar sunmaktadır. 4 adet yöntemin tamamı aslında yüksek sınıflandırma başarısı elde etmiştir. 4 yöntem içerisinde en düşük başarıyı yakalayan DVM yönteminin başarısı %85,02 olup bu küçümsenemeyecek bir sınıflandırma başarısıdır. Yöntemin hesapladığı özgüllük değerine bakıldığında %88,9 gibi bir değer hesaplanmış olup, daha yüksek doğruluk elde eden k-EYK yönteminden daha yüksektir. Ancak uçurum bir fark bulunmamaktadır. Burada ki fark, 994 kişinin 5 uyku evresinin doğru hesaplanmasından kaynaklanmaktadır. En başarılı yöntem olan RO %97,3 sınıflandırma başarısı elde etmiştir. Bu başarı oldukça yüksektir. RO tarafından hesaplanan duyarlılık ve özgüllük değerlerine bakıldığında, doğruluktaki yüksek başarı orada da yer almaktadır. Bu da sınıflandırma evresinin doğru şekilde tahmin edildiğini göstermektedir.

**Tablo 2.** Yöntemlerin başarıları.

Method	Doğruluk %	Duyarlılık %	Özgüllük %
SFA/RICA+UKDH	91	90,5	90,3
SFA/RICA+k-EYK	88	93	81,37
SFA/RICA+DVM	85,02	81,2	88,9
SFA/RICA+Rastgele Orman	97,4	93,2	98,3

## 6. Sonuçlar ve Öneriler

Uyku, fiziksel ve zihinsel sağlığımızın günlük olarak yenilenmesi için önemli bir aktif zamandır ve hayatımızın üçte birini kaplar. Sağlıklı uyku, gücümüzü tazeleyen, beynimizi ve bedenimizi yarınlara hazırlayan psikobiyolojik bir süreçtir. Bu da gün içinde mutlu, huzurlu ve hatta başarılı olmamızı, geçmiş yaşamlarımızı, duygu ve düşüncelerimizi yeniden düzenlememizi, planlar yapmamızı, zorlukları çözmemizi yani yeni bir güne hazırlanmamızı sağlar. Uyku sürecinin aksamasının kişinin genel sağlığı ve günlük yaşamı üzerinde doğrudan olumsuz etkileri olabileceği doğrudur. Uyku, fiziksel ve zihinsel sağlık için önemlidir. İhtiyacımız olan uyku miktarı yaşımıza ve kişimize bağlıdır. Uyku ihtiyacı yaşla birlikte azalır. Yetersiz uyku veya kalitesiz uyku birçok soruna neden olabilir. Uyku bozuklukları ile birlikte karar verme güçlükleri ve ruh hali değişimleri görülebilir. Depresyon ve anksiyete gibi psikiyatrik bozukluklar da genellikle uyku bozuklukları ile ilişkilidir. Psikolojik Faktörler (özellikle stres, kaygı, ruhsal hastalıklar...), yaşam tarzı (kafein/alkol



kullanımı, ilaçlar, çalışma saatleri, vardiyalı ya da gece çalışma...), çevresel faktörler (ışık, ses, rahatsız yatak, sık uyanma zorunluluğu (emzirme, bakım sorumlulukları vb...), bedensel hastalıklar (Ağrı bozuklukları, kramplar, reflü, solunum zorlukları,...) uyku bozukluklarına yol açabilir.

Uyku süresi, kalitesi ve zamanlama sorunları ile birlikte günlük işleyişi etkileyen bir grup bozukluktur. Uykusuzluk, huzursuz bacak sendromu, narkolepsi ve obstrüktif uyku apnesi gibi tek yaygın uyku bozukluğu değildir. Uyku bozuklukları, psikiyatrik bozuklukları şiddetlendirebilir veya semptomlarına neden olabilir. Uykusuzluk birkaç gün sürerse geçici, 1-3 hafta sürerse kısa süreli, 3 haftadan uzun sürerse kronik olarak sınıflandırılır. Bunlardan ilki uyku apnesi olabilir. Diğer bir sebep ise huzursuz bacak sendromudur. Ayrıca depresyon, anksiyete, ağrı ve bazı fiziksel problemler de uykusuzluğa neden olabilir. Uyku apnesi sinir sistemindeki bir problem nedeniyle veya solunum yollarındaki bir tıkanıklık nedeniyle oluşabilir. Uyku apnesi olan kişilerin uyku esnasında sık sık nefes alışverişleri durur. Uyku apnesi ile nefesi duran kişi, boğulma hissi ile ya uyanır ya da tam uyanıklığa geçerse bile daha yüzeysel bir uykuya geçer. Bu şekilde uyku apnesi nedeniyle uykunun kesintiye uğraması, ertesi gün uykulu olmaya, dinlenmemiş uyanmaya yol açar. Huzursuz Bacak Sendromu (HBS): Lokalizasyonu kolay olmayan bu duyguyu ifade etmeye çalışırlar. Öncelikle bacaklardadır, hareketle azalır ve yanma, çekme, karıncalanma, karıncalanma, karıncalanma, ağrı ve uyuşma gibi çeşitli terimler kullanır. Bahsedilen özellikleri nedeniyle HBS uykuya dalmayı oldukça zorlaştıran bir rahatsızlıktır. Diyabet, böbrek hastalığı, romatoid artrit, disk hastalığı, omurilik yaralanması veya diğer hastalıklar da HBS'ye neden olabilir. HBS semptomları, varlığı fark edildiğinde ve nedeni tedavi edildiğinde iyileşebilir. Psikoz, depresyon, bipolar bozukluk, anksiyete bozuklukları ve alkol/madde ile ilişkili bozukluklar gibi birçok ruhsal hastalıkta uyku bozuklukları görülebilir.

Yukarıda uyku düzensizliğine nelerin neden olduğu ve uyku düzensizliği ile nelerin olabileceği özetlenmiştir. Belki de birçok insanın üzerinde durmadığı uyku düzeni ve uyku evreleri doğrudan doğruya sağlığımızı dolaylı olarak ta sosyal hayatımızı etkilemektedir. Uyku kaynaklı hastalıkların teşhisi için, uyku evrelerinin incelenmesi oldukça önemlidir. Uyku evreleri de uzman bir kişi tarafından kişinin uykusu sırasında yanında bulunarak belirlenmesi ile gerçekleştirilmektedir. Ortalama 8 saatlik bir periyot olduğu düşünülürse, bir uzmanın ayırması gereken oldukça uzun bir zamandır. Ayrıca uyku evrelerinin tanımlanması ciddi bir uzmanlık ve bilgi birikimi de gerektirmektedir.

Gerek görüntü işleme gerekse biyo işaretler kullanılarak hastalık tanısında objektif bir bakış açısı, zaman ve doğru tanı açısından oldukça önemlidir. Literatürde hastalık teşhis/tedavi süreçlerinde otomatik karar veren bilgisayar destekli tanı sistemleri artık teorik çalışmalardan uygulamaya geçmeye başlamıştır. Bu çalışmada da, insan sağlığını doğrudan ve sosyal hayatını dolaylı olarak etkileyen uyku düzensizliği teşhisinde önemli bir parametre olan uyku evreleri derin öğrenme ve

makine öğrenmesi teknikleri ile otomatik yapılmaya çalışılmıştır. Diğer bilgisayar destekli tanı sistemlerinde olduğu gibi burada da elbette tanı/tedavi kararları en son doktora aittir. Yapılan çalışma ile ‘Snooze, You Win: the PhysioNet/Computing in Cardiology Challenge 2018’ hazır veri setinde Rastgele Orman algoritması en başarılı sınıflandırmayı gerçekleştirmiştir (doğruluk=0.974, duyarlılık=0.932, özgüllük=0.983). Elde edilen bu yüksek sınıflandırma başarısı uyku kaynaklı hastalıkların teşhis/tedavisinde önemli bir faktör olan uyku evrelerinin belirlenmesini otomatik yapabilen bir bilgisayar destekli tanı sisteminin oluşturulabileceğini ortaya koymaktadır. İleriki çalışmalarda farklı veri setlerinde önerilen model kullanılarak çalışma genişletilmesi planlanmaktadır.

### **Yazarların Katkısı**

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### **Kaynaklar**

- Abdulla, S., Diykh, M., Siuly, S., Ali, M. (2023). An intelligent model involving multi-channels Spectrum Patterns based features for automatic sleep stage classification. *International Journal of Medical Informatics*, 171, 105001. <https://doi.org/10.1016/j.ijmedinf.2023.105001>
- Altun, S., Alkan, A. (2022). MR spektroskopisi kullanılarak beyin tümörü tespitinde lstm tabanlı derin öğrenme uygulaması. *Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*. <https://doi.org/10.17341/gazimmfd.1069632>
- Altun, S., Alkan, A., Altun, H. (2021). The investigation of wisc-r profiles in children with border intelligence and intellectual disability with machine learning algorithms. *Pamukkale University Journal of Engineering Sciences*, 27(5), 589–596. <https://doi.org/10.5505/pajes.2020.53077>
- Arslan, H., Arslan, H. (2021). A new COVID-19 detection method from human genome sequences using CPG island features and KNN classifier. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 24(4), 839–847. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2020.12.026>
- Breiman, L. (2001). Random forests. *Machine Learning*, 45(1), 5–32. <https://doi.org/10.1023/a:1010933404324>
- Coelli, S., Medina Villalon, S., Bonini, F., Velmurugan, J., López-Madrona, V. J., Carron, R., Bartolomei, F., Badier, J.-M., Bénar, C.-G. (2023). Comparison of beamformer and ICA for Dynamic Connectivity Analysis: A simultaneous Meg-SeeG Study. *NeuroImage*, 265, 119806. <https://doi.org/10.1016/j.neuroimage.2022.119806>

- Colten, H.R., Altevogt B.M., 2006. *Sleep Disorder and Sleep Deprivation: An Unmet Public Health Problem*. National Academies Press, Washington DC. S(33-39).
- Daş B., Türkoğlu İ., (2014, Kasım). DNA dizilimlerinin sınıflandırılmasında karar ağacı algoritmalarının karşılaştırılması. *Eleco 2014 Elektrik – Elektronik – Bilgisayar ve Biyomedikal Mühendisliği Sempozyumu*(s. 381-383). Bursa.
- Demirci M., (2019). Destek vektör makineleri ve m5 karar ağacı yöntemleri kullanılarak yağış-akış ilişkisinin tahmini. *DÜMF Mühendislik Dergisi*, 10(3),1113-1124. <https://doi.org/10.24012/dumf.525658>
- Driver, H. S., Mclean, H., Kumar, D. V., Farr, N., Day, A. G., Fitzpatrick, M. F. (2005). The influence of the menstrual cycle on upper airway resistance and breathing during sleep. *Sleep*, 28(4), 449–456. <https://doi.org/10.1093/sleep/28.4.449>
- Fogel, S. M., Smith, C. T. (2011). The function of the sleep spindle: A physiological index of Intelligence and a mechanism for sleep-dependent memory consolidation. *Neurosci Biobehav Rev*, 35(5), 1154–1165. <https://doi.org/10.1016/j.neubiorev.2010.12.003>
- Ghassemi, M., Moody, B., Lehman, L.-wei, Song, C., Li, Q., Sun, H., Westover, B., Clifford, G. (2018). You Snooze, you win: The PHYSIONET/computing in cardiology challenge 2018. *2018 Computing in Cardiology Conference (CinC)*. <https://doi.org/10.22489/cinc.2018.049>
- Guo, H., Di, Y., An, X., Wang, Z.,; Ming, D. (2022). A novel approach to automatic sleep stage classification using forehead electrophysiological signals. *Heliyon*, 8(12). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e12136>
- Hochreiter, S., Schmidhuber, J. (1997). Long short-term memory. *Neural Computation*, 9(8), 1735–1780. <https://doi.org/10.1162/neco.1997.9.8.1735>
- Johnson, J. M., Curtis, F., Durrant, S. J. (2022). Characterising the relationship between sleep stages and associated spectral power in diabetes. *Sleep Epidemiology*, 2, 100048. <https://doi.org/10.1016/j.sleep.2022.100048>
- Koyanagi, I., Tezuka, T., Yu, J., Srinivasan, S., Naoi, T., Yasugaki, S., Nakai, A., Taniguchi, S., Hayashi, Y., Nakano, Y.,; Sakaguchi, M. (2023). Fully automatic REM sleep stage-specific intervention systems using single EEG in Mice. *Neuroscience Research*, 186, 51–58. <https://doi.org/10.1016/j.neures.2022.10.001>
- Lu, C., Sun, C., Xu, Y., Chen, C., Li, Q. (2022). Polysomnography findings in preschool children with obstructive sleep apnea are affected by growth and developmental level. *International Journal of Pediatric Otorhinolaryngology*, 162, 111310. <https://doi.org/10.1016/j.ijporl.2022.111310>
- Martín-Montero, A., Armañac-Julián, P., Gil, E., Kheirandish-Gozal, L., Álvarez, D., Lázaro, J., Bailón, R., Gozal, D., Laguna, P., Hornero, R., Gutiérrez-Tobal, G. C. (2023). Pediatric sleep apnea: Characterization of apneic events and sleep stages using heart rate variability. *Computers in Biology and Medicine*, 154, 106549. <https://doi.org/10.1016/j.combiomed.2023.106549>
- Ngiam, J., Chen, Z., Bhaskar, S. A., Koh, P. W., Ng, A. Y. (2011). Sparse filtering. *Neural Information Processing Systems*, 24, 1125–1133. <https://papers.nips.cc/paper/4334-sparse-filtering.pdf>
- Nocedal, J., Wright, S. J. (2006). *Numerical optimization*. Verlag New York:Springer.
- Powers W., Ailab A. (2008). Evaluation: from precision, recall and f-measure to roc informed ness, markedness and correlation, *J. Mach. Learn. Technolgy*, 2, 2229-3981.
- Silber, M. H., Ancoli-Israel, S., Bonnet, M. H., Chokroverty, S., Grigg-Damberger, M. M., Hirshkowitz, M., Kapen, S., Keenan, S. A., Kryger, M. H., Penzel, T., Pressman, M. R., Iber, C. (2007). The visual scoring of sleep in adults. *Journal of Clinical Sleep Medicine*, 03(02), 121–131. <https://doi.org/10.5664/jcsm.26814>
- Stone, K. C., Taylor, D. J., McCrae, C. S., Kalsekar, A., Lichstein, K. L. (2008). Nonrestorative sleep. *Sleep Medicine Reviews*, 12(4), 275–288. <https://doi.org/10.1016/j.smr.2007.12.002>
- Subudhi A., Dash B. M., Sabut S. (2020). Automated segmentation and classification of brain stroke using expectation-maximization and random forest classifier. *Biocybernetics and Biomedical Engineering*, 40(1), 277-289. <https://doi.org/10.1016/j.bbe.2019.04.004> .
- Sünneci, K. M., Alkan, A. (2022). Lung cancer detection by using probabilistic majority voting and Optimization Techniques. *International Journal of Imaging Systems and Technology*, 32(6), 2049–2065. <https://doi.org/10.1002/ima.22769>
- Sünneci, K. M., Alkan, A. (2023). Biphasic majority voting-based comparative covid-19 diagnosis using chest X-ray images. *Expert Systems with Applications*, 216, 119430. <https://doi.org/10.1016/j.eswa.2022.119430>
- Šušmáková, K., 2004. Human sleep and sleep EEG, *Measurement in Biomedicine*, 4(2), 69-74.

- URL1:<https://medium.com/@gulcanogundur/do% C4% 9Fruluk-accuracy-kesinlik-precision-duyarl% C4% B11% C4% B1k-recall-ya-da-f1-score-300c925feb38>, (Eriřim Tarihi: 24 Aralık 2022).
- URL2: <https://ch.mathworks.com/help/stats/cvpartition.html> (Eriřim Tarihi:28.12.2022).
- URL3: <https://physionet.org/content/challenge-2018/1.0.0/> (Eriřim Tarihi:8.1.2023).
- URL4: <https://static1.squarespace.com/static/5459a5d0e4b09a5cc2e5497a/t/54f8d3dbe4b03ea829c7ef53> (Eriřim Tarihi:8.1.2023).
- Yaręı V., Postalcıoęlu S., (2021). EEG iřareti kullanılarak baęımlılıęa yatkınlıęın makine öğrenmesi teknikleri ile analizi. *El-Cezerê Journal of Science and Engineering*, 8(1), 142-154, DOI :10.31202/ecjse.787726. <https://dergipark.org.tr/en/download/article-file/1263790> .

## **Analysis of Machine Deficiencies of Ships Detained Under the Black Sea Memorandum**

Okay Ferhat UÇAR<sup>1</sup>, Muhammet BORAN<sup>2\*</sup>

### **Abstract**

Approximately 90% of the goods are transported worldwide by ships. Ensuring the safety of life and property in maritime transportation is one of the most important issues. The procedures applied to foreign flagged ships in ports in order to determine that the standards of the ships and the equipment on these ships comply with international regulations and that these rules are complied with in the operation of the ships is called port state inspection. Port state inspections are extremely important in terms of withdrawing substandard ships from transportation and preventing maritime accidents. In the research, within the framework of the Black Sea Memorandum, of which Turkey is a member, it is aimed to determine the relations between the reasons for the detention of the ships as a result of the port state inspections at the Black Sea ports due to machinery deficiencies and the ship flag, gross tonnage, ship age, classification society, the country that decided to detain, and the type of ship. For this purpose, data on the ships detained between 2016 and 2018 were obtained from the official website of the Black Sea MOU and evaluated using the IBM SPSS Statistics 22 program. According to the findings, it was determined that there was a statistically significant relationship between the reasons for detention due to machinery deficiencies and the ship's flag, ship age, ship gross tonnage, classification society and the country that made the decision to detention, but the relationship between ship type and the reasons for detention was not significant.

**Keywords:** Black Sea Memorandum of Understanding, Ship detention, Port state control,

## **Karadeniz Memorandumu Kapsamında Tutulan Gemilerin Makine Bulgularının Analizi**

### **Öz**

Dünya genelinde taşınan emtianın yaklaşık % 90'ı gemiler ile taşınmaktadır. Bu taşımacılıkta can ve mal güvenliğinin sağlanması en önemli hususlardandır. Gemilerin ve bu gemilerde bulunan ekipmanların standartlarının uluslararası düzenlemelere uygun olduğunu ve gemilerin işletiminde bu kurallara uyum sağlandığını belirlemek amacıyla limanlardaki yabancı bayraklı gemilere uygulanan işlemlere liman devleti denetimi denir. Liman devleti denetimleri standart altı gemilerin taşımacılıktan çekilmesi ve deniz kazalarının önlenmesi bakımından son derece önemlidir. Araştırmada, Türkiye'nin de üyesi olduğu Karadeniz Mutabakatı çerçevesinde, Karadeniz limanlarında yapılan liman devleti denetimleri sonucu tutulan gemilerin makine eksikliklerinden dolayı tutulma nedenleri ile gemi bayrağı, groston, gemi yaşı, klas kuruluşu, tutma kararı veren ülke ve gemi tipi arasındaki ilişkilerin belirlenmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla Karadeniz Mutabakatı resmi internet sayfasından 2016-2018 yılları arasında tutulan gemilere ilişkin veriler alınmış ve IBM SPSS İstatistik 22 programı kullanılarak analiz edilmiştir. Elde edilen bulgulara göre makine eksikliklerinden dolayı tutulma nedenleri ile gemi bayrağı, gemi yaşı, gemi grostonu, klas kuruluşu ve tutma kararı veren ülke arasında istatistiksel açıdan anlamlı bir ilişki olduğu ancak, gemi tipi ile tutulma nedenleri arasında ilişkinin anlamlı olmadığı belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Karadeniz Mutabakatı, Gemi tutma, Liman devleti denetimleri.

<sup>1</sup>Ministry of Transport and Infrastructure, Ünye Port Authority, Ordu, Türkiye, okayucar@yahoo.com

<sup>2</sup>Karadeniz Technical University, Department of Maritime Transportation and Management, Trabzon, Türkiye, mboran@ktu.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-1120-7846>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-3298-9696>

## 1. Introduction

Maritime transportation, which is widely employed in worldwide trade, has a long history that dates back to ancient times, when people took advantage of the opportunities and conveniences given by the seas. Maritime transport, which is in a continuous development process, is an important mode of both national and international freight transport. In order to carry out maritime transport, which has made an important contribution to the development of world trade, with the safety of life and property and better protection of the marine environment, various international organizations have been established over time and many rules have been developed by these organizations. In particular, the negative consequences of accidents at sea have led to the long-standing need to recognise substandard ships as a major cause of accidents at sea, maritime safety, protection of the marine environment, and verification of the adequacy of living and working conditions on board. The fact that the marine environment is one of the world's most valuable and sensitive resources and is recognized as a common resource has necessitated the adoption of global, regional and national measures to manage and protect the marine environment and its resources in a sustainable way (Usoro, 2014; Uçar, 2019).

The Titanic accident led to the start of the first international initiative on maritime safety, and technological developments and maritime accidents for various reasons led to some studies targeting continuous improvement in this area. The most important issue in this process was the agreement on the establishment of the International Maritime Organization in 1948 and this Convention was put into force in 1958. The International Maritime Organization operates in the fields of leading the regulation of international norms in the seas, taking the necessary measures for the safety of navigation and the protection of the marine environment, ensuring cooperation between countries, and creating effective rules for the efficiency of maritime operations (Yavuz, 2003; Alan, 2010; Uçar, 2019).

Ships employed in transportation activities in world trade carry out these activities by using the ports of various countries. In addition, developing world trade increases the demand for maritime transport. In particular, the negative consequences of accidents at sea have led to the long-standing need to recognize substandard ships as a major cause of maritime accidents, maritime safety, the protection of the marine environment and the review of the adequacy of living and working conditions on board. In addition, there are many legal obligations and related sanctions for ships to comply with international standards. The goal of Port State Control is to ensure the safety of ships and crews, as well as to avoid marine pollution, while inspecting the operating conditions of the shipping crew and vessel. These inspections have an important role in the fight against substandard maritime transport in terms of safety, security and environment, and the target is to determine the substandard working

vessels and to ensure that maritime transport operates in accordance with international rules (Eyigün, 2013; Turk Loydu, 2020). In addition, port state controls improve information sharing in maritime by ensuring that global maritime standards are applied consistently to ships with different flags.

Ships are selected for inspection based on inspection history and consideration of generic factors such as age, vessel type, and vessel risk type. Results obtained by evaluating all aspects of background and generic factors are a priority indicator. In this case, it is determined whether the ship is high standard and low risk and the inspection frequencies are adjusted accordingly (Knapp, 2007).

Numerous studies have been carried out on different issues related to port state control (Cariou et al., 2008; Chien et al., 2020; Şanlıer, 2020; Fan et al., 2022). In order to build the ship detention decision-making mechanism and ship-selection mechanism, local and international academics concentrate on relevance on detention variables and pattern study in their work on PSC detention. In a study carried out by Bolat and Alpaslan (2021) the inspections and detentions under the Paris MoU in 2019 have been examined and analysed by countries and regions. In their study, Chain et al. (2019) used the grey rational analysis (GRA) model to investigate the reasons that led to the detention of ships under PSC. They found from the model that ISM, emergency systems and fire safety measures, all with grey relevance above 0.75, are the biggest contributors in ship detention.

In this study, the reasons for the detention of the ships, which were detained due to machinery deficiencies as a result of the inspections made by the member states of the Black Sea MOU (Memorandum of Understanding), were analyzed and the relations between the ship's flag, gross tonnage, ship age, classification society, the country that decided to detained it, and the type of ship were examined.

## **2. Materials and Methods**

The data used in the study were taken from the Black Sea MOU official website (URL-1). These data show the machinery deficiencies of the ships detained in accordance with the Black Sea MOU between 2016-2018.

### **2.1. Variables of the Study**

The independent variables of the research are the ship's flag, gross tonnage, ship age, classification society, the country that decided to detain it, and the type of ship. The dependent variables of the study are the issues that cause the ships to be detained according to machinery deficiencies. These variables are: Certification and documentations, structural conditions, emergency

systems, fire safety, alarms, working and living conditions, propulsion and auxiliary machines, pollution prevention, international safety management code, terms of business.

## 2.2. Data Analysis

IBM SPSS Statistics 22 (SPSS Inc. Chicago, II. USA) program was used to evaluate the data obtained in the study. Kolmogorov-Smirnov Test was performed to determine whether the data showed normal distribution or not. The Kruskal Wallis Test, which is one of the non-parametric analysis methods, was used for the statistical analysis of the data related to the reasons for retention and other variables (Kruskal, 1952). As a result of these tests, it was decided whether there was a significant relationship between the variables by looking at the chi-square and p-value. Since the level of significance was taken as 95% in the analyzes, the results with a p-value below 0.05 were considered statistically significant (Sümbüloğlu and Sümbüloğlu, 1995).

## 3. Findings and Discussion

Table 1 shows the machine findings of the reasons for the detention of the ships, which were detained during the port state controls in the Black Sea Ports between 2016-2018, determined according to the ship's flag. Flag countries with total eclipses of 10 or less are not included in this Table.

The analysis of the data in Table 1 shows that 1367 ships were detained in the Black Sea ports according to the findings of the machines. Considering the distribution of the detained ships according to their flags, the least number of detained with 16 ships was seen on the Antigua and Barbuda flagged ships, while the most detained were on Panama flagged ships with 274 ships. During the period of this study, the most common reason for detention in ships detained in Black Sea ports was found to be nonconformities in emergency systems. It was discovered that a sizable portion of the ships arrested during the port state controls conducted at the ports of the Indian Ocean Agreement member states between 2002 and 2009 flew the flag of Panama. In the same study, it was determined that the most deficiencies in the ships detained were about fire safety (Mejia Jr et al., 2010). The flag of the detained ship and the reasons for the detention were shown to have a statistically significant connection (Chi-square= 83,676;  $p < 0,05$ ). A small number of studies on port state controls in the Black Sea found similar results supporting the findings of this study (URL-2). In a study on ships detained in Black Sea ports between 2006 and 2012, it was determined that the largest number of ships detained were Panama-flagged ones (Mert, 2014).



**Table 1.** Reasons and numbers of detention according to the ship's flag

Country	Reasons of Detention*										Total
	CD	SC	ES	FS	AL	WLC	PAM	PP	ISM	TB	
Türkiye	7	5	16	14	1	8	7	1	10	3	72
Vanuatu	1	3	5	8	-	1	1	1	4	2	26
Ukraine	1	2	2	4	-	-	2	1	5	7	24
Togo	25	10	29	31	-	3	3	5	17	12	135
Tanzania	32	15	28	23	2	17	6	4	15	8	150
Sierra Leone	13	1	16	15	3	4	4	2	14	7	79
Russia	7	8	12	5	-	4	2	3	12	2	55
Panama	37	14	74	65	6	15	12	6	26	19	274
Palau	6	2	10	15	1	1	2	-	8	3	48
Mongolia	4	4	-	5	-	1	-	1	1	-	16
Moldova	29	15	30	19	5	4	4	10	14	6	136
Marshall Islands	1	-	10	7	-	3	2	-	3	2	28
Malta	1	2	6	6	1	2	5	2	4	2	31
Liberia	-	-	9	9	-	4	1	2	2	4	31
Cook Islands	6	3	11	15	2	7	4	-	11	7	66
Congo	1	1	3	6	-	2	2	1	2	1	19
Comoros	11	5	22	20	-	7	6	2	9	6	88
Antigua and Barbuda	1	1	4	2	-	1	2	1	3	1	16
Cambodia	9	2	5	4	-	1	1	2	2	-	26
Belize	7	4	10	6	1	5	2	5	5	2	47
Total	199	97	302	279	22	90	68	49	167	94	1367

\*Certification and Documentations (CD), Structural Conditions (SC), Emergency Systems (ES), Fire Safety (FS), Alarms (AL), Working and Living Conditions (WLC), Propulsion and Auxiliary Machines (PAM), Pollution Prevention (PP), International Safety Management Code (ISM), Terms of Business (TB).

Upon looking at the distribution of the reasons for the detention of ships by age groups, it was seen that the highest number of detaining was applied to ships between the ages of 31-40 and the minimum number of detaining was applied to ships in the 0-10 age group (Table 2). It was determined that emergency systems and fire safety non-compliances were considered to be the most common reasons for ship detained in all age ranges. As a result of the Kruskal Wallis test, it was established that there was a statistically significant relationship between the age of the ship and the reasons for the detention (Chi-square = 13,558;  $p < 0,05$ ). Mejia Jr et al. (2010) found in their study that the rate of retention was higher in ships aged 25 and over. In a study that was carried out by Şanlıer, (2020) it was found that the main factor causing the increase of detentions and deficiency numbers was the age of vessel. Tsou (2019) discovered in his research that ships under inspection with a ship age of more than 25 years accounted for a large fraction of the detention vessels.

**Table 2.** Detention causes and totals by ship age

Ship Age	Reasons of Detention*										Total
	CD	SC	ES	FS	AL	WLC	PAM	PP	ISM	TB	
0-10	9	1	24	20	1	2	5	5	19	8	94
11-20	15	8	55	44	2	14	12	10	25	17	202
21-30	36	21	71	62	5	21	24	4	41	21	306
31-40	116	53	129	127	13	43	30	33	72	39	655
41+	30	21	44	41	4	19	9	4	23	20	215
Total	206	104	323	294	25	99	80	56	180	105	1472

\*Certification and Documentations (CD), Structural Conditions (SC), Emergency Systems (ES), Fire Safety (FS), Alarms (AL), Working and Living Conditions (WLC), Propulsion and Auxiliary Machines (PAM), Pollution Prevention (PP), International Safety Management Code (ISM), Terms of Business (TB).

During the time period covered by the study, it was found that 850 of the ships with >3001 gross tonnage were detained for various reasons, while 75 of the ships with <1000 gross tonnage were detained. While certificates and documents are among the reasons for the detention of ships with <1000 gross tonnage, it was determined that ships with 1001-3000 and >3001 gross tonnage were mostly detained according to the substances included in the emergency systems. Alarms were determined to be the least common cause of detention in all ships that were detained (Table 3). An analysis of the variation in the reasons for detention depending on the ship's gross tonnage found a statistically significant association between the reasons for detention and the ship's gross tonnage. (Chi-square= 17.028; p<0.05). The CSIRO Mathematical and Information Sciences Unit in Australia (2014) conducted a thorough examination of inspection data. The key finding was that a ship's age was by far the most relevant factor in predicting ship quality. Ship type, ship inspection history, and, in certain cases, ship size all appeared to play a role. During an investigation, it was observed that ships with a gross tonnage of less than 8,500 tons made up a large portion of the detained vessels (Tsou, 2019).

**Table 3.** Reasons for and the number of detentions according to the ship's gross tonnage

Gross Tonnage	Reasons of Detention*										Total
	CD	SC	ES	FS	AL	WLC	PAM	PP	ISM	TB	
<1000	30	3	11	6	1	8	4	1	9	2	75
1001-3000	79	53	110	114	8	34	21	27	70	31	548
>3001	97	48	202	174	16	57	55	28	101	72	850
Total	206	104	323	294	25	99	80	56	180	105	1473

\*Certification and Documentations (CD), Structural Conditions (SC), Emergency Systems (ES), Fire Safety (FS), Alarms (AL), Working and Living Conditions (WLC), Propulsion and Auxiliary Machines (PAM), Pollution Prevention (PP), International Safety Management Code (ISM), Terms of Business (TB).

In terms of the relation between vessel type and deficiencies, it was shown that general cargo vessels had the highest level of inadequacies (Table 4). While the number of general cargo ships detained in Black Sea ports was determined as 1311, it was determined that 58 tanker, 77 Ro-Ro and

18 container ships were detained in the same ports in the same time period. In a study examining the PSC data of the ships detained in the Black Sea ports, it was determined that general cargo ships were detained the most (Şanlıer, 2020). Additionally, it was discovered that tankers were typically detained according to the documentation and certificate, general cargo ships were generally detained according to the emergency systems, and Ro-Ro ships were generally detained according to the structural conditions. Result obtained from Kruskal Wallis test showed that there was no statistically significant relationship between the ship type and the reasons for the retention (Chi-square=3,256;  $p>0.05$ ). Cariou and Wolff (2015) estimated the likelihood of a given type of ship having a high number of flaws using quantile regressions on count data.

**Table 4.** Reasons and numbers of detention by ship type

Type of Ship	Reasons of Detention*										Total
	CD	SC	ES	FS	AL	WLC	PAM	PP	ISM	TB	
General Cargo	183	83	298	265	23	91	65	49	162	91	1311
Tanker	13	8	5	10	-	3	5	2	7	5	58
Ro-Ro	9	12	14	12	1	5	8	4	5	7	77
Container	-	1	4	5	1	-	2	1	2	2	18
Others	1	-	2	2	-	-	-	-	4	-	9
Total	206	104	323	294	25	99	80	56	180	105	1473

\*Certification and Documentation (CD), Structural Conditions (SC), Emergency Systems (ES), Fire Safety (FS), Alarms (AL), Working and Living Conditions (WLC), Propulsion and Auxiliary Machines (PAM), Pollution Prevention (PP), International Safety Management Code (ISM), Terms of Business (TB).

Classification societies certify that the construction of a vessel comply with relevant standards and carry out regular surveys in service to ensure continuing compliance with the standards and the safety of life and property at sea and to prevent marine pollution (McDorman, 2000). According to the classification societies the ships classified by the Japanese Classification Society (Class NK) were detained the most (180) (Table 5). This is followed by the ships classified by the Russian Class Society (RS) with 127 ships and by the Ukrainian Class Society (SRU) with 108 ships. 47 of the ships classified by Turk Loydu were found to be detained in Black Sea ports. The deficiency of 57 ships detained by the Japanese Classification Society (Class NK) was related to emergency systems and 27 of them related fire safety clause. Ships classified by Turk Loydu, on the other hand, were detained in accordance with the maximum fire safety clause. Following the investigation, it was shown that there was a statistically significant connection between the classification society for the ships and the causes of their detention (Chi-square= 38.497;  $p<0.05$ ). Knapp and Velden (2009) emphasized discrepancies between the various PSC regimes, particularly the increased emphasis of Paris MOU members on issues linked to stability, structure, or safety.

**Table 5.** Reasons and numbers of being held according to the ship class organization

Class Organization	Reasons of Detention*										Total
	CD	SC	ES	FS	AL	WLC	PAM	PP	ISM	TB	
Turk Loydu	4	3	7	9	2	5	3	2	8	4	47
ASIA Classification Society	2	3	-	2	-	1	1	-	3	-	12
Bulgarian Register of Shipping	19	8	20	16	2	8	6	5	14	5	104
Bureau Veritas	8	4	25	15	1	3	10	3	13	12	94
Columbus American Register	4	2	-	3	-	1	-	2	2	-	14
Italian Naval Register	2	1	7	5	1	2	2	-	4	1	25
Polish Register of Shipping	3	2	8	10	1	-	-	1	5	4	34
Phoenix Register of Shipping	12	8	18	17	3	5	6	3	6	7	85
Nippon Kaiji Kyokai	21	9	57	38	2	10	11	3	22	7	180
National Shipping Adjuster Inc.	5	2	7	2	-	1	-	1	-	-	18
Mediterranean Shipping Register	2	3	4	3	-	1	1	1	1	1	17
Maritime Lloyd Ltd, Georgia	-	-	5	3	1	-	-	-	2	1	12
Macosnar Corporation	2	2	3	8	1	3	-	-	2	1	22
Lloyd's Register	1	1	13	7	1	3	3	3	4	6	42
Maritime Bureau of Shipping	2	1	2	3	-	-	1	2	1	1	13
Maritime Lloyd (ML)	8	8	8	6	-	3	2	3	7	5	50
Isthmus Bureau of Shipping, S.A.	2	2	2	6	-	2	1	1	-	1	17
International Register of Shipping	4	3	6	8	1	1	2	-	3	7	35
International Naval Surveys Bureau	3	3	12	16	1	4	1	-	6	6	52
Indian Register of Shipping	2	2	3	3	-	-	1	-	-	2	13
Dromon Bureau of Shipping	17	3	25	23	1	6	4	2	17	7	105
DNV GL AS Class	3	-	7	5	1	2	3	3	3	1	28
Cosmos Marine Bureau Inc.	6	-	5	5	-	-	1	2	3	2	24
Russian Maritime Register of Shipp.	15	11	28	19	-	15	6	7	21	5	127
Shipping Register of Ukraine	17	10	16	25	1	6	5	6	12	10	108
American Bureau of Shipping	2	1	3	3	-	2	-	1	3	1	16
Venezuelan Register of Shipping	2	3	8	4	-	5	3	-	4	3	32
Total	168	95	299	264	20	89	73	51	166	100	1326

\*Certification and Documentations (CD), Structural Conditions (SC), Emergency Systems (ES), Fire Safety (FS), Alarms (AL), Working and Living Conditions (WLC), Propulsion and Auxiliary Machines (PAM), Pollution Prevention (PP), International Safety Management Code (ISM), Terms of Business (TB).

Table 6 shows the breakdown of the detained ships by the nations that the ports are located in. It was seen that the highest number of detention (462) occurred in Russian ports. Additionally, it was discovered that 123 ships were arrested in Turkish ports compared to 400 ships detained in Romanian ports. The reasons for detention differ according to the countries. The highest rate of deficiencies for detention made by Bulgaria, which is an EU member of the memorandum, was working conditions. Ships in Georgian ports were detained mostly due to certificate and documentation deficiencies and in Turkish, Romanian and Russian ports due to deficiencies in security systems. In contrast to other nations, Ukraine, one of those with a high number of detentions, has made the most detentions due to poor living and working conditions. According to the Kruskal Wallis test results, the relationship between the country that decided to arrest the ship and the ship's arrest was important (Chi-square=28,062;  $p < 0.05$ ). Similar to these research findings, it was stated by Knapp and Frances (2007) that the probabilities of arresting ships differed according to the port state that controls them. On the other

hand, Cariou et al. (2008) underlined that the age of the ship, the classification society, and the port state that conducted the inspection were the most frequent causes for the detention of ships.

**Table 2.** Reasons for and the total number of detentions by countries

Country	Reasons of Detention*										Total
	CD	SC	ES	FS	AL	WLC	PAM	PP	ISM	TB	
Bulgaria	20	6	6	21	2	1	9	1	17	25	108
Georgia	39	3	20	16	12	-	5	9	22	-	127
Romania	71	14	110	58	5	12	5	9	107	9	400
Russia	26	41	137	116	4	2	37	14	16	69	462
Türkiye	19	16	32	23	-	10	8	9	6	-	123
Ukraine	31	24	18	60	2	74	16	14	12	2	253
Total	206	104	323	294	25	99	80	56	180	105	1473

\*Certification and Documentations (CD), Structural Conditions (SC), Emergency Systems (ES), Fire Safety (FS), Alarms (AL), Working and Living Conditions (WLC), Propulsion and Auxiliary Machines (PAM), Pollution Prevention (PP), International Safety Management Code (ISM), Terms of Business (TB).

#### 4. Conclusions and Recommendations

According to the findings obtained in the study, a statistically significant relationship was found between the flag of the ships subject to port state control and the reasons for their detention. It was discovered that Panama was the flag nation that was subjected to the detention process the most. This might be attributed to the fact that the Panama State provided procedures and documentation assistance to the ships flying its flag. It was discovered that the emergency fire pump, emergency lights, fire apparatus in the fire safety system, and a lack of maintenance supplies were the main reasons the ships were detained. These situations reveal the need for planned maintenance of ships and more efficient implementation of the International Safety Management Code (ISM). Accordingly, the flag states should carry out more effective inspections in order to give up the easy flag preferences of the ship owners and to take all kinds of measures in terms of life, property and environmental safety at sea.

The fact that there was a significant relationship between the age of the ship and the reasons for the arrest, according to the machinery findings, the ships between the ages of 31-40 were the most affected, and the older ships were problematic in this regard, thus reducing the average age of the ship by the ship-owners. It was seen that it would be important for the flag state to support this issue with financial support and the port state with strict controls. The Maritime Administrations will not allow ships under their own flags, above a certain age, to carry out transportation, especially in international waters, which will reduce the average age of ships in the world and prevent possible accidents.

According to this study, the majority of the ships that berthed at Black Sea ports had a gross tonnage of 3001 or more, which led to the conclusion that these ships were subject to more detention in Black Sea ports. The statistically significant difference between the classification societies and the reasons for retention may be due to the preference of ship owners for easy flag and classification societies. In particular, expanding the scope of the maximum requirements to be determined by the International Maritime Organization (IMO) for all classification societies of the member countries on an international scale will make the concept of easy class less effective.

When the ship detaining were compared to the countries where port state controls were conducted, according to the analysis, Russian ports saw the most detaining, and there was a substantial correlation between the reasons for detention and the nations that the detention ports were located in. The reason why the detention of ships in Russian ports was more common could be considered as the fact that this country attached more importance to port state inspection and had an inspection specialist in each port. Port state controls need to be established and institutionalized as a separate unit within the maritime authorities. Thus, both compliance with current developments and more effective inspection of ships will be ensured. Accordingly, port state inspections should be carried out more frequently and more sensitively in states subject to the Black Sea MOU, and the qualifications and numbers of port state inspection experts should be increased. It is clear that it would be beneficial to carry out studies to create awareness in all relevant persons and organizations that matters related to life, property and the environment are of higher priority than economic concerns.

The study discovered that there was no significant association between the type of ship, which was one of the factors utilized in this study, and the reasons for the eclipse analyzed.

### **Authors' Contributions**

All authors contributed equally to the study.

### **Statement of Conflicts of Interest**

There is no conflict of interest between the authors.

### **Statement of Research and Publication Ethics**

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

## References

- Alan, G., (2010). *Safety and Security at Sea: An examination of international and national regulations and institutions* Master Thesis, Onsekiz Mart University, Graduate School of Social Sciences, Çanakkale.
- Bolat, F. & Alpaslan, S., (2021). Cumulative analysis of the port state control based on Paris MoU inspection. *Transactions on Maritime Science*, 1, 224-246.
- Cariou, P., Mejia Jr, M. Q., & Wolff, F. C., (2008). On the effectiveness of Port State Control inspections. *Transportation Research Part E: Logistics and Transportation Review*, 44, 491-503.
- Cariou, P. & Wolff, F.C., (2015). Identifying substandard vessels through port state control inspection: An new methodology for concentrated inspection campaigns. *Marine policy*, 60, 27-39.
- Chain, J., Zhang, S., Xu, L., Wan, Z., Fei, Y. & Zheng, T., (2019). Identification of key factors of ship detention under Port State Control. *Marine Policy*, 102, 21-27.
- Chien, C.Y., Rong, H.C. & Cungiang, C., (2020). Important factors influencing the implementation of independent Port State Control regimes, *J. Mar. Sci. Eng.*, 8(9), 1-17.
- Eyigün, Ö., (2013). *Analysing ship targeting systems used in PSC regimes*. Master Thesis, İstanbul Technical University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, İstanbul.
- Fan, L., Zhang, M., Yin, J. & Zang., J., (2022). Impacts of dynamic inspection records on port state control efficiency using Bayesian network analysis. *Reliability Engineering and Safety System*, 228,1-12.
- Knapp, S., (2007). *The econometrics of maritime safety—recommendation to enhance safety at sea*. Doctoral Thesis, Erasmus University, Rotterdam.
- Knapp, S. & Franses, P. H., 2007. Econometric analysis on the effect of port state control inspections on the probability of casualty: Can targeting of substandard ships for inspections be improved. *Marine Policy*, 31, 550-563.
- Knapp, S. & Velden, M., (2009). Visualization of differences in treatment of safety inspections across port state control regimes: a case for increased harmonization efforts. *Transport Reviews*, 29(4), 499–514.
- Kruskal, W. H., (1952). A nonparametric test for the several sample problem. *The Annals of Mathematical Statistics*, 23, 525-540.
- McDorman, T.L., (2000). Regional port state control agreements: Some issues of international law. *Ocean and Coastal Law Journal*, 5, 207-226
- Mejia Jr, M.Q., Cario P. ve Wolff, F.C., (2010). Vessels at risk and the effectiveness of Port State Control inspections. LEMNA EA 4272. Retrieved from: <https://www.researchgate.net/publication/46479152>.
- Mert, A., (2014). *Relationship between detention of ships on Black Sea Memorandum inspections and vessel accidents*. Master Thesis, Karadeniz Technical University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Trabzon.
- Sümbüloğlu, K. & Sümbüloğlu, V.,(1995), *Biyoistatistik*, 6. Baskı, Özdemir Yayıncılık, Ankara.
- Şanlıer, Ş., (2020). Analysis of port state control inspection data: The Black Sea Region. *Marine Policy*, 112, 1-11.
- Tsou M.C., (2019). Big data analysis of port state control ship detention database. *Journal of Marine Engineering & Technology*, 18(3), 113-121
- Türk Loydu, PSC Annual Report 2020, İstanbul.
- Yavuz, S., (2003). *Dünya liman devleti denetimi ve liman devleti denetimi ile ilgili Türk Mevzuatının AB Müktesebatıyla uyumlaştırılması için gerekli düzenlemeler*. Uzmanlık Tezi. İktisadi Sektörler ve Koordinasyon Genel Müdürlüğü, Ankara.
- Uçar, O. F., (2019). *Analysis of machine deficiencies of Turkish and foreign flag ships in Black Sea Memorandum of Understanding*. Master Thesis, Karadeniz Technical University, The Graduate School of Natural and Applied Sciences, Trabzon.
- URL-1, [www.bsmou.org](http://www.bsmou.org), (Date Accessed:12 January 2019).
- URL-2, [www.turkloydu.org/tr-tr/yayinlar/liman-devleti-kontrolleri.aspx](http://www.turkloydu.org/tr-tr/yayinlar/liman-devleti-kontrolleri.aspx), (Date Accessed:10 January 2023).
- Usoro, M.E., (2014). Port state control: a tool for sustainable management of maritime safety and marine environment. *Maritime Women: Global Leadership International Conference*. World Maritime University, Malmo, Sweden, Retrieved from: <https://www.abujamou.org/post/707.pdf>.

## İyi Tarım Uygulamalarının Fındığın Renk Özellikleri ve Yağ Oksidasyonu Üzerine Etkisi

Ali TURAN<sup>1\*</sup> 

### Öz

Fındıkta iyi tarım uygulamaları ile ilgili çalışma son derece sınırlıdır. O nedenle fındıkta iyi tarım uygulamalarına yönelik arazi çalışmaları gerekli görülmekte ve büyük önem taşımaktadır. Çalışma fındıkta iyi tarım uygulamaların iç fındık ve yağın renk özellikleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , kroma ve hue) ile yağ oksidasyon parametreleri (Oleik/linoleik asit oranı, iyot değeri, ransimat değeri, serbest yağ asitliği ve peroksit değeri) üzerine etkisini belirlemek amacıyla yürütülmüştür. İyi tarım uygulamalarının renk özellikleri üzerine etkisi genel olarak önemsiz bulunurken ( $p>0.05$ ), oksidasyon parametrelerinden serbest yağ asitliği ve peroksit değerleri haricinde önemli bulunmuştur ( $p<0.01$ ). İyi tarım uygulamalarında kontrole göre daha yüksek  $b^*$  (sarılık) değeri elde edilirken, daha düşük hue ( $h^0$ ) değeri kaydedilmiştir. Diğer taraftan da iyi tarım uygulamasında daha yüksek oleik asit/linoleik asit oranı, ransimat değeri (sa) ve daha düşük iyot değeri elde edilmiştir. Elde edilen bu verilere dayanarak iyi tarım uygulamalarının fındığın muhafaza süresi üzerine daha etkili olduğu söylenebilir.

**Anahtar Kelimeler:** Fındık, *Corylus avellana* L, İyot değeri, Serbest yağ asitliği, Ransimat değeri

## Effect of Good Agricultural Practices on Color Ordinates and Oil Oxidation of Hazelnut

### Abstract

The research on good agricultural practices in hazelnuts is extremely limited. For this reason, orchard studies for good agricultural practices in hazelnut are considered necessary and are of great importance. This research was conducted to determine the effect of good agricultural practices on colour ordinates (kernel and oil;  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , chroma ve hue) and oxidation parameters (oleic to linoleic, iodine value, rancimat, free fatty acid and peroxide) of hazelnut. In generally, while good agricultural practices were found to be insignificant in terms of color characteristics ( $p>0.05$ ), it was found to be significant in oxidation parameters ( $p<0.01$ ), except for free fatty acidity and peroxide values. In good agricultural practices, a higher  $b^*$  (yellowness) was obtained compared to the control, while a lower hue ( $h^0$ ) value was recorded. On the other hand, higher oleic acid/linoleic acid ratio, rancimat value (h) and lower iodine value were obtained in good agricultural practices. Based on these data, it can be said that good agricultural practices are more effective on the preservation period of hazelnut.

**Keywords:** Hazelnut, *Corylus avellana* L, Iodine value, Free fatty acidity, Rancimat value

<sup>1</sup>Giresun Üniversitesi, Fındık İhtisaslaşma Koordinatörlüğü, Giresun, Türkiye, ali.turan@giresun.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-2961-6605>



## 1. Giriş

Dünyadaki insan nüfusunun artışına bağlı olarak gıda maddesi tüketimi de artmaya devam etmektedir. Böylece gıda maddelerinin temel bileşenlerinden biri olan bitkisel yağların tüketimi hızla artmaktadır. Bu yüzden de bitkisel yağların üretim aşamasından tüketiciye ulaşana kadar mevcut kalitenin bozulmadan korunması amacı ile araştırmaların yürütülmesi zorunluluğu ortaya çıkmıştır. Bitkisel yağ endüstrisindeki en büyük kalite sorunu, ilgili ürünlerde tatmin edici olmayan ve toksik bileşiklerin varlığına yol açan yağ oksidasyonudur (Gülmez ve Şahin, 2019).

Kapsamlı tekli doymamış yağ asitleri ve zengin küçük bileşikler nedeniyle yüksek beslenme sağladığı bilinen saf fındık yağı, herhangi bir rafinasyon işlemine tabi tutulmadan doğrudan fındıklardan elde edilir. Lipid özellikleri, temel olarak yemeklik yağlarda oksidatif stabilite ve kalite özelliklerini temsil etmektedir (Jerzykiewicz ve ark., 2013). Fındık yağı giderek daha popüler hale gelmekte ve ağırlıklı olarak oleik asit ve sağlığı geliştirici besin bileşenleri içeren yeni ortaya çıkan bir yağ ürünü olarak kullanılmaktadır (Cui ve ark., 2020).

Yağ özelliklerine ilave olarak fındık, kavrulmuş, çiğ veya doğal ve kabuklu tuzlu olarak pazarlara sunulabilmektedir. Pastacılık sektöründe ise fındık, fındık küspesi veya küp şeklinde fındık olarak kullanılmaktadır. Bu nedenle iç fındık için yeme kalitesinin yanında görsellik de önemli bir kriterdir. Bu yüzden de iç fındık renginde karşılaşılan değişiklikler ürün kalitesini etkileyebilmektedir. Tüketiciler fındık içlerinde kahverengi veya koyu renkli olmasını arzu etmezler. İçlerde olan kararma, kabuklu fındığın depolanması sırasında veya iç fındığın kavrulması sırasında meydana gelebilmektedir (Güler, 2023). Bu ve benzeri olumsuzluklar genel olarak hasat ve/veya hasat sonrasında meydana gelmekte, maalesef oluşan bu kayıplarda günümüze kadar arzu edilen düzeye çekilememiştir (Turan, 2018a). Fındığın üretim aşamasının her kademesinde belirli oranlarda sorunlar çok uzun süreden beri devam etmektedir. Temel yetiştiricilik sorunlarından kaynaklı olan bu eksiklikler haliyle kalite kayıplarına da yol açmaktadır.

Ülkemiz fındık üretimi bakımından dünyanın en önemli üreticisi konumundadır. Bu konumunu 750.000 ha üretim alanında yaklaşık 700.000 ton üretim ile sağlamaktadır. Dolayısıyla en önemli ihracat ürünlerimizden biri olan fındık konusunda iyi tarım uygulanması ve yaygınlaştırılması için yapılacak çalışmalar büyük önem arz etmektedir. Günümüze kadar fındıkta iyi tarım uygulamalarının kimyasal özellikleri konusunda yürütülmüş saha çalışması bulunmamaktadır. Fındık üreticileri bir yandan geleneksel üretim sistemlerinin dışına çıkamadıkları gibi diğer yandan da teknik destek almaya yatkın olmayıp girdi kullanımında büyük hatalar yapmaktadırlar (Turan, 2022). Bu hataların tespit edilmesi kolay olmamakla birlikte kayda girmediği için de önemli bir kısmı gözden kaçabilmektedir. Bu nedenle her aşaması kontrollü ve kayıtlı olan bir üretim şeklinin fındıkta uygulamaya konması büyük önem taşımaktadır. Dünyada söz sahibi olunan fındık gibi getirisi yüksek

sanayi ürünlerinde bu durum büyük bir eksiklik olarak değerlendirilmektedir. Dolayısıyla bu çalışma Giresun ili Merkez ilçe Ülper köyünde Tombul fındık çeşidinde iyi tarım uygulamalarının fındığın renk özellikleri ve yağ oksidasyon parametreleri üzerine olan etkisini belirlemek amacıyla yürütülmüştür. Çalışmadan elde edilecek sonuçlar başta fındık sektörü ve dolayısıyla ekonomi olmak üzere, fındıkta iyi tarım uygulamaları alanında bundan sonra yapılacak çalışmalara temel oluşturarak bilime de büyük katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

## **2. Materyal ve Metot**

### **2.1. Materyal**

Çalışma, 2018-2020 tarihleri arasında Giresun ili merkez İlçe Ülper köyünde ~30 yaşında, 5 da alanda ve Tombul fındık çeşidinden oluşan üretici bahçesinde yürütülmüştür (40°51'34.52"K, 38°26'05.10"D ve rakım 233 m). Bahçe sıra arası 5x5, sıra üzeri 5x5 mesafesinde, 5 dal/Ocak ve 50 Ocak/da olacak şekilde düzenlenmiştir. 0-20 cm ve 20-40 cm derinliklerinden toprak örneği alınarak analiz yapılmıştır (Duyar ve Özenç, 2013). Yapılan toprak analiz sonuçlarına göre toprakta pH 5.64, K<sub>2</sub>O 33.14 kg/da, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0.29 kg/da, kireç % 0.47, organik madde % 5.23, toplam tuz % 0.01 ve saturasyon % 62.04 düzeyinde tespit edilmiştir.

### **2.2. Metot**

#### **2.2.1. İyi tarım uygulamaları**

Çalışmada fındıkta iyi tarım uygulamaları Mızrak (2021), hastalık ve zararlılarla mücadelede ise GTHB (2017)'de belirtilen yöntemlere göre yapılmıştır. Diğer kültürel uygulamalar Öztürk ve ark. (2022)'ye göre yürütülmüştür. Toprak analiz sonuçlarına göre (10-15 Ekim 2019/2020) 4 kg/Ocak doğal tarım kireci (CaCO<sub>3</sub>) taç izdüşümüne uygulanıp toprakla kapatılmış ve 800 g triple süper fosfat (TSP; Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O (% 43-44 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) taç izdüşümüne açılan ortalama 16 çukura uygulanmıştır. 15-20 Mart 2019-2020 tarihleri arasında analiz sonucuna göre taç izdüşümüne 600 g/Ocak N (Üre; NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CO-CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O gelecek şekilde uygulanmıştır (Şekil 1). Gübre uygulaması yapılırken aynı zamanda ocak çevresi çapalanarak fındık kurdu ve mayıs böceğine karşı mekanik mücadele yapılmıştır (TOB, 2017). Kokarca zararlısına karşı 30 ml/da proteus od 170 (150 g/L thiacloprid+20g/L deltamethrin) kalibrasyon yapılarak akşam serininde (saat: 16:00-18:00 arası) uygulanmıştır. Mayıs ayının ikinci haftası boyunca dip sürgünü, yabancı ot temizliği yapılmış ve 600

g/Ocak N (üre) ikinci dozu uygulanmıştır. Dip sürgünü temizliği budama makası ve küçük testere (bıçak) ile yapılırken yabancı ot temizliğinde tırpan kullanılmıştır.



Şekil 1. Fındıkta iyi tarım uygulamaları

Külleleme hastalığına karşı dip sürgünü temizliği, yabancı ot temizliği ve yere dökülen yaprakların temizliği gibi mekanik mücadelenin yanında kimyasal mücadele de yapılmıştır. Haziran ayı başından itibaren ekonomik zarar eşiği dikkate alınarak yapılan gözlemler sonucunda (10-12 Haziran 2019/2020) külleleme hastalığına karşı 25 ml/da luna experience sc 400 (200 g/L fluopyram+200 g/L tebuconazole 100 ml) uygulaması yapılmıştır. Aynı zamanda yabancı ot temizliği, dip sürgünü temizliği ve yere dökülen yaprakların uzaklaştırılması işlemine devam edilmiştir. Temmuz ayı boyunca dalkıran zararlısına gözlem yapılmış ve zarar gören dallar budanarak bahçeden uzaklaştırılmıştır.

### 2.2.2. Kontrol uygulaması

Kontrol uygulaması yaygın çiftçi uygulaması şeklinde yürütülmüştür (Şekil 2). Mart ayının ikinci yarısında ~1000 g/ocak N ( $5Ca(NO_3)_2NH_4NO_3 \cdot 10H_2O$ ) serpmeye şeklinde uygulanmıştır. Yılda ilki Mayıs ayının başı ve diğeri hasat öncesi olmak üzere iki defa yabancı ot ve dip sürgünü temizliği yapılmıştır. Külleleme hastalığına karşı luna experience sc 400 (200 g/L fluopyram+200 g/L tebuconazole 100 ml) kükürt içerikli fungusit uygulanmıştır.

Çalışmada hasat işlemleri Turan (2022)'ye göre yürütülmüştür. % 25 iç fındık nem değerine ulaşan fındıklar el ile hasat edilmiş ve zuruflarından yine el yardımıyla ayıklanmıştır. Gölgede doğal kurumaya (Ortalama sıcaklık: 24°C, ortalama güneşlenme süresi: 3.5sa, ortalama yağış miktarı: 85 mm ve nem değeri: % 68) bırakılan fındıklarda harmanlama işlemi nem değeri % 6'ya düşene kadar devam etmiş ve kurutma işlemi ~18 gün sürmüştür. Daha sonra jüt çuvallara konulan fındıklar yağ

ekstraksiyonu yapılana kadar  $\sim 5^{\circ}\text{C}$  sıcaklık ve  $\sim\%$  65 nispi nem deęerinde buzdolabında (Bosch KDN53NW22N A, No–Frost, Germany) muhafaza edilmiřtir.



Şekil 2. Fındıkta yaygın çiftçi uygulaması

### 2.2.3. Yaę ekstraksiyonu

Fındık yaęı Ceselsan soęuk pres yaę ekstraksiyon sistemi ile (AISI3004, Ceselsan, Giresun, Türkiye) elde edilmiřtir (Basınç kuvveti: 10000 kgf, basınç: 34.7 MPa, sıcaklık:  $-5^{\circ}\text{C}$   $\sim +45^{\circ}\text{C}$  ve kapasite; 250 g iç fındık) (Turan, 2018a). Elde edilen fındık yaęı analiz yapılana kadar  $-18^{\circ}\text{C}$ 'de dondurucuda muhafaza edilmiřtir (Bosch KDN53NW22N A, No–Frost, Germany).

### 2.2.4. Renk deęerleri

İç fındık ve yaęın renk ölçümü  $L^*$  (parlaklık),  $a^*$  (kırmızılık) ve  $b^*$  (sarılık) olarak HunterLab Color Flex Ez renk cihazı (HunterLab, USA) ile belirlenmiřtir. Örneklerin renkleri cihaz X:79.05, Y:84.02 ve Z:89.03 olacak řekilde kalibre edildikten sonra okunmuřtur (Mexis and Kontominas, 2009; Turan, 2022).

### 2.2.5. Yaę asitleri kompozisyonu

Yaę asidi metil esterlerinin elde edilmesinde (Ficarro ve ark., 2010) yaędan 0.5 g erlenmayere tartılmıř ve üzerine 4 ml izo–oktan ve 2 ml metanollü KOH çözeltisi ilave edildikten sonra 30 sn çalkalanmıřtır. Daha sonra aęzı kapalı olarak karanlıkta 6 dk bekletilmiř süre sonunda 2 damla  $\%1$ 'lik metil oranj indikatöründen damlatıldıktan sonra, pembe renk oluřuncaya kadar 1 M HCl çözeltisi titre edilmiřtir. İçerik 15 dk dinlendirildikten sonra üstte biriken renksiz tabaka cam viallere alınarak GC'de analize alınmıřtır. Yaę asitlerinin bileřimi alev iyonizasyon dedektörlü (FID) ve TR–CN100

kolonlu (60 m x 0.25 mm I.D., 0.20 µm; Shimadzu GC-2010, Japan) gaz kromatografisi kullanılarak belirlenmiştir. Enjektör sıcaklığı 250°C ve dedektör sıcaklığı 250°C'ye ayarlanmıştır. Enjekte edilen örnek miktarı 1.0 µl olup, taşıyıcı gaz olarak 200 kPa basınçtaki helyum kullanılmıştır. Enjeksiyon uygulaması 1: 100 oranında gerçekleştirilmiştir. Kolon sıcaklığı 90°C'de 7 dk tutulmuş, daha sonra 5°C/dk olacak şekilde 240°C'ye çıkarılmıştır. Son olarak 240°C'de de 15 dk tutulmuştur. Yağ asitleri, standart 37 bileşenden oluşan FAME karışımının (Supelco 37 Component FAME Mixture, Cat. No. 18919-1AMP, Bellefonte PA, USA) gelme zamanlarına bağlı olarak karşılaştırılmalarıyla tanımlanmıştır (Turan, 2018b; Turan, 2019).

### 2.2.6. Yağ oksidasyon parametreleri

Serbest yağ asitliği (metot Ca 5a-40) AOCS Standard Method (AOCS, 2004), peroksit değeri (metot Cd 8-53) AOCS (AOCS, 2004) (Metrohm, Dosimat 799, Switzerland), ransimat değeri, rancimat 743 device (Metrohm, Switzerland) göre yapılmıştır (Velasco ve ark., 2004). Oleik/linoleic (O/L) asit değeri oranlanma ile, iyot değeri (İD) ise yağ asitlerinden formülasyonla Belviso ve ark. (2017) ve Turan (2019)'a göre hesaplanmıştır.

### 2.2.7. İstatistiksel analiz

Deneme tesadüf blokları deneme desenine göre üç tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Tanımlayıcı istatistikler SPSS v. 22.0 (Armok, New York: IBM Corp.)'a göre yapılmıştır. İstatistiksel testler SAS-JAMP v. 10.0 (SAS Institute Inc., Cary, North Carolina, USA) kullanılarak yapılmıştır. İstatistiksel farklılıklar t testine göre yapılmıştır. Sonuçlar arasındaki farklılık  $p < 0.05$  ve  $p < 0.01$  düzeyinde belirlenmiştir.

## 3. Bulgular ve Tartışma

### 3.1. İyi tarım uygulamalarının renk özellikleri üzerine etkisi

İyi tarım uygulamalarının fındığın renk özellikleri üzerine etkisi iç fındık ve fındık yağı için aynı şekilde kaydedilmiştir. İyi tarım uygulamasının  $b^*$  (sarılık) ve hue ( $h^\circ$ ) üzerine etkisi iç fındık ve yağda önemli bulunurken ( $p < 0.01$ ),  $L^*$  (parlaklık),  $a^*$  (kırmızılık) ve kroma (C) değerlerinde istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ( $p > 0.05$ ; Tablo 1). Önemsiz bulunan bu özelliklerde verilerin birbirlerine çok yakın olmaları dikkat çekmiştir. Diğer taraftan da genel olarak kontrol uygulamasında elde edilen verilerin iyi tarım uygulamasına göre daha yüksek olduğu görülmüştür. İlginç olan ise iyi

tarım uygulamasında daha yüksek  $b^*$  (0.22) değeri tespit edilmişken, kontrol uygulamasında ise  $h^\circ$  değeri (21.2) daha yüksek kaydedilmiştir (Tablo 1). Aynı farklılıkların yine yağ renk değerlerinde de olduğu gözlenmiştir. Örneğin, istatistiki olarak farklılık görülen  $b^*$  (0.16) değeri iyi tarım uygulamasında aynı şekilde yüksek bulunurken,  $h^\circ$  (21.1) değeri kontrol uygulamasında daha yüksek gözlenmiştir (Tablo 1). Elde edilen bu verilerden, iyi tarım uygulamalarının iç fındık ve yağ renk değerleri üzerine olan etkisinin benzerlik gösterdiği söylenebilir.

Renk özellikleri fındığın değerlendirilmesinde kullanılan önemli parametrelerden bir tanesidir (Marzocchi ve ark., 2017; Turan, 2021a). Aynı zamanda renk depolanacak fındıklarda özellikle dikkate alınması gereken kriter olarak görülmektedir (Güler, 2023). Çünkü depolama süresince renk değişimi oluşabilmekte ve özellikle uzun süreli depolamalarda iç ve meyve renginde koyulaşma oluşmaktadır. Bu renk değişimi fındık alımı sırasında gözönünde bulundurulmakta ve değerlendirmede eski ile yeni fındık ayırımında temel kriterlerden birisi olarak kullanılmaktadır (Fiskobirlik, 2004).

**Tablo 1.** Uygulamaların fındığın renk özellikleri (İç fındık-yağ) üzerine etkisi

Renk özellikleri	Uygulama	
	İTU	Kontrol
<b>İç</b>		
$L^*$ (Parlaklık)	34.5 ± 1.16a	34.6 ± 0.7a
$a^*$ (Kırmızılık)	3.08 ± 0.08a	3.12 ± 0.12a
$b^*$ (Sarılık)	0.22 ± 0.01a	0.15 ± 0.01b
Kroma ( $C^*$ )	3.08 ± 0.08a	3.12 ± 0.12a
Hue ( $h^\circ$ )	14.2 ± 0.47b	21.2 ± 0.81a
<b>Yağ</b>		
$L^*$ (Parlaklık)	29.4 ± 0.36a	28.1 ± 2.54a
$a^*$ (Kırmızılık)	2.17 ± 0.02a	2.17 ± 0.02a
$b^*$ (Sarılık)	0.16 ± 0.01a	0.10 ± 0.01b
Kroma ( $C^*$ )	2.18 ± 0.02a	2.18 ± 0.02a
Hue ( $h^\circ$ )	13.9 ± 0.09b	21.1 ± 1.11a

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde ifade edilmiştir. Farklı uygulamalar arasındaki farklılıklar farklı harflerle gösterilmiştir.

Tabiki bu renk özellikleri üzerine çeşit, hasat şekli ve zamanı, kurutma yöntemi, coğrafi konumu ve muhafaza koşulları gibi pek çok faktör etki etmektedir. Bu faktörlere ilave olarak Akçin ve Bostan (2019) yıl ve sulama yönteminin fındıkta renk özellikleri üzerine etkili olduğunu bildirmişlerdir. Örneğin, kabuklu Tombul fındıklarda  $L^*$  66.89-64.60,  $a^*$  3.11-6.44 ve  $b^*$  22.62-19.24 aralıklarında değerler yıldan yıla değişkenlik gösterdiği, sulama yöntemlerine göre ise  $L^*$  66.89-62.07  $a^*$  3.11-3.75 ve  $b^*$  22.62-23.83 şeklinde değişkenlik gösterdiği bildirilmiştir. Aynı çalışmada muhafaza süresince de benzer şekilde değişkenlik olduğu görülmüştür. Diğer taraftan Turan (2021a) fındıklarda böcek zararının yağ oksidasyona neden olduğunu, bu bozulmanın renk değişimlerine



neden olduğunu, Turan (2022) ise bu değişimin çeşitler arasında daha belirgin olduğunu ve klonal varyasyonun bu farklılığı arttırdığını bildirmiştir. Renk değişimi ile alakalı çok sayıda çalışmada benzer şekilde değişkenlik olduğu görülmüştür (Si ve ark., 2016; Bostan ve Güler, 2016; Güler ve ark., 2017; Deng ve ark., 2018; Náthia-Neves ve ark., 2021; Turan, 2021a; Turan, 2022; Güler, 2023). Elde edilen bu veriler ve önceki çalışmalardan farklı olarak fındıklarda muhafaza süresince renk değişimlerinin Akçin ve Bostan (2019)'a göre polifenol oksidaz enziminden kaynaklandığı bildirilmiştir. Ayrıca muhafaza süresince oluşan bu değişimin Güler (2023)'e göre ise enzimatik veya enzimatik olmayan reaksiyonların bir sonucu olarak görülebileceği ve bu renk değişimlerinde polifenol oksidaz, peroksidaz veya lipaz enzimlerinin önemli roller oynayabileceği bildirilmiştir. Bu nedenle fındıkların muhafaza edileceği koşullar büyük önem taşımaktadır. Adi depo koşullarında bu değişimlerin kaçınılmaz olarak ortaya çıktığı önceki çalışmalarda görülmüştür. O nedenle fındıkların soğuk hava depolarında muhafaza edilmesi kalite özelliklerinin korunması açısından büyük önem taşımaktadır.

### 3.2. İyi tarım uygulamalarının yağ oksidasyonu üzerine etkisi

Fındık yağları sadece biyoaktif bileşenler içermemekte, aynı zamanda tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri de içermektedir. Bu yağlar sağlığı teşvik edici etkileri nedeniyle sofralık tüketim için de potansiyel kaynak olarak kabul edilmektedir. Ancak fındık yağı, yüksek sıcaklıkta ısıl işlem altında oksidasyonu ve metamorfizması kolay doymamış yağ asitleri içeriğine sahiptir (Ciu ve ark., 2022). Oksidasyon işleminin sıcaklığının artırılması, reaksiyon hızı sabitinde artışa yol açarak bu iki değişken arasındaki doğrusal ilişkiyi göstermektedir (Gülmez ve Şahin, 2019). Yağ asitleri, lipidlerin ana bileşenidir ve oksidatif bozunma, doymamış yağ asitlerinin oksidasyonu ile başlamaktadır. Fındık yağının en zengin oleik asit kaynağı olduğu bildirilmiştir (Venkatachalan ve Sathe, 2006; Miraliakbari ve Shahidi, 2008). Linoleik ve linolenik asit, oleik asitten daha fazla oksidasyona duyarlıdır, yani fındık yağında çoklu doymamış yağ asitlerinin oksidasyonu, tekli doymamış yağ asitlerinden daha kolaydır (Turan, 2018a). Fındık yağındaki birincil yağ asidi olan oleik asidin, oksidasyon işleminin sonunda nispeten kararlı bir durumu koruduğu bildirilmiştir (Cui ve ark., 2020; Cui ve ark., 2021). Oksidatif stabilite, aslında, diğer birçok değişkenle, örneğin tokoferollerin, tokotrienollerin ve sterollerin miktarı ve dağılımı, toplam fenolik bileşikler ve doymamış yağ asitlerinin otoksidasyonunu katalize edebilen geçiş metallere varlığı ile de ilişkilendirilmektedir (Shahidi ve ark., 2007; Mahesar ve ark., 2014; Rosso ve ark., 2021). O nedenle fındıkta yağ oksidasyonunu önlemek için hasat, harman ve kurutma işlemleri çok dikkatli bir şekilde yürütülmelidir. Özellikle hasat sonrasında kurutma süreci çok hızlı ve doğru bir şekilde organize edilmelidir (Turan, 2018b).

İyi tarım uygulamalarının oksidasyon parametreleri üzerine etkisi serbest yağ asidi ve peroksit değerleri dışında istatistiki olarak önemli bulunmuştur ( $p<0.01$ ). Tablo 2 detaylı incelendiğinde ilginç bir şekilde peroksit değerinin tespit edilemediği ve serbest yağ asitleri değerinin iyi tarım uygulamaları ve kontrol uygulamasında aynı olduğu görülmüştür. Diğer taraftan ransimat değeri iyi tarım uygulamalarında (5.95 sa) kontrole göre (5.73) daha yüksek bulunmuştur (Tablo 2). Ransimat değerinin yüksek olması normal şartlarda oksidasyona karşı daha dayanıklı, diğer bir ifadeyle muhafaza süresinin daha yüksek olduğunu göstermektedir (Turan, 2019). Oleik/linoleik asit oranının yüksek olması yağ oksidasyonuna karşı dayanıklı, iyot değerinin yüksek olması ise oksidasyona karşı hassasiyet göstergesi olarak bilinmektedir (Turan ve İslam, 2019). Veriler Tablo 2’de detaylı incelendiğinde iyi tarım uygulamasında (9.93) kontrole (8.55) göre daha yüksek oleik/linoleik asit değeri, diğer yandan kontrole (91.7) göre daha düşük (90.1) iyot değeri tespit edildiği görülmektedir (Tablo 2). Elde edilen bu verilerden iyi tarım uygulamasının fındığın raf ömrü üzerine daha etkili olduğu söylenebilir.

**Tablo 2.** Uygulamalarının yağ oksidasyonu üzerine etkisi

Yağ oksidasyon parametreleri	Uygulama	
	İTU	Kontrol
Oleik/linoleik asit oranı (O/L)	9.93 ± 0.02a	8.55 ± 0.02b
İyot değeri (İD)	90.1 ± 0.04b	91.7 ± 0.06a
Ransimat değeri (RD, sa)	5.95 ± 0.03a	5.73 ± 0.03b
Serbest yağ asitliği (SYA, Oleik asit, %)	0.18 ± 0.01a	0.18 ± 0.01a
Peroksit değeri (PD, meqO <sub>2</sub> /kg)	0.00±0.00a	0.00±0.00a

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde ifade edilmiştir. Farklı uygulamalar arasındaki farklılıklar farklı harflerle gösterilmiştir.

Fındıkta yağ oksidasyonu ile alakalı olarak çok sayıda çalışma yürütülmüştür (Turan, 2018a-b; Turan, 2019; Gülmez ve Şahin, 2019; Durmaz ve Gökmen, 2019; Zhang ve ark., 2019; Cui ve ark., 2020; Król ve ark., 2021; Cui ve ark., 2021; Rosso ve ark., 2021; Wang ve ark., 2021; Sun ve ark., 2022; Cui ve ark., 2022; Gao ve ark., 2022). Önceki çalışmalardan da anlaşılacağı üzere oksidasyon parametreleri çok değişkenlik göstermektedirler. Örneğin, Turan (2018a) oksidasyon parametrelerinin Ordu levant fındıklarda kurutma ortamlarına göre değişmekle birlikte O/L değerinin 8.46, İD’nin 94.68 ve PD’nin 0.20 meqO<sub>2</sub>/kg olduğunu ve özelliklerin muhafaza süresince dalgalanma gösterdiğini, Turan (2018b) ise oksidasyon parametrelerinin çeşitlere göre değişkenlik gösterdiğini bildirmiştir. Şöyleki, O/L değerinin Tombul çeşidinde 8.43, Palaz 7.45 ve Ordu levant fındıklarında 8.20 olduğunu, İD’nin Tombul 93.96, Palaz 94.52 ve Ordu levant fındıklarında 94,74, SYA değerinin Tombul % 0.29 oleik asit, Palaz % 0.13 oleik asit ve Ordu levant fındıklarında % 0.05 olduğunu ve RD’nin 5.92 sa ile Palaz çeşidinde diğerlerine göre daha yüksek olduğunu belirtmiştir. Diğer yandan Turan (2019) Çakıldak fındık çeşidinde SYA değerinin % 0.06-0.12 oleik asit ve



RD'nin 4.64-5.12 sa aralığında olduğunu, muhafaza süresince RD'nin azalırken SYA değerinin artış gösterdiğini bildirmiştir. Bu azalış ve artışların zaman zaman dalgalanma şeklinde olduğu görülmüştür. Bu verilere ilave olarak Turan ve İslam (2019) Tombul fındık çeşidinde oksidasyon parametrelerinin kurutma yöntemi ve muhafaza süresine göre değişkenlik gösterdiğini ve O/L değerinin 8.47-9.16, İD'nin 92.85-93.89, SYA değerinin % 0.15-0.28 oleik asi, RD'nin 5.34-5.88 sa ve PD'nin 0.00-0.06 meqO<sub>2</sub>/kg arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Bu verilerden de anlaşılacağı üzere fındık oksidasyon parametreleri çok sayıda faktör tarafından etkilenmektedir. Aslında fındık yağının oksidasyonu, esas olarak linoleik asit ve linolenik asit içeren çoklu doymamış yağ asitlerinin oksidasyonu ile karakterize edildiği önceki çalışmalarda görülmüştür. Benzer şekilde oksidasyon, serbest radikallerin atılmasıyla ayrılan tokoferoller, karotenoidler ve skualen dahil olmak üzere biyoaktif maddelerin ciddi şekilde kaybına neden olmaktadır (Cui ve ark., 2021). Diğer bir ifadeyle yağların otomatik oksidasyonu, yağın acılaşması ve bozulmasına yol açan ana faktör olan lipidler ve reaktif oksijen türleri arasındaki serbest radikal reaksiyonlarından oluşmaktadır. İlk olarak, oksidasyon süresinin uzamasıyla, yağın rengi kademeli olarak daha açık hale gelmekte ve yaklaşık 30 günlük oksidasyondan sonra renksiz olmaktadır. Oksidasyon sürecinde karotenoidlerin kademeli olarak oksidasyonu, fındık yağının renginin açılmasının ve hatta renksiz hale gelmesinin ana nedeni olarak bilinmekte ve renkteki bu değişiklik, yağın oksidasyon seviyesi ile yakından ilişkilendirilmektedir (Solak ve ark., 2018; Sun ve ark., 2022).

Sonuç olarak, fındıkta yağ asitlerinin oksidasyonunun ana nedeni çoklu doymamış yağ asitleri olan linoleik ve linolenik asit olarak kabul edilmektedir (Turan, 2021b; Cui ve ark., 2021). Bu doymamış yağ asitlerinin oksidasyonunun sonunda aldehit ve ketonlar gibi uçucu oksidasyon ürünleri üretildiği bildirilmiştir (Zhang ve ark., 2019). Dolayısıyla bu yağ asitleri ile yağ oksidasyon arasında anlamlı bir ilişki kurulabileceğinden, fındık yağının oksidasyon derecesini değerlendirmek için linoleik ve linolenik yağ asitlerinin kullanılmasının yararlı olacağı literatürde belirtildiği gibi, bu çalışma ile de desteklenmiştir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışma fındıkta iyi tarım uygulamalarının Tombul çeşidinin renk özellikleri ile yağ oksidasyonu üzerine etkileri konusunda literatürdeki ilk çalışmadır. Uygulamaların renk özellikleri ile yağ oksidasyonu üzerine olan etkisi bazı özellikler haricinde etkili olmakla birlikte değişkenlik göstermiştir. Renk özelliklerinde genel olarak istatistiki olarak önemsiz bulunmuşken, oksidasyon parametreleri ise çoğunlukla önemli bulunmuştur. Özellikle fındık muhafazasında çok önemli yeri olan oleik/linoleik asit oranı ve ransimat değerleri iyi tarım uygulamasında daha yüksek bulunurken, iyot değeri ise daha düşük kaydedilmiştir. Buradan da iyi tarım uygulamaları ile elde edilen

findıkların genel olarak raf ömürlerinin daha uzun olacağı söyleyebilir. Bunlara ilave olarak, insana ve çevreye dost üretim şekli olan iyi tarım uygulamaları ile ilgili araştırmalarına devam edilmesi önerilmektedir. Çünkü küresel ısınmanın etkilerinin çok tartışıldığı günümüzde çevre sağlığı üzerine yapılacak çalışmaların aynı zamanda insan sağlığının da iyileşmesine katkı sağlayacağı değerlendirilmektedir.

### Teşekkür

Bu çalışma Yavuz Gıda Sanayi ve Ticaret AŞ (Giresun, Türkiye) tarafından desteklenmiştir. İstatistiki analizler için Doç. Dr. Fatih ÖNER'e teşekkür ederim.

### Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### Kaynaklar

- Akçin, Y., ve Bostan S. Z. (2019). Tombul' fındık çeşidinde renk değerlerinin sulama ve depolama süresine göre değişimi. *Akademik Ziraat Dergisi*, 8, 85-90. <http://dx.doi.org/10.29278/azd.643582>
- AOCS. (2004). Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemist's Society, 5th ed. American Oil Chemist Society, US
- Belviso, S., Bell B. D., Giacosa, S., Bertolino, M., Ghirardello, D., Giordano, M., Rolle, L., Gerbi, V., and Zeppa, G. (2017). Chemical, mechanical and sensory monitoring of hot air and infrared roasted hazelnuts (*Corylus avellana* L.) during nine months of storage. *Food Chem*, 217, 398–408. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.08.103>
- Bostan, S. Z., ve Koç, G. S. (2016). Kabuklu olarak depo edilen bazı fındık çeşitlerinde kalite değişimleri. *Bahçe*, 45(2), 41–53.
- Cui, N., Wang, G., Ma, Q., Zhao, T., Li, R., and Liang, L. (2020). Effect of cold-pressed on fatty acid profile, bioactive compounds and oil oxidation of hazelnut during oxidation process. *LWT Food Sci Technol*, 129, 109552. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109552>
- Cui, N., Wang, G., Ma, Q., Zhao, T., Han, Z., Yang, Z., and Liang, L. (2021). Evolution of lipid characteristics and minor compounds in hazelnut oil based on partial least squares regression during accelerated oxidation process. *LWT Food Sci Technol*, 150, 112025. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.112025>
- Cui, N., Zhao, T., Han, Z., Yan, g Z., Wang, G., Ma, Q., and Liang, L. (2022). Characterisation of oil oxidation, fatty acid, carotenoid, squalene and tocopherol components of hazelnut oils obtained from three varieties undergoing oxidation. *Int J Food Sci Technol*, 57, 3456-3466. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15669>
- Deng, L. Z., Yang, X. H., Mujumdar, A. S., Zhao, J. H., Wang, D., Zang, Q., Wang, J., Gao, Z. J., and Xiao, H. W. (2018). Red pepper (*Capsicum annuum* L.) drying: Effect of drying methods on drying kinetics, physical properties, antioxidant capacity, and microstructure. *Dry Technol*, 36, 893-907. <https://doi.org/10.1080/07373937.2017.1361439>
- Duyar, Ö., ve Özenç, N. (2013). *Fındıkta Bitki Besleme ve Gübreleme Teknikleri*. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı, Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü, Fındık Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, Giresun.
- Durmaz, G., and Gökmen, V. (2019). Effect of refining on bioactive composition and oxidative stability of hazelnut oil. *Food Research International*, 116, 586-591. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.08.077>

- Ficarra, A., Fiego, D. P. L., Minelli, G., and Antonelli, A. (2010). Ultra fast analysis of subcutaneous pork fat. *Food Chem*, 121, 809–814. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.003>
- Fiskobirlik. (2004). *Fındık Alım–Ekspertiz, Saklama, Fındık Kırma, Fındık Kabuğu Satış ve Dağıtımı, Tahvil, Tahliye, Hamaliye, Taşıma, Depo, Fabrika ve Arsa Kiralama Yönetmeliği*. Giresun: Fiskobirlik.
- Gao, Y., Cui, N., Liu, J., Ma, Q., Zhao, T., Yang, Z., and Liang, L. (2022). Application of metabolomics to explore the automatic oxidation process of hazelnut oil. *Food Research International*, 162, 111888. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111888>
- Güler, S. K., Bostan, S. Z., ve Çon, A. H. (2017). Effects of gamma irradiation on chemical and sensory characteristics of natural hazelnut kernels. *Postharvest Biol Technol*, 123, 12–21. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2016.08.007>
- Güler, S. K. (2023). Correlations of color changes encountered throughout storage with polyphenol oxidase enzyme activity, sugar content and total phenolics of hazelnuts. *Erwerbs-Obstbau*, <https://doi.org/10.1007/s10341-022-00819-y>
- Gülmez, Ö., and Şahin, S. (2019). Evaluation of oxidative stability in hazelnut oil treated with several antioxidants: Kinetics and thermodynamics studies. *LWT*, 111, 478-483. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.05.077>
- Jerzykiewicz, M., Cwielağ-Piasecka, I., and Jezierski, A. (2013). Pro- and antioxidative effect of  $\alpha$ -tocopherol on edible oils, triglycerides and fatty acids. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 90(6), 803–811. <https://doi.org/10.1007/s11746-013-2227-y>
- Król, K., Gantner, M., and Piotrowska, A. (2021). The quality characteristic and fatty acid profile of cold-pressed hazelnut oils during nine months of storage. *Agronomy* 11, 2045. <https://doi.org/10.3390/agronomy11102045>
- Mahesar, S. A., Sherazi, S. T. H., Khaskheli, A. R., Kandhro, A. A., and uddin, S. (2014). Analytical approaches for the assessment of free fatty acids in oils and fats. *Anal Methods*, 6, 4956–4963.
- Marzocchi, S., Pasini, F., Verardo, V., Ciemniowska- Zytkeiwicz, H., Caboni, M. F., and Romani, S. (2017). Effects of different roasting conditions on physical-chemical properties of Polish hazelnuts (*Corylus avellana* L. var. Kataloński). *LWT Food Sci Technol*, 77, 440-448. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.11.068>
- Mexis, S. F., and Kontominas, M. G. (2009). Effect of  $\gamma$ -irradiation on the physicochemical and sensory properties of hazelnuts (*Corylus avellana* L.), *Radiation Physics and Chemistry*, 78 (6), 407-413. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2009.03.008>
- Mızrak, G. (2021). İyi Tarım Uygulamaları, Ankara. Erişim adresi [https://books.google.com.tr/books?id=\\_9sIqEAAAQBAJ&pg=PA3&hl=tr&source=gbs\\_toc\\_r&cad=3#v=onepage&q&f=false](https://books.google.com.tr/books?id=_9sIqEAAAQBAJ&pg=PA3&hl=tr&source=gbs_toc_r&cad=3#v=onepage&q&f=false) (Erişim tarihi: 17.01.2023).
- Miraliakbari, H., and Shahidi, F. (2008). Lipid class compositions, tocopherols and sterols of tree nut oils extracted with different solvents. *Journal of Food Lipids*, 15(1), 81–96. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4522.2007.00104.x>
- Náthia-Neves, G., Santana, Á. L., Viganó, J., Martínez, J., and Meireles, M. A. A. (2021). Ultrasound-Assisted Extraction of Semi-Defatted Unripe Genipap (*Genipa americana* L.): Selective conditions for the recovery of natural colorants. *Processes*, 9, 1435. <https://doi.org/10.3390/pr9081435>
- Öztürk, Ş., Öztürk, E., ve Duyar, Ö., 2022. *Uygulamalı Fındık Rehberi*. Giresun: Karadeniz Fındık ve Mamulleri İhracatçıları Birliği (386s).
- Rosso, M. C., Stilo, F., Mascrez, S., Bicchi, C., Purcaro, G., and Cordero, C. (2021). Shelf-life evolution of the fatty acid fingerprint in high-quality hazelnuts (*Corylus avellana* L.) harvested in different geographical regions. *Foods*, 10(3), 685. <https://doi.org/10.3390/foods10030685>
- Shahidi, F., Alasalvar, C., and Liyana-Pathirana, C. M. (2007). Antioxidant phytochemicals in hazelnut kernel (*Corylus avellana* L) and hazelnut byproducts. *J Agric Food Chem*, 55, 1212–1220.
- Si, X., Chen, Q., Bi, J., Wu, X., Yi, J., and Zhou, L. (2016). Comparison of different drying methods on the physical properties, bioactive compounds and antioxidant activity of raspberry powders. *J Sci Food Agric*, 96, 2055–2062. <https://doi.org/10.1002/jsfa.7317>
- Solak, R., Turan, S., Kurhan, S., Erge, H. S., and Karabulut, I. (2018). Thermal Oxidation Kinetics of Refined Hazelnut Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 95(4), 497–508. <https://doi.org/10.1002/aocs.12037>
- Sun, J., Hu, P., Lyu, C., Tian, J., Meng, X., Tan, H., and Dong, W. (2022). Comprehensive lipidomics analysis of the lipids in hazelnut oil during storage. *Food Chemistry*, 378, 132050. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132050>

- TOB. (2017). *Fındık entegre mücadele teknik talimatı*. Tarım ve Orman Bakanlığı, Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü Bitki Sağlığı Araştırmaları Daire Başkanlığı. Erişim adresi <https://www.tarimorman.gov.tr/TAGEM/Belgeler/yayin/F%C4%B1nd%C20Entegre03.09.2017.pdf> (Erişim tarihi: 19.07.2021).
- Turan, A. (2018a). Effect of drying methods on fatty acid profile and oil oxidation of hazelnut oil during storage. *Eur Food Res Technol*, 244(12), 2181–2190. <https://doi.org/10.1007/s00217-018-3128-y>.
- Turan, A. (2018b). Effect of drying methods on nut quality of hazelnuts (*Corylus avellana* L.). *J Food Sci Technol*, 55(11): 4554–4565. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3391-8>
- Turan, A. (2019). Effect of drying on the chemical composition of Çakıldak (cv) hazelnuts during storage. *Grasas y Aceites*. 70, e296. <https://doi.org/10.3989/gya.0693181>
- Turan, A., ve İslam, A. (2019). Tombul fındık çeşidinde yağ oksidasyonunu azaltacak kurutma yönteminin belirlenmesi. *GIDA*, 44 (4): 563-575. <https://doi.org/10.15237/gida.GD19040>
- Turan, A. (2021a). Effect of the damages caused by the green shield bug (*Palomena prasina* L.) on the qualitative traits of hazelnuts. *Grasas y Aceites*, 72 (1), e391. <https://doi.org/10.3989/gya.1135192>
- Turan, A. (2021b, Aralık). Muhafazanın fındığın oksidasyonu üzerine etkisi. *Biltek-V International Symposium Current Developments in Science, Technology and Social Sciences* (s.741-749). Malatya: Yeşilyut Belediyesi
- Turan, A. (2022). Clonal selection of ‘Mincane’ hazelnut cv: Physical properties. *Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi*, 12 (2), 1081-1097. <https://doi.org/10.31466/kfbd.1181029>
- Velasco, J., Andersen, M. L., and Skibsted, L. H. (2004). Evaluation of oxidative stability of vegetable oils by monitoring the tendency to tadcal formation. A comparison of electron spin resonance spectroscopy with the rancimant method and differential scanning calorimetry scanning calorimetry. *Food Chemistry*, 85, 623-632.
- Venkatachalan, M., and Sathe, S. K. (2006). Chemical composition of selected edible nut seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(13), 4705–4714. <https://doi.org/10.1021/jf0606959>
- Wang, C., Sun, Y., Zhou, Y., Cui, Y., Yao, W., Yu, H., and Xie, Y. (2021). Dynamic monitoring oxidation process of nut oils through Raman technology combined with PLSR and RF-PLSR model. *LWT Food Sci Technol*, 146, 111290. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111290>
- Zhang, Y., Lyu, C., Meng, X., Dong, W., Guo, H., Su, C., and Zhang, X. (2019). Effect of storage condition on oil oxidation of flat-European hybrid hazelnut. *Journal of Oleo Science*, 68(10), 939-950. <https://doi.org/10.5650/jos.ess19120>

## 2DOFPID ve Kesir Dereceli PID Kontrolör ile Ayarlanan Senkron Motorların Kontrolü Yardımıyla İki Eksenli Robot Kolu Pozisyonunun Ayarlanması

Aykut Fatih GÜVEN<sup>1\*</sup> 

### Öz

İki eksenli robot kol endüstride yaygın olarak kullanılan temel robotlardır. Pek çok sanayi tesisinde üretim, taşıma, yönlendirme, parça birleştirme gibi pek çok farklı görevde kullanılabilirler. Bu robotlar aynı zamanda değişik ağırlıkları taşıyabilecek şekilde farklı güç değerlerinde de üretilmektedirler. Genelde kuka robotu olarak bilinen bu robotlar farklı motorlar kullanılarak hareket ettirilmektedir. Kullanılan elektrik motoru her ne çeşit oluşa olsun hassas bir şekilde kontrol edilmesi gerekmektedir. Dolayısıyla farklı güç değerinde ya da farklı motor kullanan bu robotların farklı şekillerde kontrol edilmeleri gereklidir. Bu çalışmada senkron motorlar tarafından hareket ettirilen iki eksenli bir robotun hem kesir dereceli PID (KDPID) kontrolör hem de iki serbestlik dereceli PID (2DOFPID) kontrolör kullanılarak pozisyon kontrolünün incelenmesi amaçlanmıştır. İki eksenli robot olduğu için iki adet senkron motor, iki adet sürücü ve iki adet kontrolör kullanılarak sistem gerçekleştirilmektedir. Sistemin tamamı Matlab/Simulink ortamında tasarlanmış ve analiz edilmiştir. Farklı referans girişler için sistem performansı ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Kesir dereceli PID kontrolör, İki serbestlik dereceli PID, Senkron motor, İki eksenli robot kol.

## Adjustment of the Two-Axis Robot Arm Position with the Control of Synchronous Motors Set by 2DOFPID and Fractional Order PID Controller

### Abstract

The two-axis robot arm is the basic robot widely used in industry. They can be used in many different tasks such as production, transportation, routing, and assembly of parts in many industrial facilities. These robots are also produced in different power values so that they can carry different weights. These robots, generally known as skittle robots, are moved using different motors. Regardless of the type of electric motor used, it must be precisely controlled. Therefore, these robots with different power values or using different motors need to be controlled in different ways. In this study, it is aimed to examine the position control of a two-axis robot driven by synchronous motors using both a fractional order PID (KDPID) controller and a two degrees of freedom PID (2DOFPID) controller. Since it is a two-axis robot, the system is implemented using two synchronous motors, two drivers, and two controllers. The entire system has been designed and analyzed in Matlab/Simulink environment. The system performance for different reference inputs is examined in detail.

**Keywords:** Fractional order PID controller, Two degrees of freedom PID, Synchron machine, Two axis robot arm.

<sup>1</sup>Yalova Üniversitesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği/Mühendislik Fakültesi, Yalova, Türkiye, [afatih.guven@yalova.edu.tr](mailto:afatih.guven@yalova.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-1071-9700>

## 1. Giriş

Endüstriyel üretim süreçleri zor, karmaşık, hassas ve pahalı işlemlerdir. Günümüzde makine parçalarının üretilmesi, elektronik sektöründe işlemci gibi son derece karmaşık ürünlerin imalatı, ilaç sektöründe hassas doz ayarlamaları gibi işlemler robotlar tarafından kontrol edilmekte ve gerçekleştirilmektedir.

Bu robotlar çok farklı güç değerlerinde üretilmektedirler. Düşük, orta ve yüksek güçlü, farklı güç değerlerinde üretilen robotlar sanayide bulunmaktadır. Hassas işlerin yapıldığı düşük güçlü fakat hassasiyeti çok yüksek robotlar ameliyatlarda ve işlemci, entegre imalatı gibi sektörlerde kullanılırken büyük güçlü robotların ağır ve kaba yüklerin taşınması ve montajı gibi yerlerde kullanıldıklarını görmekteyiz (Billard ve ark., 2022).

Doğru akım motoru ve senkron motor gibi klasik motorların yanında adım motoru ve servo motor gibi özel elektrik makinaları ile donatılan robotların olduğu görülmektedir. Bu kadar motor çeşidinin kullanılması nedeniyle bir bu kadar da farklı sürücünün kullanılması zorunlu olmaktadır. Dolayısıyla her motora uygun sürücünün kullanılması gerekmektedir (Craig, 2022).

Çok eksenli robotları kontrol etmek sadece motor eklemlerinde kullanılan motorların tek tek kontrol edilmelerinden daha karmaşıktır. İstenen işlemi gerçekleştirmek için tüm bileşenlerin hassas bir şekilde kontrol edilmesi gerekir. Bu durumda örneğin beş eksenli bir robotta her bir bileşen bir hata yaptığında son noktada hata topluca ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle her bir ekseninde kullanılan robotun en hassas şekilde ayarlanması üretim kalitesini etkiler (Karcı ve Yangel, 2016).

Çok eksenli robot kolların gelişmiş olanları da bulunmaktadır. Özellikle 6 eksenli robotlar çok daha hassas işlerin yapımında kullanılmaktadır. Robot kolun çizgi planlaması, MATLAB programı ve parçacık sürüsü optimizasyonu (PSO) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Böylece, başlangıç noktasından hedefe hareket ederken robotun her noktadaki konumu, PSO algoritması kullanılarak belirlenmiştir. Bu sayede, iki nokta arasındaki en kısa yolu seçerek zaman optimizasyonu sağlanarak, başlangıç ve bitiş noktaları arasındaki pozisyon, hız ve ivme sürekliliğini de beşinci derece polinom yardımıyla eklemler arasındaki çizgi planlaması yapılmıştır (Ekrem ve Aksoy, 2023).

Çok eksenli robot kollarının en önemli uygulamalarından bir tanesi 3 boyutlu yazıcılardır. Eserde, hem eklemeli hem de çıkarma imalatı gerçekleştiren düşük maliyetli 6 eksenli 3 boyutlu yazıcı robotik kolu HydraX'in programlama, kontrol ve kalibrasyon yönlerini açıklamaktadır. Eklemlerle, otomatik uç değiştirici, CNC freze milini, sıcak ucu sıcaklık ölçümü, filament ekstrüzyonu ve soğutma fanı hız ayarını kontrol eder ve böylece başarılı hibrid imalat işlemlerini gerçekleştirir. Bu uygulamaların tamamı hassas kontrol süreçleridir (Papapaschos ve ark., 2021).

Kullanılan elektrik motoru her ne çeşit olursa olsun kullanılan sürücünün doğru güç değerinde olması ve hassas bir şekilde kontrol edilmesi gerekmektedir. Burada klasik kontrol teknikleri olan

PID (Subrata ve ark., 2022) ve türevleri kesir dereceli PID (Vinagre ve Monje, 2012), 2DOFPID (Salazar-Aquino ve ark., 2020) ve bunların çeşitlerinin yanında bulanık mantık kontrolörler (Ardiyanto ve Miura, 2012), model öngörülü kontrolörler (Thomas ve Hansson, 2014) gibi gelişmiş teknikler de kullanılmaktadır.

Bu makalede senkron makinalar tarafından hareket ettirilen iki eksenli robot kolun hassas kontrolü anlatılmaktadır. Sürücüler Kesir Dereceli PID (KDPID) kontrolörler kullanılarak kontrol edilmektedir. Sistem hassas pozisyon kontrolü yapmaktadır. Benzetimi yapılan sistem Matlab/Simulink ortamında incelenmiş ve sonuçları ayrıntılı olarak tartışılmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

Benzetimi yapılan sistemde senkron motorlar, sürücüleri, kontrolörler ve iki eksenli robot bulunmaktadır.

### 2.1. İki Eksenli Robotlar

İki eksenli robotlar genellikle basit taşıma-yön değiştirme ve temel birleştirme işlemleri için sıklıkla endüstride kullanılmaktadırlar. Çok daha gelişmiş olanları da mevcuttur. 3, 4, 5, 6 ve çok daha fazla eksenli robotlar farklı görevleri yerine getirmek için kullanılırlar (Billard ve ark., 2022).

### 2.2. Pozisyon Kontrolü

Pozisyon kontrol sistemleri mekanik sistemlerin tamamında oldukça önemlidir. Algılayıcılardan gelen bilgiler ile referansın karşılaştırılması ile hatanın sıfır olması beklenir. Böylece istenen konuma hatasız/az hatalı bir şekilde ulaşılmış olur. Özellikle insansız araçlarda pozisyon kontrolünün hatasız olması istenir (Qu ve Cai, 2023).

### 2.3. Daimi Mıknatıslı Senkron Motor (DMSM)

DMSM yüksek moment ve çıkış gücü veren, ekonomik, yapımı ve bakımı kolay olan elektrik makinalarıdır. Manyetik akı ve torka ait denklemler aşağıda verilmiştir. Burada d-q eksen takımında dönüşümler ile hesaplamalar kolayca yapılmaktadır.

$$\Psi_{ds} = L_{ds}i_{ds} + \Psi_M \quad (1)$$

$$\Psi_{ds} = L_{qs} i_{qs} \quad (2)$$

$$u_{ds} = R_s i_{ds} + \frac{d}{dt} \Psi_{ds} - \omega_r \Psi_{qs} \quad (3)$$

$$u_{qs} = R_s i_{qs} + \frac{d}{dt} \Psi_{qs} + \Psi_{ds} \quad (4)$$

$$T_e = \frac{3}{2} p (\Psi_{ds} i_{qs} - \Psi_{qs} i_{ds}) \quad (5)$$

$$T_e = \frac{3}{2} p (\Psi_M i_{qs} - (L_{qs} - L_{ds}) i_{ds} i_{qs}) \quad (6)$$

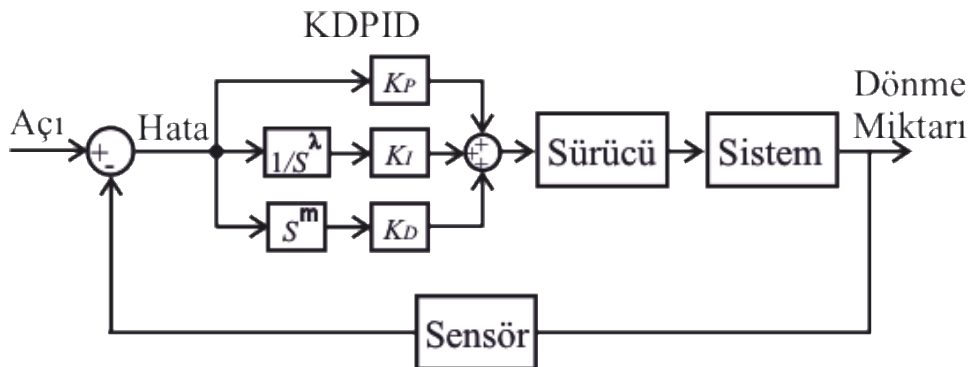
Burada;  $\delta$  yük açısını,  $\psi_s$  stator akı vektörünü,  $\psi_M$  rotor akı vektörünü, göstermektedir (Özçira ve ark., 2012).

#### 2.4. Kesir dereceli PID Kontrolör (KDPID)

Endüstride en çok kullanılan kontrolör çeşidi PID kontrolörlerdir. Açık-Kapalı kontrolörlerden sonra en yaygın kullanılan, hatanın minimize edilmesi için kontrolör parametrelerinin ayarlanması gereken bir kontrolör tipidir. Denklem 7’de denklemi görülmektedir:

$$u(t) = K_p e(t) + K_d \frac{de(t)}{dt} + K_i \int_0^t e(t) d(t) \quad (7)$$

Burada  $u(t)$  kontrolör çıkış işaretini,  $e(t)$  hata fonksiyonunu,  $K_p$  orantı sabitini,  $K_d$  türev sabitini ve  $K_i$  integral sabitini ifade etmektedir (Dorf ve Bishop, 2020). Şekil 1’de KDPID kontrolör görülmektedir.



Şekil 1. KDPID kontrolörün yapısı.



Tablo 1’de klasik PID denetleyicilerin katsayıları ve etkileri görülmektedir. PID parametreleri ayarlanırken bu etkiler dikkate alınır (Heong ve ark., 2005).

**Tablo 1.** PID parametrelerini etkileri.

Kapalı Çevrim Cevabı	Yükselme Zamanı	Aşma	Oturma Zamanı	Sürekli Durum Hatası	Kararlılık
$K_p$ yi artırmak	Azaltır	Artırır	Küçük oranda artırır	Azaltır	Geriletir
$K_i$ yi artırmak	Küçük oranda azaltır	Artırır	Artırır	Büyük oranda azaltır	Düşürür
$K_d$ yi artırmak	Küçük oranda azaltır	Azaltır	Azaltır	Çok az değiştirir	İyileştirir

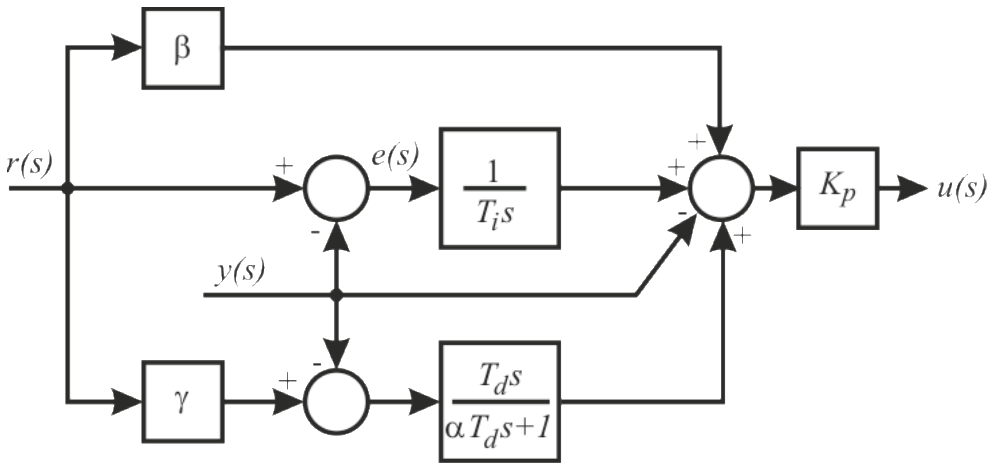
Bu makalede klasik PID ‘lerden daha iyi sonuç verdiği için KDPID kontrolörler kullanılmıştır. Daha hassas ayarlama yapılabildiği için bu kontrolörler daha iyi sonuç vermektedir. Denklem 8’de KDPID kontrolörlerin s-domenindeki denklemi görülmektedir.

$$u(s) = e(s) \left[ K_p + \frac{K_i}{s^\lambda} + K_d s^\mu \right] \quad (8)$$

Burada  $\lambda$  ve  $\mu$  integral ve türev denetleyicilerin kesir derecelerini ifade etmektedir (Zhu ve ark., 2014).

## 2.5. 2DOFPID Kontrolör

Klasik PID kontrolörlerin gelişmiş farklı bir türüdür (Srichandan ve ark., 2020). Şekil 2’de temel yapısı görülmektedir.



**Şekil 2.** 2DOFPID kontrolör.

Denklem 9’da matematiksel eşitliği görülmektedir.

$$u(s) = K_p \left\{ e_p(s) + \frac{1}{T_i s} e_i(s) + \frac{T_d s}{\alpha T_d s + 1} e_d(s) \right\} \quad (9)$$

Burada;

$$e_p(s) = \beta r(s) - y(s) \quad (10)$$

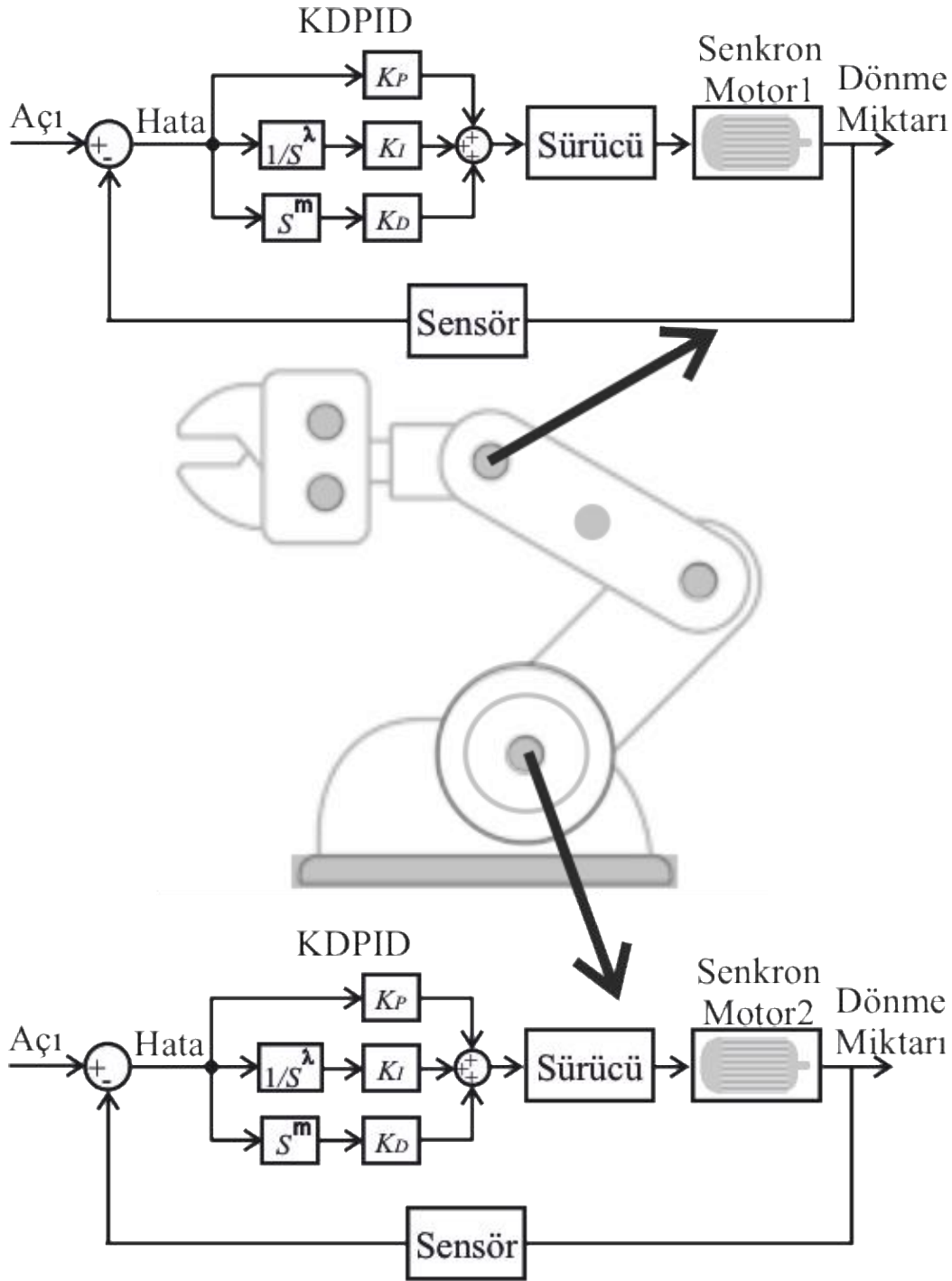
$$e_i(s) = r(s) - y(s) \quad (11)$$

$$e_d(s) = \gamma r(s) - y(s) \quad (12)$$

İfade etmektedir ve  $T_i$  integral zaman sabitini,  $T_d$  türev zaman sabitini,  $\beta$  ve  $\gamma$  ayar noktası ağırlık katsayılarını ve  $\alpha$  ise türev filtre sabitini ifade etmektedir (Alfaro ve Vilanova., 2012).

### 3. Bulgular ve Tartışma

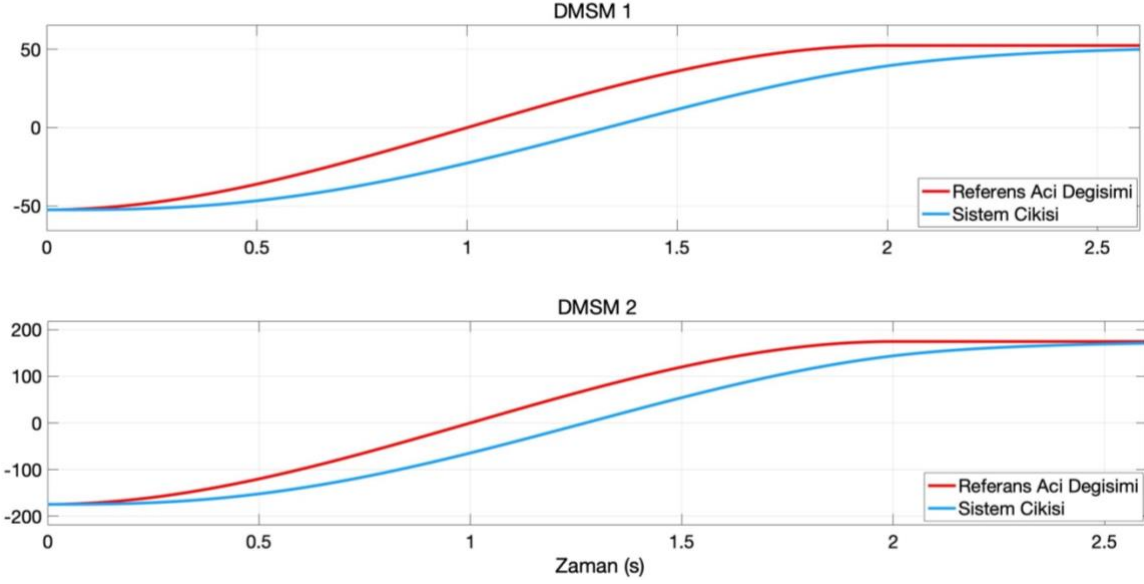
Benzetimi yapılan sistem Şekil 3’te görülmektedir. Burada KDPID kullanılmıştır. Doğrudan KDPID yerine 2DOFPID kullanılarak da diğer benzetim çalışması hazırlanmıştır. Robotu hareket ettirmek için iki adet DMSM ve bunları sürmek için de iki adet KDPID kontrolör kullanılmaktadır. Pozisyon kontrolünün doğru bir şekilde yapılması için hatanın sıfır olması amaçlanmaktadır. Farklı referans seviyeleri girilerek sistem performansı ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. DMSM gerilimi 380 V/50 Hz’lik kaynaklardan beslenmektedir. Sürücü içerisinde doğrultucu, filtre ve 3 fazlı 6 IGBT’li evirici bulunmaktadır. Burada doğrultucu kısmında ileri yön gerilimi 1,3 V olan diyotlar kullanılmıştır. Filtre kısmında ise 2 mF’lık kondansatör kullanılmıştır. Evirici kısmında ise anahtarlama elemanı olarak IGBT kullanılmıştır. Benzetimde kullanılan DMSM 0,25 ohm direnç, 8,9 mH  $L_d$ , 8,9 mH  $L_q$ , 0,01 kgm<sup>2</sup> eylemsizlik momentine sahiptir ve 4 kutupludur. Benzetim ayrık zamanlıdır. Örnekleme zamanı 1 µs hassasiyetinde seçilmiştir. Benzetim süresi 2,6 s’dir.



Şekil 3. İki eksenli robot kol kontrolü.

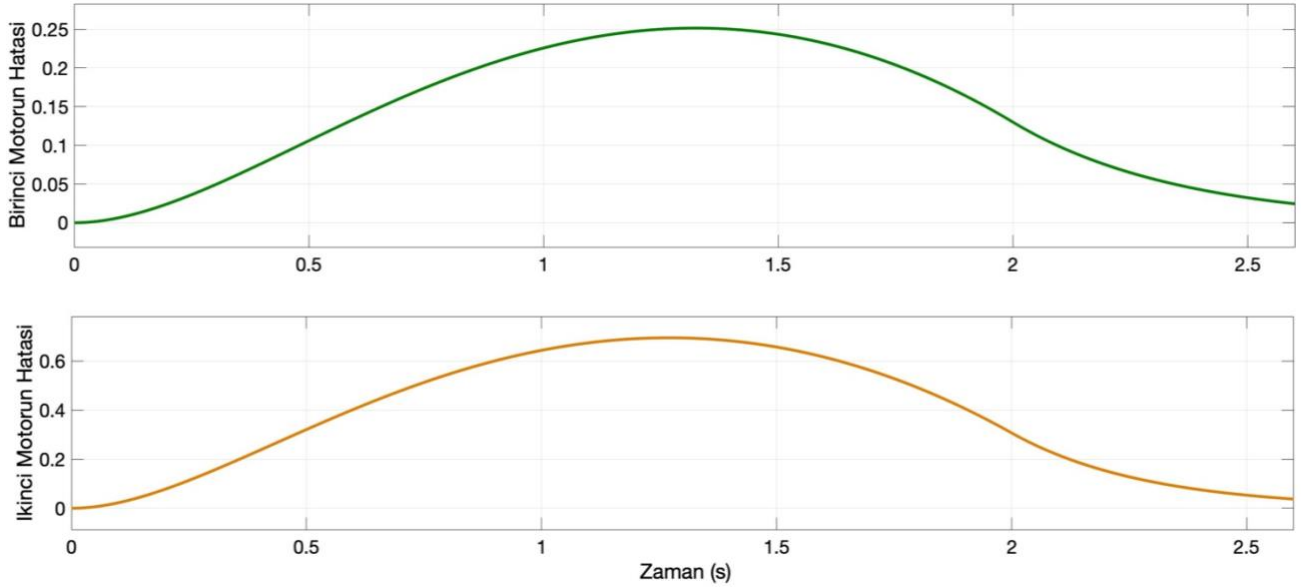
KDPID kontrolör kullanılarak elde edilen sonuçlar şekil 4 ile şekil 8 arasında görülmektedir. Burada  $K_P=4000$ ,  $K_D=3$ ,  $K_I=2$ ,  $\lambda=1,2$  ve  $\mu=1,2$  olarak alınmıştır. PID kontrolör parametrelerinin hesaplanmasında, Ziegler-Nichols, Åström-Hägglund ve Cohen Coon gibi klasik tasarım metotları en önemlileridir. Bu çalışmada, parametreler Ziegler-Nichols tekniği kullanılarak tespit edilmiştir. İlk DMSM'nin  $-50^\circ$  ile  $+50^\circ$  arasında değişmesi planlanmıştır. Her iki kontrolöründe parametreleri aynıdır. Diğer DMSM ise  $-175^\circ$  ile  $+175^\circ$  arasında sürekli olarak değiştirilerek sistem zorlanmış ve bu esnada kontrolörlerin etkinlikleri incelenmiştir. Referans açının sürekli değiştirilmesi

adeta sisteme bir bozucu gibi etmekte ve bir anlık referans giriş yakalanmaya çalışılırken diğer bir referans noktasına geçerek bu değişime kontrolörlerin etkin bir şekilde cevap vermesi istenmiştir.



Şekil 4. Referans girişe çıkışın değişimi.

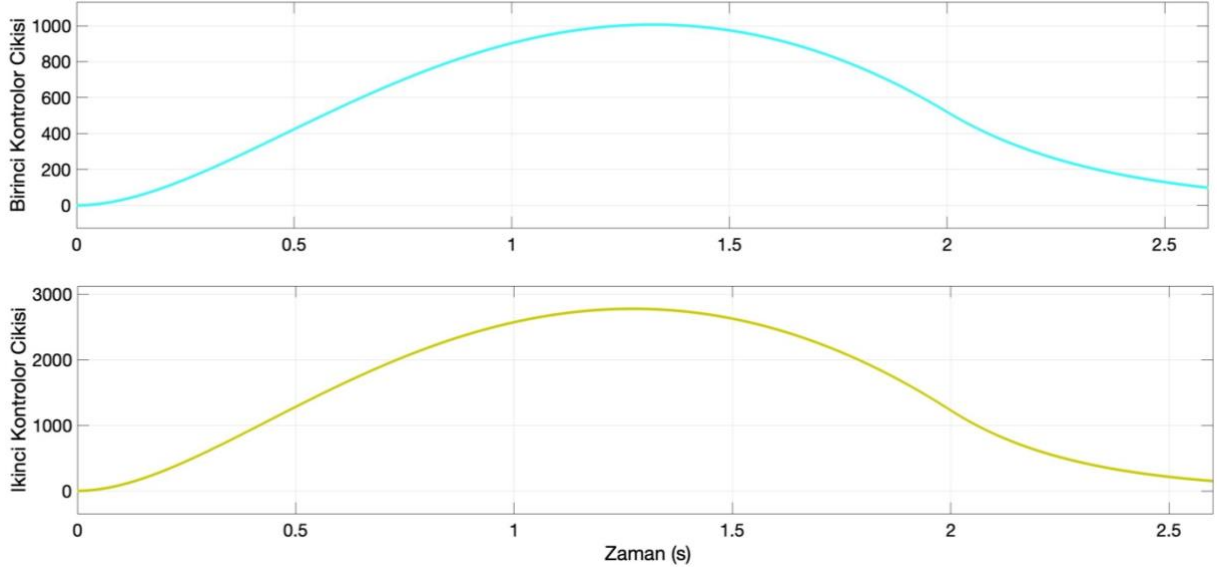
Şekil 4'ten de görüldüğü gibi kontrolörler çok hızlı bir referans değişimine ayak uydurmaya çalışmaktadırlar. Bu esnada bir miktar pozisyon (açı) hatası yapılmaktadır. Şekil 5'te bu hata değişimi görülmektedir.



Şekil 5. Her iki motorun referans açısı değişiminde yaptığı pozisyon hatası.

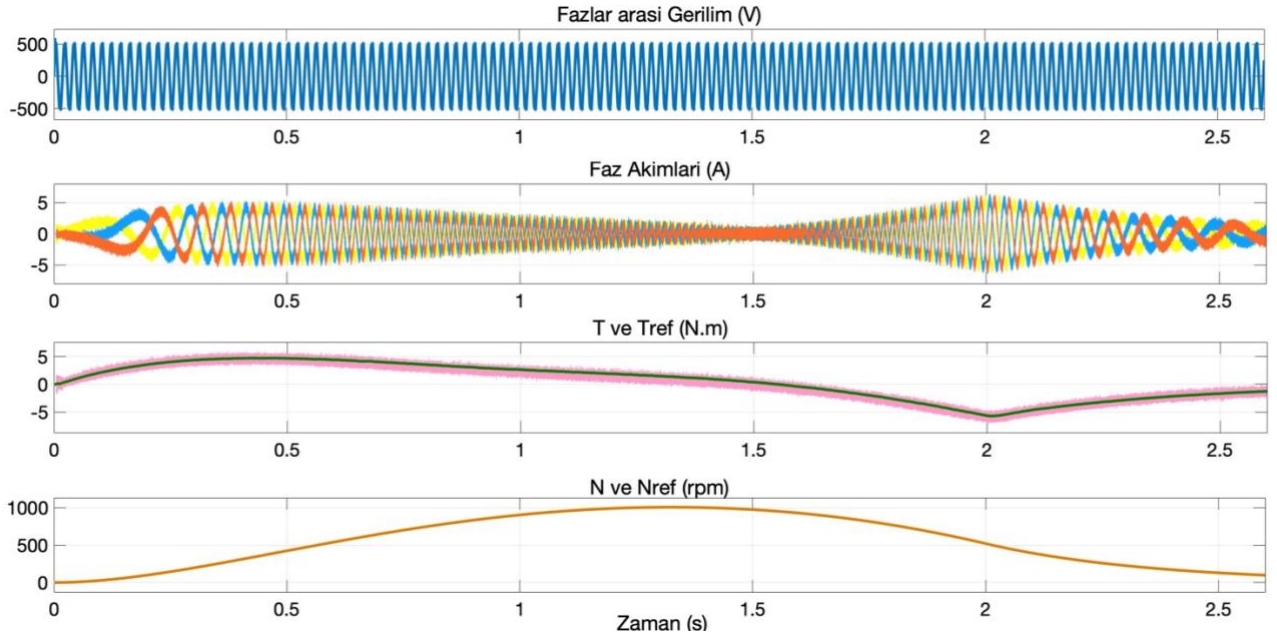
Hata değeri birinci motorda 0 ile 0,25 arasında, ikinci motorda ise 0 ile 0,7 arasında değiştiği görülmektedir.

Şekil 6'da kontrolörlerin çıkış işaretleri görülmektedir. Bu işaretler hata ile benzerlik göstermekte ve birbirini desteklemektedir.

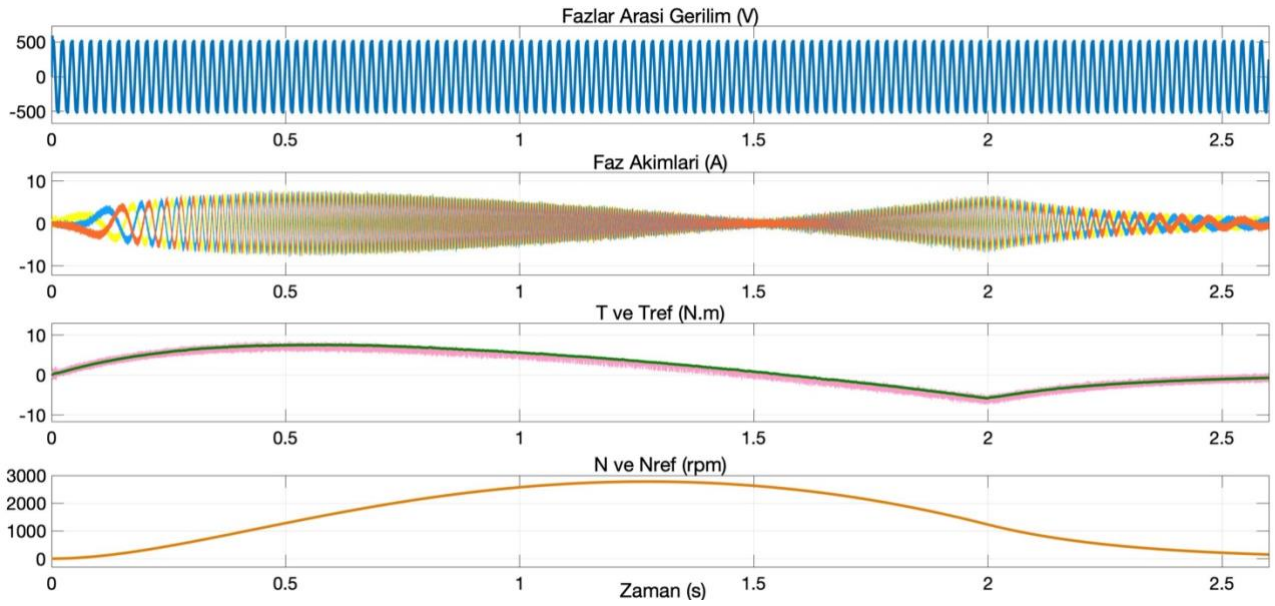


Şekil 6. KDPID kontrolör çıkış işaretlerinin değişimi.

Motor 1 ve Motor 2'ye ait grafikler şekil 7 ve 8'de sırasıyla verilmiştir.



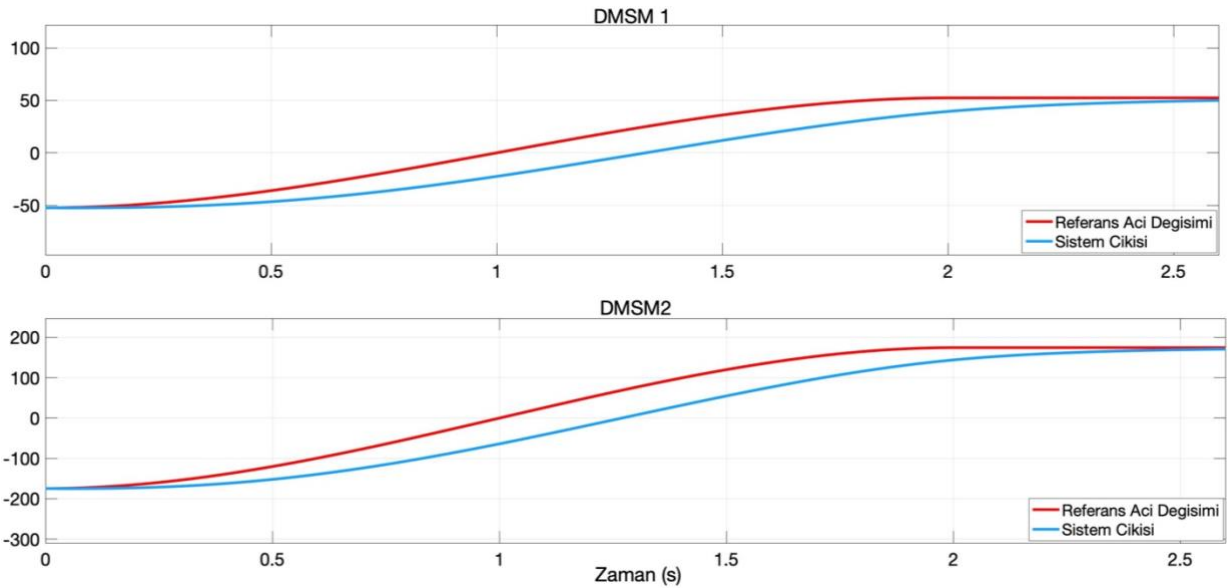
Şekil 7. Motor 1'e ait elektriksel ve mekanik büyüklüklerin değişimi.



Şekil 8. Motor 2'ye ait elektriksel ve mekanik büyüklüklerin değişimi.

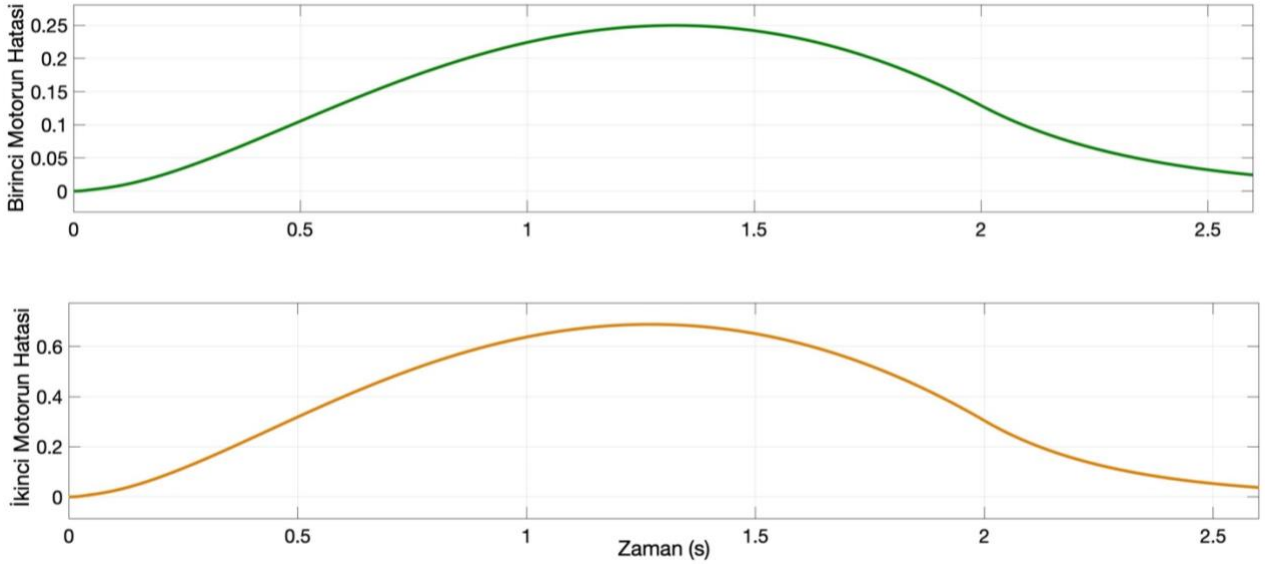
Hem motor 1'de hem de motor 2'de sonuçlar incelendiğinde momentin ve devir sayısındaki değişimin referans değişimi aynen takip ettiği gözlenmektedir. Devir sayısı referansın tamamen üstünde olduğu için görülmektedir. Moment ise bir miktar dalgalanmaktadır.

2DOFPID kontrolör kullanılarak elde edilen sonuçlar şekil 9 ile şekil 13 arasında görülmektedir. Burada  $K_P=4000$ ,  $K_D=3$ ,  $K_I=2$ ,  $N=100$   $c=4$  ve  $b=1.1$  olarak alınmıştır. Yine benzer şekilde ilk DMSM'nin  $-50^\circ$  ile  $+50^\circ$  arasında diğer DMSM ise  $-175^\circ$  ile  $+175^\circ$  arasında değiştirilmiştir. Böylece her iki kontrolör de aynı şartlarda çalıştırılmıştır. Her iki kontrolöründe parametreleri de aynıdır.



Şekil 9. Referans giriş çıkışın zamana göre değişimi.

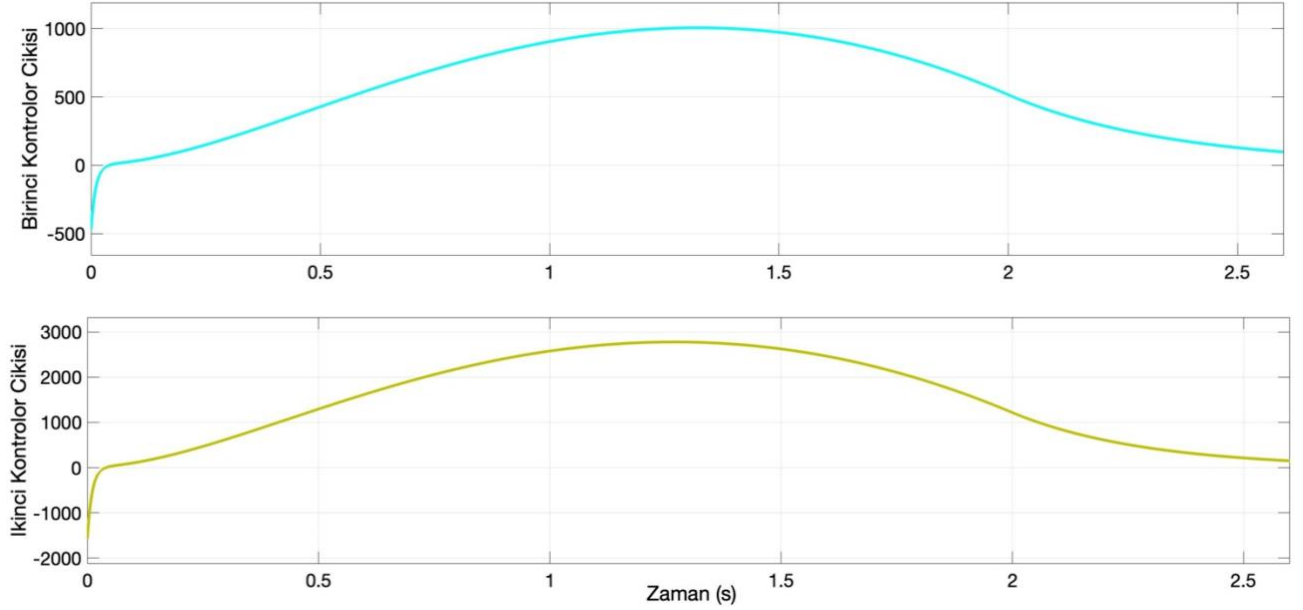
Şekil 9'da her iki motordaki açı değişiminin referans değişimi nasıl takip ettiği görülmektedir. Sistemde bir miktar hata bulunmaktadır. Hata değişimi şekil 10'daki gibidir.



**Şekil 10.** Her iki motorun referans açı değişiminde yaptığı pozisyon hatası.

Hata değeri birinci motorda 0 ile 0,24 arasında, ikinci motorda ise 0 ile 0,68 arasında değiştiği görülmektedir.

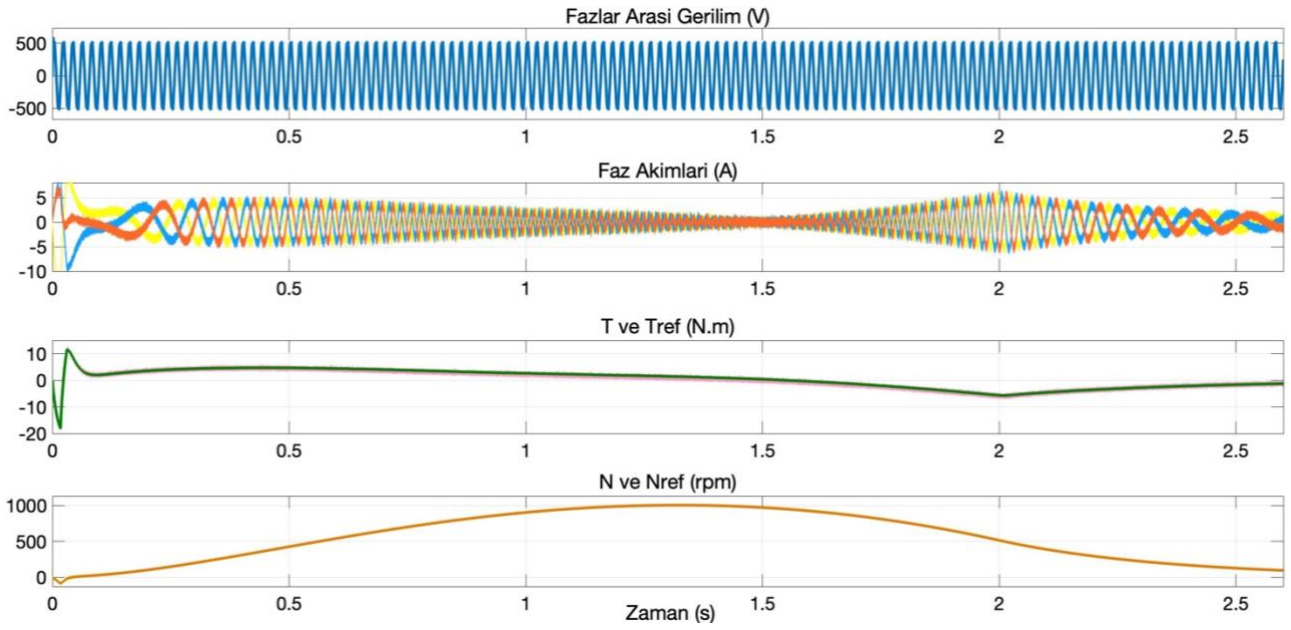
Şekil 11’de ise 2DOFPID kontrolör çıkış işaretleri görülmektedir.



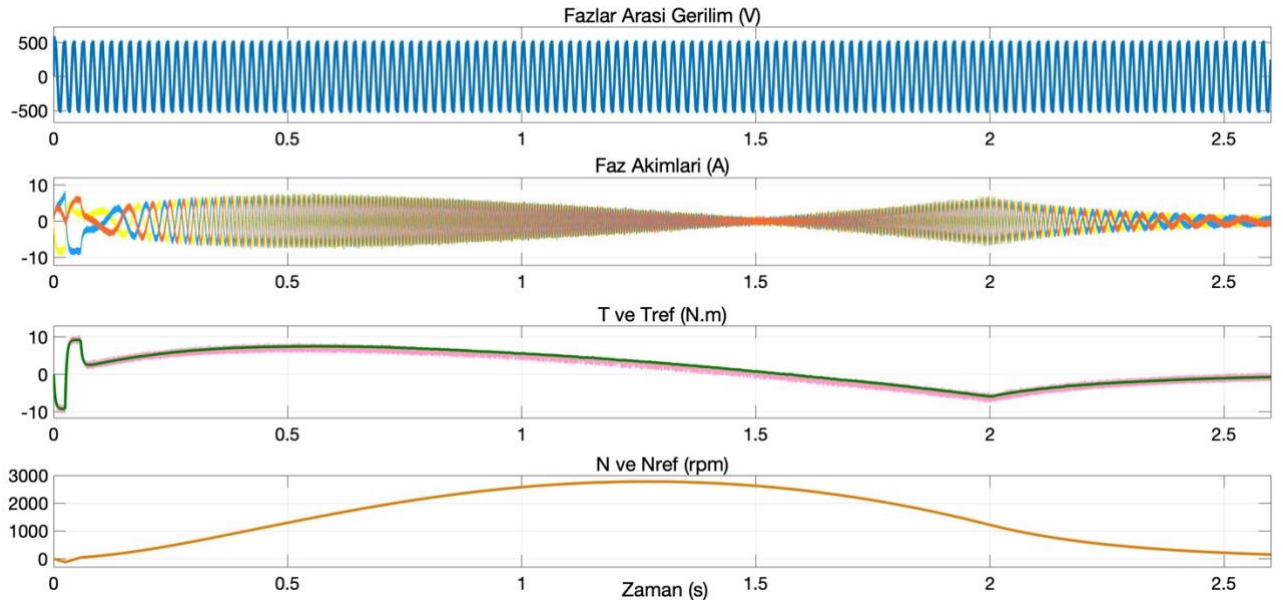
**Şekil 11.** 2DOFPID kontrolör çıkış işaretlerinin değişimi.

Motor 1 ve Motor 2’ye ait grafikler şekil 12 ve 13’te görülmektedir.





Şekil 12. Motor 1'e ait elektriksel ve mekanik büyüklüklerin değişimi.



Şekil 13. Motor 2'ye ait elektriksel ve mekanik büyüklüklerin değişimi.

Hem motor 1'de hem de motor 2'de sonuçlar incelendiğinde momentin ve devir sayısındaki değişimin referans değişimi aynen takip ettiği gözlenmektedir. KDPID kontrolörde olduğu gibi devir sayısı referansın tamamen üstünde olduğu için görülememektedir. Moment ise yine bir miktar dalgalanarak değişmektedir. Gerilim şebekeden beslendiği için dengeli ve düzgündür. Akım miktarı da referansın değişimine göre artmakta ya da azalmaktadır.



#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada iki eksenli bir robot kolda kullanılan DMSM'ların hem KDPID hem de 2DOFPID kullanılarak motor pozisyonlarının kontrol edilmeleri ve kontrolörlerin etkinliklerinin kıyaslanması anlatılmıştır.

Şekil 4'te KDPID kontrolörün ve şekil 9'da da 2DOFPID kontrolörün referansının değişimi ile sistem sonuçları görülmektedir. Bu iki grafik ve şekil 5 ve 10'da da hatanın değişim grafikleri ayrıntılı olarak incelendiğinde 2DOFPID kontrolörün referansı KDPID kontrolöre göre daha iyi takip ettiği gözlenmiştir. Hata grafiklerinde de azda olsa bir fark bulunmaktadır.

Motora ait diğer grafiklerde de motor momenti ve devir sayısındaki değişimin referans değişimleri takip edebildiği gözlenmiştir.

Bu sistemde kullanılan kontrolörler ile ilgili aşağıdaki durumlar gözetilebilir:

- Elde edilen KDPID ve 2DOFPID parametreleri önce Ziegler-Nichols metodu ile sonrada bunun üzerinden deneme-yanılma usulü ile belirlenmektedir. Bu hem zaman alan hem de garantisi olmayan bir metottur. Bu nedenle bu değerler farklı algoritmalar kullanılarak belirlenmeye çalışılabilir.
- Sistemde ister KDPID ister 2DOFPID kontrolör çeşidi olsun her bir benzetimde iki motor olduğu için iki adet kontrolör kullanılmalıdır. Bunların parametreleri aynı seçilmiştir. Farklı değerler seçilerek daha etkin sonuçlar elde edilebilir.
- Daha farklı tipte PID kontrolörler ya da daha gelişmiş kontrol yapıları kullanılarak daha iyi sonuçlar elde edilebilir.

#### Kaynaklar

- Alfaro, V. M. and Vilanova, R., (2012). Conversion Formulae and Performance Capabilities of Two-Degree-of-Freedom PID Control Algorithms. *Proceedings of 2012 IEEE 17th International Conference on Emerging Technologies & Factory Automation (ETFA 2012)* (pp. 1-6). Krakow, Poland. (doi: 10.1109/ETFA.2012.6489608)
- Ardiyanto, I. and Miura, J., (2012). Real-time Navigation Using Randomized Kinodynamic Planning with Arrival Time Field. *Robotics and Autonomous Systems*, 12, 455-459.
- Billard, A., Mirrazavi, S. and Figueroa, N., (2022). *Learning for Adaptive and Reactive Robot Control: A Dynamical Systems Approach*. England:MIT Press.
- Craig, J. J., (2022). *Robotiğe Giriş* (Çev. A. A. Adlı ve E. Akdoğan), Türkiye, Nobel Yayıncılık.
- Dorf, R. C. ve Bishop, R. H., (2020). *Modern Kontrol Sistemleri* (Çev. Ed. Ö. T. Altınöz), Türkiye:Nobel Akademik Yayıncılık.
- Ekrem, Ö., and Aksoy, B.,(2023). Engineering Applications of Artificial Intelligence Trajectory planning for a 6-axis robotic arm with particle swarm optimization algorithm, *Eng. Appl. Artif. Intell.* 122, 106099.
- Heong, K., Chong, G. and Li, Y., (2005). PID Control System Analysis, Design and Technology, *IEEE Transactions on Control Systems Technology*, 13 (4), 559-576.
- Karcı, H. ve Yangel, A., (2016). FPGA Tabanlı 4 Eksenli Mobil Robot Kolu Tasarımı ve Prototip Gerçeklenmesi. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 31(2), 295-302.

- Özçira, S., Bekiroğlu, N., Şenol, İ. ve Ayçiçek E., (2012). Sürekli Miknatıslı Senkron Motorlarda Doğrudan Moment Kontrolünün İncelenmesi, *EMO Bilimsel Dergi*, 2 (3), 1-6.
- Papapaschos, V., Bontarenko, E., Krimpenis, A.A. (2021). HydraX , a 3D printed robotic arm for Hybrid Manufacturing . Part II : Control , Calibration & Programming, *Procedia Manuf.* 5, 109–115.
- Qu, Y. and Cai, L., (2023). State-Dependent Finite-Time Controller Design and Its Applications to Positioning Control Task for Underactuated Unmanned Surface Vehicle. *Ocean Engineering*, 267,1-17.
- Salazar-Aquino, O., Pampamallco-Jara, J. and Rojas-Moreno, A. (2020). Position Control of a 2DOF Rotary Torsion Plant Using a 2DOF Fractional Order PID Controller, 2020 IEEE XXVII International Conference on Electronics, Electrical Engineering and Computing (INTERCON), Peru.
- Srincandan, S., Rath, S. and Pati, T. K., (2020). Sine Cosine Algorithm Optimized Two Degree of Freedom Based Cascade PID-PI Controller for Multi-Units Power System. ICREISG-2020, India.
- Subrata, R. H., Gozali, F. and Djuana, E., (2022). Computational and Intelligent Optimization Tuning Method for PID Controller. *Journal of Theoretical and Applied Information Technology*, 100(7), 2007-2017.
- Thomas, J. and Hansson, A., (2014). Enumerative Nonlinear Model Predictive Control for Linear Induction Motor Using Load Observer. *2014 UKACC International Conference on Control (373-377)*, United Kingdom.
- Vinagre, B.M., Monje, C.A., (2012). *Fractional-Order PID*. In: Vilanova, R., Visioli, A. (eds) *PID Control in the Third Millennium*. Advances in Industrial Control. Springer, London. [https://doi.org/10.1007/978-1-4471-2425-2\\_15](https://doi.org/10.1007/978-1-4471-2425-2_15)
- Zhu, D., Liu, L. and Liu, C., (2014). Optimal Fractional Order PID Control of Chaos in the Fractional-Order Buck Converter, *IEEE Conference on Industrial Electronics and Applications* (pp.787-791), China.

## Giresun'da Faaliyet Gösteren Çay İşletmelerinde İnovasyonun Önündeki Gizli Engellerin Çok Kriterli Karar Verme Yöntemleriyle Belirlenmesine Yönelik Bir Uygulama

Salih MEMİŞ<sup>1\*</sup>, Selçuk KORUCUK<sup>2</sup>

### Öz

Küreselleşmeyle beraber işletmelerin pazarlarda ayakta kalabilmesi ve rekabet avantajı elde etmesi zor bir duruma dönüşmüştür. Günümüz pazarlarında rekabet üstünlüğü elde etmede en önemli unsurlardan olan maliyet artık tek bir belirleyici unsur olmaktan çıkmıştır. Bu değişimler, işletmelerin fark oluşturan bir özelliği olan inovasyon faaliyetlerine yönelmesine sebebiyet vermiştir. İnovasyon, işletmelerin rekabet üstünlüğü elde etmesi, karlılığını artırması ve yeni ürünlerle pazarda yer alarak değer oluşturmada önemli bir araç haline gelmiştir. Özellikle tarım sektörünün günümüz ekonomik yapısında sürdürülebilir üretimin kaynağı Ar-Ge ve inovasyona bağlıdır. İşletmelerin, rekabet edebilmeleri için fark meydana getirmek ve yenilikçi olma koşulları eskiden ana koşul iken günümüzde işletmelerin hayatta kalabilmelerini sağlayacak olan bir temel zorunluluktur. Ancak inovasyona dair kurumsal yapıların içerisinde yönetim yardımı olmadan, serbest zaman ve kaynaktan yoksun projeler yalnızca fikir, en iyi ihtimalle de kısıtlı iyileştirme düzeyinde kalma tehlikesi bulunmaktadır. Bu sebeple işletmelerde inovasyon aşamasının başarılı bir biçimde uygulanarak yönetilebilmesi amacıyla bu aşamada meydana gelen kurumsal engelleri bertaraf etmek gerekir. Giresun ili özelinde çay işletmelerinde inovasyonun yaygınlaşmasının önündeki gizli engeller ortaya çıkarılmaya çalışılan bu çalışmada Çok Kriterli Karar Verme yöntemlerinden biri olan Bulanık AHP yöntemi kullanılmıştır. Bulanık AHP yöntemiyle yapılan araştırma sonucunda çay işletmelerinde inovasyonun önündeki gizli engellerden en yüksek ağırlığa sahip kriter "Nitelikli Personel ve Teknik Deneyim Yetersizliği" olmuştur. Diğer taraftan çay işletmelerinde inovasyonun önündeki gizli engeller için en az ağırlığa sahip olan faktörün ise "İnovasyona Bakış Açısı (Riskli Görme)" olduğu tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** İnovasyon, Gizli Engeller, Çay İşletmeleri, Bulanık AHP Yöntemi.

## An Application Aimed at Determining the Hidden Obstacles in Front of Innovation in Tea Enterprises Operating in Giresun with Multi-Criteria Decision-Making Methods

### Abstract

With globalization, it has become a difficult situation for enterprises to survive in the Sundays and gain a competitive advantage. Cost, which is one of the most important factors in achieving competitive advantage in today's Sundays, has ceased to be a single determining factor. These changes have caused businesses to turn to innovation activities, which is a feature that makes a difference. Innovation has become an important tool for enterprises to achieve competitive advantage, increase profitability and create value by taking part in the Sunday with new products. Decently, the source of sustainable production in today's economic structure of the agricultural sector depends on R&D and innovation. In order for enterprises to compete, creating a difference and innovative conditions were the main conditions in the past, but today it is a basic necessity that will ensure the survival of enterprises. However, within the corporate structures related to innovation, there is a danger that projects lacking free time and resources will only remain at the level of ideas and, at best, limited improvement without the help of management. For this reason, in order for the innovation phase to be successfully implemented and managed in enterprises, it is necessary to eliminate the institutional obstacles that occur at this stage. In this study, which attempts to reveal the hidden obstacles to the spread of innovation in tea enterprises in Giresun province, the Fuzzy AHP method, one of the Multi-Criteria Decision-Making methods, was used. As a result of the research conducted using the fuzzy AHP method, the criterion with the highest weight among the hidden obstacles to innovation in tea enterprises was "Lack of Qualified Personnel and Technical Experience". On the other hand, it has been determined that the factor that has the least weight for hidden obstacles to innovation in tea enterprises is the "Perspective on Innovation (Risky Vision)".

**Keywords:** Innovation, Hidden Obstacles, Tea Enterprises, Fuzzy AHP Method.

<sup>1</sup>Giresun Üniversitesi, Bulancak Kadir Karabaş UBYO, Lojistik Yönetimi Bölümü, Giresun, Türkiye, [salih.memis@giresun.edu.tr](mailto:salih.memis@giresun.edu.tr)

<sup>2</sup>Giresun Üniversitesi, Bulancak Kadir Karabaş UBYO, Lojistik Yönetimi Bölümü, Giresun, Türkiye, [selcuk.korucuk@giresun.edu.tr](mailto:selcuk.korucuk@giresun.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-1345-3618>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-2471-1950>

## 1. Giriş

Küreselleşen dünya düzeninde teknolojinin de hızlı bir biçimde gelişmesiyle beraber işletmeler arasında rekabet daha da artmaya başlamıştır. Bu rekabet koşullarında, işletmelerin, varlıkları sürdürebilme ve büyüebilmeleri için AR-GE ve inovasyon faaliyetlerini gerçekleştirmeleri gerekmektedir. Günümüzde inovasyon olgusu sürdürülebilir bir büyüme aracı olarak ifade edilmekte ve işletmelere yeni iş olanakları sunarak, dinamik ve üretken bir çalışma alanı oluşturmaktadır.

İnovasyon, yeni girişimcilik fikri ya da bilgilerinin doğuşundan, imalat sürecine aktarılmasına ve tüketicilere arz edilmesine kadar geçen dinamik bir döngü olarak ifade edilebilir (Aygören, 2011: 8). Dolayısı ile inovasyon sürecinde ekonomik ya da sosyal değer oluşturan yenilikler söz konusudur (Erkek, 2017: 13).

İnovasyon, bireysel ve toplumsal ihtiyaçların (sağlık, dinlenme, çalışma gibi) optimum koşullarda oluşturulmasını sağlamaktadır. Yürütülen her bir girişim faaliyeti bir yenilik meydana getirmeyi hedefleyerek oluşturulmaktadır. Yürütülen tüm girişim faaliyetlerinin piyasalardaki rekabet koşullarını devam ettirebilmek adına her zaman yenilenme gayreti içerisinde bulunmalarına gereksinimi vardır. İnovasyon ile ilgili yapılan ifadeler ülkeler içerisinde geçerli olmaktadır. Ülkelerin ekonomik açıdan gelişmeleri, rekabet güçleri ve istihdam imkanlarının sürdürülebilir bir duruma dönüştürülebilmesi için yeni fikirleri hızlı bir şekilde ticari bir başarıya dönüştürmeleri gerekir (Göker, 2001).

Toplumların hayat standardı ile refah seviyesi, rekabet alanı artmasıyla yükselmekte, rekabet alanının meydana getirilebilmesi için ise imalat oranlarının artırılması gerekmektedir. Bu açıdan üretkenlik oranını artıran en önemli kavramlardan biri inovasyondur. Bu nedenle, inovasyon ülkeler açısından ekonomik gelişme ve ilerlemenin, artan istihdam ve yaşam standartlarının iyileştirilmesinin önemli bir aracıdır. Bir ülkenin kaynaklarının ürün ve hizmetlere dönüştürülerek bu ürün ve hizmetlerden ekonomik getiri sağlanması yalnızca bu şekilde mümkün olabilmektedir. İnovasyon ile birlikte toplum, aynı kaynaktan daha fazla kazanımlar elde edebilmektedir. Bununla birlikte inovasyon sadece ekonomik değil, aynı zamanda toplumsal bir düzeni de ifade etmektedir (Elçi, 2007: 31).

İşletmelerin inovasyon faaliyetlerinin önünde türlü engeller söz konusudur. Temel olarak bu engelleri; örgütsel engeller, bireysel engeller ve diğer engeller şeklinde temel olarak üç başlık etrafında ele almak mümkündür. (Durna, 2002: 145-151). *Örgütsel Engeller:* Yöneticiler bakımından ele alındığında işletmede yürütülecek herhangi bir yeniliğin yerine eğitim faaliyetleri, promosyon v.b. yenilik haricindeki aktiviteleri yürütmek tercih edilmektedir. Bu sebeple yenilik faaliyetlerine olan eğilim bir derece engellenmiş olmaktadır. *Bireysel Engeller:* Teknolojik gelişimle beraber işgücüne olan gereksinim düşmeye başlamıştır. İşgücünün çalışma saatlerindeki düşüş ücretlere de yansıtacağı

düşüncesine kapılmalarına neden olabilir. Bu nedenle yürütülecek bazı yenilik çalışmalarına karşı çalışanlar da direnç gösterebilmektedirler. *Diğer Engeller:* İşletmelerde inovasyon faaliyetlerinin önünde olan diğer engeller; istihdam, pazar ve finansmanda yaşanan güçlükler olarak ifade edilmektedir. İşletmelerin gereksinimi olduğu fonların elde edilmesindeki zorluklar, işletmelerin inovasyon faaliyetleri yürütmesini engelleyen en önemli unsurlardan birisidir.

Bu kapsamda yazarları, ele alınan problemi araştırmaya iten birçok sebep bulunmaktadır. İnovasyonun önündeki engellerden ötürü ilgili uygulamalar önemli bir kavram olarak karşımıza çıkmaktadır. Başvurulan karar vericilerin tecrübesi, uzmanlığı ve bilgisi doğrultusunda ilgili konu gerçek hayatta yararlanıcılara ve topluma ciddi kazanımlar sunmaktadır. İşletmelerin İnovasyon çabaları, bakış açıları uygulama engelleri ile işletme stratejileri arasında yeni bir ilişkiyi ortaya çıkarmış yeni modellemelere imkân sunmuştur.

Öte yandan çalışma işletmeleri İnovasyon uygulamalarındaki gizli engeller noktasında öz değerlendirme yapmalarına olanak sağlayacak bir model oluşturmaya imkân sunmasından dolayı çalışma değerlidir.

Çay işletmelerinde İnovasyon önündeki gizli engellere dikkat çekme ve maliyet avantajı sağlama hususlarına yardımcı olacak bir yol haritası niteliğinde olan çalışma, ilgili sektördeki işletmelerde İnovasyon uygulamaları ile bunların ne ölçüde yansıtılabildiğini de incelemektedir. Böylelikle çalışma, çay işletme sektörü için İnovasyon uygulama sürecine ilişkin pratik bir yol haritası sunmaktadır.

Çalışmanın başka bir teorik ve pratik önemi olarak, mevcut belirsizliklerle başa çıkabilen sağlam, güçlü ve uygulanabilir bir karar verme modeli önerilmesi amaçlanmaktadır. Dolayısıyla çay sektörü için ilgili karar verme probleminin kalıcı olarak çözümüne katkıda bulunmanın yanı sıra, çalışmada kullanılan yöntemin avantajlarını kullanarak literatürde var olan teorik boşlukları doldurmak için güçlü ve sağlam bir metodolojik çerçeve sunulması hedeflenmiştir.

Bu çalışmada Giresun ilindeki çay işletmeleri için inovasyon uygulamalarının önündeki gizli engellere sebep olan faktörlerin sıralanması hedeflenmiştir. Buna yönelik olarak literatürden elde edilen unsurlar, Çok Kriterli Karar Verme yöntemlerinden Bulanık AHP yöntemiyle değerlendirilmiştir.

Çalışmanın ilerleyen bölümlerinde sırasıyla; inovasyon soruları ve engelleri ile alakalı literatür taramasına yer verilerek, çalışmanın yöntemini meydana getiren Bulanık AHP'nin teorik açıklamaları ortaya konulmuştur. Yöntemin Giresun ilinde uygulanması gerçekleştirilerek bulgular hakkında bilgiler sunulmuştur. Bunu takiben sonuç, çalışmanın kısıtları ve geleceğe dair yapılabilecek çalışmalar ile ilgili tavsiyeler sunulularak çalışma sonlandırılmıştır.

## 2. Literatür Taraması

Günümüzde rekabet koşullarının giderek artması ile tüketicilerin taleplerinde yaşanan değişimler in yaşanması gerek işletmeleri gerekse de araştırmacıların inovasyon faaliyetleri yürütmelerinin önemini her geçen gün artırmaktadır. Bu doğrultuda inovasyon karşısında yaşanan engeller konusunda yapılan çalışmalardan bazıları aşağıda sunulmuştur.

Reynolds ve Hristov (2009) Birleşik Krallık'ta perakende sektöründe faaliyet gösteren firmalar üzerinde inovasyon üzerindeki engelleri saptamak için yaptıkları araştırma sonucunda, düşük düzeyde algılanan indirimler, stratejik konularda yardımcı olmak için üniversitelere olan güven düşüklüğü ve ekonomik koşulların bir takım maliyet ve piyasa faktörlerini olumsuz yönde etkilemesinin inovasyon faaliyetleri üzerinde en önemli engeller olduğu tespit edilmiştir.

Xie vd. (2010) Çin'de imalat sektöründe faaliyet gösteren 188 KOBİ'ye yönelik yaptıkları inovasyondaki engelleri araştırmaya yönelik çalışmalarında teknik uzman eksikliğinin en önemli engel olduğu sonucuna varmışlardır.

Demirbaş vd. (2011) Türkiye'de KOBİ'lere yönelik yaptıkları çalışmada devletin araştırma ve geliştirme politikası eksikliğinin en büyük inovasyon engeli olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca uygun finansman ve beceri kaynaklarının eksikliği de diğer inovasyonu engelleyen faktörler olarak belirtilmiştir.

Tekin ve Durna (2012) çalışmalarında otel işletmelerindeki yenilik yönetimi faaliyetlerinde üst kademe yöneticilerinin bakış açıları ele alınmıştır. Araştırmanın sonucunda otel işletmelerinde yenilik kararlarının meydana getirilmesinde büyük çoğunlukla otel işletmesi sahibi ve yönetim kurulu başta olmak üzere işletme yöneticilerinin etkili olduğu tespit edilmiştir.

Najda-Janoszka ve Kopera (2014) çalışmalarında küçük ve büyük turizm işletimlerinde inovasyon faaliyetinin gerçekleştirmesindeki engelleri ortaya çıkarmaya çalışmışlardır. Araştırma sonucunda yeniliğin önündeki en büyük engelin işletmeler tarafından yenilik faaliyetlerini kabul etmeme olduğu saptanmıştır.

Avila vd. (2017) yükseköğretim bağlamında yenilik ve sürdürülebilirlik arasındaki bağlantı ile yenilik ve sürdürülebilir kalkınmanın önündeki temel engelleri araştırmak amacıyla farklı kıtalardaki ülkelerden 172 üniversiteden 301 uzman görüşlerinden oluşan bir çalışma yapmışlardır. Araştırma sonucu farklı coğrafi bölgelerde inovasyon üzerinde benzer engellerin olduğu tespit edilmiş özellikle yöneticilerin inovasyon faaliyetlerine yönelik istekliliği ve geleceğe dair planlama yapacak karar vericilerin vizyon eksikliği en önemli engeller olarak belirlenmiştir.

Das vd. (2018) finans sektöründe inovasyon proje performansı etkileyen iç engellerini belirlemek amacıyla yaptıkları araştırmada; yeni fikirlerden yararlanma eksikliği, yerel sistemin

neden olduğu problemler, destekleyici olmayan bir organizasyon yapısı, riskten kaçınmaya çok fazla odaklanma, temel araştırma ve geliştirme eksikliği ile icat edememe sendromu olduğu belirtilmiştir

Erdal ve Korucuk, (2018) çalışmalarında inovasyon amaçlarının önceliklerini belirlemeye çalışmışlardır. Yaptıkları çalışmada elde edilen sonuçlar TÜİK tarafından 2010-2012 yılları arasında gerçekleştirilen Yenilik Araştırması sonuçları ile karşılaştırılmıştır.

Çınar vd. (2019) kamu sektörünün yenilik sürecinin önündeki engellerin incelenmesine yönelik yaptıkları çalışmada kamusal alandaki engellere ilişkin ampirik literatürü sistematik olarak incelemişlerdir.

Memiş ve Korucuk (2019) Giresun İl'inde 10 ve üzeri çalışanı olan gıda işletmelerinde inovasyon çeşitlerinin önceliklendirilerek en ideal işletme seçiminin tespit edilmesini amaçlamışlardır. Yapılan araştırma sonucunda gıda işletmelerinde ürün çeşitlerinin en önemlisinin hizmet inovasyonu olduğu saptanmıştır.

Chuang vd. (2019) akademik kütüphanelerdeki inovasyon engellerini belirleyebilmek amacıyla literatür taramasına dayalı yaptıkları çalışmada, akademik kütüphanelerin karşılaştığı iki özel engel tipi olan çevresel ve organizasyonel engelleri tanımlamışlardır.

Cinar vd. (2021) kamu sektöründe inovasyon engellerini tespit edebilmek amacıyla İtalya, Japonya ve Türkiye'den 99 vaka üzerinden gerçekleştirdikleri araştırma sonucunda ülkelerde farklı engellerin inovasyon üzerinde etkili olduğu saptanmıştır.

Huang vd. (2021) Tayvan'da tekstil endüstrisindeki inovasyonun önündeki engelleri belirleyebilmek için yaptıkları çalışmada inovasyon üzerinde baskın engeller; geri dönüştürülmüş tekstil ürünlerine yönelik düşük müşteri talebi, başarılı döngüsel iş modellerinin eksikliği, tedarik zinciri paydaşları arasında işbirlikçi inovasyonun zorluğu, yüksek kaliteli geri dönüşüm malzemelerinin olmaması ve yüksek maliyetler olarak tespit edilmiştir.

Radicic (2021) inovasyonun önündeki engellerin firmaların eğilimleri üzerindeki etkilerini analiz etmek amacıyla yaptığı çalışmada finansal, bilgi ve rekabet faktörlerinin en önemli engeller olduğu belirtilmiştir.

Emiroğlu (2022) Kırsal turizm işletmelerinde İnovasyon önündeki engelleri incelemiştir. Kırsal turizm işletmelerinin yeniliği önünde engel teşkil eden konular olarak iş birliği, kalifiye personel eksikliği gibi İnovasyon önündeki engelleri araştırmıştır.

Yapılan literatür taramasında inovasyonun önündeki gizli engellerin incelenmesine yönelik başka bir çalışmaya rastlanılmamış olması çalışmayı önemli hale getirmektedir. Ayrıca kullanılan yöntem ve çalışmanın konu alındığı İl itibarıyla de başka bir çalışmanın olmaması da çalışmayı diğer çalışmalardan farklı kılmakta ve literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

### 3. Bulanık Analitik Hiyerarşi Prosesi

1977 yılında Thomas L. Saaty geliştirilen AHP, matematiksel bir teori olup ölçme ve karar verme için kullanılan bir yöntemdir (Saaty ve Niemira, 2006 ve Korucuk, 2018). AHP yönteminin zayıf yönlerinden biri karşılaştırma yapılırken tek ve kesin bir sayısal değer alması ve belli bir aralıkta kalan değerleri alamamasıdır. İşte bu dezavantajı gidermek maksadıyla belirsizlik ve subjektifliğin olduğu durumda bulanıklığı probleme dahil eden ve belli bir aralıktaki sayısal değerlerin karar vericiler tarafından verilebileceğini ortaya koyan bir yöntemdir. Uzman kişilerce yapılan ikili karşılaştırmalara ilişkin yargılar sözel olarak ifade edildiğinde bu sözel belirsizliği ortadan kaldırmak maksadıyla Bulanık AHP yöntemi kullanılmıştır (Topel, 2006).

Sezen Akar ve Çakar (2016) göre Bulanık AHP Yöntemi Chang tarafından 1996'da geliştirilen, ikili karşılaştırmalar için genişletilmiş analiz yöntemi üçgensel bulanık sayıları kullanarak karşılaştırma olanağı sunmakta olduğunu ifade etmiştir.

Bulanık AHP Yöntemi, sosyal, ekonomik ve yönetim bilimleri gibi çeşitli alanlardaki yapılandırılmamış problemleri modellemede kullanılan iyi bilinen bir analitik araç olan Saaty'nin AHP yönteminden geliştirilen ileri bir analitik teknik olarak düşünülebilir (Sheu, 2004).

Bulanık AHP, karar alıcının belirsizliğini hesaba katmak için tam değer yerine bir aralıkta yer alan değerleri kullanmaktadır (Kahraman, 2008).

Organ ve Kenger (2018) göre Bulanık AHP yaklaşımı kesin değerlerle çalışmak yerine belirli aralıklardaki değerlerle yargıda bulunmaya olanak sağladığı için karar vericiler açısından da oldukça etkili bir yöntemdir. Karar vericiler kriter ve alternatifleri değerlendirdiklerinde kesin sayıların yanında doğal dilsel vurguları da kullanırlar. Bu sebeple, bulanık AHP yöntemi etkileyici bir şekilde insan düşüncelerine ve algılarına benzemektedir. Bu nedenle de birçok farklı araştırmacı tarafından sistematik olarak kullanılmıştır.

Bu kapsamda Buckley'in Klasik AHP seçim skalasının, bulanık üçgensel sayılarla ifade edilme değerleri aşağıdaki Tablo1'de verilmiştir.

**Tablo 1.** Üçgensel Bulanık Sayı Tablosu

Gerçek Sayı	Üçgensel Bulanık Sayı	Üçgensel Bulanık Sayıların Tersisi
1	(1,1,1)	(1,1,1)
2	(1,2,3)	(1/3,1/2,1)
3	(2,3,4)	(1/4,1/3,1/2)
4	(3,4,5)	(1/5,1/4,1/3)
5	(4,5,6)	(1/6,1/5,1/4)
6	(5,6,7)	(1/7,1/6,1/5)
7	(6,7,8)	(1/8,1/7,1/6)
8	(7,8,9)	(1/9,1/8,1/7)
9	(8,9,9)	(1/9,1/9,1/8)

**Kaynak;** (Chan ve Kumar, 2007; akt; Aydın, ve Çağıl, (2020).



Bulanık AHP tekniğine ilişkin işlem adımları aşağıda belirtilmiştir (Chang, 1996; Akman ve Alkan, 2006).

$X = \{X_1, X_2, \dots, X_n\}$ , bir nesnelere kümesi ve  $U = \{U_1, U_2, \dots, U_n\}$ , amaç kümesi olduğunu düşünelim. Genişletilmiş analiz yöntemine göre her bir nesne bir amacı gerçekleştirmekte ve böylece  $m$  tane analiz değeri elde edilmiş olur.  $M = M_{g_i}^1, M_{g_i}^2, \dots, M_{g_i}^m$   $i = \{1, 2, \dots, n\}$  olarak ifade edilir. Bu değerler üçgensel bulanık sayıya karşılık gelmektedir.

**Aşama 1:** Nesne için bulanık büyüklük değeri aşağıda verilen formül ile hesaplanır.

$$S_i = \sum_{j=1}^m M_{g_i}^j \otimes \left[ \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m M_{g_i}^j \right]^{-1} \quad (1)$$

Buradaki  $\sum_{j=1}^m M_{g_i}^j$  değerine ulaşmak maksadıyla  $m$  adet genişletilmiş analiz değeri için bulanık toplama işlemi uygulanarak matris elde edilir.

$$\sum_{j=1}^m M_{g_i}^j = (\sum_{j=1}^m l_j, \sum_{j=1}^m m_j, \sum_{j=1}^m u_j) \quad (2)$$

$$\left[ \sum_{j=1}^m M_{g_i}^j \right]^{-1} = \left( \frac{1}{\sum_{i=1}^n u_i}, \frac{1}{\sum_{i=1}^n m_i}, \frac{1}{\sum_{i=1}^n l_i} \right) \quad (3)$$

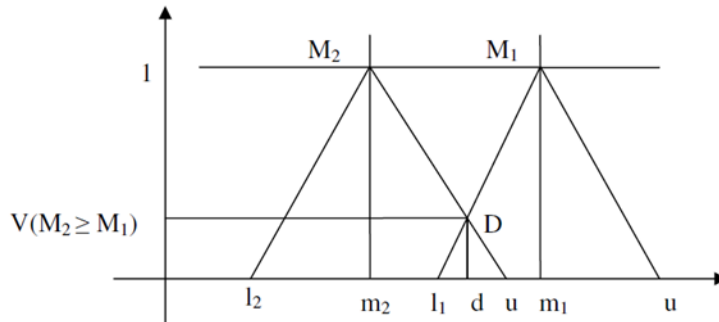
**Aşama 2:** Chang'ın önerdiği yöntem, elde edilen sentez değerlerinin karşılaştırılması ve bu karşılaştırma değerlerinden ağırlık değerlerinin elde edilmesi esasına dayanmaktadır (Öztürk vd., 2008).

$M_2 = (l_2, m_2, u_2)$  –  $M_1 = (l_1, m_1, u_1)$ 'nin olabilirlik derecesi aşağıdaki işlemler ile hesaplanır.

$$V(M_2 \geq M_1) = \sup [\min U_{M_1}(x), U_{M_2}(y)] \quad (4)$$

$$V(M_2 \geq M_1) = \text{hgt}(M_1 \cap M_2) = U_{M_2}(d) \begin{cases} 1, & \text{eğer } m_2 \geq m_1 \\ 0, & \text{eğer } l_2 \geq u_2 \\ \frac{l_1 - u_2}{(m_1 - u_2) - (m_1 - l_1)}, & \text{diğer} \end{cases} \quad (5)$$

Denk olarak  $V(M_2 \geq M_1)$ 'i,  $U_{M_1}$  ve  $U_{M_2}$  arasında maksimum kesişim noktası  $D$ 'nin ordinat noktası olacak şekilde aşağıda gibi gösterilir.



Şekil 1: Üçgensel Sayı Ordinatları

**Kaynak:** Güner, (2005)

M1 ve M2 arasında mukayese yapılabilmesinde  $V(M2 \geq M1)$  ve  $V(M1 \geq M2)$  iki deęerin de saęlanması önemlidir.

**Ařama 3:** Konveks bir bulanık sayının k adet bulanık sayıdan  $M_i$  ( $i=1, 2, \dots, k$ ) büyük olabilirlik derecesi řu řekildedir;

$$V(M \geq M_1, M_2, \dots, M_k) = V [ (M \geq M_1) \text{ ve } (M \geq M_2) \text{ ve } \dots \text{ ve } (M \geq M_k) ]$$

$$= \min V(M \geq M_i), i = 1, 2, \dots, k$$

$$d'(A_i) = \min V(S_i \geq S_k), \text{ olduęu farzedilsin. } k = 1, 2, \dots, n; k \neq i \text{ için aęırlık vektörü}$$

$$W' = (d'(A_1), d'(A_2), \dots, d'(A_n))^T \text{ Burada } A_i (i = 1, 2, \dots, n)$$

**Ařama 4:** Normalizasyon ile normalize edilmiř aęırlık vektörü W elde edilir. Burada W bulanık sayı deęildir.

$$W = (d(A_1), d(A_2), \dots, d(A_n))^T$$

## 4. Uygulama

Bu bölümde öncelikli olarak inovasyon önündeki gizli engellere iliřkin açıklamalara yer verilmiřtir.

### 4.1. Çalışmada Kullanılan Kriterler

Çay iřletmelerinde genel anlamda inovasyon önündeki gizli engeller dikkate alınarak çalışmada kullanılacak olan kriterler belirlenmiřtir. Bu noktada ayrıntılı literatür taraması ile 9 kriter tespit edilmiřtir. Belirlenen kriterler ařaęıdaki Tablo 2. de açıklanmıřtır.

**Tablo 2.** Karar Kriterleri Tablosu

	Kriterler	Kaynak
K1	İnovasyona Bakıř Açıřı (Riskli Görme)	Avila vd. (2017) ,Das vd. (2018) ,Çınar vd. (2019)
K2	İnovasyona Yeterli Zaman Ayrılmaması	Avila vd. (2017)
K3	Yönetim Anlayıřının İnovasyonu Ödüllendirici ve Teřvik Edici Yapıda Olmaması	Demirbař vd. (2011), Das vd. (2018)
K4	Örgütlerde İnovasyon Yönelik Yeterli Kaynak Olmaması	Huang vd. (2021), Radicic (2021)
K5	Yönetimlerin İnovasyon Anlayıřını Hızlı Tüketmesi	Uzman Görüřü
K6	Örgütlerde İnovasyon Vizyon Eksiklięi	Avila vd. (2017)
K7	İnovatif Ürünlere Yönelik Talep Yetersizlięi	Huang vd. (2021)
K8	Nitelikli Personel ve Teknik Deneyim Yetersizlięi	Xie vd. (2010)
K9	Çevresel Engeller (Devlet Kanunları, Rekabet Ölçümleri)	Chuang vd. (2019), Cınar vd.(2021)

#### 4.2. Kriterlerin Bulanık AHP Yöntemi ile Ağırlıklandırılması

Bulanık AHP yönteminden faydalanılan bu aşamada kriterlerin değerlendirilmesi amacıyla anket oluşturulmuştur. Konunun paydaşları olan çay işletme yöneticilerine (4), ve Akademisyenlere (1) olmak üzere toplam 5 uzmana anket sunulmuştur. Bu kapsamda Bulanık AHP yöntemi uygulama adımları aşağıdaki tablolarda sunulmuştur. Tablo 3. de ise çalışmanın Üçgensel Bulanık İkili Karşılaştırma Matrisi tablosu verilmiştir.

**Tablo 3.** Üçgensel Bulanık İkili Karşılaştırma Matrisi

	K1	K2	K3	K4	K5	K6	K7	K8	K9
K1	K (1,1,1)	(5,6,7)	(4,5,6)	(6,7,8)	(4,5,6)	(3,4,5)	(2,3,4)	(2,3,4)	(1/5,1/4,1/3)
K2	K (1/7,1/6,1/5)	(1,1,1)	(3,4,5)	(2,3,4)	(6,7,8)	(5,6,7)	(1/6,1/5,1/4)	(2,3,4)	(3,4,5)
K3	K (1/6,1/5,1/4)	(1/5,1/4,1/3)	(1,1,1)	(3,4,5)	(4,5,6)	(3,4,5)	(2,3,4)	(1/3,1/2,1/1)	(1/3,1/2,1/1)
K4	K (1/8,1/7,1/6)	(1/4,1/3,1/2)	(1/5,1/4,1/3)	(1,1,1)	(5,6,7)	(4,5,6)	(4,5,6)	(5,6,7)	(2,3,4)
K5	K (1/6,1/5,1/4)	(1/8,1/7,1/6)	(1,6/1,5,1/4)	(1,7,1/6,1/5)	(1,1,1)	(5,6,7)	(4,5,6)	(3,4,5)	(1/3,1/2,1/1)
K6	K (1/5,1/4,1/3)	(1/7,1/6,1/5)	(1/5,1/4,1/3)	(1/6,1/5,1/4)	(1/7,1/6,1/5)	(1,1,1)	(4,5,6)	(4,5,6)	(1,2,3)
K7	K (1/4,1/3,1/2)	(4,5,6)	(1/4,1/3,1/2)	(1/6,1/5,1/4)	(1/6,1/5,1/4)	(1/6,1/5,1/4)	(1,1,1)	(2,3,4)	(1/3,1/2,1/1)
K8	K (1/4,1/3,1/2)	(1/4,1/3,1/2)	(1,2,3)	(1/7,1/6,1/5)	(1/5,1/4,1/3)	(1/6,1/5,1/5)	(1/4,1/3,1/2)	(1,1,1)	(3,4,5)
K9	K (3,4,5)	(1/5,1/4,1/3)	(1,2,3)	(1/4,1/3,1/2)	(1,2,3)	(1/3,1/2,1/1)	(1,2,3)	(1/5,1/4,1/3)	(1,1,1)

Aşağıda verilen Tablo.4’de ise Bulanık Geometrik Ortalama Matrisi verilmiştir.

**Tablo 4.** Bulanık Geometrik Ortalama Matris Tablosu

	<i>Fj Bulanık Geometrik Ortalama</i>		
K1	0,590	0,580	0,460
K2	0,697	0,555	0,501
K3	1,158	0,980	0,794
K4	0,836	0,793	0,555
K5	1,670	1,375	1,097
K6	1,928	1,569	1,266
K7	2,217	1,745	1,301
K8	2,545	1,760	1,661
K9	1,668	1,020	0,800

Bu aşamadan sonra Bulanık Ağırlık Ortalama matrisi hesaplanarak aşağıdaki Tablo 5.de sunulmuştur.

**Tablo 5.** Bulanık Ağırlık Ortalama matrisi Tablosu

$W_j$	$l_i$	$m_i$	$u_i$
K1	0,044	0,056	0,055
K2	0,052	0,054	0,060
K3	0,087	0,095	0,095
K4	0,063	0,076	0,066
K5	0,124	0,133	0,121
K6	0,145	0,151	0,151
K7	0,167	0,168	0,155
K8	0,191	0,170	0,198
K9	0,125	0,098	0,095

Tablo 6. da ise kriterlerin normalize değerleri verilerek sıralamıştır.

**Tablo 6.** Bulanım AHP Ağırlık Değerleri ve Sıralama Tablosu

	<b>K1</b>	<b>K2</b>	<b>K3</b>	<b>K4</b>	<b>K5</b>	<b>K6</b>	<b>K7</b>	<b>K8</b>	<b>K9</b>
<b>Wj</b>	0,052	0,055	0,092	0,068	0,128	0,149	0,163	0,186	0,106
<b>Sıralama</b>	9	8	6	7	4	3	2	1	5

Tablo 6'dan faydalanarak Bulanık AHP yöntemine göre Giresun'da faaliyet gösteren çay işletmelerinde inovasyonun önündeki gizli engellerden en yüksek ağırlığa sahip kriter “Nitelikli Personel ve Teknik Deneyim Yetersizliği (**K8**)” olmuştur. Diğer önemli unsurların ise sırasıyla “İnovatif Ürünlere Yönelik Talep Yetersizliği (**K7**)”, “Örgütlerde İnovasyon Vizyon Eksikliği (**K6**)”, “Yönetimlerin İnovasyon Anlayışını Hızlı Tüketmesi (**K3**)” ve “Çevresel Engeller (Devlet Kanunları, Rekabet Ölçümleri) (**K9**)” olduğu tespit edilmiştir. Öte yandan çay işletmelerinde inovasyonun önündeki gizli engeller için en az ağırlığa sahip olan faktörün ise “İnovasyona Bakış Açısı (Riskli Görme) (**K1**)” olduğu belirlenmiştir. Diğer en az ağırlığa sahip kriterlerin ise sırasıyla “İnovasyona Yeterli Zaman Ayrılmaması (**K2**)”, “Örgütlerde İnovasyon Yönelik Yeterli Kaynak Olmaması (**K4**)” ile “Yönetim Anlayışının İnovasyonu Ödüllendirici ve Teşvik Edici Yapıda Olmaması (**K3**)” olduğu görülmüştür.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Dünya üzerinde atmakta olan rekabete bağlı olarak işletmelerin inovasyon olgusuna olan ilgisi de git gide artmaktadır. Bilgi birikiminin süratle arttığı, mevcut bilgi donanımının süratle eskidiği günümüzde koşullarında bilgi üretecek sistemlerin geliştirilmesi iktisadi bakımdan geleceğin hızla vazgeçilmez ögesi durumuna dönüşmüştür. İnsanlık tarihi süresince teknoloji ve bilgi bütün devirlerde iktisadi gelişimin lokomotifidir. İşletmeler, pazarlara varlıklarını sürdürülebilmek ve büyüebilmek için yenilikler yapmak durumundadır.

İnovasyon, bireyler ve toplumları etkilediği gibi işletmeleri de etkilemektedir. Yapılan inovatif faaliyetlere işletmelerde uyum sağlamak durumundadır. Zira pazar şartlarında önemli etkiye sahiptir. İşletmeler pazarlarda mevcut payını korumak ve pazarda söz sahibi olmak için inovasyon yapmak zorundadır.

İnovatif çalışmalar işletmelerin en önemli amacı olan varlığını sürdürme ve büyümelerini sağlayabilmesi açısından hayati öneme sahip olmasına karşın inovasyon faaliyetlerinin yürütülmesini engelleyen birtakım unsurların varlığı da söz konusudur. Bir inovasyon sürecinin uygulanması sırasında karşılaşılabilecek çeşitli engeller olmakla birlikte bu engellerin tespit edilerek bu engelleri bertaraf edecek stratejilerin geliştirilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada Giresun ili özelinde çay işletmelerinde inovasyonun yaygınlaşmasının önündeki gizli engeller ortaya çıkarılması amaçlanmıştır.

Yapılan araştırma sonucunda Bulanık AHP yöntemiyle inovasyonun önündeki gizli engeller önceliklendirilmiş ve en önemli gizli engel “Nitelikli Personel ve Teknik Deneyim Yetersizliği” olarak tespit edilmiştir. Elde edilen bu sonuç Xie vd. (2010) çalışmalarıyla örtüşmektedir. Diğer taraftan gizli engeller için en az ağırlığa sahip olan faktörün ise “İnovasyona Bakış Açısı (Riskli Görme)” olduğu saptanmıştır. Bu sonuç ise Avila vd. (2017) ,Das vd. (2018) ,Çınar vd. (2019) çalışmalarıyla benzeşmemektedir.

Bu kapsamda, ilgili çalışma, çay işletmeleri gibi bir alanda inovasyon önündeki gizli engelleri etkileyen faktörler gibi kritik bir alana hitap etmesi ile karşılaşılan gerçek dünyadaki karar verme problemlerine uygun yeni kriterler seti sunmakla beraber gelecekte çalışacak yazarlar ve farklı sektörler ve endüstriler için ilham verici olması da çalışmanın başka bir katkısıdır.

Son olarak inovasyon önündeki gizli engelleri etkileyen faktörler ile ilgili süreçlerin çalışmadaki yöntemler ile değerlendirilmesi çay işletmelerinde görev yapan karar alıcıların uygulamayla alakalı yaklaşımlarının bilimsel bir çerçevede aktarılabilmesine imkân vermiş, aynı zamanda teorik ve pratik uygulamaların etkileşimine de katkıda bulunmuştur.

Bu çalışmada konunun tarafları olduğu düşünülen uzmanlarla görüşülmüş fakat zaman kısıtı sebebiyle araştırma Giresun ilinde gerçekleştirilmiştir. Gelecekte daha kapsamlı olacak şekilde illeri de kapsayacak benzer bir çalışmayla iller arasında çay işletmelerinde inovasyonun önündeki gizli engellerin önceliğinin sonuçları karşılaştırmalı olarak ele alınabilir.

## **Teşekkür**

Bu çalışma, Giresun Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (SOS-BAP-A- Proje Numarası: 240222-24) tarafından desteklenmiştir. İlgili kuruma desteklerinden dolayı yazarlar olarak teşekkürlerimizi sunarız.

## Yazarların Katkısı

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

## Çıkar Çatışması Beyanı

Bu çalışmanın yazarları olarak herhangi bir çatışma beyanımız bulunmadığını bildiririz.

## Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- Akman, G.ve Alkan, A. (2006). Tedarik Zinciri Yönetiminde Bulanık AHP Yöntemi Kullanılarak Tedarikçilerin Performansının Ölçülmesi: Otomotiv Yan Sanayiinde Bir Uygulama. İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Yıl: 5 Sayı: 9 Bahar 2006/1 23-46.
- Ávila, L. V., Filho, W. L., Brandli, L., Macgregor, C. J., Molthan-Hill, P., Özuyar, P. G. and Moreira, R. M. (2017), Barriers to innovation and sustainability at universities around the World, *Journal of Cleaner Production*, *164*, 1268-1278.
- Aydın, E. ve Çağıl, G . (2020). Bulanık Ahp ve Bulanık Hedef Yaklaşımı ile Hammadde Tedarikçisi Seçimi. İnsan ve Toplum Bilimleri Araştırmaları Dergisi, 9 (5) , 3568-3597 . Retrieved from <http://www.itobiad.com/tr/pub/issue/57287/766655>
- Aygören, H. (2011). İnovasyon Yönetimi, İstanbul Sanayi Odası Kalite ve Teknoloji İhtisas Kurulu (ISO-KATEK)
- Chang, D.Y. (1996). "Application of the Extent Analysis Method on Fuzzy AHP," *European Journal of Operation Research*, Vol. 95, No. 3, 1996, pp. 649-655. doi:10.1016/0377-2217(95)00300-2.
- Chuang, F. H., Weng, H. C. and Hsieh, P. N. (2019). A qualitative study of barriers to innovation in academic libraries in Taiwan. *Library Management*, 40(6/7), 402-415.
- Cinar, E., Trott, P. and Simms, C. (2019) A systematic review of barriers to public sector innovation process, *Public Management Review*, 21:2, 264-290,
- Cinar, E., Trott, P. and Simms, C. (2021), An international exploration of barriers and tactics in the public sector innovation process. *Public Management Review*, 23(3), 326-353.
- Das, P., Verburg, R. Verbraeck, A. and Bonebakker, L. (2018), Barriers to innovation within large financial services firms An in-depth study into disruptive and radical innovation projects at a bank, *European Journal of Innovation Management*, 21 (1), 96-112.
- Demirbas, D., Hussain, J. G. and Matlay, H. (2011). Owner-managers' perceptions of barriers to innovation: empirical evidence from Turkish SMEs. *Journal of small business and enterprise development*, 18(4), 764-780.
- Durna, U. (2002). "Yenilik Yönetimi", Ankara, Nobel Yayın Dağıtım.
- Elçi, Ş. (2007). İnovasyon: Kalkınma ve Rekabetin Anahtarı, 2.baskı, y.y, Tecnopolisgrup.
- Emiroğlu, B. D., (2022), *Kırsal Turizm İşletmelerinde İnovasyon Ve İnovasyonun Önündeki Engeller*, Sosyal ve Beşerî Bilimlerde Güncel Araştırmalar, II, 107-128. Gece Kitaplığı.
- Erdal, H. ve Korucuk, S. (2018). Lojistik Sektöründe İnovasyon Önceliklerinin Belirlenmesi: Karşılaştırmalı Bir Analiz. *Kocaeli Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi*, (36) , 1-24
- Erkek. A. (2017). 2005-2015 Yılları Arasında Türkiye'de Uygulanan Ar-Ge ve İnovasyon Politikalarının Kobi'ler Üzerindeki Etkisi: Konya Tarım Alet Ve Makineleri İmalat Sektörü Örneği, KTO Karatay üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Konya.

- Göker, A. (2001). İnovasyonda Yetkinleşmek: Rekabet Üstünlüğüne Giden Yol. Rekabet Nereye Kadar? Nasıl? Ankara: Gazi Üniversitesi İİBF Dekanlığı ve Rekabet Kurumu.
- Güner, H. (2005). Bulanık AHP ve Bir İşletme İçin Tedarikçi Seçimi Problemine Uygulanması. Pamukkale Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yayınlanmış Yüksek Lisans Tezi.
- Huang, Y. F., Azevedo, S. G., Lin, T. J., Cheng, C. S. and Lin, C. T. (2021). Exploring the decisive barriers to achieve circular economy: Strategies for the textile innovation in Taiwan. *Sustainable Production and Consumption*, 27, 1406-1423.
- Kahraman, C. (2008). FuzzyMulti-Criteria Decision Making: Theoryand Applications with Recent Developments, Vol. 16, Springer.
- Korucuk, S. (2018). Soğuk Zincir Taşımacılığı Yapan İşletmelerde 3PL Firma Seçimi: İstanbul Örneği. İğdır Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi, (16) , 341-366.
- Memiş, S. ve Korucuk, S. (2019). Dematel ve Vikor Bütünleşik Yaklaşımı ile Gıda İşletmelerinde İnovasyon Çeşitlerinin Önceliklendirilmesi ve En İdeal Firma Seçimi. *MANAS Sosyal Araştırmalar Dergisi*, Supplement 1 , 1070-1084
- Najda-Janoszka, M. and Kopera, S. (2014). “Exploring Barriers to Innovation in Tourism Industry–The Case of Southern Region of Poland”. *Procedia-Social and Behavioral Sciences*, 110, 190-201.
- Organ, A. and Kenger, M. D. (2018). Bütünleşik Bulanık AHP-Bulanık MOORA Yaklaşımının Market Personeli Seçimi Problemine Uygulanması. *Anemon Muş Alparslan Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi*, Volume: 6 Number: ICEESS’ 18 , 271-280.
- Öztürk, A., Ertuğrul, İ. ve Karakaşoğlu, N., (2008). Nakliye Firması Seçiminde Bulanık Ahp Ve Bulanık Topsis Yöntemlerinin Karşılaştırılması, *Marmara Üniversitesi İ.İ.B.F. Dergisi* 25 (2), 785-824.
- Radacic, D. (2021). Financial and non-financial barriers to innovation and the degree of radicalness. *Sustainability*, 13(4), 1-15.
- Reynolds, J. and Hristov, L. (2009). Are there barriers to innovation in retailing?. *The International Review of Retail, Distribution and Consumer Research*, 19(4), 317-330.
- Saaty, T.L. and Niemira, M.P., (2006), A framework for making a better decision, *Research Review*, 13(1).
- Sezen Akar, G. ve Çakır, E. (2016). Lojistik Sektöründe Bütünleştirilmiş Bulanık Ahp - Moora Yaklaşımı İle Personel Seçimi . *Journal of Management and Economics Research*, 14 (2), 185-199 .
- Sheu, J. B. (2004), “A Hybrid Fuzzy-Based Approach for Identifying Global Logistics Strategies”, *Transportation Research*, 40, 1, 39-61.
- Tekin, Y. ve Durna, U. (2012). “Otel İşletmelerinde Yenilik Yönetimi Uygulamaları Alanya'da Beş ve Dört Yıldızlı Otel İşletmelerinde Bir Araştırma.” *Journal of Alanya Faculty of Business/Alanya İşletme Fakültesi Dergisi*, 4(3).
- Topel A. (2006). Analitik Hiyerarşi Prosesinin Bulanık Mantık Ortamındaki Uygulamaları-Bulanık Analitik Hiyerarşi Prosesi. İstanbul Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Xie, X. M., Zeng, S. X. and Tam, C. M. (2010). Overcoming barriers to innovation in SMEs in China: A perspective based cooperation network. *Innovation*, 12(3), 298-310.

## Anaerobik Biyoreaktördeki Sığır Gübresinin Biyometan Veriminin Termal Ön İşlemlerle Artırılması

İlkay TÜRK ÇAKIR<sup>1\*</sup>, Halil ŞENOL<sup>2</sup>, Ersin KAYGUSUZ<sup>3</sup>

### Öz

Ülkemizde ve Dünyada hayvancılığın artması ile ortaya çıkan hayvansal atık miktarı çevre kirliliğinin en önemli kaynaklarından biri olmuştur. Hayvansal organik atıkların biyogaz üretiminde kullanılması, atık bertarafında ve atıklardan enerji geri kazanımında verimli bir atık yönetimi adımıdır. Bu çalışmada, sığır gübresinin mezofilik koşullar altında kesikli reaktörlerde anaerobik sindirim (AS) sonucu biyogaz ve metan (CH<sub>4</sub>) verimi incelenmiştir. Ardından kesikli reaktörlerdeki AS kalıntısına 60 °C, 80 °C, 100 °C ve 120 °C'de 4 saat termal ön işlemler uygulanmıştır. Ön işlemsiz sığır gübresinin CH<sub>4</sub> verimi 203,5 ml/g uçucu katı (UK) iken 120 °C termal ön işlemlerle sığır gübresinin kümülatif CH<sub>4</sub> verimi 251,7 ml/g UK olarak belirlenmiştir. Termal ön işlemler sayesinde sığır gübresinin birim kütle başına CH<sub>4</sub> verimi kümülatif olarak en fazla %23,6 kadar artırılmıştır. Termal ön işlemler ile lignoselülozik bileşenlerin (selüloz, hemiselüloz ve lignin) çözünme verimleri incelenmiştir. Aynı zamanda tüm anaerobik süreç sonunda toplam kimyasal oksijen ihtiyaçları ve UK miktarlarının giderim verimleri belirlenmiştir. Çalışma bulguları Türkiye'de üretim yapan büyük ölçekli biyogaz tesisleri için kullanılabilir niteliktedir.

**Anahtar kelimeler:** Biyogaz, metan, anaerobik sindirim, sığır gübresi

## Increasing the Biomethane Production of Cattle Manure in Anaerobic Bioreactor by Thermal Pretreatments

### Abstract

The amount of animal waste resulting from the increase in animal husbandry in our country and in the world has become one of the most important sources of environmental pollution. The use of animal organic wastes in biogas production is an efficient waste management step in waste disposal and energy recovery from waste. In this study, biogas and methane (CH<sub>4</sub>) yield of cattle manure as a result of anaerobic digestion (AD) in batch reactors under mesophilic conditions were investigated. Then, thermal pretreatments were applied to the AD residue in batch reactors at 60 °C, 80 °C, 100 °C and 120 °C for 4 hours. While the CH<sub>4</sub> yield of untreated cattle manure was 203.5 mL/g volatile solids (VS), the cumulative CH<sub>4</sub> yield of 120 °C thermal pretreated cattle manure was determined as 251.7 mL/g VS. Thanks to thermal pretreatments, the CH<sub>4</sub> yield per unit mass of cattle manure was increased by a maximum of 23.6% cumulatively. The dissolution efficiency of lignocellulosic components (cellulose, hemicellulose and lignin) with thermal pretreatments were investigated. At the same time, at the end of the whole anaerobic process, the total chemical oxygen needs and the removal efficiency of VS amounts were determined. The findings of the study can be used for large-scale biogas plants producing in Turkey.

**Keywords:** Biogas, methane, anaerobic digestion, cattle manure

<sup>1</sup>Ankara Üniversitesi, Hızlandırıcı Teknolojileri Enstitüsü, Ankara, Türkiye, [iturk@ankara.edu.tr](mailto:iturk@ankara.edu.tr) & [ilkay.turk.cakir@cern.ch](mailto:ilkay.turk.cakir@cern.ch)

<sup>2</sup>Giresun Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği, Giresun, Türkiye, [halil.senol@giresun.edu.tr](mailto:halil.senol@giresun.edu.tr)

<sup>3</sup>Netcon Endüstri Elektrik Elektronik San. ve Tic. Ltd, İstanbul, Türkiye, [ekaygusuz@netcon.com.tr](mailto:ekaygusuz@netcon.com.tr) & [ekaygusuz55@gmail.com](mailto:ekaygusuz55@gmail.com)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-3397-9238>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-3056-5013>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0001-5382-0190>



## 1. Giriş

Dünya 21. yüzyıla kadar çoğunlukla doğal enerji kaynaklarını kullanmıştır. Ancak bu enerji kaynaklarının tükenmekte olduğu ve rezervlerin sınırlı miktarlarda kaldığı bariz bir gerçektir. Bu nedenle yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelim başlamıştır (Koçar ve ark., 2010). Biyogaz enerjisi yenilenebilir enerjiler arasında yer alan yanıcı bir gazdır. Biyokütlenin işlenmesi sonucunda biyogaz elde edilir. Organik hammaddeler gibi sadece hayvansal veya bitkisel kaynaklı diğer yanıcı gazlardan (örneğin doğal gaz) farklıdır (Şenol, 2019). Biyogaz, temiz yakıt ailesinin en önemli üyelerinden biridir. Yeşil, yenilenebilir, sürdürülebilir ve çevreye duyarlı enerji kaynaklarından biri olup, kırsal kesimde yaşayan nüfus için birincil enerji kaynağı olmaktadır (Abd Allah ve ark., 2016). Biyogaz içeriğinde yaklaşık %50–70 metan ( $CH_4$ ), %30–50 karbondioksit ( $CO_2$ ), %0,1–1 nitrojen ( $N_2$ ), %0,01–0,2 oksijen ( $O_2$ ) ve 10–4000 ppm hidrojen sülfür ( $H_2S$ ) içerir. Biyogazın yanıcılık özelliği, doğal gaza benzer olan  $CH_4$  gazından kaynaklanmaktadır (Şenol, 2022).

Dünyada endüstriyel ölçekte hayvancılığın artması ve bunun sonucunda ortaya çıkan hayvansal atık miktarı artık çevre kirliliğinin en önemli kaynaklarından biri haline gelmiştir. Ayrıca, büyük ölçekli hayvancılık, gübre depolama ve bertaraf etme açısından özellikle sorunlu olabilir. Uygun depolama alanına sahip olmayan hayvan gübreleri, dolaylı olarak yüzey sularına veya yeraltı sularına akabilir. Yoğun gübrelerden kaynaklanan gaz emisyonları ve kokuların çevre üzerinde olumsuz etkileri olabilir (Font-Palma, 2019). Hayvan gübreleri, hayvanlar ve insanlar için tehlike oluşturabilen ve gıda kontaminasyonuna ve hastalık salgınlarına neden olabilen çeşitli mikroorganizmalar içerir. Bu nedenle, çevre için riski azaltan ve çiftliklerde gübrenin depolanması, taşınması ve kullanılması yönetimine izin veren sürdürülebilir gübre yönetim sistemleri uygulanmalıdır. Anaerobik sindirim (AS) yoluyla  $CH_4$  üretim teknolojilerinde herhangi bir organik atığın kullanılması hem çevresel hem de ekonomik açıdan avantajlıdır. Biyometanasyon teknolojileri, atıktaki organik fraksiyonun geri dönüşümü için önemli bir alternatif olarak öne sürülmüştür (Rios ve Kaltschmitt, 2016). Bu sayede gübre bazlı biyometan elde edilmesinin yanı sıra bitkiler tarafından kolaylıkla özümselebilen, besin değeri yüksek organik gübre üretilmekte, AS sürecinde koku ve hastalığa neden olan mikroorganizmaları azaltmakta ve  $CH_4$  üretimi de bir gübre olması açısından avantajlı olmaktadır (Şenol ve ark., 2021).

Biyogaz üretiminde kullanılan hammaddeler ve özellikleri enerji verimliliği üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Organik malzemelerden biyogaz üretimi,  $CH_4$  ve  $CO_2$ 'ye ayrışabilen maddelere bağlıdır. Bu nedenle, hayvan yemi ve enerji bitkilerinin bileşimi ve ayrışaabilirliği  $CH_4$  veriminde en önemli parametrelerdir (Şenol, 2020b). Sığır gübresindeki ham protein, ham petrol, lif, selüloz, hemiselüloz, nişasta ve şeker oranları  $CH_4$  oluşumunda oldukça etkilidir. Sığırlarda karbona dönüşen maddelerin büyük çoğunluğu işkembe ve bağırsaklarda sindirildiği için hayvanların beslenmesi  $CH_4$

üretimini ve biyogaz üretimini de etkiler. Bu nedenle sığır gübresi, domuz ve kümes hayvanlarının biyogaz üretim potansiyeli gübreye göre daha düşüktür. Sığır gübresinden elde edilen biyogaz en düşük CH<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahiptir. AS sırasında gübrenin daha yüksek protein seviyelerinin daha yüksek CH<sub>4</sub> verimine sahip olduğu bildirilmiştir (Öztürk, 2005).

Literatürde daha önce sığır gübresinin AS verimini artırmaya yönelik birçok çalışma vardır. Bir çalışmada, sığır gübresi ile birlikte sindirildiğinde buğday samanının partikül boyutunu küçültme performansını karşılaştırmıştır (Xavier ve ark., 2015). Sığır gübresi sindiriminde parçacık boyutunun küçültülmesi, hidroliz ve asidojeniz aşamalarını hızlandırarak daha hızlı ve daha yüksek CH<sub>4</sub> verimine neden olduğu vurgulanmıştır. C/N oranları 25 ve 30 olan süt gübresi ve buğday samanının birlikte sindirimi için yapılan deneyler, kararlı pH ve düşük toplam amonyum nitrojen ve serbest NH<sub>3</sub> konsantrasyonları nedeniyle daha iyi sindirim performansları sergilenmiştir (Lehtomäki ve ark., 2007). Sığır gübresi ve briketlenmiş buğday samanı karışımı, tek başına sığır gübresine kıyasla %33 daha yüksek spesifik CH<sub>4</sub> verimi (263 l CH<sub>4</sub>. kg<sup>-1</sup> uçucu katı (UK)) ve hacimsel CH<sub>4</sub> veriminin %158'ini sağlamıştır. Önceki çalışmalar, sığır gübresinin birim kütle başına CH<sub>4</sub> verimi genellikle reaktöre giren substratın fizikokimyasal özelliklerini ya da birlikte sindirim yöntemlerini uygulamaya yönelik olmuştur. Fakat AS süreci tamamlanan ve içeriğinde yüksek oranda çözünmemiş organik maddeler içeren ön işlemlerden geçirilerek tekrardan AS'ye sokulmasını inceleyen çalışmalar literatürde bilindiği kadarıyla mevcut değildir. Lignoselülozik maddeler olarak bilinen suda çözünmeyen ve içeriği selüloz, hemiselüloz ve lignin barındıran maddelerin AS sırasındaki verimi kısıtlıdır veya yoktur. Bu nedenle lignoselülozik maddelerin AS'de değerlendirmek amacıyla ön işlem yöntemleri geliştirilmiştir. Bunlardan bir tanesi de hem çevre açısından hem de uygulanabilirliğinin kolay olması açısından geliştirilen termal ön işlem yöntemleridir (Şenol ve ark., 2020c). Termal ön işlem, lignoselülozik biyokütlenin belirli bir sıcaklık ve basınçta ısıtmaya tabi tutulduğu bir tür fiziksel ön işlemdir ve bu doğrultuda termal ön işlem için sıcaklık aralığı 50–240 °C olabilir (Fang ve ark., 2015). Isıtma yönteminin türüne bağlı olarak termal ön işlem, hidrotermal ön işlem, buhar patlatma veya mikrodalga ısıtma olarak adlandırılabilir (Jaffar ve ark., 2016). Ancak yüksek enerji maliyeti gibi dezavantajlara sahiptir. (Rajput ve Visvanathan, 2018).

Bu çalışmanın amacı, endüstriyel biyoreaktörlerden çıkan sığır gübresine termal ön işlem yöntemleri uygulayarak birim kütle başına AS verimini artırmaktır. Bu kapsamda sığır gübresinin öncelikle normal AS süreci mezofilik koşullar altında incelenmiştir ve daha sonra reaktör atığı veya organik gübre olarak nitelendirilen gübreye termal ön işlemler uygulanarak CH<sub>4</sub> verimini artırılması sağlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Hammaddelerin hazırlanması

Sığır gübresi Samsun'un Bafra ilçesinden alınmıştır. Hammaddeler kullanılmadan önce +4°C' de muhafaza edilmiştir.

### 2.2. Anaerobik sindirim deneyleri

AS deneyleri için 500 ml kesikli reaktörler kullanılmıştır. Isıtma sıcaklığı  $37 \pm 2$  °C olarak ayarlanmıştır. Reaktörler AS süresince günde 2 defa manuel olarak karıştırılmıştır. AS için optimum pH değeri 7'dir (Cavinato ve ark., 2010). Deneylerin başında reaktörlerin pH'ı 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> veya NaOH çözeltisi kullanılarak 7.0'a ayarlanmıştır. Her AS deneyinin başlangıcında kesikli reaktörler, anaerobik koşulları sağlamak ve oksijeni reaksiyon ortamından çıkarmak için 5 dakika boyunca N<sub>2</sub> gazıyla süpürülmüştür. Biyogaz verimi suyun yer değiştirme yöntemine göre belirlenmiştir (Ayhan ve Şenol; Şenol, 2020b). Tüm reaktörlerde kuru madde oranı ağırlıkça %10 olarak alınmıştır. Biyogaz verimleri belirli günlerde ölçülmüştür. Kesikli reaktörler için AS süresi yaklaşık 40 gündü. Her bir AS deneyi çift katlı yürütülmüştür ve ortalama değerler eklenmiştir. Son ölçülen değer, önceden ölçülen değerlerin %2'sinden az olduğunda AS sonlandırılmıştır. Biyogaz üretimi toplam UK'nın gramı başına hacim (ml/g UK) cinsinden hesaplanmıştır (Şenol ve ark., 2022). Bütün hesaplamalarda aşı reaktörünün biyogaz verimi düşülmüştür ve sadece substratın verimi hesaplanmıştır.

### 2.3. Analitik metotlar

Organik maddelerin toplam katı (TK) ve UK, APHA standartlarına göre analiz edilmiştir (Rice ve ark., 2012). Organik substratların karbon:nitrojen oranı (C:N), COSTEC element analiz cihazı (Elementel Analyzer NA 2500) ile belirlendi. Selüloz, hemiselüloz ve lignin içerikleri, fiber analiz cihazı (ANKOM A2000i, ABD) kullanılarak ölçülmüştür (Van Soest ve ark., 1991). Sıvı örnekler oda sıcaklığında 10.000 rpm'de 10 dakika santrifüjlenmiş olup 0.45 µm membran filtre ile süzülerek kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) analizi için hazırlanmıştır ve analizler kapalı reflux titrimetrik yöntemine göre yapılmıştır (Rice ve ark., 2012).

## 2.4. Termal ön işlemler

Termal ön işlemler, biyogaz üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Rajput ve Visvanathan, 2018). Termal ön işlemler otoklav şişelerinde gerçekleştirildi. Her reaktör için 10 g kuru reaktör kalıntısı otoklav şişesine eklenmiştir. Termal ön işlem sırasında kuru biyokütlenin yanmasını önlemek için 10 g damıtılmış su ilave edildi. Bu çalışmada, 60 °C, 80 °C, 100 °C ve 120 °C'de 4 saat termal ön işlemler uygulanmıştır. Termal ön işlemler inkübatörde (DOL-EKO marka ILW-115-STD model, Almanya) uygulandı. Ön işlem sonucunda bulamacın cam pamuğu ile süzülmesi ile çözünürlük tayini yapılmıştır. Termal ön işlemlerden sonra % KOİ değerindeki artış hesaplanmıştır ve ilk değerle kıyaslanmıştır (Şenol; Şenol ve ark., 2020b).

## 2.5. Kinetik model

AS sürecinde kümülatif olarak belirlenen gaz hacimleri modifiye Gompertz denklemi ile modellenmiştir. Kümülatif ölçümlerde kinetik parametreleri elde etmek için MATLAB® (R2021a) programı kullanılmıştır. Daha sonra modifiye Gompertz denkleminin tahmini değerleri bulunmuştur. Modifiye Gompertz denklemi denklem 1'de verilmiştir (Şenol, 2020c).

$$y = Ae^{(-e^{\left[\frac{\mu_m \cdot e^{(\lambda-t)}{A} + 1\right]})}} \quad (1)$$

Denklem (1)'de;

A: Maksimum biyogaz üretim miktarı (ml/g UK)

e: 2,71828

$\lambda$  : Gecikme süresi (gün)

t: Zaman

$\mu_m$ : Spesifik biyogaz üretim hızı (ml/g UK. gün) olarak tanımlanmıştır.

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{N}} \quad (2)$$

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} \quad (3)$$

Denklem 2 ve 3' te; N: veri sayısı,  $y_i$ : model değeri,  $\hat{y}_i$ : deneysel bulgu.) Model değerlendirme için  $R^2$  ve RMSE'ler hesaplanmıştır.

### 3. Sonuçlar ve Tartışma

#### 3.1. Substratın fizikokimyasal özellikleri

Ham sığır gübresi AS'ye hazır hale getirildikten sonra TK, UK, kül, karbon (C), azot (N,) C/N, yoğunluk, KOİ, selüloz, hemiselüloz ve lignin içerikleri Tablo 1'de verilmiştir. AS sonrası UK, KOİ ve lignoselülozik analiz yapılmıştır. Sığır gübresinin TK ve UK içerikleri sırasıyla  $15,12 \pm 1,15$  ve  $13,01 \pm 1,56$  değerinde bulunmuştur. Sığır gübresinde AS'den önce lignoselülozik oran  $51,95$  iken AS sonrası bu oran  $90,4$  olarak karşımıza çıkmaktadır. Buda AS süresince suda çözünen organik maddelerin başarılı bir şekilde sindirildiğini göstermektedir. AS sonrası reaktörde bulunan organik madde içeriğinin büyük kısmının lignoselülozlar oluşturduğu için bu maddeye lignoselülozik madde denilebilir. Sığır gübresinde bulunan bu lignoselülozik bileşenler yemlerden kaynaklı değişkenlik gösterebilir (Onwosi ve ark., 2022). AS sonrası oluşan bu lignoselülozik bileşene termal ön işlem yöntemleri uygulanarak birim kütle başına biyogaz verimi artırılmıştır.

**Tablo 1.** Sığır gübresinin fizikokimyasal özellikleri

Parametre	Anaerobik sindirimden önce	Anaerobik sindirimden sonra
Kuru madde oranı (% m/m)	$15,12 \pm 1,15$	-
Uçucu madde oranı (% m/m)	$13,01 \pm 1,56$	$7,02 \pm 1,80$
Kül oranı (%m/m)	$3,05 \pm 0,12$	-
C (% m/m)	$30,09 \pm 2,29$	-
N (% m/m)	$1,29 \pm 0,19$	-
C/N	$23,33 \pm 1,15$	-
Yoğunluk ( $\text{kg/m}^3$ )	$971,44 \pm 55$	-
KOİ (mg/L)	$22,785 \pm 511$	$15,440 \pm 800$
Selüloz oranı (% m/m, TK üzerinden)	$22,85 \pm 3,01$	$40,55 \pm 4,1$
Hemiselüloz oranı (% m/m, TK üzerinden)	$18,11 \pm 3,15$	$32,4 \pm 2,5$
Lignin oranı (% m/m, TK üzerinden)	$10,99 \pm 4,01$	$17,4 \pm 3,4$

#### 3.2. Anaerobik sindirim sonuçları

Bu çalışmada ilk olarak fizikokimyasal özellikleri belirlenen substratın mezofilik şartlarda AS süreci incelenmiştir. Bu çalışmanın amacı substratın birim kütle başına biyogaz verimin artırılması olduğundan çalışmada herhangi bir aşı kullanılmamıştır. Ön işlemsiz biyogaz nihai verimi  $366,1$  ml/g UK olarak bulunmuştur (Tablo 2).  $\text{CH}_4$  verimi ise  $203,5$  ml/g UK olarak bulunmuştur. Bir çalışmada tarafından sığır gübresi  $\text{CH}_4$  verimi  $162,00$  ml/g TK olarak beyan edilmiştir (Şenol ve ark., 2020a). Sığır gübresinin biyogaz ve  $\text{CH}_4$  verimi; gübre kalitesi, ineğin türü, yem türleri, ağırlıkları ve metabolik süreçlerindeki farklılıklara bağlıdır (Onwosi ve ark., 2022). Ön işlemsiz AS sonrası gübrenin UK miktarları analiz edilmiştir ve UK giderimi  $44,65$  bulunmuştur. Ham sığır gübresinin içeriğinin TK üzerinden ağırlıkça yarısının lignoselülozik içerik olduğu düşünüldüğünde AS süresince UK giderimi oldukça makul bir değerdir. KOİ, suda bulunan organik materyali ve amonyak

veya nitrat gibi inorganik besin maddelerini kimyasal olarak oksitlemek için gereken oksijen miktarını ölçen bir testtir. KOİ analizinin yapılmasının amacı suda çözünen organik maddelerin giderimine farklı açıdan bakmaktır. KOİ değeri ön işlemsiz ham sığır gübresinde  $22.785 \pm 511$  mg/L değerinde olup AS süresince %32,1 oranında azalmıştır.

Ön işlemsiz ham substratın AS süreci tamamlandıktan sonra sıvı fraksiyona UK, KOİ ve katı fraksiyona lignoselülozik analiz yapılmıştır. Buna göre katı kısma 60, 80, 100 ve 120 °C' de 4 saat boyunca termal ön işlemler uygulanmış olup tekrardan AS süreci mezofilik koşullar altında başlatılmıştır. Bu sürecin sonunda her bir ön işlemler reaktörlerin biyogaz ve CH<sub>4</sub> verimi, toplam UK giderimi, toplam KOİ giderimi ve birim kütle başına kümülatif CH<sub>4</sub> verimleri hesaplanmıştır (Tablo 2). 60°C, 80°C, 100°C ve 120°C' de ön işlemler reaktörlerden sırasıyla gram başına 32,0, 55,55, 82,20 ve 84,5 ml biyogaz verimi alınmıştır. Termal ön işlemler sayesinde başlangıçta 203,5 ml/g UK olan CH<sub>4</sub> verimi 60°C, 80°C, 100°C ve 120°C' de ön işlemlerden sonra sırasıyla 221,26, 234,5, 250,3, 251,7 ml/g UK değerine ulaşmıştır. Birim kütle başına olan CH<sub>4</sub> verimi en az %8,7 ve en fazla %23,68 değerinde artış göstermiştir. Bir çalışmada, buğday samanına farklı sıcaklıklarda (120–180 °C) sabit süre termal ön işlem uygulanmış ve CH<sub>4</sub> veriminin %53 arttığını vurgulamışlardır (Rajput ve Visvanathan, 2018). Diğer bir çalışmada, buğday samanına 150–220 °C'de 1–15 dakika süreyle termal ön işlem uygulandı ve ardından CH<sub>4</sub> verimi %20 artış göstermiştir (Ferreira ve ark., 2013). Bir çalışmada, kentsel katı atıkların 60–120 °C'de 30 dakika termal ön işleminden sonra biyogaz veriminin %27–37 oranları arasında arttığını bildirmişlerdir (Ennouri ve ark., 2016). Literatürde farklı organik atıklara farklı sıcaklık ve sürelerde termal ön arıtma uygulanmıştır. Genel sonuçlar değerlendirildiğinde termal ön işlemlerin CH<sub>4</sub> verimindeki farklı artış oranlarının organik maddenin cinsine, termal ön işlemin sıcaklığına ve uygulama sürelerine bağlı olduğu söylenebilir.

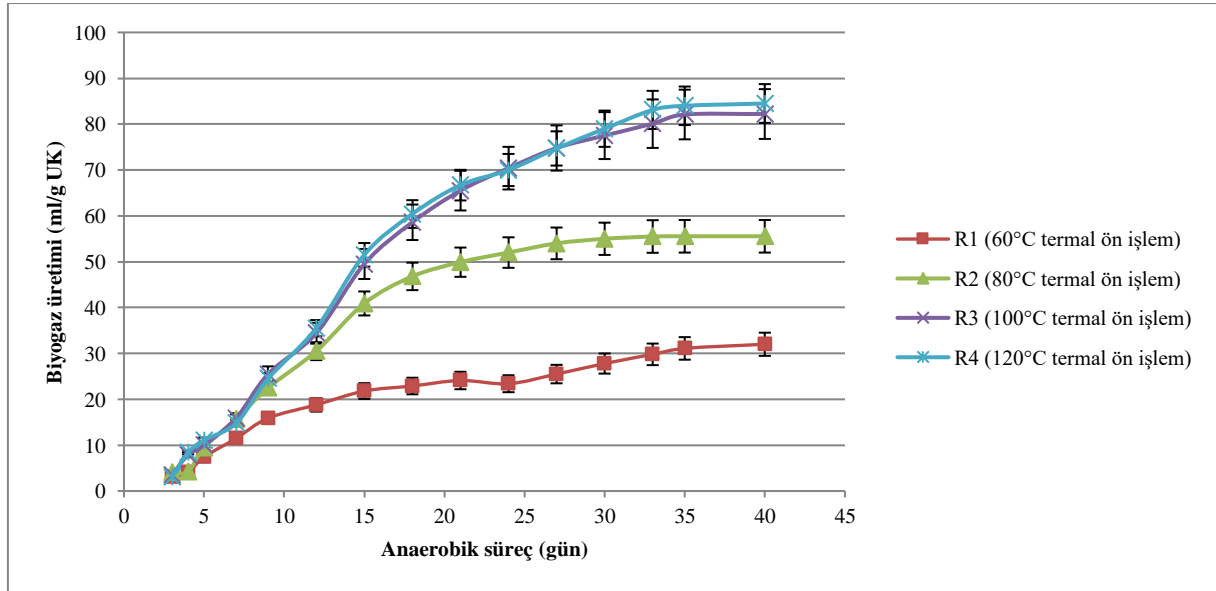
Ön işlemlerden sonraki AS süreci tamamlandıktan sonra reaktörlerde kalan sıvı fraksiyona KOİ analizleri yapılmış olup toplam kümülatif KOİ giderimleri ön işlemsiz AS sürecinden önceye kıyasla hesaplanmış ve % giderim olarak sunulmuştur (Tablo 2). Ön işlemsiz reaktörün KOİ giderimi %32,1 iken termal ön işlemler reaktörlerin KOİ giderimleri sırasıyla en az %35,4 ve en fazla %55,1 değerinde bulunmuştur.

**Tablo 2.** Ön işlemler ve ön işlemsiz sığır gübresinin anaerobik sindirim sonuçları

	R <sub>0</sub> Ön İşlemsiz	R <sub>1</sub> 60 °C ve 4 saat	R <sub>2</sub> 80 °C ve 4 saat	R <sub>3</sub> 100 °C ve 4 saat	R <sub>4</sub> 120 °C ve 4 saat
Nihai Biyogaz üretimimi (ml/g UK)	366,1	32,0	55,55	82,2	84,5
Nihai CH <sub>4</sub> üretimi (ml/g UK)	203,5	17,76	31	46,8	48,2

Kümülatif CH <sub>4</sub> üretimleri (ml/g UK)	203,5	221,26	234,5	250,3	251,7
Toplam kümülatif UK giderimi (%m/m)	%44,65	%52,5	%60,4	%75,9	%79,0
Toplam kümülatif KOİ giderimi (%m/m)	%32,1	%35,4	%42,4	%51,6	%55,1

Şekil 1’ de ön işlemlenmiş reaktörlerin AS süreçleri boyunca oluşturdukları biyogaz verimi kümülatif olarak verilmiştir. AS süreci 2 tekrarlı yürütülmüştür ve ortalama standart sapmalar şekil üzerinde gösterilmiştir. Şekil 1 incelendiğinde 100 °C ve 120 °C termal ön işlemlenmiş reaktörlerin standart sapmaları birbiri ile örtüştüğü görülmüştür. Buda kümülatif biyogaz verimleri açısından bu ön işlemlenmiş sıcaklıklar arasında anlamlı bir farkın olmadığını göstermektedir.



Şekil 1. Ön işlemlenmiş reaktörlerin kümülatif biyogaz verimleri

### 3.2.1. Kinetik çalışma sonuçları

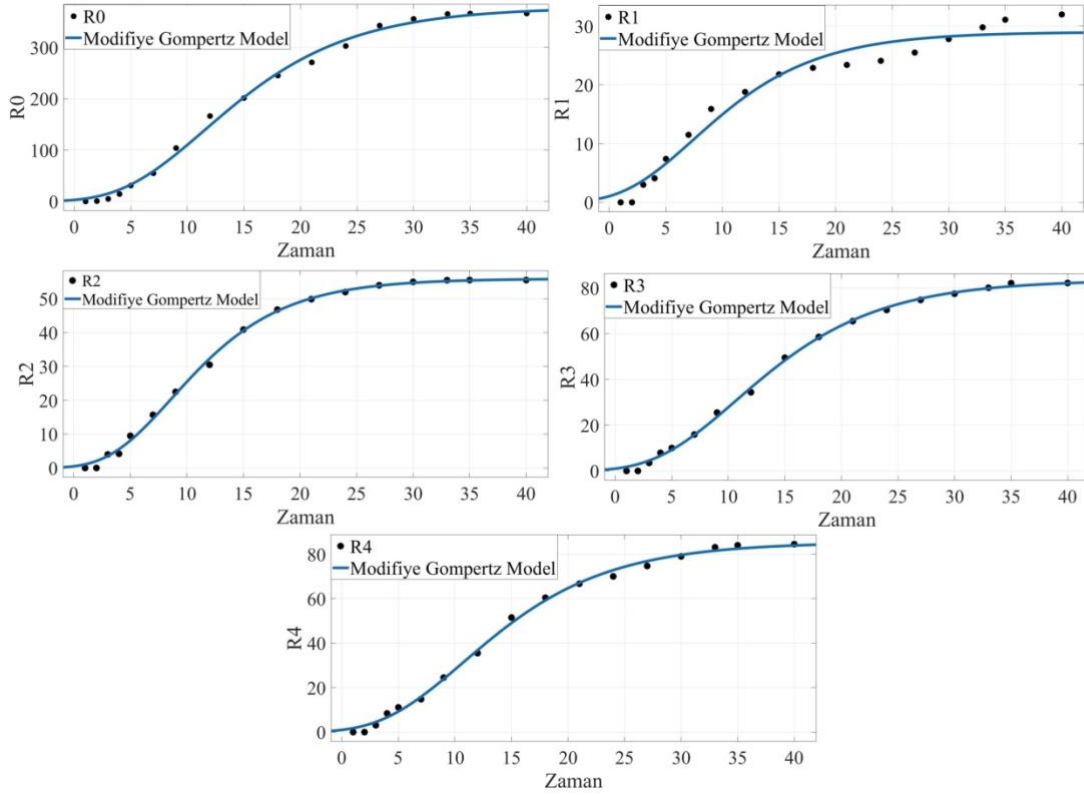
Matematiksel modeller, anaerobik mikroorganizmaların çalışma parametrelerinin etkileşimlerini ve teknik süreçlerin iyileştirilmesini tanımlayarak sistem performansını tahmin etmek için kullanılan bir araçtır. Kinetik modeller genellikle deneysel kümülatif biyometan/biyogaz verimlerini simüle etmek ve AS performansını kontrol etmek için kullanılır (Şenol, 2021). Ön işlemlenmiş ve ön işlemsiz reaktörlerin kümülatif biyogaz verim eğrileri sigmoidal büyüme eğrilerine benzer şekilde olduğundan modifiye Gompertz model ile uyumluluğu test edildi. Literatürde modifiye Gompertz model kümülatif biyogaz verim eğrileri için sıklıkla kullanılmaktadır (Deepanraj ve ark., 2017).

**Tablo 3.** Ön işlemlili ve ön işlemsiz reaktörlerin kinetik sabitleri ve model değerlendirme kriterleri

Kinetik parametreler	R <sub>0</sub> Ön işlemsiz	R <sub>1</sub> 60 °C ve 4 saat	R <sub>2</sub> 80 °C ve 4 saat	R <sub>3</sub> 100 °C ve 4 saat	R <sub>4</sub> 120 °C ve 4 saat
$\lambda$ (gün)	4,20	1,26	3,09	3,50	3,55
$\mu_m$ (ml/g UK)	18,96	1,73	3,69	4,28	4,36
A (gecikme süresi)	378,00	28,94	55,93	83,49	85,36
R <sup>2</sup>	0,9960	0,9682	0,9981	0,9984	0,9972
RMSE	10,03	2,12	1,04	1,41	1,88

Gecikme süreleri ( $\lambda$ ), anaerobik mikroorganizmaların substrata uyum sağlaması için gereken süreyi ifade etmektedir (Şenol, 2020a). Bu çalışmada ön işlemsiz reaktörün AS süresince elde edilen kümülatif biyogaz eğrisi için modifiye Gompertz modele göre  $\lambda$  değeri 4,20 gün iken ön işlemlili reaktörlerde en az 1,26 gün ve en fazla 3,55 gün değerlerinde elde edilmiştir. Bu çalışmada bildirilen ön işlemlili ve ön işlemsiz reaktörler için  $\lambda$  değerleri, bir çalışmada bildirilen  $\lambda$  (2,33 - 4,31) bulgularına benzerdir (Alqaralleh ve ark., 2019). Termal ön işlemliler sayesinde  $\lambda$  dolayısıyla anaerobik sürecin bir miktar azaldığı söylenebilir. Bu durum termal ön işlemliler sayesinde reaktördeki suda çözünebilir mikroorganizmaların varlığına atfedilebilir (Şenol ve ark., 2020c). Spesifik biyogaz üretim hızı ( $\mu_m$ ) bütün reaktörler için nihai biyogaz üretimi ile doğru orantılı şekilde bulunmuştur. Benzer durum önceki çalışmalarda da sunulmaktadır (Şenol, 2020a; Şenol ve ark., 2020c). A değeri yine nihai biyogaz üretimi ile doğru orantılı olarak bulunmuştur. Geliştirilen modifiye Gompertz modelleme sonucunda, modelden elde edilen çıktı verilerinin deneysel verilerle karşılaştırılmasında kullanılan performans kriterleri RMSE ve R<sup>2</sup> cinsinden ifade edilmiş olup, RMSE' nin düşük değerleri düşük tahmin hatalarını ve R<sup>2</sup>'nin 1'e yakınlığı da yine düşük tahmin hatalarını göstermektedir (Tufaner ve Demirci, 2020). Matematiksel olarak en uyumlu reaktör 100 °C ön işlemlili reaktör (R<sup>2</sup> = 0,9984) olarak bulunmuştur. RMSE değerlerine bakıldığında ise yine en iyi tahminlenen reaktörün 80°C ön işlemlili reaktör olduğu söylenebilir. Şekil 2 incelendiğinde modifiye Gompertz model eğrilerin deneysel bulgulara başarılı bir şekilde uyum sağlandığı gözlemlenebilir.





Şekil 2. Reaktörlerin modifiye Gompertz model eğrileri

#### 4. Sonuç

Nüfus artışı nedeniyle dünyanın artan enerji ihtiyacının üstesinden gelmek için yeni sürdürülebilir stratejiler kullanmak gereklidir. Biyogaz enerjisi hem organik atıkların bertarafı hem de organik gübre yan ürünlerinden dolayı avantajlıdır. Bu çalışmada sığır gübresinin mezofolik koşullar altında anaerobik sindirimi sonrası termal ön işlemler ile tekrar sindirimi sonucu birim kütle başına biyogaz verimi başarılı şekilde artırılmıştır. Çalışma bulguları incelendiğinde en iyi ön işlem koşulunun 100 °C ve 4 saat olduğu sonucuna varılabilir. Sığır gübresinin CH<sub>4</sub> verimi en fazla %23,6 oranında artırılmıştır.

Çalışma bulguları Türkiye’de bulunan endüstriyel ölçekte üretim yapan biyoreaktörler için bir öneri bulgusudur. Reaktörden çıkan atıkların doğrudan gübre olarak kullanılmasından ziyade tekrardan ön işlemlerden geçirilerek biyogaz üretiminde kullanılabilir. Bu durum, düzenli ham sığır gübresi bulmakta zorlanan biyogaz tesisleri için uygun olabilir. Gelecek çalışmalar için farklı biyogaz reaktör atıklarına farklı ön işlemler yöntemleri ile birim kütle başına enerji değerinin artırılması önerilmektedir.

## Teşekkür Beyanı

Bu çalışma Giresun Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Birimi tarafından FEN-BAP-A-250221-27 nolu proje ile desteklenmiştir. İlgili kuruma desteklerinden dolayı yazarlar olarak teşekkürlerimizi sunarız.

## Yazarların Katkısı

İTÇ: Çalışma ile ilgili Projenin Yürütücülüğü, Araştırma, Makale Yazımı

HŞ: Araştırma, Materyal ve Metot Belirlenmesi, Veri Temini, Veri Analizi, Makale Yazımı

EK: Modelleme çalışması, Makale Taslağının Derginin Taslağına Uyarlanması

Makale tüm yazarlar tarafından okunmuş ve onaylanmıştır.

## Çıkar Çatışması Beyanı

Bu çalışmanın yazarları olarak herhangi bir çatışma beyanımız bulunmadığını bildiririz.

## Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- Abd Allah, W.E., El-Wahab, A., Hassan, M., & Tawfik, M. (2016). Study on biogas unit using dairy cattle dung during winter in Egypt. *Zagazig Journal of Agricultural Research*, 43(3), 1051-1057.
- Alqaralleh, R.M., Kennedy, K., & Delatolla, R. (2019). Microwave vs. alkaline-microwave pretreatment for enhancing thickened waste activated sludge and fat, oil, and grease solubilization, degradation and biogas production. *Journal of Environmental Management*, 233, 378-392.
- Ayhan, K., & Şenol, H. (n.d.). Endüstriyel Anaerobik Reaktörler İçin Enerji Dönüşümünün Hızlandırılmasına Yönelik Bir Çalışma. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fen Dergisi*, 17(2), 349-358.
- Cavinato, C., Fatone, F., Bolzonella, D., & Pavan, P. (2010). Thermophilic anaerobic co-digestion of cattle manure with agro-wastes and energy crops: comparison of pilot and full scale experiences. *Bioresource Technology*, 101(2), 545-550.
- Deepanraj, B., Sivasubramanian, V., & Jayaraj, S. (2017). Effect of substrate pretreatment on biogas production through anaerobic digestion of food waste. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(42), 26522-26528.
- Ennouri, H., Miladi, B., Diaz, S.Z., Güelfo, L.A.F., Solera, R., Hamdi, M., & Bouallagui, H. (2016). Effect of thermal pretreatment on the biogas production and microbial communities balance during anaerobic digestion of urban and industrial waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 214, 184-191.

- Fang, W., Weisheng, N., Andong, Z., Weiming, Y. (2015). Enhanced anaerobic digestion of corn stover by thermo-chemical pretreatment. *International Journal of Agricultural and Biological Engineering*, 8(1), 84-90.
- Ferreira, L., Donoso-Bravo, A., Nilsen, P., Fdz-Polanco, F., & Pérez-Elvira, S. (2013). Influence of thermal pretreatment on the biochemical methane potential of wheat straw. *Bioresource Technology*, 143, 251-257.
- Font-Palma, C. (2019). Methods for the treatment of cattle manure a review. *Journal of Carbon Research*, 5(2), 27.
- Jaffar, M., Pang, Y., Yuan, H., Zou, D., Liu, Y., Zhu, B., Korai, R. M., Li, X. (2016). Wheat straw pretreatment with KOH for enhancing biomethane production and fertilizer value in anaerobic digestion. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 24(3), 404-409.
- Koçar, G., Eryaşar, A., Ersöz, Ö., Arıcı, Ş., & Durmuş, A. (2010). *Biogas technologies*. Izmir: Ege University Printing Office.
- Lehtomäki, A., Huttunen, S., & Rintala, J. (2007). Laboratory investigations on co-digestion of energy crops and crop residues with cow manure for methane production: effect of crop to manure ratio. *Resources, Conservation and Recycling*, 51(3), 591-609.
- Onwosi, C.O., Ozoegwu, C.G., Nwagu, T.N., Nwobodo, T.N., Eke, I.E., Igbokwe, V.C., Ugwuoji, E.T., Ugwuodo, C.J. (2022). Cattle manure as a sustainable bioenergy source: Prospects and environmental impacts of its utilization as a major feedstock in Nigeria. *Bioresource Technology Reports*, 101151.
- Öztürk, M. (2005). Biogas production from animal manure. *Republic of Turkey Ministry of Environment and Urbanisation*, Ankara, 5, 8-18.
- Rajput, A.A., Visvanathan, C. (2018). Effect of thermal pretreatment on chemical composition, physical structure and biogas production kinetics of wheat straw. *Journal of Environmental Management*, 221, 45-52.
- Rice, E.W., Bridgewater, L., Association, A.P.H. (2012). *Standard methods for the examination of water and wastewater*. American public health association Washington, DC.
- Rios, M., Kaltschmitt, M. (2016). Electricity generation potential from biogas produced from organic waste in Mexico. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 54, 384-395.
- Şenol, H. (2019). Biogas potential of hazelnut shells and hazelnut wastes in Giresun City. *Biotechnology Reports*, 24, e00361.
- Şenol, H. (2020a). Anaerobic digestion of hazelnut (*Corylus colurna*) husks after alkaline pretreatment and determination of new important points in Logistic model curves. *Bioresource Technology*, 300, 122660.
- Şenol, H. (2020b). Enhancement in methane yield from anaerobic co-digestion of walnut shells and cattle manure. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, 39(6), e13524.
- Şenol, H. (2020c). Identification of new critical points for logistics model in cumulative methane yield curves after co-digestion of apple pulp and chicken manure with sulphuric acid pretreatment and @A new modelling study. *International Journal of Energy Research*, 44(7), 6078-6087.
- Şenol, H. (2020d). Karadeniz bölgesinin mutfak atıklarından biyogaz potansiyeli. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 26(7), 1291-1298.
- Şenol, H. (2021). Effects of NaOH, thermal, and combined NaOH-thermal pretreatments on the biomethane yields from the anaerobic digestion of walnut shells. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(17), 21661-21673.
- Şenol, H. (2022). Anaerobic digestion of cattle manure after ultrasonic pretreatment under different conditions. *International Journal of Engineering and Innovative Research*, 4(3), 178-190.
- Şenol, H., Açıkel, Ü., Demir, S., Oda, V. (2020a). Anaerobic digestion of cattle manure, corn silage and sugar beet pulp mixtures after thermal pretreatment and kinetic modeling study. *Fuel*, 263, 116651.
- Şenol, H., Ayhan, K., Atasoy, S., Erşan, M. (2022). Anaerobik Sindirimde Nanopartikül Konsantrasyonunun Cevap Yüze Yöntemi ile Optimizasyonu. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fen Dergisi*, 17(1), 211-221.
- Şenol, H., Dereli, M.A., Özbilgin, F. (2021). Investigation of the distribution of bovine manure-based biomethane potential using an artificial neural network in Turkey to 2030. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 149, 111338.
- Şenol, H., Erşan, M., Görgün, E. (2020b). Biogas production from the co-digestion of urban solid waste and cattle manure. *European Journal of Science and Technology*, 396-403.
- Şenol, H., Erşan, M., Görgün, E. (2020c). Optimization of temperature and pretreatments for methane yield of hazelnut shells using the response surface methodology. *Fuel*, 271, 117585.

- Tufaner, F., Demirci, Y. (2020). Prediction of biogas production rate from anaerobic hybrid reactor by artificial neural network and nonlinear regressions models. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 22, 713-724.
- URL-1:[https://proteus-instruments.com/parameters/chemical-oxygen-demand-cod-sensors/#:~:text=Chemical%20Oxygen%20Demand%20\(COD\)%20is,or%20Nitrate%2C%20present%20in%20water](https://proteus-instruments.com/parameters/chemical-oxygen-demand-cod-sensors/#:~:text=Chemical%20Oxygen%20Demand%20(COD)%20is,or%20Nitrate%2C%20present%20in%20water), (Eriřim Tarihi: 10 Őubat 2023).
- Van Soest, P.v., Robertson, J.B., Lewis, B.A. (1991). Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. *Journal of Dairy Science*, 74(10), 3583-3597.
- Xavier, C.A., Moset, V., Wahid, R., Møller, H.B. (2015). The efficiency of shredded and briquetted wheat straw in anaerobic co-digestion with dairy cattle manure. *Biosystems Engineering*, 139, 16-24.

## Koroner Arter Hastalığının İris Görüntülerinden Yerel İkili Örüntüler ve Yapay Sinir Ağı Kullanılarak Tahmini

Ferdi ÖZBİLGİN<sup>1\*</sup>, Çetin KURNAZ<sup>2</sup>

### Öz

Koroner Arter Hastalığı (KAH), kalp kasını besleyen koroner arterlerin daralması veya tıkanması sonucunda oluşan bir kalp hastalığıdır. Dünya genelinde mortalite oranı yüksek bir sağlık sorunu olan KAH'ın erken tanısı çok önemlidir. Bu çalışmada, iridoloji ve görüntü işleme tekniklerinin kullanılarak KAH'ın tahmin edilmesi amaçlanmıştır. Mevcut çalışmalardan farklı olarak iridoloji ile birlikte gerçekleştirilen kalp hastalıkları tahmini çalışmalarında kullanılmamış Yerel İkili Örüntüler (YİÖ) öznelik çıkarma yönteminin başarımı analiz edilmiştir. Önerilen yöntemde 94 KAH ve 104 Kontrol grubu olmak üzere toplamda 198 gönüllüye ait iris görüntülerinden YİÖ ile öznelikler çıkarılmış ve Yapay Sinir Ağı (YSA) kullanılarak sınıflandırma gerçekleştirilmiştir. Görüntü içerisinden iris konumlarını bulmak için İntegral Diferansiyel Operatörü ve irisi dikdörtgen formata dönüştürmek için Rubber Sheet Normalizasyon yöntemleri kullanılmıştır. İridoloji haritası vasıtasıyla iriste yer alan kalp bölgesi analiz bölgesi olarak belirlenmiş ve bu bölgeden bir piksel ve sekiz komşulukla YİÖ ile 59 adet histogram temelli öznelikler çıkarılmıştır. Çıkarılan özneliklerin YSA ile sınıflandırması gerçekleştirilmiştir. Eğitim ve test olarak iki gruba ayrılan verilerde eğitim işlemi Ölçeklendirilmiş Konjuge Gradyan (Scaled Conjugate Gradient, SCG) algoritması ile gerçekleştirilmiştir. Performans ölçütü olarak belirlenen doğruluk, kesinlik, duyarlılık, özgüllük,  $F_1$  skor ve Eğri Altında Kalan Alan (Area Under the Curve, AUC) değerleri test verileri için sırasıyla %91,5, 0,9063, 0,9355, 0,8929, 0,92063 ve 0,9103 olarak bulunmuştur. Elde edilen bulgular doğrultusunda YİÖ temelli önerilen yöntemin KAH'ın tahmin edilmesinde başarılı olduğu söylenebilir.

**Anahtar Kelimeler:** Koroner Arter Hastalığı, İris, İridoloji, Görüntü İşleme, Yerel İkili Örüntüler, Yapay Sinir Ağları.

## Prediction of Coronary Artery Disease from Iris Images Using Local Binary Patterns and Artificial Neural Network

### Abstract

Coronary Artery Disease (CAD) is a heart disease caused by the narrowing or blockage of the coronary arteries that supply the heart muscle. Early diagnosis of CAD, a health problem with a high mortality rate worldwide, is very important. In this study, we aimed to predict CAD using iridology and image processing techniques. Unlike previous studies, the performance of the Local Binary Patterns (LBP) feature extraction method, which has not been utilized in iridology-based heart disease prediction studies, was analyzed. In the proposed method, features were extracted with LBP from iris images of a total of 198 volunteers (94 CAD and 104 Control group), and classification was performed using Artificial Neural Network (ANN). The Integral Differential Operator method was used to find the iris positions in the image, and Rubber Sheet Normalization was used to convert the iris into a rectangular format. Through the iridology map, the heart region in the iris was determined as the analysis region, and 59 histogram-based features were extracted from this region with one pixel and eight neighborhoods with the LBP. The classification was performed using ANN with the extracted features. The data were divided into two groups: training and test. The Scaled Conjugate Gradient (SCG) algorithm performed the training process. The accuracy, precision, sensitivity, specificity,  $F_1$  score and Area Under the Curve (AUC) values determined as performance criteria were 91.5%, 0.9063, 0.9355, 0.8929, 0.92063 and 0.9103 for the test data, respectively. Based on the findings, it can be said that the proposed method based on the LBP is successful in predicting CAD.

**Keywords:** Coronary Artery Disease, Iris, Iridology, Image Processing, Local Binary Patterns, Artificial Neural Networks.

<sup>1</sup>Giresun Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Giresun, Türkiye, [ferdi.ozbilgin@giresun.edu.tr](mailto:ferdi.ozbilgin@giresun.edu.tr)

<sup>2</sup>Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Samsun, Türkiye, [ckurnaz@omu.edu.tr](mailto:ckurnaz@omu.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0003-4946-7018>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0003-3436-899X>

## 1. Giriş

Dünya Sağlık Örgütü verilerine göre her yıl yaklaşık olarak 17.9 milyon insanın hayatını kaybettiği Koroner Arter Hastalığı (KAH) dünya genelinde ölüm nedenleri arasında üst sıralarda yer almaktadır (Virani ve ark., 2020). KAH, Türkiye’de de sık görülen sağlık sorunlarından biridir. Türkiye İstatistik Kurumu verilerine göre Türkiye’de gerçekleşen ölümlerin arasında kalp ve damar hastalıkları sebebi ile gerçekleşenlerin oranı yaklaşık %37’dir (TÜİK, 2019).

KAH, kalp kasına kan ve oksijen taşıyan koroner arterlerin daralması veya tıkanması nedeniyle oluşan bir kalp hastalığıdır. Bu hastalık, kalp krizi ve kalp yetmezliği gibi ciddi komplikasyonlara neden olabilmektedir. KAH genellikle ateroskleroz olarak bilinen bir süreçle ilişkilidir. Ateroskleroz, kan damarlarının içinde yağ ve kolesterol birikmesiyle karakterize bir durumdur. Bu birikintiler arterlerin duvarlarında plaklar oluşturur ve arterlerin daralmasına veya tıkanmasına neden olabilir. Göğüs ağrısı, nefes darlığı, çarpıntı, yorgunluk ve baş dönmesi gibi semptomlar hastalığın belirtilerindendir; ancak bazı hastalar herhangi bir semptom yaşamayabilir ve bu nedenle hastalıklarının farkında olmayabilirler (Malakar ve ark., 2019).

Hastalık tanısı için çeşitli yöntemler kullanılmakla birlikte hangi yöntemin kullanılacağına hastanın semptomları, risk faktörleri ve çeşitli tıbbi durumlara göre değişiklik göstermektedir. Genel olarak Anamnez ve Fiziksel Muayene, EKG, Anjiyografi ve EKO gibi yöntemler yaygın olarak kullanılmaktadır (Alizadehsani ve ark., 2016; Ghiasi ve ark., 2020). Son yıllarda kişilerin irisleri kullanılarak da kalp hastalıkları da dahil olmak üzere çeşitli hastalıklar tahmin edilmektedir. İris gözdeki renkli kısımdır ve yapısındaki kasların kasılıp gevşemesi ile gözbebeği boyutunu ayarlayarak göze giren ışık miktarını kontrol etmektedir. Sahip olduğu desenler nedeniyle popüler bir biyometrik organ olarak yaygın olarak kullanılmakla birlikte vücuttaki organlar ve dokular ile beyin arasında yer alan çok sayıdaki sinirsel bağlantının uzantılarını barındırdığı için organ ve dokuların sağlık durumlarını da iris aracılığı ile tahmin edebilmek mümkün olabilmektedir (Fausett, 2006) . İriste yer alan renk ve örüntüleri inceleyerek hastalık arasında ilişki kuran bilime iridoloji denilmektedir. İridoloji çalışmaları genel olarak belirli bir organ ya da dokulardaki fonksiyonel değişim sonucu iriste yer alan özel konumların anatomik değişimlerini inceler (Kurnaz ve Gül, 2018).

Ma ve ark. (2012) gözbebeği ve iris konumlarına ait geometrik parametreleri elde ederek yüksek doğruluk ile hastalık teşhisi yapabileceğini belirtmiştir (Ma ve ark., 2012). Samant ve Agarwal iriste yer alan pankreas organına ait konumda dokusal analizler ile çeşitli makine öğrenmesi yöntemleri ile diyabet tanısı çalışması gerçekleştirmişlerdir (Samant ve Agarwal, 2018). Literatürde böbrek (Muzamil ve ark., 2020) ve karaciğer (Rehman ve ark., 2021) gibi organlardaki rahatsızlıkların çalışıldığı yayınlar olmakla birlikte kandaki kolesterol değerinin tahmini ve sınıflandırılması gibi çalışmalarda yer almaktadır (Kurnaz ve Gül, 2018; Ozbilgin ve Kurnaz, 2022;

Özbiğın, 2019; Ramlee ve Ranjit, 2009). Bu alıřmalardaki bulgular dođrultusunda iridoloji, hastalıkların non-invaziv erken tahmininde etkinliđini kanıtlamıřtır.

İridoloji ile kalp hastalıklarının tahmin ediliđi alıřmalar da mevcuttur. Gunawan ve ark. (2022) Gri Seviye Eř-oluřum Matrisi (GSEM) zniteliklerini ve Destek Vektr Makineleri (DVM) sınıflandırıcısı kullanarak KAH tespiti iin bir yntem nermiřtir. nerilen yntem ile %91 dođruluk elde etmiřlerdir (Gunawan ve ark., 2022). Putra ve ark. (2018) Temel Bileřen Analizi (TBA) ve GSEM zniteliklerini kullanarak Yapay Sinir Ađları (YSA) ile kalp hastalıklarını tahmin etmiřlerdir. GSEM znitelikleri ile %77.5 ve TBA ile %90 sınıflandırma bařarısı elde edilmiřtir (Putra ve ark., 2018). Permatasari ve ark. (2016) tarafından nerilen yntemde TBA znitelik ıkarma yntemi ve DVM sınıflandırıcısı tercih edilmiřtir. Elde edilen en yksek dođruluk bařarısı %80 olarak bulunmuřtur (Permatasari ve ark., 2016). Kusuma ve ark. (2018) (Kusuma ve ark., 2018) mobil tabanlı bir sistemle iris grntlerini elde ederek ve kullanarak kalp anormalliklerini tespit etmek iin bir model nermiřlerdir. Analiz blgesinin siyah-beyaz formata dnřtrlmesi sonrasında elde edilen siyah ve beyaz piksellerin oranını znitelik olarak kullanmıřlardır. Eřikleme yntemi ile sınıflandırılan test verilerinde dođruluk performans deđeri %83,3 olarak llmřtr. zbiğın ve ark. (2023) ait alıřmada ise dalgacık dnřm tabanlı istatistiksel ve dokusal znitelikler kullanılarak DVM sınıflandırıcısında %93 sınıflandırma bařarısı llmřtr (zbiğın ve ark., 2023).

Bu alıřmada, koroner arter hastalıđının tahmin edilmesi iin iris grntleri kullanılarak invaziv olmayan bir yntem nerilmiřtir. 198 gnllnn yer aldıđı alıřmada, 94 gnll KAH grubunda 104 gnll kontrol grubundadır. Grnt iřleme teknikleri ile 198 gnllnn iris grntlerinden iris konumları tespit edilmiř ve analiz blgesi segmente edilmiřtir. Analiz blgesinden znitelikler literatrde kalp hastalıklarında daha nce kullanılmayan Yerel İkili rntler yntemi kullanılmıřtır. Bu yntemin kalp hastalıklarında performansı arařtırılmıřtır. Sınıflandırıcı olarak da YSA kullanılmıřtır. alıřmanın literatre katkıları ařađıdaki gibi zetlenebilir:

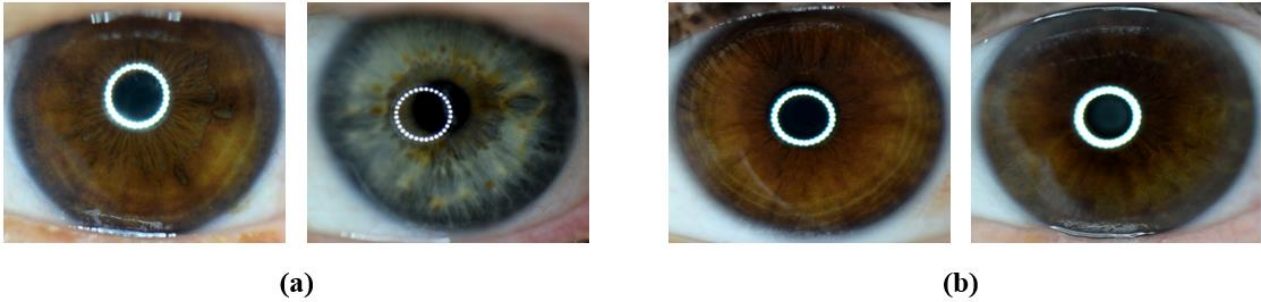
- KAH'ın iris grntleri kullanılarak invaziv olmayan tahmini iin grnt iřleme temelli bir yaklařım nerilmiřtir.
- Yİ yntemi kullanılarak 59 znitelik ıkarılmıř ve YSA ile sınıflandırma iřlemi gerekleřtirilmiřtir.
- nerilen yntemin etkili olduđu ve mevcut modellerle rekabet edebilecek bir bařarıya sahip olduđu ifade edilebilir.

## 2. Materyal ve Metot

Bu bölümde KAH tahmini çalışması için kullanılan materyal ve metotlar detaylı olarak aşağıdaki şekilde ifade edilmektedir.

### 2.1. Veri Seti

Bu çalışmadaki veriler KAH ve Kontrol olmak üzere iki farklı sınıfa ait 198 gönüllüye ait sol iris görüntülerinden oluşmaktadır. KAH sınıfında 94 gönüllü yer almaktadır. Bu gönüllülerin 79'u erkek 15'i kadın ve ortalama yaş değeri 60'tır. Kontrol grubunda yaş ortalaması 55 olan 77'si erkek ve 27'si kadın olmak üzere toplamda 104 gönüllü yer almaktadır. Analiz aşamasında 109 veri eğitim, 30 veri doğrulama ve 59 veri de test olmak üzere üç gruba rasgele bir şekilde ayrılmıştır. Veri setine ait bilgiler önceki çalışmamızda (Özbilgin ve ark., 2023) detaylı bir şekilde bulunabilir. İris görüntüleri 1920x1088 piksel boyutlarında, 24 bit derinlikli ve TIFF uzantısına sahiptir. Veri setine ait örnek iris görüntüleri Şekil 1'de verilmektedir.



Şekil 1. Veri setindeki örnek iris görüntüleri a) KAH grubu b) Kontrol grubu

### 2.2. Görüntü Ön-işleme

Bu bölüm iris görüntülerinin Yerel İkili Örüntüler ile öznelik çıkarma sürecine kadar olan yapılan işlemleri içermektedir. İlk aşamada görüntü içerisinde iris konumlarının bulunması yer almaktadır. Renkli göz görseli gri formata dönüştürüldükten sonra Daugman'ın İntegral Diferansiyel Operatörü (İDO) ile irisin iç ve dış sınırları bulunur (Daugman, 2009). Yöntem, gözbebeği ve iris merkezleri civarında değişik yarıçaplarda daireler çizerek renk geçişlerinin keskin olduğu kenarları bulmaktadır. Geçişlerin keskin olduğu yerler de gözbebeği kenarları olan irisin iç sınırları ve irisin dış sınırlarıdır. İDO'ya ait matematiksel ifade aşağıdaki denklemdeki gibidir.



$$\max_{r,x_0,y_0} \left| G_{\sigma}(r) \frac{\partial}{\partial r} \oint_{r,x_0,y_0} \frac{I(x,y)}{2\pi r} ds \right| \quad (1)$$

Denklemdaki  $I(x,y)$ ,  $(x,y)$  konumundaki gri renk değerini,  $x_0,y_0$  ve  $r$  değerleri sırasıyla muhtemel merkez nokta koordinatları ve muhtemel yarıçap değeridir.  $G_{\sigma}$  ise  $\sigma$  standart sapma ile Gauss fonksiyonudur.

İkinci aşamada, iç ve dış sınırları bulunan irisin standart bir hale dönüştürmek için normalize edilmesi yer almaktadır. İris Daugman'ın Rubber Sheet Tekniği ile dikdörtgen formata dönüştürülür. İris görüntüsünün  $I(x,y)$  kartezyen koordinatlardan kutupsal gösterime yeniden Denklem 2'deki gibi ifade edilebilir.

$$I(x(r,\theta),y(r,\theta)) \rightarrow I(r,\theta) \quad (2)$$

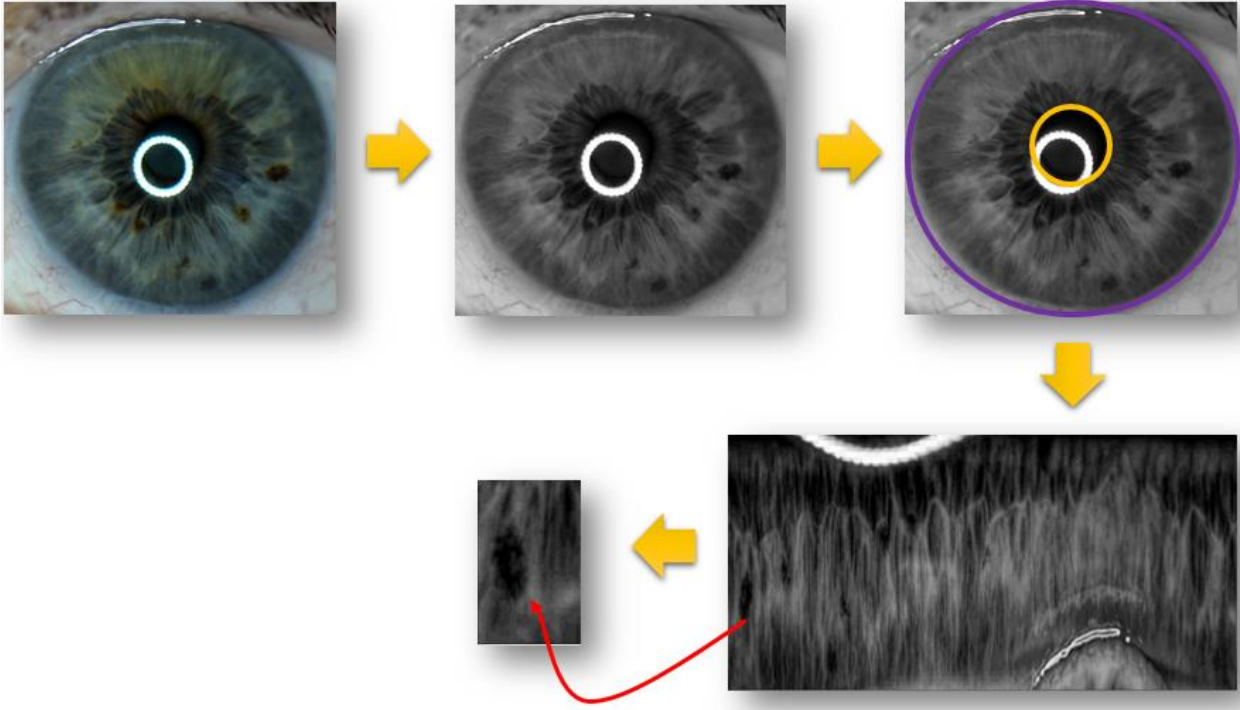
Burada;

$$x(r,\theta) = (1-r)x_p(\theta) + rx_l(\theta) \quad (3)$$

$$y(r,\theta) = (1-r)y_p(\theta) + ry_l(\theta) \quad (4)$$

Denklemlerdeki  $(r,\theta)$  normalize edilmiş kutupsal koordinatları,  $x_p, y_p$  and  $x_l, y_l$  ise  $\theta$  yönündeki gözbebeği ve iris sınır koordinatlarını ifade etmektedir.

Sonraki aşamada dikdörtgen formata dönüştürülen iristen analiz bölgesinin segmentasyonu gelmektedir. Bu işlem de iris haritalarından faydalanılarak gerçekleştirilmektedir. İris haritasında her organın saat okuma şeklinde ifade edildiği özel bir bölgesi vardır. Jensen tarafından hazırlanmış haritada (Jensen, 2012) kalp bölgesi sol iriste saat 2 ile 4 arasında yer almaktadır. Normalize iristen bu bölge bölütlenerek bir sonraki aşama olan öznelik çıkarma aşamasına hazır hale getirilmektedir. Şekil 2'de bir iris görüntüsüne ait örnek bir ön-işlemi süreci yer almaktadır.



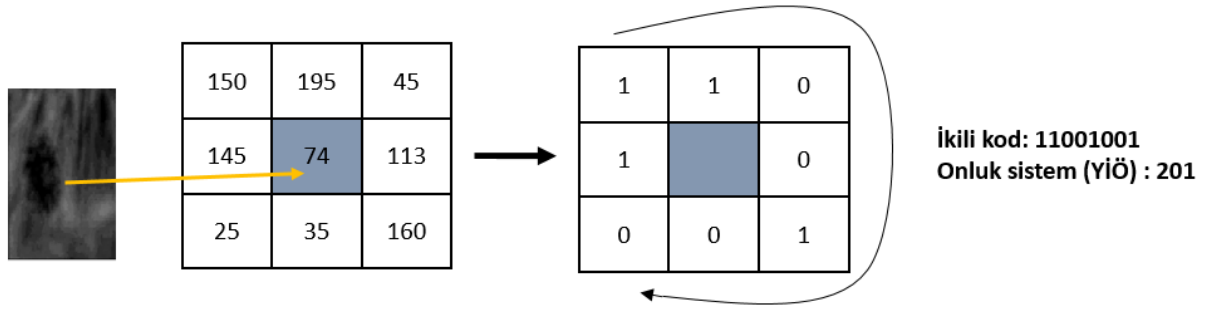
Şekil 2. Örnek bir görüntü için görüntü ön-işleme süreci

### 2.3. Yerel İkili Örüntüler

Görüntü içerisindeki örüntülerin analizleri için çalışmalarda, Öznitelik Çantası (Bag of features), Yönlendirilmiş Gradyanların Histogramı (YGD) Matrisi ve Dalgacık Dönüşümü gibi çok sayıda öznitelik çıkarma yöntemleri kullanılmaktadır (Sunneci ve Alkan, 2022; Sunneci ve ark., 2022; Özbilgin ve ark., 2023). Yerel İkili Örüntüler (YİÖ) yöntemi de çok sayıda çalışmada kendini ispatlamıştır. Ancak iris görüntülerinden kalp hastalıklarının tahmin edildiği çalışmalarda kullanılmamış ve performansı ölçülmemiştir. Bu nedenle çalışmada etkinliğini değerlendirmek amacıyla öznitelik çıkarma sürecinde YİÖ yöntemi tercih edilmiştir. YİÖ yöntemi Ojala ve ark. (2002) tarafından dokusal özellikleri ayırt etmek için geliştirilmiştir (Ojala ve ark., 2002). YİÖ, özellikle görüntü sınıflandırma, nesne tanıma, yüz tanıma, video analizi gibi pek çok uygulamada kullanılmaktadır. Yöntem, gri seviye bir görüntü içerisinde belirli bölgenin piksellerinin bir histogramını oluşturarak bölgeye ait dokusal parametrelere ait öznitelik çıkarmak için kullanılmaktadır. Görüntü içerisindeki her piksel için ikili sayılı sisteminden faydalanılarak etiketler oluşturulur. Merkez piksel, etrafında yer alan  $N \times N$  komşuluğundaki piksellerin değerleri ile karşılaştırma sonucunda etiket değerleri elde edilir. Bu değerlerin bulunmasına ait matematiksel ifadeler aşağıdaki denklemde yer aldığı gibidir.

$$YiÖ_{P,R} = \sum_{P=0}^{P-1} s(g_p - g_c)2^P, \quad s(x) = \begin{cases} 1, & x \geq 0 \\ 0, & x < 0 \end{cases} \quad (5)$$

Burada  $g_c$  merkez pikselin değerini,  $g_p$  ise p. pikselin değerini ve x de merkez piksel ile komşu piksel arasındaki farkı ifade etmektedir. Komşu piksel değeri merkez piksel değerinden büyük ise 1, küçük ise 0 olarak ikili sayı sisteminde ifade edilir. Şekil 3'te 3x3lük bloğun YİÖ ile merkez pikselin etiketlenmesine ait örnek verilmektedir. Bu örnekte bir birim uzaklıktaki 8 adet komşuya sahip bir pikselin etiket değerinin bulunma aşaması gelmektedir.



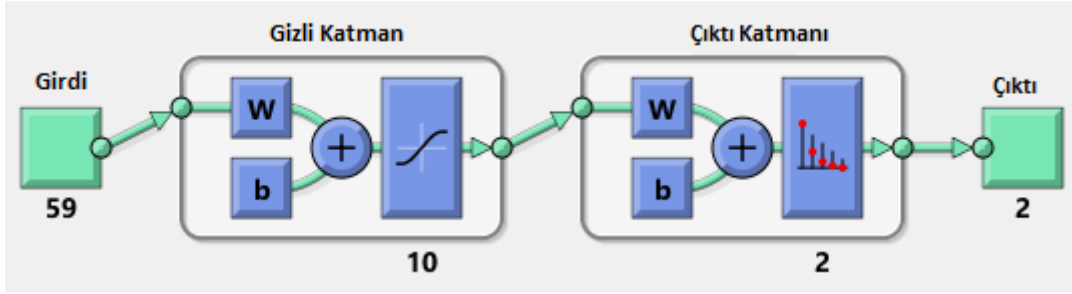
**Şekil 3.** YİÖ metodu bir pikselin etiketlenmesi

Görüntü içerisindeki her pikselin değeri bulunduktan sonra değerler belirli bölümlere ayrılarak histogramlar elde edilir. Bu histogramlar sayesinde görüntü içerisindeki desene ait bilgiler elde edilmektedir. YİÖ ile öznelik çıkarma işlemi MATLAB'da yer alan *extractLBPFeatures* fonksiyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada 1 birim uzaklıktaki 8 komşu piksel kullanılmıştır. 8 bitlik etiket piksel değerleri, P komşuluk değeri, olmak üzere  $((P \times (P-1)) + 3)$  formülüne göre 59 bölüme ayrılarak her bölüme ait değerlerin histogramları sınıflandırıcının girdi parametresi olarak belirlenmiştir.

## 2.4. Yapay Sinir Ağları

Yapay Sinir Ağları (YSA) regresyon ve kümeleme problemlerinde sıklıkla kullanıldığı gibi sınıflandırma yapmak amacıyla da yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Beynin bilgi işleme sürecinden esinlenen YSA'da temel olarak üç ana katman yer almaktadır. Bu katmanların isimleri sırasıyla girdi katmanı, gizli katman ve çıkış katmanıdır. Gizli katman sayısı bir olacağı gibi daha fazla sayıda da olabilmektedir. Girdi ve çıkış katmanı arasında yer alan gizli katman nöron adı verilen yapılarda oluşmaktadır. Katmanda yer alan her nöron kendisinden sonra gelen katmandaki tüm nöronlar ile bağlantısı yer almakla birlikte bulunduğu katmandaki nöronlar ile bağlantısı bulunmamaktadır. Girdi katmanında çıkış katmanında sınıflandırılacak durum ile ilgili parametreleri

içermektedir. Gizli katman bilgi işlemeyi gerçekleştirir ve çıkış katmanını sınıf etiketi üretir ya da sürekli zaman değerini tahmin etmektedir (Yegnanarayana, 2009). İridoloji çalışmalarında başarılı sonuçların elde edilmesinden dolayı bu çalışmada da YSA sınıflandırıcısı tercih edilmiştir. Çalışmada çeşitli gizli katman sayısı ve katmanlardaki nöron sayıları değiştirilerek analizler yapılmıştır. Analizler sonucunda sınıflandırma performansı yakın değerler elde edilmiş ve çalışmada Şekil 4'teki YSA mimarisi kullanılmıştır.



Şekil 4. Çalışmada kullanılan YSA mimarisi.

Katmanlar arasındaki her bağıntıya bir ağırlık değeri atanmaktadır. Denklem (6)'da verildiği gibi giriş katmanındaki değerler ağırlıklar ile çarpılır ve bias eklenerek lineer olmayan bir fonksiyona verilir.

$$h_j = f \left( \sum_i w_{ij} x_i + b_j^1 \right) \quad (6)$$

Denklemden  $x_i$  giriş parametrelerini,  $w_{ij}$  i. Girişi j. Gizli nörona bağlayan ağırlık değeridir.  $H_j$  j. Gizli nöronun çıktısıdır.  $b_j^1$  bias ve  $f$  de aktivasyon fonksiyonudur.

Fonksiyon olarak yaygın bir şekilde de kullanılan sigmoid aktivasyon fonksiyonunun matematiksel ifadesi Denklem (7)'de verildiği gibidir.

$$f(x) = \frac{1}{1 + e^{-x}} \quad (7)$$

Çıkış katmanında yer alan  $y_j$  çıktısına ait matematiksel ifade aşağıdaki denklemlerde yer aldığı gibidir.

$$y_j = \text{softmax}(z_j) = \frac{e^{z_j}}{\sum_j e^{z_j}} \quad (8)$$

$$z_j = \sum_i a_{ij} h_i + b_j^2 \quad (9)$$

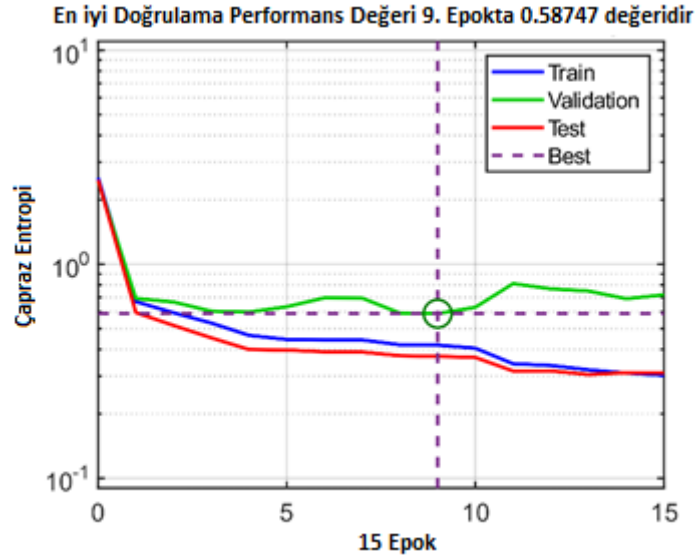
Burada,  $z_j$  çıkış birimlerini,  $b_j^2$  biası ve  $a_{ij}$ , j'inci çıkış nöronu ile i'inci gizli nöron arasındaki ağırlık değerini temsil etmektedir.

Nöronlar arasındaki ağırlık değerinin belirlenmesi Levenberg-Marquardt (LM), Bayesian düzenleme (Bayesian Regularization, BR) ve Ölçeklendirilmiş Konjuge Gradyan (Scaled Conjugate Gradient, SCG) gibi çok sayıda eğitim optimizasyon algoritmaları kullanılmaktadır. Bu çalışmada diğer algoritmalara kıyasla hızlı olması, ağız ezberleme sorununu azaltmada başarılı olması ve sınıflandırma problemlerinde sıklıkla kullanılması nedeniyle SCG algoritması tercih edilmiştir. SCG algoritması, ağız hata fonksiyonunu minimize etmek için kullanılan bir optimizasyon algoritmasıdır. Ağız parametrelerini güncellemek için geriye doğru yayılım (backpropagation) yöntemini kullanır. Diğer optimizasyon algoritmalarından farklı olarak, ağız parametrelerinin güncellenmesi için bir doğrusal arama yapar. Bu doğrusal arama, ağız hata fonksiyonunu en aza indiren en iyi adım boyutunu hesaplar. Adım boyutu, ağız parametrelerinin güncellenmesinde kullanılır.

### 3. Bulgular ve Tartışma

Bu çalışmada, kişilerin iris görüntüleri kullanılarak yerel ikili örüntüler ve yapay sinir ağızları sınıflandırıcısı ile KAH tahmini çalışması gerçekleştirilmiştir. MATLAB programlama dili kullanılarak gerçekleştirilen çalışmada AMD Ryzen 73750H 2.3 GHz işlemci, NVIDIA Geforce GTX 1050 3 GB ekran kartı ve 16 GB RAM değerlerine sahip bilgisayar kullanılmıştır.

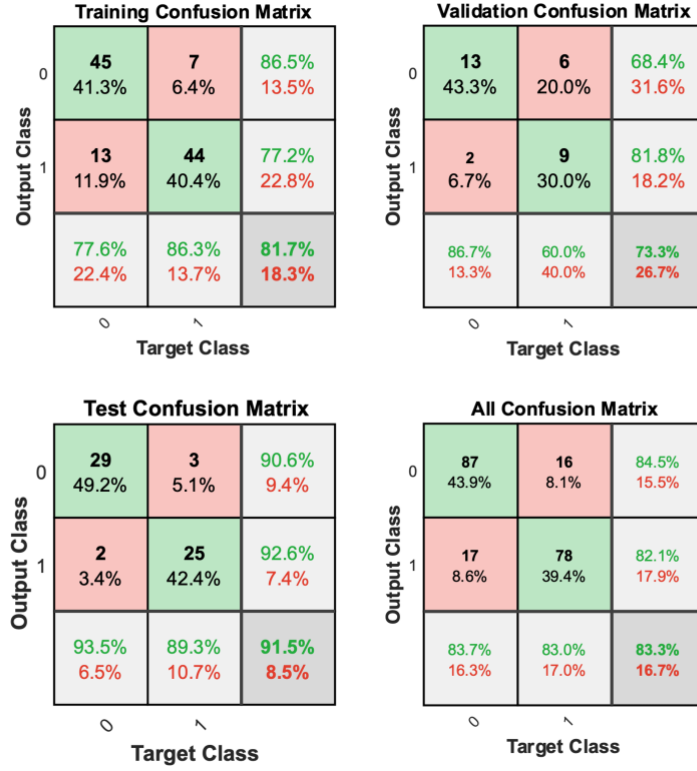
Veri setinde 198 gönüllüye ait sol iris görüntüleri yer almaktadır. Her bir iris görüntüsünden yerel ikili örüntüler ile öznitelikler çıkarılmış ve yapay sinir ağız girdisi olarak belirlenmiştir. Çıktı sınıfı da KAH ve Kontrol olmak üzere iki tanedir. Veriler rastgele olarak eğitim (%55, 109 veri), doğrulama (%15, 30 veri) ve test (%30, 59 veri) olmak üzere üçe ayrılmıştır. Şekil 5'te eğitim sürecindeki iterasyonlardaki hata değerlerini gösteren ağız performans grafiği yer almaktadır. Ağız eğitilmesi SCG algoritması ile yapılmış ve 15. iterasyonda doğruya kontrolü değeri 6'ya ulaşması ile tamamlanmıştır. 15 iterasyon sonunda doğrulama verilerinde en iyi performans 9. iterasyonda çapraz entropi (cross-entropy) değeri 0.58747 olduğunda gerçekleşmiştir.



Şekil 5. Eğitim ve test süreçlerine ait performans analizi.

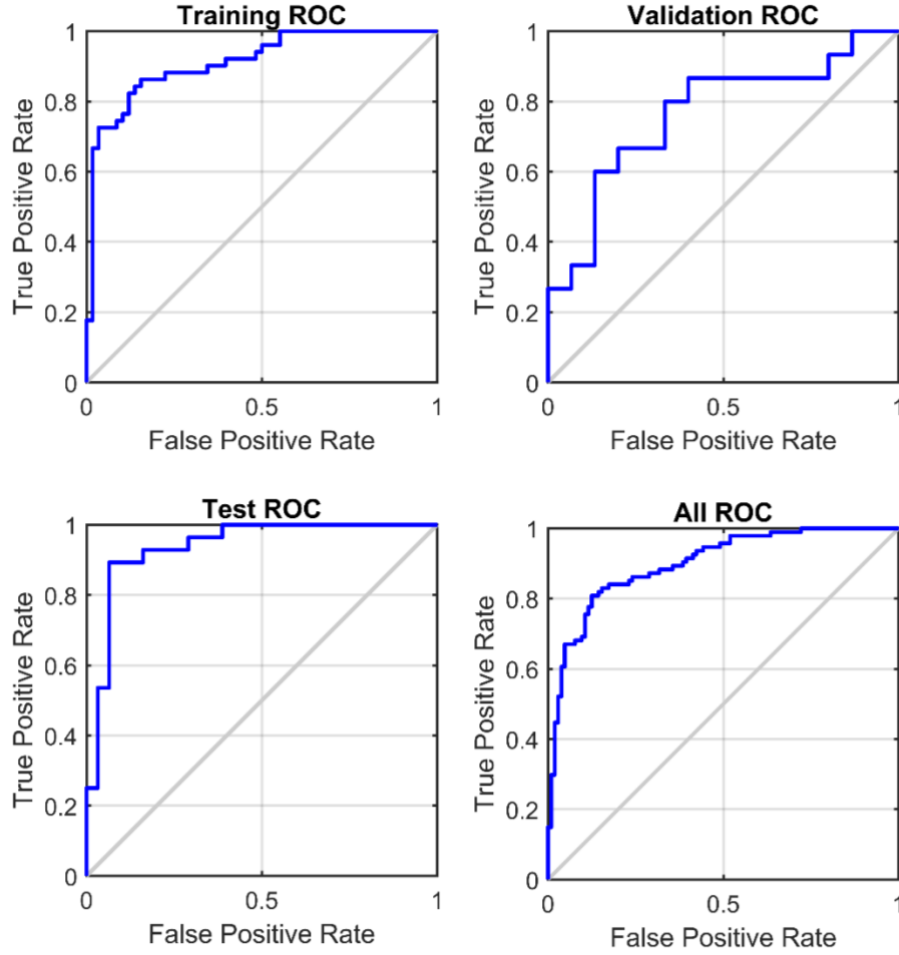
Eğitim işlemi sonucunda eğitim (training), doğrulama (validation), test ve tüm (all) olmak üzere veri gruplarına ait karışıklık matrisleri Şekil 6'da yer almaktadır. Eğitim verileri için 89 veri doğru sınıflandırılırken 20 veri hatalı sınıflandırılmıştır, doğruluk değeri %81.7 olarak bulunmuştur. Doğrulama veri grubunda doğruluk %73.3 olarak elde edilirken test verilerinde %91.5'tir. Tüm veri grubunda ise bu değer %83.3'tür.

ROC (Alıcı işlem karakteristikleri, Receiver Operating Characteristic) eğrileri sınıflandırma problemlerinde sıklıkla kullanılan bir performans göstergesidir. Eğrinin x-ekseninde Yanlış Pozitif Oranı (False Positive Rate) ve y-ekseninde Gerçek Pozitif Oranı (True Positive Rate) yer almaktadır. ROC eğrisinin altında kalan alan AUC (Eğri Altında Kalan Alan, Area Under The Curve) ise sınıfların birbirlerinden ayrılabilirdiğinin belirten bir ölçümdür. Bu değer 0,9 - 1 arasında olması sınıflandırmanın oldukça başarılı olduğu anlamına gelmektedir. Veri gruplarına ait ROC eğrileri Şekil 7'de verilmektedir. Test verileri için AUC değeri 0,9103 olarak elde edilmiştir.



Şekil 6. Veri gruplarına ait karışıklık matrisleri.

Doğruluk ve AUC metriklerine ek olarak kesinlik, duyarlılık, özgüllük ve  $F_1$  skor gibi sınıflandırma işlemlerinde kullanılan metrikler vardır. Kesinlik, bir modelin doğru pozitif tahminlerinin oranını gösterirken, duyarlılık gerçek pozitiflerin ne kadarının doğru bir şekilde tespit edildiğini ifade eder. Özgüllük ise gerçek negatiflerin doğru bir şekilde tahmin edilme yeteneğini temsil eder.  $F_1$  skoru ise kesinlik ve duyarlılığı birleştiren bir metriktir. Bu metrikler, sınıflandırma modellerinin performansını değerlendirmek için kullanılır ve yüksek değerler, modelin daha iyi bir performans sergilediğini gösterir. Metrikler test verileri için hesaplandığında kesinlik, duyarlılık, özgüllük ve  $F_1$  skor değerleri sırasıyla 0,9063, 0,9355, 0,8929 ve 0,92063 olarak bulunmuştur.



Şekil 7. Veri gruplarına ait ROC grafikleri.

Literatürdeki benzer çalışmalara bakıldığında, Özbilgin ve arkadaşları dalgacık dönüşümü temelli öznelilikler ve DVM ile %93 sınıflandırma başarısı ile, Gunawan ve arkadaşları GSEM öznelilikleri ve DVM ile %91 doğrulukta, Putra ve arkadaşları TBA yöntemi ve YSA kullanarak %90 doğruluk ile, Permatasari ve arkadaşları TBA ve DVM ile %80 doğrulukta ve Kusuma ve arkadaşları da siyah ve beyaz piksellerin oranı ve Eşikleme yöntemi ile %83,3 doğrulukta sınıflandırma işlemi gerçekleştirmişlerdir. Çalışmalara bakıldığında çeşitli öznelilik çıkarma ve sınıflandırma yöntemleri denenmiş ve başarılı bulgular elde edilmiştir. Yerel İkili Örüntüler öznelilik çıkarma yöntemi çeşitli çalışmalarda kullanıldığı görülmekle birlikte iristen bu yöntemle kalp hastalıkları çalışması yer almamaktadır. Bu çalışmada YİÖ ile öznelilikler çıkarılmış ve YSA ile sınıflandırma gerçekleştirilmiştir. Çalışmada bulunan doğruluk değeri %91,5, AUC değeri de 0,9103 olarak bulunmuştur. Elde edilen bulgular doğrultusunda YİÖ yönteminin iris görüntüleri kullanılarak bir kalp hastalığı olan KAH tahmininde başarılı olduğu söylenebilir.



#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada iris görüntüleri kullanılarak YİÖ öznitelik çıkarma yöntemi ve YSA sınıflandırıcısı ile KAH sınıflandırılması gerçekleştirilmiştir. 94'ü KAH ve 104'ü Kontrol grubu olmak üzere iki sınıftan toplamda 198 gönüllüye ait iris görüntüleri veri setini oluşturmaktadır. Görüntü işleme ve iridoloji biliminin birleşimi ile iris, öznitelik çıkarma işlemi için sınırlarının bulunması ve dikdörtgen formata dönüştürme aşamalarına tabi tutulmuştur. İris haritasındaki kalp konuma ait bölge analiz bölgesi olarak belirlenmiş ve öznitelik çıkarma ve sınıflandırma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Sınıflandırma işlemi sonucunda test verilerinde doğruluk %91,5, kesinlik 0,9063, duyarlılık 0,9355, özgüllük 0,8929,  $F_1$  skor 0,92063 ve AUC değeri de 0,9103 olarak bulunmuştur.

Son yıllarda artarak devam eden iridoloji çalışmaları ile iristen çeşitli hastalık tahminleri için çeşitli yöntemler önerilmektedir. Hastalıkların sayılarının ve yöntemlerin çeşitliliğinin artması çalışmaların geniş kapsamlı çalışmalarının önünü açabilmektedir. Bu nedenle bu çalışmada iristen KAH tespiti için daha önce denenmemiş YİÖ yönteminin performans analizi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular doğrultusunda literatüre bakılarak önerilen yöntemin KAH tespitinden başarılı olduğu ifade edilebilir. Çalışmada kalp hastalıklarından sadece KAH'a, YİÖ öznitelik çıkarma yöntemine ve YSA sınıflandırıcısına odaklanması çalışmanın sınırlılığı olarak ifade edilebilir. Gelecek çalışmalarda farklı öznitelik çıkarma ve sınıflandırma yöntemleri ile çeşitli hastalıkların da tespiti için çalışmalar yapılabilir.

#### Yazarların Katkısı

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

#### Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

#### Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## Kaynaklar

- Alizadehsani, R., Zangooei, M. H., Hosseini, M. J., Habibi, J., Khosravi, A., Roshanzamir, M., Khozeimeh, F., Sarrafzadegan, N. ve Nahavandi, S. (2016). Coronary artery disease detection using computational intelligence methods. *Knowledge-Based Systems*, 109, 187-197.
- Daugman, J. (2009). How iris recognition works. *The essential guide to image processing* (s. 715-739): Elsevier.
- Fausett, L. V. (2006). *Fundamentals of neural networks: architectures, algorithms and applications*: Pearson Education India.
- Ghiasi, M. M., Zendejboudi, S. ve Mohsenipour, A. A. (2020). Decision tree-based diagnosis of coronary artery disease: CART model. *Computer methods and programs in biomedicine*, 192, 105400.
- Gunawan, V. A., Putra, L. S. A., Imansyah, F. ve Kusumawardhani, E. (2022). Identification of Coronary Heart Disease through Iris using Gray Level Co-occurrence Matrix and Support Vector Machine Classification. *International Journal of Advanced Computer Science and Applications*, 13(1).
- Jensen, B. (2012). *Iridology simplified*: Book Publishing Company.
- Kurnaz, Ç. ve Gül, B. K. (2018). Determination of the relationship between sodium ring width on iris and cholesterol level. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 33(4), 1557-1568.
- Kusuma, F. D., Kusumaningtyas, E. M., Barakbah, A. R. ve Hermawan, A. A. (2018). *Heart abnormalities detection through iris based on mobile*. Paper presented at the 2018 International Electronics Symposium on Knowledge Creation and Intelligent Computing (IES-KCIC).
- Ma, L., Zhang, D., Li, N., Cai, Y., Zuo, W. ve Wang, K. (2012). Iris-based medical analysis by geometric deformation features. *IEEE journal of biomedical and health informatics*, 17(1), 223-231.
- Malakar, A. K., Choudhury, D., Halder, B., Paul, P., Uddin, A. ve Chakraborty, S. (2019). A review on coronary artery disease, its risk factors, and therapeutics. *Journal of cellular physiology*, 234(10), 16812-16823.
- Muzamil, S., Hussain, T., Haider, A., Waraich, U., Ashiq, U. ve Ayguadé, E. (2020). An intelligent iris based chronic kidney identification system. *Symmetry*, 12(12), 2066.
- Ojala, T., Pietikainen, M. ve Maenpaa, T. (2002). Multiresolution gray-scale and rotation invariant texture classification with local binary patterns. *IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence*, 24(7), 971-987.
- Ozbilgin, F. ve Kurnaz, C. (2022). An alternative approach for determining the cholesterol level: Iris analysis. *International Journal of Imaging Systems and Technology*, 32(4), 1159-1171.
- Özbilgin, F. (2019). *Sistemik hastalıkların istemli belirtilerinin iris analizi yöntemi ile belirlenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun.
- Özbilgin, F., Kurnaz, Ç. ve Aydın, E. (2023). Prediction of Coronary Artery Disease Using Machine Learning Techniques with Iris Analysis. *Diagnostics*, 13(6), 1081.
- Permatasari, L. I., Novianty, A. ve Purboyo, T. W. (2016). *Heart disorder detection based on computerized iridology using support vector machine*. Paper presented at the 2016 International Conference on Control, Electronics, Renewable Energy and Communications (ICCEREC).
- Putra, L. S. A., Isnanto, R. R., Triwiyatno, A. ve Gunawan, V. A. (2018). *Identification of Heart Disease With Iridology Using Backpropagation Neural Network*. Paper presented at the 2018 2nd Borneo International Conference on Applied Mathematics and Engineering (BICAME).
- Ramlee, R. ve Ranjit, S. (2009). *Using iris recognition algorithm, detecting cholesterol presence*. Paper presented at the 2009 International Conference on Information Management and Engineering.
- Rehman, M. U., Najam, S., Khalid, S., Shafique, A., Alqahtani, F., Baothman, F., Shah, S. Y., Abbasi, Q. H., Imran, M. A. ve Ahmad, J. (2021). Infrared sensing based non-invasive initial diagnosis of chronic liver disease using ensemble learning. *IEEE Sensors Journal*, 21(17), 19395-19406.
- Samant, P. ve Agarwal, R. (2018). Machine learning techniques for medical diagnosis of diabetes using iris images. *Computer methods and programs in biomedicine*, 157, 121-128.
- Sunnetci, K. M., ve Alkan, A., (2022). Biphasic majority voting-based comparative COVID-19 diagnosis using chest X-Ray images. *Expert Systems with Applications*, 119430.
- Sunnetci, K. M., Ulukaya, S., ve Alkan, A., (2022). Periodontal bone loss detection based on hybrid deep learning and machine learning models with a user-friendly application. *Biomedical Signal Processing and Control*, 77: 103844.

- TÜİK. (2019). Ölüm ve Ölüm Nedeni İstatistikleri, 2019. Erişim adresi Ölüm ve Ölüm Nedeni İstatistikleri, 2019
- Virani, S. S., Alonso, A., Benjamin, E. J., Bittencourt, M. S., Callaway, C. W., Carson, A. P., Chamberlain, A. M., Chang, A. R., Cheng, S. ve Delling, F. N. (2020). Heart disease and stroke statistics—2020 update: a report from the American Heart Association. *Circulation*, 141(9), e139-e596.
- Yegnanarayana, B., (2009). *Artificial neural networks*. PHI Learning Pvt. Ltd.

## Antioxidant and antimicrobial activities of the essential oil of *Helichrysum chionophilum*: an endemic plant of Türkiye

Tuba ACET<sup>1\*</sup>, Kadriye ÖZCAN<sup>2</sup>

### Abstract

Diseases that develop due to microorganisms have become increasingly dangerous today. Especially in the fight against resistant microorganisms, there is a need for cheaper, natural and effective methods. Plant materials containing biologically active compounds come to the fore in this sense. Therefore, in the present study, the antioxidant and antimicrobial activities of the essential oil obtained from *H. chionophilum* collected from Gümüşhane were investigated. The essential oil was obtained by hydro-distillation using a Clevenger-type apparatus. Free radical scavenging activity was determined using the DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazil) method. Antimicrobial activity was examined using the microdilution method using 17 bacteria and 2 yeasts. According to the findings, IC<sub>50</sub> value of the radical scavenging activity of the essential oil of *H. chionophilum* plant was found to be 260.0±0.2 µg/mL. Also, the essential oil of the plant showed outstanding antimicrobial activity against *Y. pseudotuberculosis* (MIC: 16 µg/mL), *S. epidermidis* (MIC: 16 µg/mL), and *C. albicans* (MIC: 16 µg/mL) and *C. tropicalis* (MIC: 32 µg/mL). The results indicate that *H. chionophilum*, which is an endemic species, and its essential oils can be used as a new and alternative natural agent thanks to its antioxidant and antimicrobial properties.

**Keywords:** Antioxidant, antimicrobial, *Helichrysum chionophilum*

## *Helichrysum chionophilum*'un uçucu yağının antioksidan ve antimikrobiyal aktiviteleri: Türkiye'nin endemik bir bitkisi

### Öz

Mikroorganizmalara bağlı olarak gelişen rahatsızlıklar günümüzde giderek tehlikeli bir hal almıştır. Özellikle, dirençli organizmalar ile mücadele noktasında, daha ucuz, doğal ve etkili yöntemlere ihtiyaç duyulmaktadır. Biyolojik olarak aktif bileşikleri barındıran bitki materyalleri bu manada ön plana çıkmaktadır. Bu nedenle, mevcut çalışmada, Gümüşhane'den toplanan *Helichrysum chionophilum*'dan elde edilen uçucu yağın antioksidan ve antimikrobiyal aktiviteleri araştırılmıştır. Uçucu yağ, Clevenger tipi bir aparat kullanılarak hidro-damıtma yönteminden elde edildi. Serbest radikal yakalama aktivitesi, DPPH (2,2-difenil-1-pikrilhidrazil) yöntemi kullanılarak belirlendi. Antimikrobiyal aktivite mikro dilüsyon yöntemi kullanılarak 17 bakteri ve 2 maya kullanılarak incelendi. Elde edilen bulgulara göre, *H. chionophilum* bitkisi radikal süpürme aktivitesinin IC<sub>50</sub> değeri 260.0±0.2 µg/mL olarak bulunmuştur. Ayrıca, bitkinin uçucu yağı, *Y. pseudotuberculosis* (MIC: 16 µg/mL), *S. epidermidis* (MIC: 16 µg/mL) ve *C. albicans* (MIC: 16 µg/mL) ve *C. tropicalis*'e (MIC: 32 µg/mL) karşı olağanüstü antimikrobiyal aktivite göstermiştir. Elde edilen sonuçlar, endemik bir tür olan *H. chionophilum* ve uçucu yağlarının antioksidan ve antimikrobiyal özellikleri sayesinde yeni ve alternatif doğal bir ajan olarak kullanılabileceğini işaret etmektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Antioksidan, antimikrobiyal, *Helichrysum chionophilum*

<sup>1</sup>Department of Occupational Health and Safety, Gümüşhane University, Gümüşhane, Turkey, tubaacet@hotmail.com

<sup>2</sup>Department of Genetic and Bioengineering, Giresun University, Giresun, Turkey, kadriye.ozcangiresun.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-0981-9413>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-4913-6035>

## 1. Introduction

With its 600 varieties, *Helichrysum* Mill. (Asteraceae) is widely found throughout the World (Lourens et al., 2008; Giovanelli et al., 2018). Sixteen of these plants are endemic to Türkiye and generally known as “ölmez çiçek (immortal flower)”, “altınotu (golden herb)” or “kovanotu” in Anatolia (Baytop, 1997; Güner et al., 2012). The members of *Helichrysum* species are generally perennial and scrub plants and have aromatic properties (Giovanelli et al., 2018; Akinfenwa et al., 2022). In Anatolia and the rest of the world, it is consumed herbal tea (Ebrahimzadeh and Tavassoli, 2015; Acet and Özcan, 2022) (and for coughing and respiratory problems, digestive system problems, dermal inflammations, wound healing, and painkiller/anti-inflammatory (Lourens et al., 2004; van Vuuren et al., 2006; Viagas et al., 2004), diarrhea (Benelli et al., 2018), antimicrobial and sedative (Kurti et al., 2019), anti-diabetic (Aslan et al., 2017), diuretic and passing the kidney stone (Yeşilada et al., 1995; Süzgeç-Selçuk and Birteksöz, 2011). In order to confirm the traditional uses of *Helichrysum* species and to emphasize the potential uses, many studies have been carried out on the extracts and essential oils of the plants (biological activities) (Albayrak et al., 2010; Kürkçüoğlu et al., 2019; Viegas et al., 2014; El-Olemy et al., 2005; Giuliani, et al., 2016; Afoulous et al., 2011; Judzentiene and Butkiene, 2006; Jokić et al., 2016; Özcan and Acet, 2018b).

The essential oils are defined as the natural herbal products consisting of volatile secondary metabolites characterized with complex ingredients and strong odor (Kurti et al., 2019). Some *Helichrysum* species and the essential/volatile oils gaining them pharmacological properties were reported to show chemical differences depending on the vegetation, environment, and geographical origins (Bianchini et al., 2009; Furlan and Bren, 2023). For this reason, it is thought that the plants in Gümüşhane region, which have different climates and heights, might be rich in secondary metabolites.

In literature, there are few studies on the biological activities of *Helichrysum chionophilum*, which is an endemic species. Tepe et al. (2005) investigated the antioxidant activities of methanol extracts of *H. chionophilum* collected from Kayseri region at different times, whereas Albayrak et al. (2010) analyzed the in vitro antioxidant, radical scavenging, and antimicrobial activities of this plant's methanol extract. In a study carried out recently, the composition of the oil obtained from *H. chionophilum* collected in Kayseri was determined (Kürkçüoğlu et al., 2019). Besides that, in our previous studies, the antioxidant and antimicrobial characteristics of different solvent extracts of this plant collected from Gümüşhane with certain antibiotics were reported, as well as its synergic activity. And, the phenolic profiles, fatty acid compositions and biological activities of *H. chionophilum* were evaluated (Özcan and Acet, 2018b; Acet et al., 2019). The fact that some extracts showed more effective biological activity when compared to the extracts obtained from other regions suggests that

the essential oil of the plant should be investigated. In the present study, antioxidant and antimicrobial activities of essential oil obtained from the endemic plant collected from Gümüşhane region were investigated. In this study, the radical scavenging effect and antimicrobial activity of the oil of this plant are reported for the first time.

## **2. Material and Method**

### **2.1. Plant Material**

*H. chionophilum* plants were collected from the heights of 2800-2900 m from Artabel/Gümüşhane in August 2018 during the flowering period. The identification of the plant was performed according to “Flora of Turkey and the East Aegean Islands” (Davis et al., 1988). The voucher specimen was prepared (TA1601) and kept at Gümüşhane University.

### **2.2. Oil Extraction**

After drying and powdering the *H. chionophilum*, the essential oil was obtained from 200 g of the sample with the hydro-distillation method by using a Clevenger-type apparatus for 3 hours. Then, the water content of this oil was removed by using Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and then kept at -20 °C until analysis.

### **2.3. DPPH-Scavenging Activity**

The radical scavenging activity of the essential oil was determined by using DPPH method (Özcan and Acet, 2018b). The results were expressed as IC<sub>50</sub>, which refers to the oil concentration scavenging 50% of DPPH radical, and Trolox that is a standard antioxidant.

### **2.4. Antimicrobial Activity**

#### **2.4.1. Test organisms**

17 bacteria [8 Gram (-) and 9 Gram (+)] and 2 yeasts were used in antimicrobial activity experiments. The standard strains used are; *Enterococcus faecium* DSMZ 13590, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Staphylococcus aureus* ATCC 6538, *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228, *Bacillus cereus* RSKK 709, methicillin resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA) ATCC 43300, *Enterococcus hirae* ATCC 10541, *Escherichia coli* ATCC 29998, *Listeria monocytogenes*,

*Klebsiella pneumoniae* ATCC 13883, *Listeria innocua* ATCC 33090, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Salmonella typhimurium* CCM 5445, *Vibrio parahaemolyticus* ATCC 17802, *Yersinia enterocolitica* ATCC 27729, *Yersinia pseudotuberculosis* ATCC 911, *Proteus vulgaris* ATCC 13315, *Candida albicans* DSMZ 5817, *Candida tropicalis* NRRL YB-366.

#### **2.4.2. Minimum inhibition concentration (MIC)**

The minimum inhibition concentrations of the samples were determined by using the microdilution method (CLSI, 2017) on 96-well microplates. The oil was diluted with DMSO and the obtained serial dilution concentration range (512-1 µg/mL) was used for determining the MIC values. In sum, the samples were added into the wells at predetermined concentrations and the test microorganism solutions (0.5 MacFarland) were inoculated. The microbial growth was determined after the incubation for 48 hours at 37 °C. The MIC value was specified as the lowest oil concentration preventing the microbial growth. The chloramphenicol, novobiocin, nalidixic acid, and nystatin were used as positive controls.

#### **2.4.3. Minimum bactericidal concentration (MBC)**

The minimum bactericidal concentration values were determined by taking 10µL from the wells, in which the MIC test was performed, and then inoculating them into fresh agar for 1 day at 37 °C. The concentration, at which no growth was observed, was determined to be MBC. The MBC value was expressed as the lowest oil concentration killing the microorganisms (Özcan and Acet, 2018b).

### **3. Findings and Discussion**

The radical scavenging activity of the oil was determined using DPPH method and expressed as IC<sub>50</sub> value and Trolox-equivalent (Table 1). DPPH method is one of the stable, easy, fast, and accurate methods used in order to determine the radical scavenging activities of the plants (Ebrahimzadeh et al., 2010; Özcan and Acet, 2022). Although the antioxidant activities of the oil of this plant were examined in the present study for the first time, the radical scavenging activities of oils of different *Helichrysum* species were also investigated by using DPPH method. The IC<sub>50</sub> value of the oil of *Helichrysum microphyllum* subsp. *tyrrhenicum* collected from Sardinia was reported to be 2.060 mg/mL (Ornano et al., 2015). Kladar et al. (2015) investigated the radical scavenging activity of both ethanol extract and essential oil of *Helichrysum italicum* plant, which they have collected

from Montenegro, by using DPPH method and they reported the radical scavenging effectiveness (IC<sub>50</sub>: 1.37 mg/mL) of the oil to be lower than that of ethanol extract (IC<sub>50</sub>: 0.99 µg/mL). Afoulous et al. (2011) used the DPPH method and reported the radical scavenging efficiency of the essential oil of *Helichrysum gymnocephalum* species to be IC<sub>50</sub>>126 mg/mL. The radical scavenging activity (IC<sub>50</sub>: 0.26 mg/mL) of *H. chionophilum* oil, which we analyzed here, seems to be clearly stronger than the oils of similar species. Moreover, the antioxidant activity of the *H. chionophilum* extracts collected from different regions were investigated by the researchers and, by using DPPH method, the antioxidant activity was reported to be IC<sub>50</sub> values of 40.5 µg/mL (Tepe et al., 2005), 53.10 µg/mL (Albayrak et al., 2010), and 67.44 µg/mL (Özcan and Acet, 2018b).

**Table 1.** Antioxidant activity of *H. chionophilum* essential oil

Sample	Radical Scavenging activity	
	DPPH (IC <sub>50</sub> value, µg/mL)	Trolox Equivalent (mg TE/g oil)
Essential oil	260.0±0.2	34.82±0.03
Trolox	9.5±0.01	-

\*TE: Trolox equivalent

The antimicrobial activity of the oil on Gram (-) (Table 2), Gram (+) bacteria (Table 3), and yeasts (Table 4) were determined. The MBC values are presented in Table 5. The MIC values against all the microorganisms, which were used for investigating the antimicrobial activity of the oil, were at a remarkable level (16-64 µg/mL) (Tables 2-4). The lowest MIC value (16 µg/mL) was found in *Y. pseudotuberculosis*, *S. epidermidis*, and *C. albicans*. While the oil showed activity against *Y. enterocolitica*, *S. epidermidis*, *S. aureus*, and MRSA similar to the positive control (chloramphenicol), the activity against *C. albicans* was equivalent to the positive control chloramphenicol and nystatin. The results obtained here were found to be similar to or higher than the antimicrobial activity of the *H. chionophilum* extracts reported in the previous study (Özcan and Acet, 2018b). However, although no anticandidal activity was reported for the extracts (Özcan and Acet, 2018b; Albayrak et al., 2010), a high level of anticandidal activity was detected in oil in the present study (Table 4).

When compared to Gram (-) bacteria, Gram (+) bacteria were reported to be more sensitive to the essential oils obtained from the plants (Djihane et al., 2017; Cantore et al., 2004; Kladar et al., 2015). Moreover, it was reported in many studies that the oils have a high level of antifungal activity (González, et al., 2012; Djihane et al., 2017).



**Table 2.** Antimicrobial activity of *H. chionophilum* essential oil against Gram (-) bacteria

Test organisms	MIC value ( $\mu\text{g/mL}$ )			
	Essential oil	Chloramphenicol	Novobiocin	Nalidixic acid
<i>S. typhimurium</i>	64	8	1	256
<i>V. parahaemolyticus</i>	64	2	1	4
<i>P. aeruginosa</i>	64	16	4	4
<i>Y. enterocolitica</i>	64	64	128	32
<i>K. pneumoniae</i>	64	32	1	64
<i>E. coli</i>	32	4	1	256
<i>Y. pseudotuberculosis</i>	16	8	4	128
<i>P. vulgaris</i>	32	16	2	256

**Table 3.** Antimicrobial activity of *H. chionophilum* essential oil against Gram (+) bacteria

Test organisms	MIC value ( $\mu\text{g/mL}$ )			
	Essential oil	Chloramphenicol	Novobiocin	Nalidixic acid
<i>E. hirae</i>	32	8	1	256
<i>B. cereus</i>	32	2	1	4
<i>S. epidermidis</i>	16	16	4	4
<i>S. aureus</i>	64	64	128	32
<i>MRSA</i>	64	32	1	64
<i>E. faecium</i>	32	4	1	256
<i>E. faecalis</i>	64	8	4	128
<i>L. monocytogenes</i>	64	16	2	256
<i>L. innocua</i>	32	32	2	128

**Table 4.** Antimicrobial activity of *H. chionophilum* essential oil against yeasts

Yeasts	MIC value ( $\mu\text{g/mL}$ )	
	Essential oil	Nystatin
<i>C. albicans</i>	16	16
<i>C. tropicalis</i>	32	16

**Table 5.** MBC value of the essential oil against test microorganisms

Test organisms	MBC value (µg/mL)	Test organisms	MBC value (µg/mL)
<i>S. typhimurium</i>	128	<i>E. hirae</i>	64
<i>V. parahaemolyticus</i>	64	<i>B. cereus</i>	64
<i>P. aeruginosa</i>	64	<i>S. epidermidis</i>	32
<i>Y. enterocolitica</i>	128	<i>S. aureus</i>	128
<i>K. pneumoniae</i>	64	MRSA	64
<i>E. coli</i>	64	<i>E. faecium</i>	64
<i>Y. pseudotuberculosis</i>	16	<i>E. faecalis</i>	128
<i>P. vulgaris</i>	64	<i>L. monocytogenes</i>	128
<i>C. albicans</i>	32	<i>L. innocua</i>	64
<i>C. tropicalis</i>	32	<i>E. hirae</i>	64

#### 4. Conclusions and Recommendations

In conclusion, the essential oil components of *H. chionophilum*, which is endemic to Türkiye, were identified and the antioxidant and antimicrobial activities were analyzed. The results clearly revealed that the essential oil of this plant showed significant inhibition activity against various microorganisms (especially *S. epidermidis*, *Y. pseudotuberculosis*, and *C. albicans*). Furthermore, it can be stated that the antioxidant activity of the essential oil was at a higher level when compared to those of extracts. It is thought that the biological activity that was detected might be explained with the presence of some component of the essential oil. In recent years, the awareness of the risks of synthetic additives and medications on the organisms has arisen throughout the world and the interest in natural sources has also increased. For this reason, benefiting from the herbs used in folk medicine is thought as an alternative method. From this aspect, the results obtained in the present study showed that the essential oil of *H. chionophilum*, which is widely used in folk medicine, might be used as a natural agent thanks to its antioxidant and antimicrobial properties. Besides that, it would be beneficial to carry out further analyses on the plants collected at different seasons and from different regions, which have different ecological characteristics, and to determine the most effective season for this plant. Moreover, in order for this plant to be used as a food additive and to be evaluated from the pharmacological aspect, the biological activities should be validated by using further tests in *in-vivo* settings.

## Authors' Contributions

All authors contributed equally to the study.

## Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.

## Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.




## References

- Acet, T., and Özcan, K. (2022). *Heracleum pastinacifolium*'nin antioksidan ve antimikrobiyal özellikleri ile fenolik içeriğinin aydınlatılması. *Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi*, 12(1), 22-32.
- Acet, T., Ozcan, K., and Zengin, G., (2020). An assessment of phenolic profiles, fatty acid compositions, and biological activities of two *Helichrysum* species: *H. plicatum* and *H. chionophilum*. *Journal of Food Biochemisrty*. 44, e13128.
- Afoulous, S., Ferhout, H., Raelison, E.G., Valentin, A., Moukarzel, B., Couderc, F., and Bouajila, J., (2011). *Helichrysum gymnocephalum* Essential oil: chemical composition and cytotoxic, antimalarial and antioxidant activities, attribution of the activity origin by correlations. *Molecules*, 16(10), 8273-8291.
- Akinfenwa, A.O., Sagbo, I.J., Makhaba, M., Mabusela, W.T., and Hussein, A.A., (2022). *Helichrysum* genus and compound activities in the management of diabetes mellitus. *Plants (Basel)*, 23, 11(10), 1386.
- Albayrak, S., Aksoy, A., Sağdıç, O., and Budak, Ü., (2010). Phenolic compounds and antioxidant and antimicrobial properties of *Helichrysum* species collected from eastern Anatolia, Turkey. *Turkish Journal of Biology*, 34, 463-473.
- Aslan, M., Orhan, D.D., Orhan, N., Sezik, E., and Yesilada, E., (2007). In vivo antidiabetic and antioxidant potential of *Helichrysum plicatum* ssp. *plicatum* capitulum in streptozotocin-induced-diabetic rats. *Journal of Ethnopharmacology*, 109(1), 54-59.
- Başer, K.H.C., Demirci, B., and Kirimer, N., (2002). Compositions of the essential oils of four *Helichrysum* species from Madagascar. *Journal of Essential Oil Research*, 14(1), 53-55.
- Baytop, T., (1997). Türkçe bitki adları sözlüğü (A dictionary of vernacular names of wild plants of Turkey) (p. 578). Ankara: Publication of the Turk Dil Kurumu (The Turkish Language Society).
- Benelli, G., Pavela, R., Rakotosaona, R., Randrianarivo, E., Nicoletti, M., and Maggi, F., (2018). Chemical composition and insecticidal activity of the essential oil from *Helichrysum faradifani* endemic to Madagascar. *Natural Product Research*, 32(14), 1690-1698.
- Bianchini, A., Santoni, F., Paolini, J., Bernardini, A.F., Mouillot, D., and Costa, J., (2009). Partitioning the relative contributions of inorganic plant composition and soil characteristics to the quality of *Helichrysum italicum* subsp. *italicum* (Roth) G. Don fil. essential oil. *Chemistry and Biodiversity*, 6(7), 1014-33.
- Cantore, L.P., Iacobellis, S.N., Marco, D.A., Capasso, F., and Senatore, F., (2004). Antibacterial activity of *Coriandrum sativum* L. and *Foeniculum vulgare* Miller var. (MILLER) Essential oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 7862-7866.
- Chalchat J.C., and Özcan, M.M., (2006). Composition of the essential oil of *Helichrysum chasmolyticum* growing wild in Turkey. *Journal of Medicinal Food*, 9(2), 287-289.
- Chinou, L.B., Bougatsos, C., and Perdetzoglou, D., (2004). Chemical composition and antimicrobial activities of *Helichrysum amorginum* cultivated in Greece. *Journal of Essential Oil Research*, 16(3), 243-245.

- Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI), (2017). Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing; 27th Informational Supplement. CLSI/NCCLS, 27th ed.; Clinical and Laboratory Standards Institute: Wayne, PA, USA.
- Davis, P.H., Mill R.R. and Tan, K., (1988). Flora of Turkey and the East Aegean Islands. Edinburgh University Press. Edinburgh, UK.
- Djihane, B., Wafa, N., Elkhamssa, S., Pedro, D.H.J., Maria, A.E., and Mihoub, Z.M., (2017). Chemical constituents of *Helichrysum italicum* (Roth) G. Don essential oil and their antimicrobial activity against Gram-positive and Gram-negative bacteria, filamentous fungi and *Candida albicans*. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 25, 780-787.
- Ebrahimzadeh, M.A., and Tavassoli, A., (2015). Antioxidant properties of *Helichrysum pseudoplicatum* Nab. *Pharmaceutical and Biomedical Research*, 1(1), 37.
- Ebrahimzadeh, M.A., Nabavi, S.F., Nabavi, S.M., and Eslami, B., (2010). Antihemolytic and antioxidant activities of *Allium paradoxum*. *Central European Journal of Biology*, 5, 338-345.
- El-Olemy, M.M., Al-Rehaily, A.J., Albishi, O.A., Mossa, J.S., Demirci B., and Başer, K.H.C., (2005). Composition of the Essential Oil of *Helichrysum forsskahlii* (Gmel) Hilliard et Burt. *Journal of Essential Oil Research*, 17(1), 112-116.
- Furlan, V., and Bren, U., (2023). *Helichrysum italicum*: From extraction, distillation, and encapsulation techniques to beneficial health effects. *Foods*, 12(4), 802.
- Giovanelli, S., De Leo, M., Cervelli, C., Ruffoni, B., Ciccarelli, D., and Pistelli, L., (2018). Essential oil composition and volatile profile of seven *Helichrysum* species grown in Italy. *Chemistry and Biodiversity*, 15, e1700545.
- Giuliani, C., Lazzaro, L., Calamassi, R., Calamai, L., Romoli, R., Fico, G., Foggi, B., and Lippi, M.M., (2016). A volatolomic approach for studying plant variability: the case of selected *Helichrysum* species (Asteraceae). *Phytochemistry*, 130, 128-143.
- González, A.M., Tracanna, M.I., Amani, S.M., Schuff, C., Poch, M.J., Bach, H., and Can, C., (2012). Chemical composition, antimicrobial and antioxidant properties of the volatile oil and methanol extract of *Xenophyllum poposum*. *Natural Product Communications*, 7(12), 1663-1666.
- Güner, A., S. Aslan, T. Ekim, M. Vural ve M. T. Babaç, 2012. Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler). Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi ve Flora Araştırmaları Derneği Yayını, İstanbul.
- Javidnia, K., Miri, R., Soltani M., and Khosravi, A.R., (2009). Essential oil composition of two Iranian endemic *Helichrysum* Miller. species (*H. leucocephalum* Boiss. and *H. artemisioides* Boiss. et Hausskn.). *Journal of Essential Oil Research*, 21(1), 54-56.
- Jokić, S., Rajić, M., Bilić, B., and Molnar, M., (2016). Supercritical extraction of scopoletin from *Helichrysum italicum* (Roth) G. Don flowers. *Phytochemical Analysis*, 27, 290-295.
- Judzentiene, A., and Butkiene, R., (2006). Chemical composition of the essential oils of wild *Helichrysum arenarium* (L.) with differently colored inflorescences from Eastern Lithuania. *Journal of Essential Oil Research*, 18(1), 80-83.
- Judžentienė, A., Charkova, T., and Misiūnas, A., (2019). Chemical composition of the essential oils from *Helichrysum arenarium* (L.) plants growing in Lithuanian forests. *Journal of Essential Oil Research*, 31(4), 305-311.
- Kladar, N.V., Anačkov, G.T., Rat, M.M., Srđenović, B.U., Grujić, N.N., Šefer, E.L., and Božin, B.N., (2015). Biochemical characterization of *Helichrysum italicum* (Roth) G. Don subsp. *italicum* (Asteraceae) from Montenegro: phytochemical screening, chemotaxonomy, and antioxidant properties. *Chemistry and Biodiversity*, 12(3), 419-31.
- Kürkçüoğlu, M., Ağalar, H.G., Aksoy A., and Başer, K.H.C., (2019). Composition of the essential oils of two endemic *Helichrysum* species in Turkey. *Records of Natural Products*, 13(3), 236-242.
- Kurti, F., Giorgi, A., Beretta, G., Mustafa, B., Gelmini, F., Testa, C., Angioletti, S., Giupponi, L., Zilio, E., Pentimalli, D., and Hajdari, A., (2019). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of essential oils of different *Pinus* species from Kosovo. *Journal of Essential Oil Research*, 31(4), 263-275.
- Lourens, A.C.U., Reddy, D., Baser, K.H.C., Viljoen, A.M., and Van Vuuren, S.F., (2004). In vitro biological activity and essential oil composition of four indigenous South African *Helichrysum* Species. *Journal of Ethnopharmacology*, 95, 253-58.
- Lourens, A.C.U., Viljoen, A.M., and van Heerden, F.R., (2008). South African *Helichrysum* species: A review of the traditional uses, biological activity and phytochemistry. *Journal of Ethnopharmacology*, 119(3), 630-652.

- Ornano, L., Venditti, A., Sanna, C., Ballero, M., Maggi, F., Lupidi, G., Bramucci, M., Quassinti, L., and Bianco, A.C., (2015). Chemical composition and biological activity of the essential oil from *Helichrysum microphyllum* Cambess. ssp. tyrrhenicum Bacch., Brulloe Giusso growing in La Maddalena Archipelago. *Sardinia, Journal of Oleo Science*, 64(1), 19-26.
- Özcan, K., and Acet, T., (2018b). Antimicrobial and antioxidant screening, synergy studies of *Helichrysum chionophilum* extracts against to resistant microbial strains. *Fresenius Environmental Bulletin*. 27(7), 5045-5052.
- Özcan, K., and Acet, T., (2022). *Stachys macrantha* (K.Koch) Stearn'ın biyolojik aktivitesinin belirlenmesi. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 11(1), 156-163.
- Öztürk, B., Özek, G., Özek, T., and Baser, K.H.C., (2014). Chemical Diversity in Volatiles of *Helichrysum plicatum* DC. Subspecies in Turkey. *Records of Natural Products*, 8(4), 373-384.
- Ralijerson, L.B., Rabehaja, D.J.R., Rajaonarison, J.F., Urverg, S.R., Hérent, M.F. Mavar-Manga, H., and Tilquin, B., (2005). Comparison between the fresh and dry essential oil of *Helichrysum faradifani* Scott Elliot from Madagascar. *Journal of Essential Oil Research*, 17(6), 597-600.
- Rančić A., Soković, M., Vukojević, J., Simić, A., Marin, P., Duletić-Laušević, S., and Djoković, D., (2005). Chemical composition and antimicrobial activities of essential oils of *Myrrhis odorata* (L.) Scop, *Hypericum perforatum* L and *Helichrysum arenarium* (L.) Moench. *Journal of Essential Oil Research*, 17(3), 341-345.
- Rossi, P.G., Berti, L., Panighi, J., Luciani, A., Maury, J., Muselli, A., De Rocca Serra, D., Gonny, M., and Bolla, J.M., (2007). Antibacterial action of essential oils from Corsica. *Journal of Essential Oil Research*, 19, 176-182.
- Roussis, V., Tsoukatou, M., Chinou L.B., and Harvala, C., (2002). Composition and antibacterial activity of the essential oils of two *Helichrysum stoechas* varieties growing in the Island of Crete. *Journal of Essential Oil Research*, 14(6), 459-461.
- Süzgeç-Selçuk, S., and Birteksöz, A.S., (2011). Flavonoids of *Helichrysum chasmolyticum* and its antioxidant and antimicrobial activities. *South African Journal of Botany*, 77(1), 170-174.
- Tepe, B., Sokmen, M., Akpulat H.A., and Sokmen, A., (2005). In vitro antioxidant activities of the methanol extracts of four *Helichrysum* species from Turkey. *Food Chemistry*, 90(4), 685-689.
- van Vuuren, S.F., Viljoen, A.M., van Zyl, R.L., van Heerden, F.R., and Baser, K.H.C., (2006). The antimicrobial, antimalarial and toxicity profiles of helihumulone, leaf essential oil and extracts of *Helichrysum cymosum* (L.) D. Don subsp. *cymosum*. *South African Journal of Botany*, 72, 287-290.
- Viegas, D.A., Palmeira-de-Oliveira, A., Salgueiro, L., Martinez-de-Oliveira, J., and Palmeira-de-Oliveira, R., (2014). *Helichrysum italicum*: From traditional use to scientific data. *Journal of Ethnopharmacology*, 151(1), 54-65.
- Yeşilada, E., Honda, G., Sezik, E., Tabata, M., Fujita, T., Tanaka, T., Takeda, Y., and Takaishi, Y., (1995). Traditional medicine in Turkey. V. Folk medicine in the inner Taurus Mountains. *Journal of Ethnopharmacology*, 46(3), 133-152.

## Farklı Muhafaza Yöntemlerinin Çiriş Otu (*Asphodelus aestivus* L.) Aminoasit Miktarına Etkileri

Fikret KARATAŞ<sup>1\*</sup>, Dursun ÖZER<sup>2</sup>, Sinan SAYDAM<sup>3</sup>

### Öz

Bu çalışmada, taze, dondurulmuş, güneşte ve mikrodalga ile kurutulmuş çiriş otundaki (*Asphodelus aestivus* L.) esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasitlerin miktarı Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC) ile belirlenmiştir. Taze çiriş otu'nda esansiyel olmayan aminoasitlerden miktarı en az olan serin iken, en fazla olan ise asparajindir. Esansiyel aminoasitlerden konsantrasyonu en düşük olan arginin iken, en yüksek olan ise histidin olarak bulunmuştur. Koruma yöntemlerinden dondurma işlemi sonucu bütün aminoasit miktarlarındaki değişim taze çiriş otuna göre, istatiki olarak anlamsız bulunmuştur ( $p>0.05$ ). Güneş ve mikrodalga ile kurutma işlemlerinin sonucu ise esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasitlerin miktarlarındaki azalma istatistiki olarak anlamlı bulunmuştur ( $p<0.05$ ). Bulgular neticesinde amino asit miktarı açısından, uygulanan yöntemlerden en uygun olanının dondurma işlemi olduğu söylenebilir. Mikrodalga ile kurutma güneşte kurutmaya göre zaman açısından daha avantajlıdır.

**Anahtar Kelimeler:** Çiriş otu; *Asphodelus aestivus* L.; aminoasit; dondurma; güneşte kurutma; mikrodalga kurutma.

## The Effects of Different Preservation Methods on the Amount of Aminoacids of *Asphodelus aestivus* L.

### Abstract

In this study, the amounts of essential and non-essential amino acids in fresh, frozen, sun-dried and microwave-dried in the *Asphodelus aestivus* L. were determined by High Performance Liquid Chromatography (HPLC). The lowest amount of non-essential amino acids in fresh asphodelus was found to be serine, while the highest was asparagine. The lowest concentration of essential amino acids was found to be arginine, while the highest was histidine. The change in the amount of all amino acids as a result of the freezing process was found to be statistically insignificant ( $p>0.05$ ). The decrease in the amounts of essential and non-essential amino acids as a result of sun and microwave drying was statistically significant ( $p<0.05$ ). As a result of these findings, it is clear that freeze storage is the most suitable method in terms of preservation of aminoacid content. Microwave drying is more advantageous in terms of time than drying in the sun.

**Keywords:** *Asphodelus aestivus* L.; aminoacid, freezing; sun drying; microwave drying.

<sup>1</sup>Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 23119 Elâzığ, Türkiye, fkaratas@firat.edu.tr

<sup>2</sup>Fırat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 23119 Elâzığ, Türkiye, dozer@firat.edu.tr

<sup>3</sup>Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 23119 Elâzığ, Türkiye, ssaydam@firat.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-0884-027X>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-7225-8903>

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0003-1531-5454>

## 1. Giriş

*Asphodelus aestivus* L. yabancı pırasa veya çiriş otu olarak bilinir ve *Asphodelaceae* familyasının *Asphodelus* cinsinin bir üyesidir. *Asphodelus aestivus* L.'nin yaprakları pırasanın yapraklarına benzer; ancak pırasaya göre oldukça küçüktür (Gülçin ve ark., 2003). *Asphodelus* cinsi yerel olarak “çiriş otu ve yalancı çiriş” olarak bilinir ve Türkiye florasında üç türle temsil edilir (Baytop, 1999). Aksi belirtilmedikçe bu makale de *Asphodelus aestivus* L. yerine “çiriş otu” terimi kullanılmıştır. Çiriş otu'nun hemoroid, romatizma, adet kanaması, idrar söktürücü, saçkıran, egzama, akne, mide tahrişi ve kemik kırıkları, süt artışı gibi rahatsızlıkların tedavisinde kullanılabileceği rapor edilmiştir (Pourfarzad ve ark., 2014). Çiriş otu'nun antimikrobiyal ve antioksidan etkilerinin yanı sıra beyaz kan hücrelerini arttırdığı için savunma sisteminde de önemli rol aldığı belirtilmiştir (Unal ve Kaplan-Ince, 2016). Tüm canlı organizmalarda bulunan karmaşık yapıya sahip organik bir madde olan proteinler aminoasitlerden oluşmuştur. Aminoasitlerin metabolizmada, bağışıklık, sinyal iletimi ve büyüme gibi birçok fonksiyonlarının olduğu bilinmektedir. Metabolizmanın sağlıklı bir şekilde çalışabilmesi için amino asitlerin oranı çok önemlidir. Aminoasitler esansiyel (histidin, arginin, treonin, valin, metiyonin, lösin izolösin, fenilalanin, triptofan ve lizin) ve esansiyel olmayan (aspartik asit, glutamik asit, asparajin, serin, glisin, glutamin, alanin, pirolin, tirozin ve sistein) olmak üzere iki grup halinde sınıflandırılmaktadır. İnsan vücudunda sentezlenemediği için dışarıdan alınması zorunlu amino asitler esansiyel amino asit olarak bilinmektedir. Protein sentezi için esansiyel amino asitlerin diyetle sağlanması gereklidir, bu nedenle gıdalardaki amino asit miktarının bilinmesi önemlidir (Garlick, 2004; Davidson, 2019). Çiriş otu sezonluk bir sebze olduğu için yıl boyunca tüketmek için dondurma ve kurutma gibi değişik muhafaza yöntemleri uygulanmaktadır. Muhafaza yöntemlerinin gıda maddelerinin besin öğeleri üzerine farklı etkileri mevcuttur. Kurutma işlemi, su aktivitesini azaltan ve mikroorganizmaların büyümesini geciktiren, depolama ve nakliye maliyeti üzerinde olumlu etkisi olan bir prosestir. Güneşte kurutma ise en yaygın ve ucuz yöntem olmakla birlikte ürün kalitesi, hava ve mikrobiyal saldırıdan, toz, böcekler ve kuşlardan kaynaklanan kontaminasyonlardan proses kontrolünün zorluğundan ve kötü kokudan etkilenir (Uribe ve ark., 2019). Güneşte kurutma yaygın olarak kullanılan doğal kurutma tekniği olmakla birlikte, fırın, tünel ve vakum gibi farklı kurutma yöntemlerinin yanı sıra nispeten yeni bir teknik olan mikrodalga kurutma da birçok gıda maddesi için kullanılmaktadır (Ahmed ve ark., 2013). Mikrodalga kurutma, daha kısa başlatma süresi, daha hızlı ısıtma, enerji verimliliği, alan tasarrufu, hassas proses kontrolü, seçici ısıtma ve iyileştirilmiş besin kalitesine sahip nihai ürünler dahil olmak üzere işlemede birçok avantaj sunar (Sumnu, 2001). Dondurma işlemi, meyve ve sebzelerin uzun süreli muhafaza edilmesi için uygulanan en iyi işlemlerden biridir. Dondurarak muhafaza ile birçok meyve ve sebzelerin rengi, aroması ve besin değeri korunmuş olur. Taze meyve ve sebzeler hasat edildikten sonra yapılarında kimyasal,

biyokimyasal ve mikrobiyolojik deęişimler devam eder. Dondurarak muhafaza ile bu tür reaksiyonlar ya tümünden durdurulmakta ya da en aza indirilmektedir (Demiray ve Tülek, 2010). Sıcaklık, zaman, ışık şiddeti ve nem, meyve ve sebzelerin besin içerięi üzerine etki eden önemli faktörlerdir (Maisnam ve ark., 2016). Yapılan literatür taramalarında, çiriş otu amino asit bileşimlerinin ortaya konmamış olduęu görülmüştür. Bu eksikliği gidermek ve aynı zamanda farklı koruma metotlarının amino asit içeriklerinin üzerine etkisinin ortaya konulması için bu çalışmada, taze, dondurulmuş, güneşte ve mikrodalgada kurutulmuş çiriş otundaki esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasitlerin farklı koruma yöntemlerine göre deęişimlerinin karşılaştırılması amaçlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Materyal

Bu çalışmada Tunceli Ovacık bölgesinde yetişen ve Elazığ halk pazarından temin edilen çiriş otu (*Asphodelus aestivus* L.) kullanılmıştır. Çiriş otu, Biyoloji bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Şemsettin CİVELEK tarafından teşhis edilmiştir. Pazardan alınan taze çiriş otu örnekleri her bir işlem (taze, dondurma, güneş ve mikrodalga ile kurutma) için 250 g alınmıştır. Taze örneklerin analizleri hemen yapılırken, kurutulan örnekler desikatörde saklanmıştır. Dondurma işlemi ise (-20°C) derin dondurucuda gerçekleştirilmiştir. Kurutulan ve dondurulan örneklerin analizleri 15 gün sonra yapılmıştır. Örneklerin her bir grubundan yaş ağırlık üzerinden 20.0 gram alınarak, blender (Fakir Hausgrate 220 W) ile homojenize edildikten sonra analizlerde kullanılmıştır. Bu çalışmada Bakar ve arkadaşları tarafından kullanılan kimyasal ve ekipmanlar kullanılmıştır (Bakar ve ark., 2020).

### 2.2. Güneşte kurutma

Güneşte kurutma işlemi havalandırması iyi kapalı alanda, taze çiriş otu alüminyum folyo üzerine tek tabaka halinde serilerek gün ışığı altında ağırlık kaybı %60 olana kadar yaklaşık 5 gün bekletilmiştir.

### 2.3. Mikrodalga Kurutma

Taze çiriş otu mikrodalga'da (MW) (Vestel M.D-60 × 30, 800-W) kurutma işlemine tabii tutulmuştur. Mikrodalga ile kurutma için, örnekler 3 defa tam güçte (800 watt) 5 dakika radyasyona maruz bırakılmıştır. Bu durumda da toplam ağırlık kaybı aynı olup (%60), sonuçlar yaş ağırlık üzerinden verilmiştir.



## 2.4. Aminoasit Tayini

### 2.4.1. Hidroliz

Yaş ağırlık üzerinden homojenize edilmiş örneklerden 2.0 g bir cam tüpe alınarak üzerine 5.0 mL 6.0 N HCl eklenip vortekslendikten sonra, 24 saat 110°C'de bekletilmiştir (Elkin ve Wasynczuk, 1987). Daha sonra örnekler oda sıcaklığına soğutularak, süzölmüş ve süzöntü hacmi distile su ile 10 mL'ye tamamlanmıştır.

### 2.4.2. Türevlendirme

1.0 ile 5.0 µg/mL arasındaki farklı konsantrasyonlarda 0.10 N HCl kullanılarak standart amino asit çözeltileri hazırlandı. 50 µL Standart amino asit çözeltileri veya hidroliz edilmiş örnekler 5.0 mL cam tüplere aktararak vakum altında 65 °C'de kurutuldu. Daha sonra 50 µL reaktif 1 çözeltisi [(2:2:1 etanol:su: trietilamin (TEA) (v/v)] ilave edilerek vortekslenip tekrar vakum altında 65 °C'de kurutuldu. Kurutulan örneklere 50 µL reaktif 2 çözeltisi [7: 1: 1: 1 etanol: su: TEA: fenil izotiyosiyanat (PITC) (v/v)] ilave edilerek kompleks oluşumu için oda sıcaklığında 30 dakika karanlıkta bekletildi. Bu sürenin sonunda örnekler tekrar vakum altında 35°C'de kurutuldu (Kwanyuen ve Burton, 2010). Kurutulan her örneğe 1.0 mL mobil faz A ve asetonytril (ACN) karışımı (8:2 v/v) eklenerek, vortekslenip analiz için HPLC viallerine alındı.

### 2.4.3. Aminoasit analizi

Amino asit analizleri HPLC'de (SHIMADZU Prominence-I LC- 2030C 3D Model PDA dedektör) Nucleodur 100-5 C18 kolonu (250x4.6 mm, 5µm) kullanılarak, Elkin ve Wasynczuk (1987) ile Kwanyuen ve Burton (2010) yöntemleri modifiye edilerek gerçekleştirilmiştir. Analizler, 40 °C'de gradiyent programı (Tablo 1) uygulanarak, 254 nm dalga boyunda, 0.8 mL/dk akış hızında A ve B çözeltilerinden oluşan mobil faz kullanılmıştır. A fazı, 0.07 M CH<sub>3</sub>COONa (CH<sub>3</sub>COOH ile pH = 6.4) ve B fazı ise Asetonytril (ACN) ve su karışımıdır (60:40 v/v).

## 2.5 İstatistik Analiz

Tüm ölçümler üç paralelli olarak gerçekleştirilerek, sonuçlar Ortalama ± Standart hata olarak verilmiştir. Sonuçların istatistiki değerlendirilmesinde, MS Windows SPSS 26.0 versiyonu, tek yönlü ANOVA testi kullanılmıştır. Grup ortalamaları arasındaki farklar anlamlılık açısından Tukey HSD

testi kullanılarak analiz edilmiştir. İstatistiki anlamlılık seviyesi  $p < 0.05$  olarak alındı. Tablo 2’de aynı satırda ve şekillerde gösterilen aynı harfler istatistiki bakımdan farklılık olmadığını gösterirken, farklı harfler ise istatistiki olarak fark olduğunu göstermektedir.

**Tablo 1.** Aminoasit analizinde kullanılan gradiyent programı

Süre (dakika)	Akış hızı (mL/dk)	% A Fazı	% B Fazı
0.01	0.8	90	10
12.00	0.8	70	30
16.00	0.8	65	35
16.01	0.8	50	50
25.00	0.8	100	0
30.00	0.8	50	50
30.01	0.8	10	90
35.00	0.8	10	90

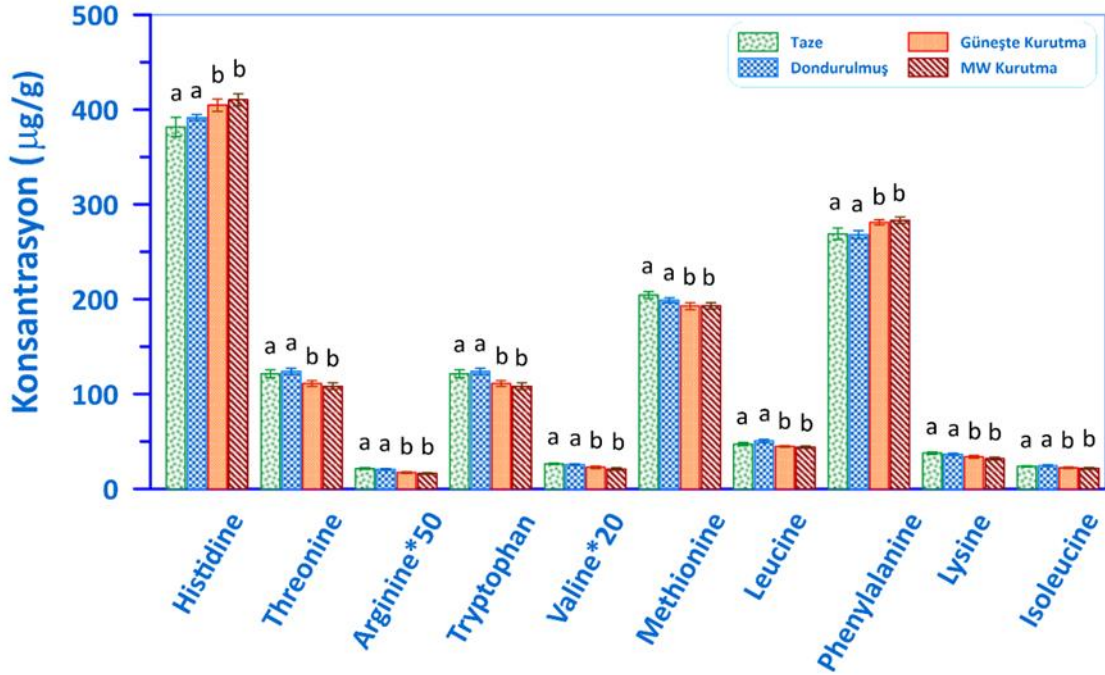
### 3. Bulgular ve Tartışma

Çiriş otu’nun DPPH serbest radikal giderme aktivitesi, indirgeme kuvveti, metal şelatlama aktivitesi, Toplam fenolik madde A vitamini ve resveratrol miktarı açısından oldukça iyi bir kaynak olduğu rapor edilmiştir (Ünal, 2013). Çiriş otundaki suda çözünen vitaminler ve glutatyon miktarlarının araştırıldığı çalışmada; C ve B3 vitaminleri açısından çok iyi bir kaynak olduğu, ayrıca yeterli miktarda da GSH, B1, B6 ve B9 vitamini ihtiva ettiği rapor edilmiştir (Karataş ve ark., 2011). Farklı koruma yöntemlerine bağlı olarak sebze ve meyvelerin bazı biyokimyasal içeriklerinin değiştiği bildirilmiştir (Kamiloglu ve ark., 2015). Çiriş otu mevsimlik bir sebze olduğu için dondurularak veya kurutulularak yıl boyunca kullanılabilir. Dondurma işlemi, sebze ve gıda maddelerinin korunmasında, kimyasal ve mikrobiyolojik bozulmalarını önleyerek, gıdanın uzun süre dayanıklı kalmasını sağlayan yaygın bir yöntemdir (Demiray ve Tülek, 2010). Kurutma işleminin, besinler üzerinde olumsuz etkiye sahip olduğu rapor edilmektedir (Anyalogbu ve ark., 2015). Taze ve farklı koruma teknikleri uygulanmış olan çiriş otu örneklerindeki amino asit miktarları Tablo 2’de verilmiştir. Esansiyel ve esansiyel olmayan amino asitlerin değişimleri ise sırasıyla Şekil 1 ve 2’de verilmiştir.

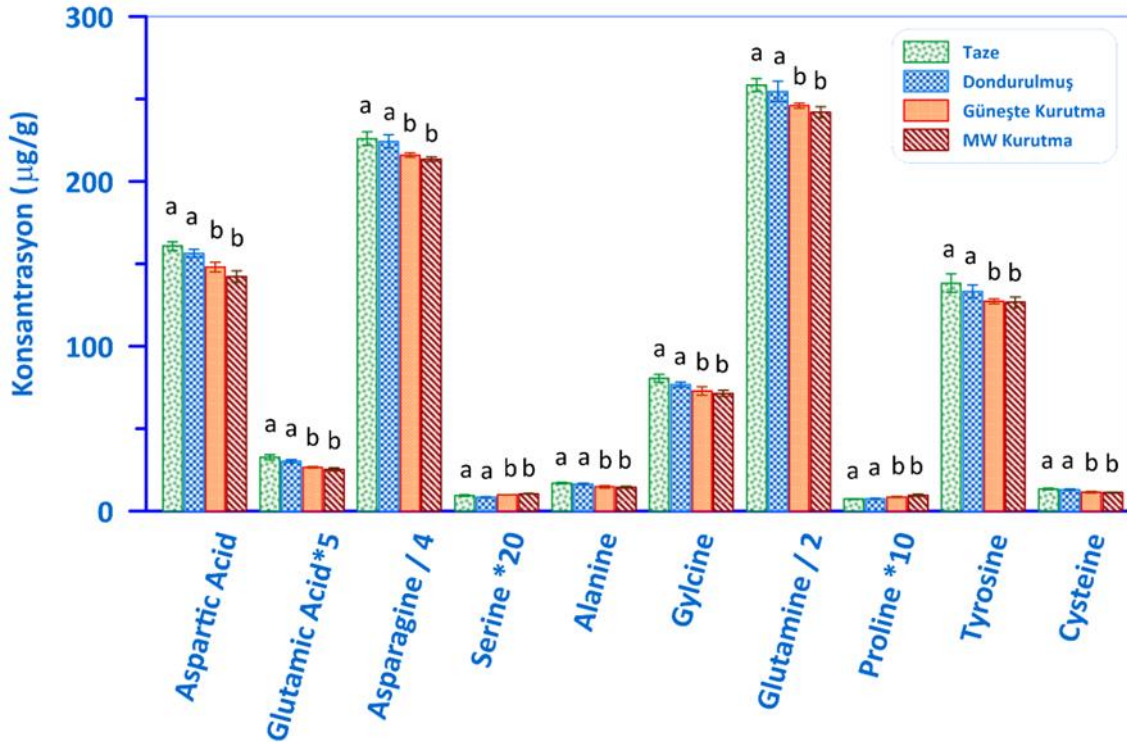
**Tablo 2.** Çiriş otu'nun (*Asphodelus aestivus L.*) aminoasit konsantrasyonu ( $\mu\text{g/g}$ ).

Aminoasitler	Taze	Dondurulmuş	Güneşte kurutulmuş	Mikro dalga ile kurutulmuş
<b>Aspartik asit</b>	160.83±2.66 <sup>a</sup>	158.33±2.41 <sup>a</sup>	148.00±2.89 <sup>b</sup>	142.33±3.48 <sup>b</sup>
<b>Glutamik asit</b>	6.53±0.32 <sup>a</sup>	6.37±0.18 <sup>a</sup>	5.32±0.10 <sup>b</sup>	5.07±0.18 <sup>b</sup>
<b>Asparajin</b>	904.00±16.31 <sup>a</sup>	900.17±16.39 <sup>a</sup>	864.00±5.30 <sup>b</sup>	854.33±5.55 <sup>b</sup>
<b>Serin</b>	0.47±0.02 <sup>a</sup>	0.46±0.02 <sup>a</sup>	0.41±0.01 <sup>b</sup>	0.39±0.01 <sup>b</sup>
<b>Glisin</b>	80.57±2.43 <sup>a</sup>	78.80±1.48 <sup>a</sup>	72.90±2.62 <sup>b</sup>	71.47±1.84 <sup>b</sup>
<b>Glutamin</b>	517.00±7.65 <sup>a</sup>	514.83±12.14 <sup>a</sup>	492.00±3.22 <sup>b</sup>	484.00±6.67 <sup>b</sup>
<b>Alanin</b>	17.07±0.51 <sup>a</sup>	16.53±0.54 <sup>a</sup>	14.73±0.87 <sup>b</sup>	14.53±0.64 <sup>b</sup>
<b>Pirolin</b>	0.74±0.03 <sup>a</sup>	0.75±0.03 <sup>a</sup>	0.61±0.04 <sup>b</sup>	0.51±0.06 <sup>b</sup>
<b>Tirozin</b>	138.33±5.55 <sup>a</sup>	136.83±3.93 <sup>a</sup>	127.33±1.45 <sup>b</sup>	126.67±3.29 <sup>b</sup>
<b>Sistein</b>	13.40±0.46 <sup>a</sup>	12.90±0.52 <sup>a</sup>	11.50±0.51 <sup>b</sup>	11.26±0.33 <sup>b</sup>
<b>Histidin*</b>	381.67±10.15 <sup>a</sup>	382.33±3.29 <sup>a</sup>	370.00±6.44 <sup>b</sup>	350.33±6.39 <sup>b</sup>
<b>Arginin*</b>	0.43±0.02 <sup>a</sup>	0.42±0.02 <sup>a</sup>	0.34±0.02 <sup>b</sup>	0.32±0.01 <sup>b</sup>
<b>Treonin*</b>	121.33±4.10 <sup>a</sup>	122.00±3.22 <sup>a</sup>	111.00±3.22 <sup>b</sup>	108.33±3.39 <sup>b</sup>
<b>Valin*</b>	1.32±0.04 <sup>a</sup>	1.30±0.04 <sup>a</sup>	1.13±0.07 <sup>b</sup>	1.04±0.06 <sup>b</sup>
<b>Metiyonin*</b>	204.33±3.48 <sup>a</sup>	202.50±2.65 <sup>a</sup>	192.67±3.48 <sup>b</sup>	193.00±3.22 <sup>b</sup>
<b>Lösin*</b>	47.00±1.73 <sup>a</sup>	46.87±0.77 <sup>a</sup>	43.67±0.88 <sup>b</sup>	42.00±1.16 <sup>b</sup>
<b>İzolösin*</b>	23.60±0.70 <sup>a</sup>	23.83±0.88 <sup>a</sup>	20.10±0.81 <sup>b</sup>	19.67±0.88 <sup>b</sup>
<b>Fenilalanin*</b>	269.00±6.09 <sup>a</sup>	268.00±4.36 <sup>a</sup>	257.00±2.65 <sup>b</sup>	253.33±3.39 <sup>b</sup>
<b>Triptofan*</b>	95.00±2.89 <sup>a</sup>	95.00±1.16 <sup>a</sup>	86.33±2.03 <sup>b</sup>	83.33±3.18 <sup>b</sup>
<b>Lizin*</b>	37.69±1.17 <sup>a</sup>	36.33±1.20 <sup>a</sup>	33.67±1.45 <sup>b</sup>	31.83±1.59 <sup>b</sup>
<b>Toplam esansiyel</b>	1181,37±30.37 <sup>a</sup>	1178.58±17.59 <sup>a</sup>	1115.91±21.05 <sup>b</sup>	1083.18±23.27 <sup>b</sup>
<b>Toplam non-esansiyel</b>	1838.94 ±35.94 <sup>a</sup>	1825.97±37.64 <sup>a</sup>	1736.80±17.01 <sup>b</sup>	1710.56±22.05 <sup>b</sup>
<b>Toplam aminoasit</b>	3020.31± 66.31 <sup>a</sup>	3004.55±55.23 <sup>a</sup>	2852.71±38.06 <sup>b</sup>	2793.74±45.32 <sup>b</sup>

\* Esansiyel aminoasit



Şekil 1. Taze, dondurulmuş, güneş ve mikrodalga ile kurutulmuş çiriş otu örneğindeki esansiyel aminoasitlerin konsantrasyonu (Aminoasitlerin hepsini aynı sütunda göstermek için arginin 50 ile valin ise 20 ile çarpılmıştır).



Şekil 2. Taze, dondurulmuş, güneş ve mikrodalga ile kurutulmuş çiriş otu örneğindeki esansiyel olmayan aminoasitlerin konsantrasyonu (Aminoasitlerin hepsini aynı sütunda göstermek için glutamik asit 5, serin 20, prolin 10 ile çarpılırken, asparajin 4, glutamin ise 2'ye bölünmüştür).

Uribe ve arkadaşları (2019) deniz yosunu örneklerini değişik kurutma tekniklerini uygulayarak kuruttuklarında amino asit içeriklerinin dondurarak kurutmaya göre en fazla konvektif kurutmada, daha sonra güneşte kurutmada en az kaybın ise vakumda kurutma işleminde olduğunu rapor etmişlerdir (Uribe ve ark., 2019). Coimbra ve arkadaşları (2011) armut örneklerini çeşitli kurutma teknikleri uygulayarak yaptıkları çalışma sonucunda en fazla amino asit kaybının sırasıyla havalı konveksiyonla kurutma, klasik güneşte kurutma ve sıcak havalı tünelde kurutmada meydana geldiğini rapor etmişlerdir (Coimbra ve ark., 2011). Öztürk ve Gündüz (2018) deniz hıyarına (*Holothuria tubulosa* Gmelin, 1791) farklı kurutma yöntemleri uygulamanın aminoasit profiline etkisini araştırmışlar. Deniz hıyarının esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasitlerin tazeye göre en fazla azalmanın sırasıyla dondurarak kurutma, sıcak hava ile kurutma ve mikrodalga ile kurutmada olduğunu rapor etmişlerdir (Öztürk ve Gündüz, 2018). Çiriş otu'na uygulanan ısı işlemler sonucunda esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasit değişim oranları arasında önemli bir farklılık görülmemiştir. Güneşte kurutma işleminde esansiyel olmayan amino asitlerdeki değişim %5.55 iken, esansiyel aminoasitlerde ise %5.54 olarak bulunmuştur. Mikrodalga ile kurutmada ise bu değişimler sırasıyla %8.31 ve %6.98 olarak gözlenmiştir. Dondurma işlemi sonucunda meydana gelen değişim istatistiki olarak anlamsız olduğundan değişim yüzdesi verilmemiştir. Güneşte kurutma işleminde en yüksek kayıp %20.93 ile arjinin de iken en düşük kayıp ise %3.06 ile histidin de gözlenmiştir. Mikrodalga ile kurutma işleminde ise en yüksek kayıp %25.58 ile arjinin de iken, en düşük kayıp ise %5.49 ile asparajin'de belirlenmiştir. Yeung ve arkadaşları (2006) yaptıkları çalışmada bebek mamalarının otoklav işlemi sonrası serbest aminoasit miktarlarında azalma olduğunu rapor etmiştir. Daha önce ısı işlemler uygulanarak yapılan çalışmalarda esansiyel aminoasitlerin esansiyel olmayan aminoasitlere göre değişiminin çok farklı olmadığı bildirilmiştir (Lonnerdal ve Hernell, 1998; Alkanhal ve ark., 2001). Wu ve Mao ot sazani filetoalarını sıcak hava ve mikrodalga ile kuruttuklarında protein çözünürlüğünde artış olmasına rağmen, esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasit miktarlarında taze balığın aminoasitlerine göre anlamlı bir farklılığın olmadığını rapor etmişlerdir (Wu ve Mao, 2008). Bu çalışmada elde edilen bulguların literatürler ile uyumlu olduğu görülmektedir. Tablo 2'den görüleceği üzere en az aminoasit kaybı dondurulmuş çiriş otu örneklerinde gözlenirken, en fazla kaybın ise mikrodalga ile kurutma işleminde olduğu görülmektedir. Burada mikrodalga ile kurutma işleminde ulaşılan yüksek sıcaklığın etkin bir faktör olduğu söylenebilir. Taira (1973) tarafından yapılan çalışmada sıcaklığa bağlı olarak aminoasit kaybının arttığı rapor edilmiştir. Muller ve Tobin ısı işlem prosesleri sonucu Maillard reaksiyonlarının aminoasitlerin azalmasına sebep olduğunu rapor etmişlerdir (Muller ve Tobin, 1980). Adeyeye (2010) ise, yüksek sıcaklık ısı işlemlerinin, amino asit kalıntılarının izomerizasyonuna neden olduğunu belirtmiştir. Esansiyel aminoasitler metabolizma da sentezlenemediği için dışarıdan gıdalarla alınması zorunludur. Gıda protein kalitesini tanımlama da

amino asit bileşimi en önemli faktördür (Olaofe ve ark., 1994). Gıda ve Tarım Örgütü (FAO/WHO) ve Dünya Sağlık Örgütü'ne göre, iyi bir protein kaynağındaki toplam esansiyel amino asit/toplam amino asit oranı %40'ın üzerinde, toplam esansiyel aminoasit/toplam esansiyel olmayan aminoasit oranı ise %60'ın üzerinde olmalıdır (Zhou vd-e ark., 2019). Bulunan sonuçlardan taze çiriş otu için bu oranların sırasıyla %39.1 ve %64.2 olduğu belirlenirken, bu değerlerin dondurulmuş (%39.23, %64.55), güneşte kurutulmuş (%39.12, %64.25) ve mikrodalgada kurutulmuş örnekler için (%38.77, %63.32) olarak bulunmuştur. Bu sonuçlardan çiriş otu'nun iyi bir protein kaynağı olduğu ve koruma işlemlerinin protein kalitesini etkilemediği söylenebilir.

#### **4. Sonuçlar ve Öneriler**

Yapılan literatür taramalarında, çiriş otu amino asit bileşimlerinin ortaya konmamış olduğu görülmüştür. Bu eksikliği gidermek ve aynı zamanda farklı koruma metotlarının amino asit içeriklerinin üzerine etkisi ortaya konulmuştur. Taze ve dondurulmuş çiriş otu örneklerindeki esansiyel ve esansiyel olmayan aminoasit miktarları güneşte ve mikrodalgada kurutulmuş numunelerden daha yüksek bulunmuştur. Deneysel bulgulardan çiriş otu'nun muhafazası için en uygun yöntemin dondurma olduğu söylenebilir. Mikrodalga ile kurutma işlemi güneşte kurutmaya göre, kurutma süresi bakımından daha avantajlıdır.

#### **Yazarların Katkısı**

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

#### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

#### **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

#### **Kaynaklar**

Adeyeye, E. I. (2010). Effect of cooking and roasting on the amino acid composition of raw groundnut (*Arachis hypogaea*) seeds. *Acta Scientiarum Polonorum, Technologia Alimentaria*, 9(2), 201-216.

- Ahmed, N., Singh, J., Chauhan, H., Anisa-Anjum, P. G., and Kour, H. (2013). Different drying methods: their applications and recent advances. *International Journal of Food Nutrition and Safety*, 4(1), 34–42.
- Alkanhal, H. A., Al-Othman, A. A., and Hewedi, F. M. (2001). Changes in protein nutritional quality in fresh and recombined ultra high temperature treated milk during storage. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 52, 509–514.
- Anyalogbu, E. A., Onyeike, E. N., and Monanu, M. O. (2015). Effect of heat treatment on the amino acid profile of plukenetia conophora seed kernel flours. *International Journal of Biochemistry Research & Review*, 7(3), 121-131.
- Bakar, B., Çakmak, M., Ibrahim, M. S., Özer, D., Saydam, S., and Karatas, F. (2020). Investigation of Amounts of vitamins, lycopene, and elements in the fruits of opuntia ficus-indica subjected to different pretreatments. *Biological Trace Element Research*, 198(1), 315-323.
- Baytop, T. (1999). Treatment with Plants in Turkey, Nobel Tıp Kitapevleri, Istanbul.
- Coimbra, M. A., Nunes, C., Cunha, P. R., and Guine, R. (2011). Amino acid profile and Maillard compounds of sun-dried pears. Relation with the reddish brown colour of the dried fruits. *European Food Research and Technology*, 233, 637–646.
- Davidson, J. A. (2019). Amino acids in life: a prebiotic division of labor. *Journal of Molecular Evolution*, 87, 1-3.
- Demiray, E., and Tülek, Y. (2010). Donmuş Muhafaza Sırasında Meyve ve Sebzelede Oluşan Kalite Değişimleri. *Akademik Gıda*, 8 (2), 36-44.
- Elkin, R. G., and Wasynczuk, A. M. (1987). Amino acid analysis of feedstuff hydrolysates by precolumn derivatization with phenylisothiocyanate and reversed-phase high-performance liquid chromatography. *Cereal Chemistry*, 64(4), 226-229.
- Garlick, P. J. (2004). The nature of human hazards associated with excessive intake of amino acids. *The Journal of Nutrition*, 134(6), 1633-1639.
- Glew, R. H., VanderJagt, D. J., Lockett, C., Grivetti, L. E., Smith, G. C., Pastuszyn, A., and Millson, M. (1997). Amino acid, fatty acid, and mineral composition of indigenous plants of Burkina Faso. *Journal of Food Composition and Analysis*, 10, 205–217
- Gülçin, İ., Oktay, M., Kireççi, E., and Küfrevioğlu Ö. İ. (2003). Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum* L.) seed extracts. *Food Chemistry*, 83, 371-382.
- Karataş, F., Bektaş, İ., Birişik, A., Aydın, Z., and Kurtul, A. (2011). Çiriş Otu'nda (*Asphodelus aestivus* L.) Suda Çözünen Bazı Bileşiklerin Araştırılması. *SDU Journal of Science (E-Journal)*, 6 (1), 35-39
- Kamiloglu, S., Toydemir, G., Boyacioglu, D., Beekwilder, J., Hall, R. D., and Capanoglu, E. (2015). A review on the effect of drying on antioxidant potential of fruits and vegetables. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 56(1), 110-129.
- Kwanyuen, P., and Burton, J. W. (2010). A Modified amino acid analysis using PITC derivatization for soybeans with accurate determination of cysteine and half-cystine. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 87(2), 127–132.
- Lonnerdal, B., and Hernell, O. (1998). Effects of feeding ultrahigh temperature-treated infant formula with different protein concentrations or powdered formula as compared with breast-feeding, on plasma amino acids, hematology and trace element status. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 68, 350–356.
- Maisnam, D., Rasane, P., Dey, A., Kaur, S., and Sarma, C. (2016). Recent advances in conventional drying of foods. *Journal of Food Technology and Preservation*, 1(1), 25-34.
- Mukhtar, Z. G., Özer, D., Karataş, F., and Saydam, S. (2022). Amino acid contents of some eggplant species grown in different region. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 12(2), 857-869.
- Muller, H. G., and Tobin, G. (1980). Nutrition and food processing, Croom helm. London.
- Olaofe, O., Adeyemi, F.O., and Adediran, G. O. (1994). Amino acid and mineral composition and functional properties of oil seeds. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 42(4), 879-881.
- Öztürk, F., and Gündüz, H. (2018). The effect of different drying methods on chemical composition, fatty acid, and amino acid profiles of sea cucumber (*Holothuria tubulos* Gmelin, 1791). *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(9), e13723–. doi:10.1111/jfpp.13723.
- Pourfarzad, A., Najafi, M. B. H., Khodaparast, M. H. H., Khayyat, M. H., and Malekpour, A. (2014). Fractionation of *Eremurus spectabilis* fructans by ethanol: Box–Behnken design and principal component analysis. *Carbohydrate Polymers*, 106, 374-383.
- Sumnu, G. (2001). A review on microwave baking of foods. *International Journal of Food Science and Technology*, 36, 117–127.
- Taira, B. H. (1973). Heat Destruction of Amino Acids in Soybean Products. *Japan Agricultural Research Quarterly*, 7(4), 11 268-273.

- Unal, I., and Kaplan-Ince, O. (2016). Characterization of antioxidant activity, vitamins, and elemental composition of çiriş (*Asphodelus aestivus* L.) from Tunceli, Turkey. *Instrumentation Science & Technology*, 45(5), 469–478.
- Uribe, E., Vega-Gálvez, A., García, V., Pastén, A., López, J., and Goñi, G. (2019). Effect of different drying methods on phytochemical content and amino acid and fatty acid profiles of the green seaweed, *Ulva* spp. *Journal of Applied Phycology*, 31, 1967–1979.
- Ünal, İ. (2013). Tunceli yöresinde yetişen çiriş otunun (*Asphodelus aestivus* L.) antioksidan aktivitesinin ve bazı fenolik bileşiklerinin incelenmesi (Yüksek Lisans tezi) 2013. <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi>.
- Yeung, C. Y., Lee, H. C., Lin, S. P., Yang, Y. C., Huang, F. Y., and Chuang, C. K. (2006). Negative effect of heat sterilization on the free amino acid concentrations in infant formula. *European Journal of Clinical Nutrition*, 60, 136–141.
- Wu, T., and Mao, L.. (2008). Influences of hot air drying and microwave drying on nutritional and odorous properties of grass carp (*Ctenopharyngodon idellus*) fillets. *Food Chemistry*, 110, 647–653.
- Zhou, W., Wang, Y., Yang, F., Dong, Q., Wang, H., and Hu, N. (2019). Rapid determination of amino acids of *nitraria tangutorum* bobr. from the qinghai-tibet plateau using HPLC-FLD-MS/MS and a highly selective and sensitive pre-column derivatization method. *Molecules*, 24(1665), 2-14



## CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ve Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O Faz Değişim Malzemelerinin Kullanıldığı Gizli Termal Enerji Depolama Ünitesinde Farklı Tip Bir Kanat Kullanmanın FDM'nin Erime Süresine Etkisinin HAD Analiziyle Araştırılması

Fadime ŞİMŞEK\*<sup>1</sup>, Sefa ORGAN<sup>2</sup>

### Öz

Bu çalışmada, CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (Kalsiyum klorür heksahidrat) ve Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O (Sodyum klorür dekahidrat) inorganik faz değişim malzemelerinin (FDM) gizli ısı depolama özelliklerinden faydalanılarak termal enerji depolamak için çift borulu eşmerkezli bir ısı değiştiricisi tasarlanmıştır. Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiği (HAD) analizleri, işletme atık ısı değerlerine uygun olarak seçilen 50 °C, 60 °C ve 70 °C ITA (ısı transfer akışkanı) su sıcaklıkları için ANSYS Fluent ticari programı yardımıyla yapılmıştır. İki boyutlu ve zamana bağlı olarak gerçekleştirilen analizlerle öncelikle kanatçiksiz durumdaki, daha sonra ısı transferini arttırmak amacıyla FDM içerisine literatürden farklı bir tip kanat yerleştirilmesi durumundaki FDM erime süresi analizleri tamamlanmıştır. Kanat etkenlikleri sırasıyla 2,2, 3,3, 4,4, 5,5 olarak literatürden farklı bir şekilde ANSYS analiziyle tespit edilen 6,9,12,15 kanatlı modellerin, kanatsız modele göre optimum atık ısı sıcaklığı olarak belirlenen 60 °C sıcaklıkta erime prosesleri incelenmiştir. Kanatçiksiz durumda CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O'ın 140 dakikada, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O' ün ise 180 dakikada erime gösterdiği görülmüştür. Bu durumun nedeni CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O'nin ısı iletim katsayısının daha yüksek olmasıdır. Kanatsız duruma göre kanat sayısının artmasıyla erime sürelerinin, CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O faz değişim malzemesi için %71,42, %75,71, %79,28 ve %82,14, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O için ise %73,33, %77,77, %80 ve %81,66 oranında azaldığı belirlenmiştir. Analiz sonuçlarına göre, ITA sıcaklığı ve kanat sayısındaki artışla FDM'nin erime süresinin azaldığı ve ısı transfer akışkanından faz değişim malzemesine daha hızlı bir şekilde ısı enerjisi aktarıldığı tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Termal enerji depolama, FDM, kanat, erime süresi.

## Investigation of The Effect of Using Different Type of Fin on The Melting Time of PCM in A Latent Thermal Energy Storage Unit Using CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O Phase Change Materials by CFD Analysis

### Abstract

In this study, a double tube concentric heat exchanger was designed to store thermal energy by utilizing the latent heat storage properties of CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (calcium chloride hexahydrate) and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O (sodium chloride decahydrate) inorganic phase change materials (PCM). Computational Fluid Dynamics (CFD) analyzes were performed with the help of ANSYS Fluent commercial program for 50 °C, 60 °C and 70 °C ITA (heat transfer fluid) water temperatures selected in accordance with the operational waste heat values. With the two-dimensional and time-dependent analyzes, the PCM melting time analyzes were completed first in the finless state and then in the case of placing a different type of fin in the PCM in order to increase the heat transfer. Different from the literature, the fin effectiveness of 6,9,12,15 finned models, which were determined by ANSYS analysis as 2.2, 3.3, 4.4, 5.5, respectively, were at 60 °C, which was determined as the optimum waste heat temperature compared to the finless model. It was observed that CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O melted in 140 minutes and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O in 180 minutes in the finless state. The reason for this situation is that the thermal conductivity coefficient of CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O is higher. With the increase in the number of fins compared to the finless condition, the melting times decreased by 71.42%, 75.71%, 79.28% and 82.14% for CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O phase change material, and 73.33%, 77.77%, 80% and 81.66% for Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O. According to the results of the analysis, it was determined that the melting time of PCM decreased with the increase in ITA temperature and the number of fins, and heat energy was transferred from heat transfer fluid to phase change material more quickly.

**Keywords:** Thermal energy storage, PCM, fin, melting time.

<sup>1</sup> Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Erzurum, Türkiye, fadimesimsek@atauni.edu.tr

<sup>2</sup> Makine Mühendisi, Erzurum, Türkiye, sefaorgan2@gmail.com

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-1440-7480>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-5926-6212>

## 1. Giriş

Fosil enerji kaynaklarının, insanoğlunun enerji tüketim hızındaki artışa bağlı olarak her geçen gün azalıyor olması, dünyayı yeni enerji kaynaklarının araştırılmasına yöneltmektedir. Günümüzde geleneksel enerji kaynaklarının çevreye verdikleri zararların yanı sıra oluşturdukları iklim değişiklikleri, yenilenebilir enerji sistemlerinin geliştirilmesine yönelik çalışmaları hızlandırmaktadır. Bu bağlamda; güneş enerjisi, atık ısı enerjisi gibi sistemlere entegre edilerek enerji üretiminin sürekliliğini desteklemek amacıyla, termal enerji sistemleri (TES) üzerine çalışmalar gelişen teknolojiye paralel olarak sürdürülmektedir.

Termal enerji depolama sistemleri genel olarak duyulur ısı depolama, kimyasal ısı depolama ve faz değişim malzemesiyle gizli ısı depolama şeklinde ifade edilmektedir. Son zamanlarda yüksek depolama kapasitesi ve faz değişimi boyunca sıcaklığın sabit kalması gibi avantajlarından dolayı, FDM kullanılarak termal enerji depolamaya ilgi artmaktadır. FDM kullanılan termal enerji depolama sistemleri, binalardaki enerji kullanımını azaltmak için faydalı elektrik enerjisi potansiyelinin maximum yükünü değiştirebilme potansiyeli de gösterir (Khadiran ve ark., 2016). Termal enerji depolama sistemlerinin büyük ölçekli tesislere uygulanabilmesi için veriminin araştırılması ve pilot ünitelerde ön çalışmalarının yapılması maliyet analizi açısından da önemlidir.

Termal enerji depolamada dar bir sıcaklık aralığında katı halden sıvı hale geçebilen ve faz değişimi sırasında yüksek enerji depolayabilme potansiyeline sahip olabilen faz değişim malzemelerinin kullanımına son yıllarda ilgi oldukça artmıştır (Medrano ve ark., 2009). FDM'ler kimyasal kararlılık, çalışma sıcaklığındaki düşük buhar basıncı, ısının geri kazanımı esnasında hafif sıcaklık düşüşü, aşındırıcı özelliği olmaması gibi olumlu özelliklere sahiptirler (Pahamli ve ark., 2016). Faz değişim malzemelerin termal iletkenliklerinin düşük olması nedeniyle ısı transfer akışkanının verdiği ısıyı erime esnasında absorbe etmeleri ve katılaşma esnasında deşarj etmeleri uzun zaman alabilmektedir. Bu nedenle FDM ile ITA (ısı transfer akışkanı) olan su arasındaki ısı transferini arttırmak, erime ve katılaşma süresini kısaltmak amacıyla FDM içerisine nanopartikül ilavesi, farklı geometrili kanatlar yerleştirilmesi, farklı depolama ünitesi modellerinin tasarlanması gibi pek çok uygulama yürütülmektedir

Uygun FDM'nin seçiminde termofiziksel, kinetik, kimyasal özellikleri ve ekonomik faktörler rol alır. FDM'ler katı-gaz, sıvı-gaz, katı-katı, katı-sıvı, kristalleşmiş katı-sıvı gibi formlarda ısının emilmesi veya salınması yoluyla, fiziksel ve kimyasal dönüşümlere uğrayabilirler. Her ne kadar katı-gaz ve sıvı - gaz form dönüşümleri en büyük ısı geçişlerine eşlik etse de tasarımı zorlaştırmaktadır. Katı - sıvı form dönüşümleri erime ve katılaşma sırasında daha az hacim değişikliği gösterirler ve önemli miktarda enerji depolama kapasitesi sağlarlar. Bu nedenle, yaygın ve pratik uygulamaları olan katı - sıvı faz değişim malzemeleri, inorganik bileşikler, organik bileşikler ve inorganik ve/veya

organik ötektikler bileşikler şeklinde üç gruba ayrılabilirler (Iten ve Liu, 2014; Ravikumar, 2008). 0,24 W/m K gibi bir termal iletkenliğe sahip organik FDM'lerin, 1,0 W/mK termal iletkenliğe sahip inorganik FDM'ye kıyasla daha az termal iletkenliği sözkonusudur (Iten ve Liu, 2014). Organik malzemeler kullanılan gizli ısı depolama sistemlerinin daha yavaş termal tepkime gösterdikleri görülmektedir (Mettawee ve Assassa., 2007). Tuzlar, tuz hidratlar, metaller ve alaşımlardan oluşan inorganik FDM'ler arasında özellikle ekonomik olmaları nedeniyle sodyum sülfat dekahidrat (Glauber tuzu), kalsiyum klorür heksahidrat, sodyum tiyosülfat pentahidrat, sodyum asetat trihidrat ve baryum hidroksit oktahidrat gibi tuz hidratlar oldukça fazla araştırmaya konu olmuşlardır (Hasnain, 1998; Verma ve ark., 2008). İnorganik FDM'ler çok sayıda erime ve katılaşma çevrimi gerçekleştirmelerine rağmen hâlâ erime ısılarını koruyabilmeleri (Sharma ve ark., 2015), organik faz değişim malzemelerine göre birim hacimde iki kat daha fazla depolama kapasitesine sahip olmaları nedeniyle (Verma ve ark., 2008; Mohamed ve ark., 2017) gizli ısı depolama malzemesi olarak tercih edilirler. İnorganik faz değişim grubuna giren tuz hidratların, aşırı soğuma göstermeleri, orta derecede aşındırıcı, hafif derecede zehirli olmaları ve uygunsuz erime göstermeleri gibi dezavantajlarına rağmen ekonomik olmaları, termal iletkenliklerinin yüksek olması, hacim değişikliklerinin düşük olması ve iyi çekirdeklenme özelliği göstermeleri gibi avantajları nedeniyle tercih edilirler (Carlsson ve Wettermark, 1980; Pillai ve Brinkworth, 1976).

Gizli termal enerji depolamada kullanılan ısı transfer malzemelerinin, erime ve katılaşma proseslerinin belirlenmesi, avantajlarının ve dezavantajlarının, depolama ünitesi geometrilerinin, kullanılan kanat modellerinin incelenmesi ve karşılaştırılması üzerine literatürde pek çok çalışma yapılmıştır.

Li ve arkadaşlarının yaptığı HAD analizi çalışmasında, hem yatay hem de dikey yönlerde tek, çift, üçlü ve dördü kanatlar dahil olmak üzere farklı kanat sayılarına sahip bükümlü kanatçıkların FDM'nin erimesi üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Kabuk ve tüp tipi gizli ısı termal enerji depolama sisteminin enerji ve ekserji açısından performansındaki artış, toplam 10 durum için simüle edilerek analiz edilmiştir. Kanatçıkların hacmi eşit ve ısı transfer yüzeyi her durumda sabit tutulmuştur. Sonlu hacim yöntemi ve eritme işleminin simülasyonu için entalpi - gözeneklilik yöntemi kullanılmıştır. Faz değişim malzemesi olarak parafin kullanılan çalışmada, sabit ısı transfer yüzeyine sahip tekli, çiftli, üçlü ve dördü kanatçıklara sahip farklı konfigürasyonlu kanatçıkların performansı araştırılmıştır. Dikey yöndeki üçlü kanatçık ve yatay yöndeki çift kanatçıkların temel duruma göre %37,4 ve %30,5 oranlarında FDM'de erime artışı sağladığı görülmüştür. Ayrıca, çalışmada dikey üçlü kanatçık ve yatay çift kanatçıkların en iyi ekserji verimine sahip olduğu belirtilmiştir (Li ve ark., 2023). Stritih'in yaptığı çalışmada binalarda termal depolama uygulamalarına uygun olduğu için erime noktası 30 °C olan parafin kullanılan kanatlı bir yüzeye sahip gizli ısı depolama ünitesinin katılaşma ve eritme süreçlerinin, ısı transfer özelliklerinin deneysel olarak incelendiği bir çalışmada,

katılma süresinde kanatçiksız yüzeye sahip bir ısı depolama ünitesiyle karşılaştırıldığında, %40 azalma hesaplanmıştır (Stritih, 2004).

Castell ve diğerleri tarafından yapılan bir çalışmada, FDM içerisine yerleştirilen kanatlara sahip dikey silindirik bir modülden oluşan sistemde belirli geometriler için, kullanım sıcak suyu tankındaki, doğal taşınım ile ısı transfer katsayısını bulabilmek amacıyla, deneysel korelasyonlar uygulanmıştır. İncelenen geometriler için literatürde herhangi bir korelasyon bulunamayan bu çalışmada, FDM modüllerinde ısı transferini arttırmak için harici kanatçıkların kullanılmasının, sistemi çevreleyen suya olan ısı transfer oranını arttırdığı bulunmuştur. Ayrıca, kanatlar ne kadar büyükse, ısı transfer sürecinin o kadar hızlı olduğu, ancak ısı transfer katsayısının azaldığı bildirilmiştir. FDM ve suyun sıcaklık değişiminin ve farklı kanatçıklar için sıcaklık farkının bir fonksiyonu olan ısı transfer katsayısının, zamanın fonksiyonu olduğu belirtilmiştir. Deneysel Nusselt sayısının farklı boyutsuz sayıların bir fonksiyonu olduğu görülen korelasyonlar elde edilmiştir (Castell ve ark., 2008). Vyshak ve Jilani aynı hacim ve ısı transfer yüzey alanına sahip dikdörtgen, silindirik ve kabuk-boru geometrik konfigürasyonlarına sahip üç farklı gizli ısı termal depolama konfigürasyonunun etkisini sayısal olarak analiz etmişlerdir. FDM olarak  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'nun toplam erime süresinin; FDM kütleleri ve farklı ITA giriş sıcaklığı için karşılaştırmalı bir çalışmasını sunmuşlardır. Elde edilen sonuçlar, silindirik kabuk kaplarla eşit miktarda enerji depolamada, erime ve katılma sürecinin en az zaman aldığını ve bu geometrik etkinin FDM'nin kütlesindeki artışla daha belirginleştiğini göstermişlerdir (Vyshak and Jilani, 2007).

El Qarnia ve diğerleri, dikey bir iletken plaka üzerine monte edilmiş üç çıkıntılı ısı kaynağı ile ısıtılan dikdörtgen bir boşlukta FDM (erime noktası  $36^\circ\text{C}$  olan n-eikozan) erimesinin sayısal bir modelini sunmuşlardır. FDM tabanlı ısı emicinin termal performans üzerindeki farklı temel parametrelerin etkisini incelemek için sayısal araştırmalar yapmışlardır. Burada geliştirilen yaklaşımla, maksimum çalışma süresi ve karşılık gelen erime fraksiyonu için FDM tabanlı soğutma sistemlerinin tasarımında kullanılacak iki korelasyon geliştirilmiştir (El Qarnia ve ark., 2013). Esen ve diğerleri farklı FDM'ler ve depolama ünitesi konfigürasyonları için tüm FDM erime süresi üzerinde çeşitli FDM'lerin; silindir yarıçapları, boru yarıçapları, depolama kabındaki toplam FDM hacmi, ısı transfer akışkanının kütle akış hızları ve giriş sıcaklıkları gibi çeşitli termal ve geometrik parametrelerin performansını incelemişlerdir. Tüm FDM erime süresinin sadece termal ve geometrik parametrelere değil, aynı zamanda FDM'nin termofiziksel özelliklerine de bağlı olduğunu bulmuşlardır (Esen ve ark., 1998).

Barba ve Spiga (Barba ve Spiga, 2003), ısı transferi akışkanı olarak su kullanılan bir tankta levha, silindirik veya küresel olarak kapsüllenmiş üç geometrik formda FDM'nin davranışını incelemişlerdir. Sonuç olarak, küçük küresel kapsüllerle en büyük enerji yoğunluğunun, en hızlı şarj ve deşarj sürelerinde sağlandığını belirtmişlerdir. Bedecarrats ve diğerleri (Bedecarrats ve ark., 1996),

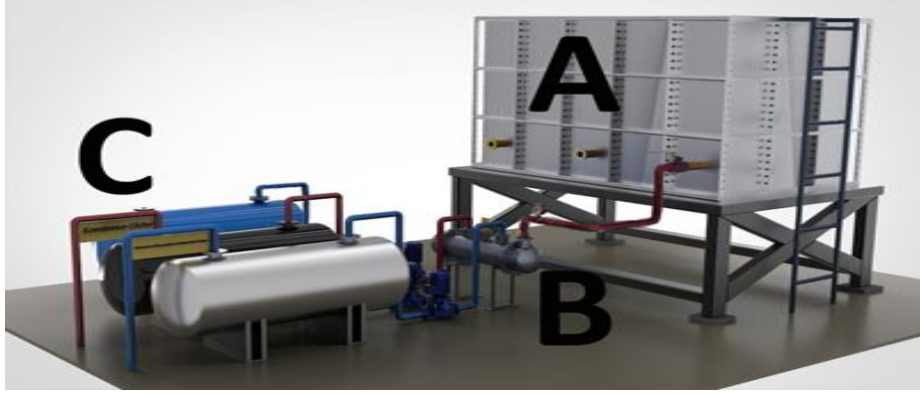
iklimlendirme için kullanılabilen endüstriyel bir enerji depolama tankı yapmak amacıyla faz değiştiren bir malzeme içerisine küresel kapsüller ilave edilmiş bir tankla, borular içeren geleneksel bir sıcak su tankının termal performansını karşılaştırmak için sayısal ve deneysel bir çalışma yapmışlardır. Sonuçta test amacıyla denenen tanklardan FDM dolu tankın daha iyi performansa sahip olduğu görülmüştür. Rahimi ve diğerleri, FDM olarak RT35 kullandıkları çalışmada, akış hızı (0,2 ila 1,6 L/dakika), ısı transfer akışkan giriş sıcaklığı (50 °C ve 70 °C) ve geometrik parametrenin etkisini araştırmak için pilot ünite olarak spiral boru içeren dikdörtgen bir küp şeklindeki ısı değiştiriciyi incelemişlerdir. Sonuçlar, kanatçık kullanımının akış rejiminden bağımsız olarak kanatçık ortalama sıcaklığını arttırdığını ve kanat hatvesindeki azalmanın, bu parametreyi her iki rejim için de hissedilir şekilde etkilemediğini belirtmişlerdir. Isı transfer akışkan giriş sıcaklığının 50 °C'den, 60 °C'ye yükseltilmesi ile erime süresinin kat kat daha kısaldığını belirtmişlerdir. Ayrıca ısı transfer akışkanının hızındaki artışın, hem erime hem de katılaşma sürelerinde bir azalmaya yol açtığını bulmuşlardır (Rahimi ve ark., 2014).

Bu çalışmada incelenen ve materyal metotta sistemi tanıtılan pilot bir ısı eşanjörünün boyutları veya geometrisi geliştirilerek uygulanabileceği, bir atık ısı depolama ünitesi Şekil 1'de verilmiştir. Şekil 1'de görüldüğü gibi, yüksek sıcaklığa sahip atık su açığa çıkaran endüstriyel tesisler ve fabrikalar için sisteme entegre edilecek eş merkezli bir ısı eşanjöründe FDM kullanarak, termal enerjiyi depolamak mümkün olabilecektir. Yapılan bu çalışma belirtilen sistemlerde geliştirilerek kullanılması durumunda, literatürden farklı geometriye sahip bir kanat modelinin kullanılması ve ayrıca literatürden farklı olarak ANSYS analiz programı kullanılarak kanat etkinliği hesabının gerçekleştirilmesi açısından farklılık arz etmektedir. Sonuç olarak hem kanat geometrisi hemde kanat etkinliğinin hesaplanması açısından literatürden farklı bir çalışma gerçekleştirilmiştir.

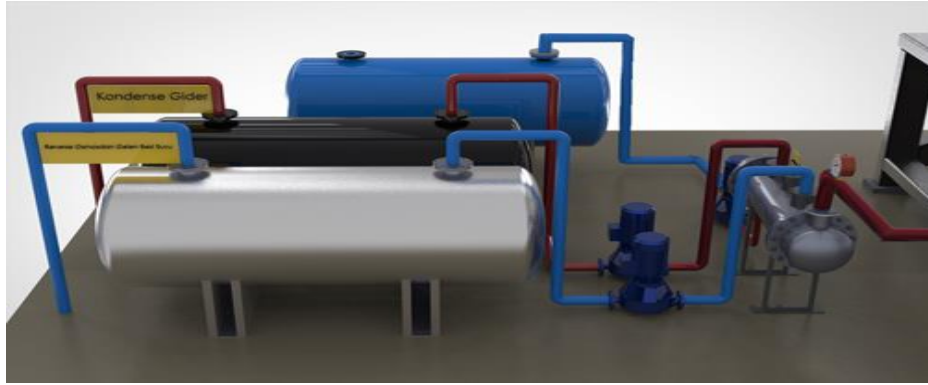
## 2. Materyal ve Metod

Depolama tankları ve ısı eşanjöründen oluştuğu tasarlanan Şekil 1(a)'daki gibi bir sistemde, atık ısı potansiyeli olan suyun eşanjöre modüler depodan düşü enerjisiyle gitmesi sağlanarak, eş merkezli borular arasında depolanan FDM'nin erimesi sağlanabilecektir. Daha sonra FDM'nin erime halinden katılaşma haline dönmesi esnasında açığa çıkan enerjiden faydalanmak amacıyla, eşanjörün içindeki borudan reverse osmos sisteminden geçerek gelmiş olan yumuşatılmış suyun pompalanması sağlanabilecektir. Bu şekilde sıcaklığı, katılaştıran FDM'nin verdiği ısı enerjisi ile arttırılan suyun tesis içerisinde tekrar kullanımının sağlanması amaçlanmıştır. Bu mantıkla kurulan termal enerji depolama ünitesinden elde edilen ve geri dönüşümle sıcaklığı arttırılmış besi suyunun, tesisteki buhar kazanına hem ilk kalkış rejiminde hem de buhar üretim safhalarında kullanılmak üzere pompalanması mümkün olabilecektir. Gizli ısı depolayan faz değişim malzemesinin eşanjöre dolumu

ise eşanjörün üst kısmındaki kapak ile gerçekleştirilmesi tasarlanmıştır. Söz konusu atık su potansiyeli olan bu tür tesislerde kullanılacak ısı eşanjörlerinde, sunulan simülasyon çalışmasından elde edilen sonuçların yol gösterebilmesi amaçlanmıştır.



**Şekil 1(a).** Isı eşanjörünün uyarlanabileceği bir atık su enerji depolama ünitesi tasarım çizimi (A- Tesis atık su depolama tankı B- Eş merkezli termal enerji ısı depolama eşanjörü C- Depolama tankları)



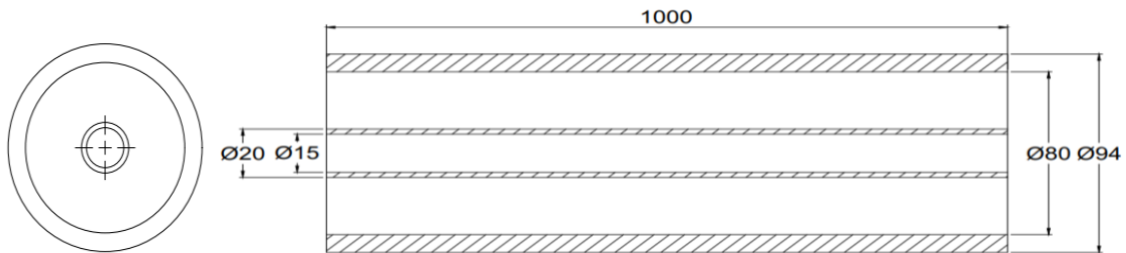
**Şekil 1(b)** Isı eşanjörü önden görünümü

Sunulan çalışmada incelenen literatür çalışmaları ve inorganik FDM'lerin avantajları dikkate alınarak ITA'dan (ısı transfer akışkanından) avantajları nedeniyle belirlenen faz değişim malzemesine aktarılması istenen ısı miktarını arttırmak amacıyla, literatürden farklı tip bir kanat modeli kullanmanın pilot bir çift borulu eşanjörün verimliliğine katkısı HAD analizleriyle araştırılmıştır. Öncelikle kanatçıksız modeldeki analizlerle 50 °C, 60 °C, 70 °C sıcaklıkları için ITA'dan FDM'ye aktarılan ısı etkisiyle FDM erime süreleri incelenmiş ve optimum sıcaklık 60 °C olarak belirlenmiştir. Daha sonra FDM'nin ITA'dan depolanması istenilen ısı miktarını daha kısa sürede absorbe edebilmesi için; kanat kullanımının, performansa etkisi analizle araştırılmıştır. Kanat kullanılmamış ısı değiştirici analizlerinden elde edilen sonuçlara göre, inorganik faz değişim malzemesi olarak seçilen  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ın karşılaştırılması sonucunda,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'ta  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'dan daha kısa sürede erime gerçekleştiği görülmüştür. Kanatsız halde,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için ANSYS analiz sonuçlarında elde edilen, mesh sayısı analizi, ITA sıcaklığına ve kanat sayısına göre FDM sıcaklığı değişimi analiz grafikleri oluşturulmuştur. Sonrasında ITA'nın

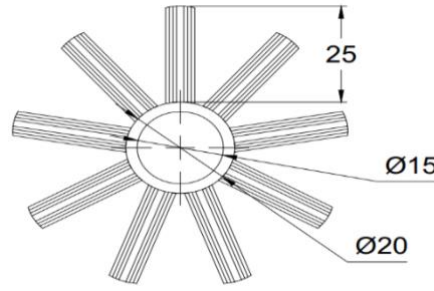
60 °C sıcaklık ve 0,5 m/sn hızda olduğu ve farklı kanatçık sayılarının kullanıldığı durum için ısı sayısal analizler gerçekleştirilmiştir. Seçilen kanat modeliyle, kanat taban alanının içteki borunun dış yüzeyini tamamen kaplamasını sağlayan kanat sayısı 15 olarak tespit edilmiştir. Ve FDM'nin erimesi durumunda kanat sayısının erime süresine etkisi  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  için incelenmiştir. Ayrıca kanat etkinliği hesabı, literatürden farklı olarak ANSYS analiz programı kullanılarak gerçekleştirilmiş ve FDM'nin termal depolama kapasitesine bağlı olarak erime süresinin, kanatçık sayısının arttırılmasıyla nasıl değiştiği kanatçık sayıları için incelenmiştir.

## 2.1. Sistemin Tanıtılması

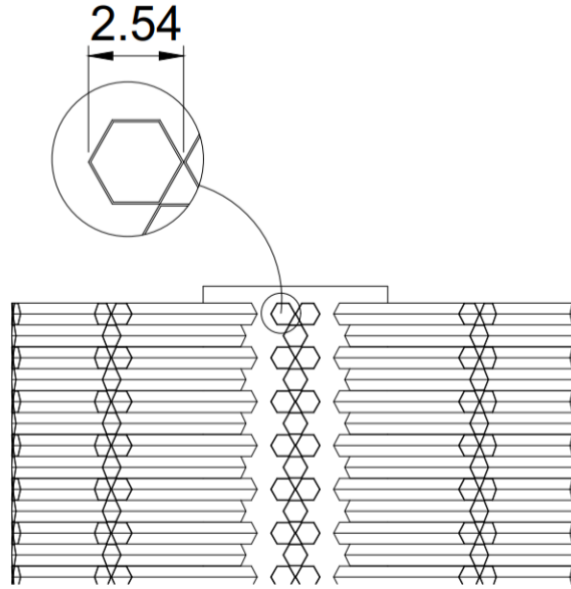
Hesaplamalı akışkanlar dinamiği (HAD) analizi yardımıyla simülasyonu gerçekleştirilen eşmerkezli ısı değiştiricinin içteki borusundan ısı transfer akışkanının akması, iki boru arasında ise FDM'nin depolanması amaçlanmaktadır. Gizli termal enerji depolama pilot ünitesi olarak tasarlanan iki borulu ısı eşanjörü, et kalınlığı 2,5 mm olan 15 mm iç çapına sahip iç boru ile iki boru arasındaki boşlukta FDM'nin depolandığı 80 mm iç, 94 mm dış çaplı dış borudan meydana gelmektedir. Tasarlanan modelin ön görünüşü ve sol yan kesit görünüşü ile ölçüleri Şekil 2'de verilmiştir. Isı transferini arttırması düşünülen literatürden farklı kanatçıkların bulunduğu kısım ise FDM'nin depolandığı ortam olarak tasarlanmıştır. Kanatçıklar bal peteği matris yapısında olup sırasıyla iki, bir ve iki petek şeklinde dizayn edilmiştir. Eşanjörün boyu 1000 mm ve kanatçıklarla dış borunun iç çapı arasındaki mesafe, FDM'nin peteklere tamamen dolabilmesi için 5 mm olacak şekilde düzenlenmiştir. FDM içerisine gömülü olarak kullanılacak kanat malzemesi, 6000 serisi alüminyum malzeme olarak belirlenmiştir. ITA'nın (ısı transfer akışkanının) içinden geçtiği eşanjörün iç borusu ve dıştaki borusu paslanmaz çelikten olacak şekilde tercih edilmiştir. Eşanjörün deney düzeneğinde kullanılması imkanını sağlamak için, kullanılan petek kanat ölçüleri piyasada mevcut olan bal peteği matrix yapısı ölçülerine uygun seçilmiştir. Örnek olarak 9 kanatlı modelin ise önden görünüşü ve ölçülerinin gösterildiği Şekil 3'de, içteki paslanmaz çelik borunun iç ve dış çapları ile kanat yüksekliği verilmiştir. Kanatların geometrik diziliminin ve ölçülerinin üstten görünüşünün gösterildiği Şekil 4'de, altıgen olan tek bir balpeteği modelinin, kanatlı modelde üstten görünüşü verilmiştir.



Şekil 2. Modelin ön görünüşü ve sol yan kesit görünüşü



Şekil 3. 9 Kanatlı modelin önden görünüşü ve ölçüleri



Şekil 4. Kanatlı modelin üstten görünüşü ve bir bal petek ölçüsü

Mevcut çalışmada, çift borulu bir ısı eşanjörünün içteki borusundan geçecek olan ısı transfer akışkan sıcaklığı, optimum işletme atık su sıcaklıkları dikkate alınarak 60 °C olarak tespit edilmiştir. 60 °C olan ITA sıcaklığında erime sağlayabilecek uygun FDM malzemesinin seçimi yapılırken, tuz hidratlar ve bunların karışımlarının 0 °C ile 100 °C arasındaki sıcaklıklara uygun olma özelliği dikkate alınarak (Iten ve Liu,2014; URL-1), inorganik FDM grubuna giren faz değişim malzemeleri olan  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  tercih edilmiştir. Gizli termal ısı depolamada katı-sıvı faz özelliği gösteren bu tuz hidratların termofiziksel özellikleri aşağıdaki Tablo 2.1 ve 2.2’de verilmiştir.

**Tablo 2.1.**  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  termofiziksel özellikleri (Bilen ve ark., 2008, Mazman\*,2006)

Fiziksel Özellikler	$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Erime Sıcaklığı (°C)	28
Gizli ısı (kJ/kg)	200
Yoğunluk ( $\text{kg}/\text{dm}^3$ )	1,71*
Özgül Isı kapasitesi katı/sıvı ( $\text{kJ}/\text{kg} \text{ } ^\circ\text{C}$ )	1,25/2,13
Termal iletkenliği katı/sıvı ( $\text{W}/\text{m} \text{ } ^\circ\text{C}$ )	0,626 (24 °C) / 0,454 (41 °C)
Viskozite katsayısı(Pa.s)	$2.25 \times 10^{-2}$



**Tablo 2.2.** NaSO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O'nun ve paslanmaz çeliğin termofiziksel özellikleri (Ji ve ark.,\* 2018; Mazman\*\*, 2006; Sharma ve ark.,\*\*\* 2004)

Fiziksel Özellikler	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .10H <sub>2</sub> O**	Paslanmaz çelik*
Erime Sıcaklığı (°C)	32,4	-
Gizli ısı (kJ/kg)	254	-
Yoğunluk (kg/dm <sup>3</sup> )	1,485	(Katı) 8030
Özgül Isı kapasitesi (J/kgK)	1930	502
Termal iletkenliği (W/mK)	0,544***	16,27

### 2.3. HAD Analizi

HAD analizleri ile akışkanlar mekaniğinde, hız-sıcaklık ve basınç dağılımlarını, faz akışlarını, sabit ve yoğunluklu akışkanları, sıcaklık transferleri gibi olay ve kavramları detaylı bir şekilde inceleyip, analiz etmek mümkündür.

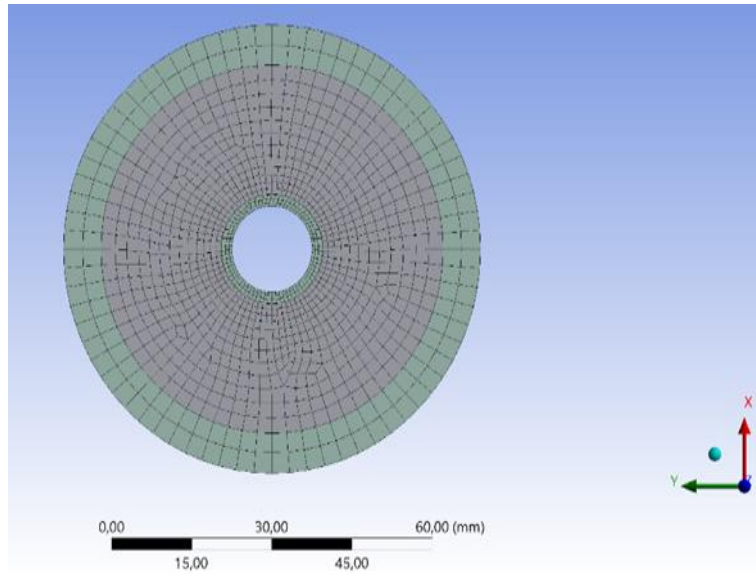
İki borulu bir ısı değiştiricide meydana gelen faz değişimi prosesinin sayısal olarak analizini yapmada kullanılan entalpi-gözeneklilik yöntemiyle, faz değişiminin sabit sıcaklık ve sıcaklık aralıklarında oluşan problemleri çözümlenebilir. Bu yöntemle katı-sıvı ara yüzünün her zaman adımında takibi yapılmadan, devreye sokulan temel denklemler yardımıyla çok boyutlu problemlere uygulanması sağlanabilir (ANSYS, 2008). Uygulanan sayısal analizin kolaylaştırılabilmesi için sayısal analizde, faz değişim malzemesinin homojen ve izotropik yapıda olduğu ve sıvı halde hareketinin laminer, süresiz ve sıkıştırılmaz olduğu kabulü yapılmıştır. Bununla birlikte faz değişim sürecinin izotermal olduğu, süreç boyunca hem iletimle hem de doğal taşınım ile ısı transferinin gerçekleştiği, FDM'nin termal ve fiziksel özelliklerinin katı ve sıvı fazda farklılık göstermesi yanında, sıcaklığa da bağlı olmadığı kabulleri gözönüne alınarak işlemler sürdürülmüştür (Koşan ve Aktaş, 2018). Sunulan çalışmada, Ansys Fluent 2020 R2 programı yardımıyla Fluent çözümlemesinde "Solidification and Melting" bölümü aktif hale getirildikten sonra erime prosesi analiz edilmiştir. "Transient" yani zamana bağlı olarak işlem gerçekleştirilmiş ve her iterasyon adımı 0,2 saniye olacak şekilde analizler yürütülmüştür. Basınç ve hız seçenekleri "second order" olarak hazırlanmış, enerji seçeneği ise bununla birlikte aktif edilmiştir. Türbülans modeli olarak, iç akışta gerçeğe çok yakın çözümler sunan "k-epsilon" iki denklemlilik "solver" kullanılmıştır. Programın işletilmesinde kullanılan süreklilik, momentum ve enerji denklemleri aşağıdaki şekilde verilmiştir

$$\text{Süreklilik Denklemi: } \nabla \cdot \vec{V} = 0 \quad [1]$$

$$\text{Momentum Denklemi: } \frac{\partial \vec{V}}{\partial t} + (\vec{V}) \cdot \nabla (\vec{V}) = \frac{1}{\rho} \left( -\nabla P + \mu \nabla^2 \vec{V} + \rho g \beta (T - T_{ref}) \right) + \vec{S} \quad [2]$$

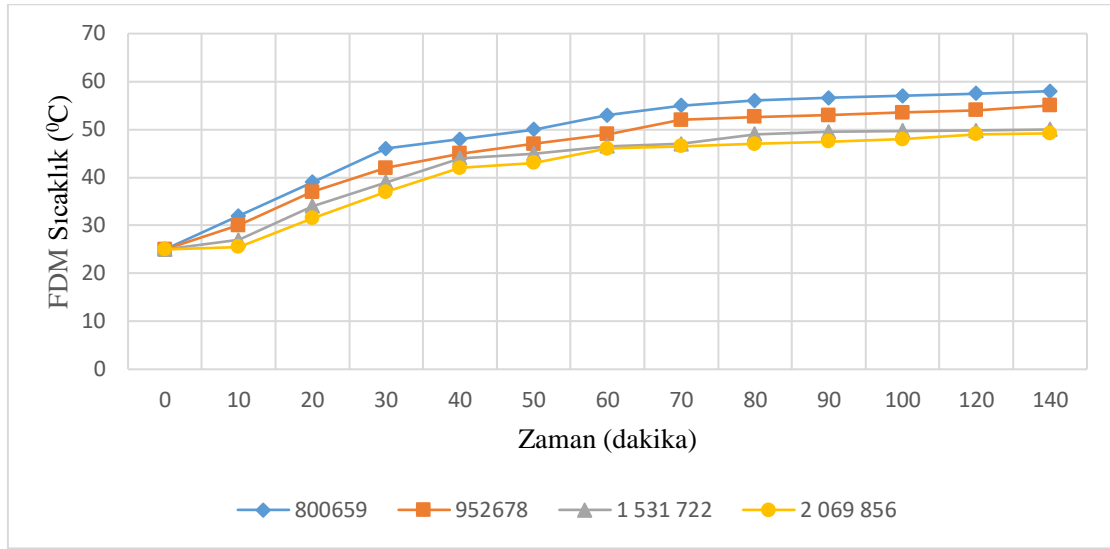
$$\text{Enerji Denklemi: } \frac{\partial h_{sensible}}{\partial t} + \frac{\partial h_{latent}}{\partial t} + \nabla \cdot (\vec{V} h_{sensible}) = \nabla \cdot \left( \frac{k}{\rho c_p} \nabla T \right) \quad [3]$$

HAD analizinde hesaplama yapılacak modelde eleman sayısı (mesh) arttıkça, gerçeğe yakın sonuçlar elde edilmesi adımına daha çok yaklaşılmış olacaktır. Fakat analizi yapılan modelin geometrisi ve boyutlarına uygun bir ağ yapısı oluşturulmaz ise analiz, uzadıkça uzayacak ya da daha üst kapasiteli bir bilgisayar gerekli olacaktır. Kısaca zamana bağlı çözümlerde zaman adımının küçülmesi artan maliyet olarak karşımıza çıkacaktır (Çengel ve Cimbala, 2006). Ayrıca modelin meshten bağımsız olduğunu gösteren optimum mesh sayısının belirlenmesi kadar, modele uygulanan mesh kalitesinin de yüksek olması, analiz sonucunu olumlu yönde oldukça fazla etkileyecektir. Şekil 5’de analizi yapılan ısı eşanjörü için 1.531.722 elemandan oluşan iki boyutlu modelin ağ yapısı (mesh) sunulmuştur. Bu mesh sayısı, Şekil 6’daki mesh sayısı analizleri tamamlandıktan sonra, modele uygun optimum mesh sayısı olarak kabul edilerek analizlere başlanmıştır.



**Şekil 5.** 1.531.722 elemana sahip eş merkezli ısı eşanjörünün mesh görüntüsü

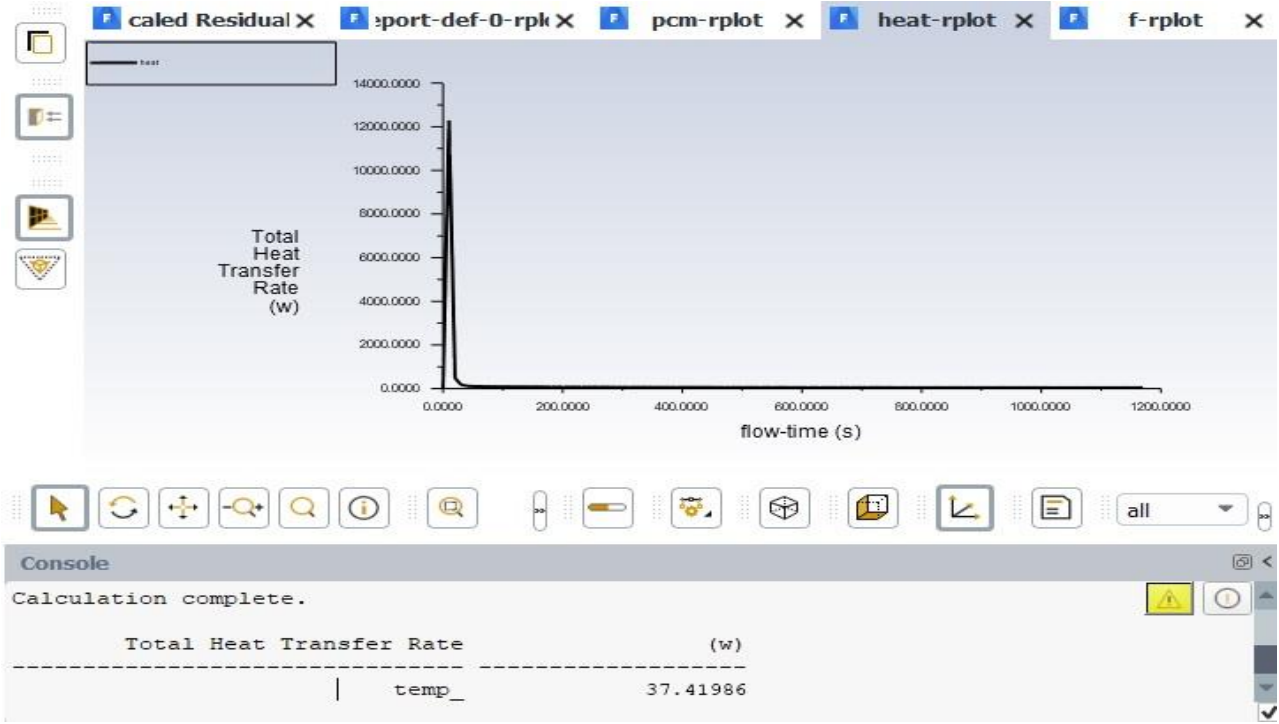
İki boyutlu ve zamana bağlı olarak yapılan ANSYS analizinde kanatsız model için dört farklı 800.659, 952.678, 1.531.722, 2.069.856 eleman sayısı (mesh) ve 0,2 zaman adımı çalışılmıştır. Şekil 6’da mesh edilen eleman sayısına göre  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için FDM sıcaklığı-erime süresi değişim grafiği verilmiştir.



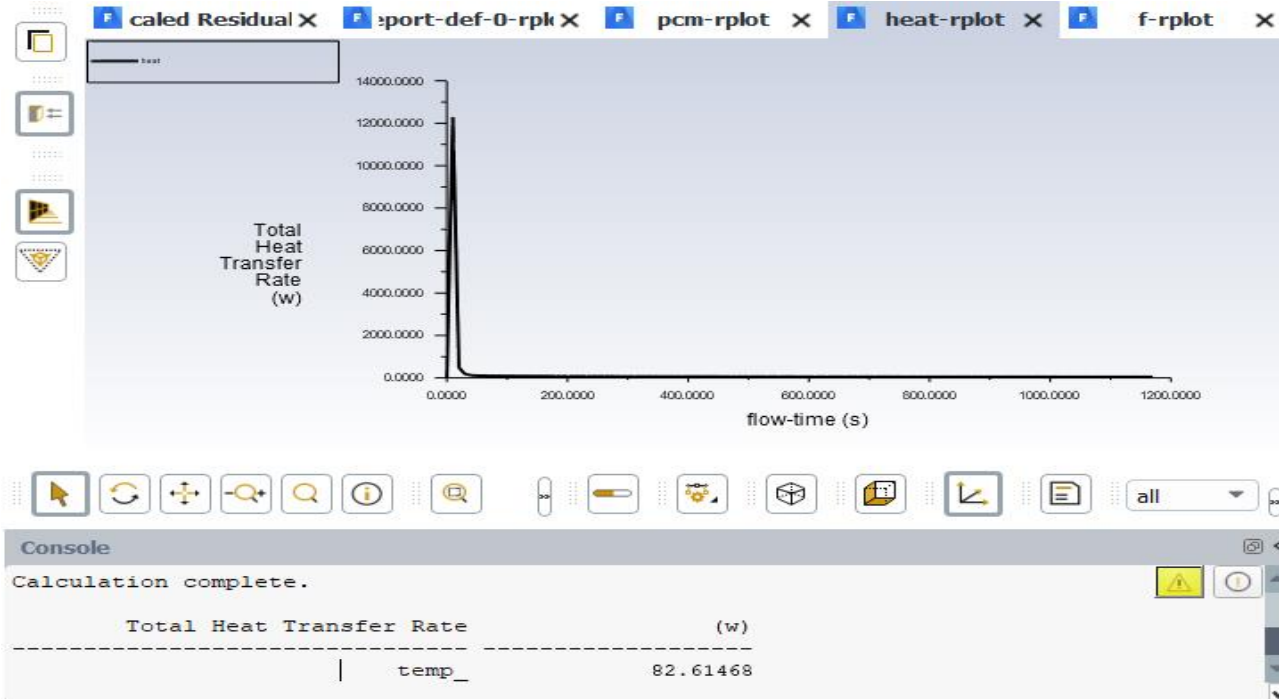
Şekil 6. Eleman sayısına göre  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için FDM sıcaklığı-erime süresi değişim grafiği

Şekil 6'ya göre 800.659 mesh elemanına sahip analiz modelinde 140 dakikada kalsiyum klorür heksahidrat sıcaklığı  $60\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye yaklaşmaktadır. Ancak aynı FDM, 2.069.856 mesh elemanına sahip modelde  $50\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin biraz üzerindedir. Bu durumda yaklaşık olarak  $10\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklık farkı oluşturmaktadır. Yapılan analize göre 800.659 mesh sayısında  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  malzemesi, aynı zaman diliminde çok daha yüksek sıcaklığa ulaşmaktadır. Bu tür karışık model analizlerde mesh eleman sayısı doğru çözüm için optimum değerde olmalıdır. 1.531.722 mesh elemanına sahip modelde 2.069.856 mesh elemanına sahip model ile sonuçlar oldukça yakındır. Sonuçta mesh sayısı arttığında daha kararlı bir sıcaklık ölçümü sağlanmıştır. Sonlu elemanlar analizi dinamiklerine göre ne kadar çok elemanla işlem yapılırsa yakınsama oranı o kadar artacağından eleman sayısı çok önemlidir. Eleman sayısı arttıkça doğru sonuca yakınsama artacaktır ve belli bir eleman sayısından sonra bu yakınsama çok küçük değerlerde olacağından eleman sayısını arttırmak sadece analiz süresini arttıracığı da bir gerçektir. Bu bağlamda mesh sayısının çözüm sürecini arttıracığı gerçeği ışığında, mesh sayısı optimum olması gerektiği ilkesi kendini kanıtlamış durumdadır.

FDM içerisine gömülü olarak kullanılacak faydalı kanat sayılarının hesabında literatürdeki gibi analitik çözüm kullanmak yerine, bu çalışmada HAD analiz veri sonuçlarından faydalanılmıştır. Çalışmada literatürden farklı bir şekilde faydalı kanat sayısı hesabında  $\epsilon$  değerinin belirlenmesi amacıyla HAD analizinden faydalanılmış olması, bu çalışmanın farklılığını da ortaya koymaktadır. Aşağıda kanat etkinliğinin hesaplanması başlığı altında  $\epsilon > 2$  ilkesini sağlayan ısı transferine katkı sağlayacak kanat sayısı hesabı açıklanmıştır. Kanat etkinliği çalışması yapıldıktan sonra, uygun bulunan kanat sayılarına karşılık gelen Q değerlerinin, HAD analizinden elde edilen görüntüleri ise Şekil 7'de kanatsız ve Şekil 8'de 6 kanat için kanıtı sunulan ve (9, 12 ve 15 kanat için dataları mevcut olan) ANSYS programı üzerinden elde edilen görüntüleri verilmiştir.



Şekil 7. Kanatsız halde ITA' dan FDM'ye gerçekleşen toplam ısı transferinin ANSYS programı üzerinden alınan Q değeri görüntüsü



Şekil 8. 6 kanatlı halde ITA' dan FDM'ye gerçekleşen toplam ısı transferinin ANSYS programı üzerinden alınan Q değeri görüntüsü

ANSYS analizinin başlangıç kabulleri, ITA için hız ve sıcaklık değerleri değişmeyen parametre olacak şekilde belirlenmiş ve Tablo 2.3'de sunulmuştur.

**Tablo 2.3.** Analiz Başlangıç Şartları

Hız (m/s)	0,5
Ortam sıcaklığı (°C)	25
ITA sıcaklığı (°C)	60

## 2.2. Kanat Etkinlik Hesabı

Bu çalışmada, FDM içerisine yerleştirilecek kanatlarla, içteki borudan geçen ITA'nın verdiği ısının FDM'nin erime süresini azaltması amaçlanmaktadır. Bu nedenle kullanılacak kanat sayısının belirlenmesi için kanat etkinliği hesaplaması yapılmıştır. Kanat etkinliğinin hesaplandığı formül, 1 nolu denklemde sunulmuştur(Çengel, 2015; Çengel, 2015).

$$\varepsilon_{fin} = \frac{(\dot{Q}_{finned})}{(\dot{Q}_{finless})} \quad [4]$$

Yukarıdaki formülden  $\varepsilon > 2$  ilkesini sağlayan başlangıç kanat sayısı 6 olacak şekilde 9, 12 ve 15 kanat için kanat etkinlik katsayıları aşağıdaki gibi hesaplanmıştır. Kanatsız haldeki ısı transferi miktarı,  $\dot{Q}_{no\ fins}$  olacak şekilde, 6, 9, 12 ve 15 kanatın transfer ettikleri ısı miktarları, belirlenen kanat alanları için, literatürden farklı olarak ANSYS Fluent 2020 R2 programından

$$\dot{Q}_{no\ fins} = 37,42 \text{ W}$$

$$\dot{Q}_{6\ fins} = 82,61 \text{ W}$$

$$\dot{Q}_{9\ fins} = 123,92 \text{ W}$$

$$\dot{Q}_{12\ fins} = 164,63 \text{ W}$$

$$\dot{Q}_{15\ fins} = 206,53 \text{ W}$$

olarak tespit edilmiştir. Daha sonra 1 nolu denklemden hesaplanan kanat etkinlikleri;

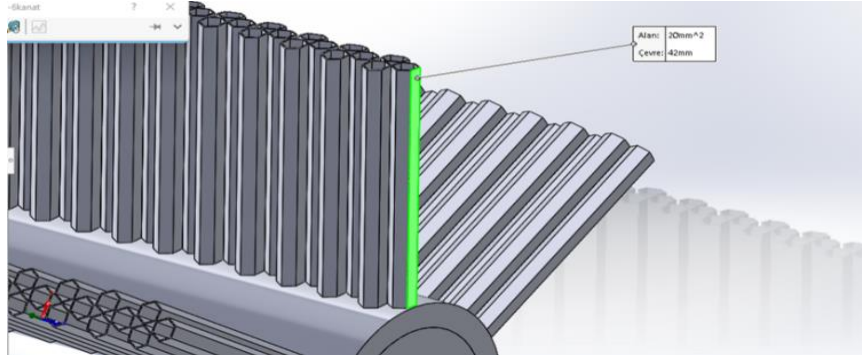
$$\varepsilon_{6\ fin} = \frac{82,62 \text{ W}}{37,42 \text{ W}} = 2,2$$

$$\varepsilon_{9\ fin} = \frac{123,92 \text{ W}}{37,42 \text{ W}} = 3,3$$

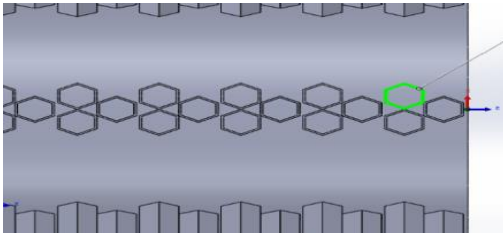
$$\varepsilon_{12\ fin} = \frac{164,63 \text{ W}}{37,42 \text{ W}} = 4,4$$

$$\varepsilon_{15\ fin} = \frac{206,53 \text{ W}}{37,42 \text{ W}} = 5,5$$

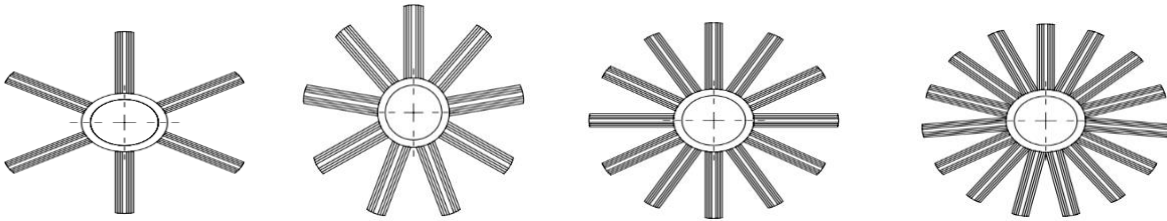
şeklinde elde edilmiştir. FDM içerisinde etkinlik şartını sağlayan kanat sayıları belirlendikten sonra oluşturulan montaj görüntüleri Şekil 9, Şekil 10, Şekil 11, Şekil 12’de kanatların farklı dizaynları için ayrıntılı bir şekilde sunulmuştur.



Şekil 9. Tek bir altıgen petek kanat modeli için bir kenar alanının görünüşü



Şekil 10. Kanat petek yapısının üstten görünüşü Şekil 11. Altıgen petek kanat modeli panel görünüşü



Şekil 12. 6,9,12,15 adet kanat uygulamalarının önden görünüşü

Etkinlik katsayısı  $\varepsilon > 2$  olması şartını sağlayan kanat sayıları olan 6, 9, 12, 15 adet kanat uygulamaları sırasıyla kanat etkinlikleri 2.2,3.3,4.4,5.5 olarak belirlenen dört kanatlı model için, HAD analizleri yapılmış ve FDM şarj (erime) süresindeki değişim sözkonusu kanatlı modeller için incelenmiştir.

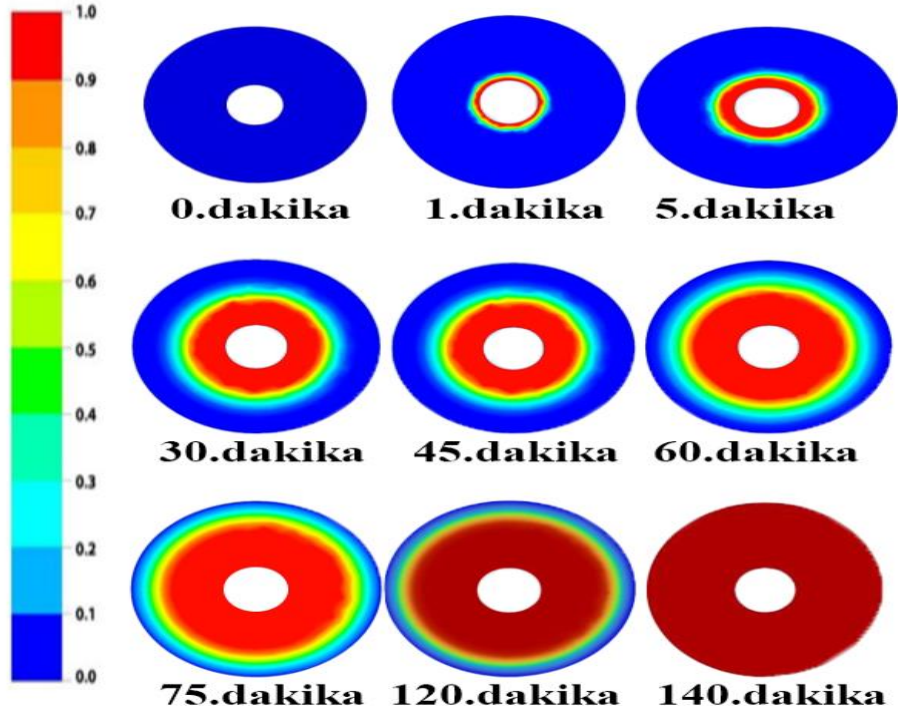
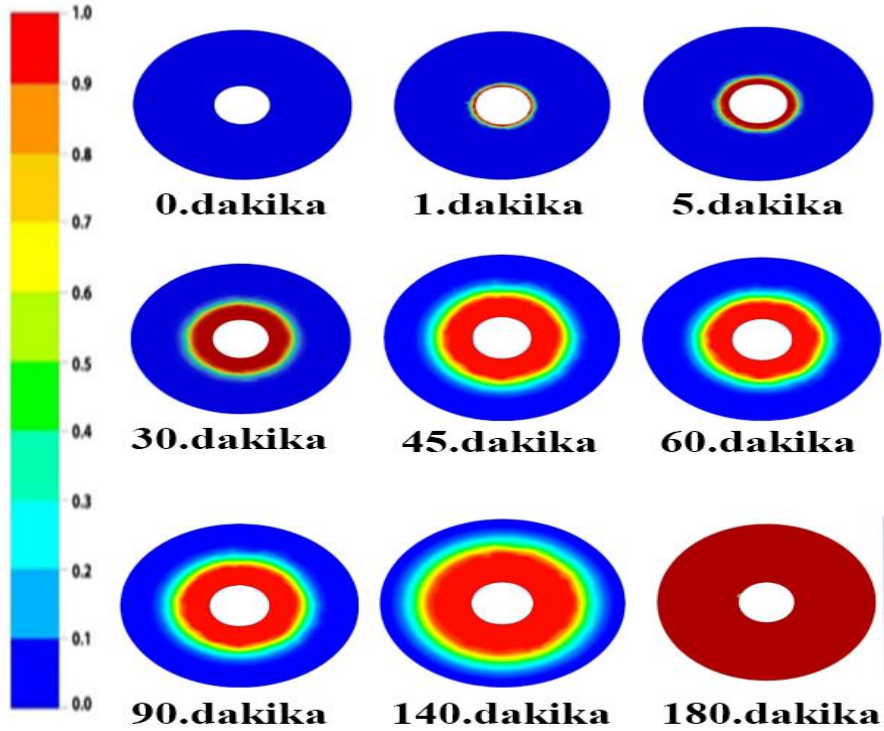
### 3. Bulgular ve Tartışma

Bu çalışmada eş merkezli bir ısı değiştiricinin iki boru arasında kalan boşluğunda, iki adet inorganik faz değişim malzemesi  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{NaSO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  tuz hidratlarının depolanması tasarlanmıştır. Ara boşluğa kanat yerleştirilmesi durumunda, artan ısı transfer yüzey alanı nedeniyle

erime süresinde kısılma olacaktır fakat yerleştirilen kanat hacmi kadar FDM'nin de dışarıya atılması gerekecektir. Bu nedenle kanatsız modelde iç içe yerleştirilmiş iki boru arasındaki hacim hesaplandıktan sonra, kanat ilave edilince atılan FDM miktarları hesaplanabilecektir. Dolayısıyla kanatlı modellerde ara boşluğa yerleştirilen FDM miktarı, kanatsız modelde yerleştirilen FDM miktarından az olacaktır. Kanatsız modeldeki FDM miktarının sağladığı ısı sığa, kanatlı modellerde azalan FDM miktarıyla azalma göstereceği için, çalışmada kanat yerleştirilmesi durumunda oluşacak FDM ısı sığa azalması araştırılmıştır. Yapılan teorik çalışmada kanat kullanılması durumunda ara boşluktan atılacak FDM miktarlarının, kanatsız modelde yerleştirilen FDM miktarı yanında her iki FDM içinde kütleli olarak yaklaşık %1,8 oranında ihmal edilebilir bir kütle azalmasına sebep olacağı görülmüştür. Bu nedenle kanatlı modellerde FDM miktarı azalmasının (FDM ısı sığasındaki azalma nedeniyle) erime süresine olan etkisi kanat kullanımı yanında ihmal edilecek kadar az olduğundan, kanat kullanımının erime süresi üzerine etkisi analiz edilmiştir. Ve kanat kullanımının erime süresini ne kadar etkilediğini araştırmak üzere, kanatsız ve kanatlı haller için HAD analizleri yardımıyla ara boşluktaki FDM erime süreleri tespit edilmiştir. Şekil 13'de inorganik FDM olan  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  tuz hidratının kanatsız haldeki erime süresi analiz çıktıları verilmiştir. Şekil 14'de ise yine inorganik FDM sınıfından seçilen  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ın kanatsız haldeki erime süresi analiz çıktıları verilmiştir. ITA sıcaklığı  $60\text{ }^\circ\text{C}$  ve hızı  $0,5\text{ m/s}$  olan, zaman adımı  $0,2$  saniye seçilen analiz verilerine göre, kanatsız durum için erime süresi,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ile  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  için sırasıyla  $140$  ve  $180$  dakika olarak belirlenmiştir.

Şekil. 13. ve Şekil 14'te görüldüğü gibi gizli ısı depolama kapasitesi  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ya göre daha yüksek olan  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için elde edilen erime süresinin,  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ın erime süresinden daha az olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle, ITA sıcaklığı ve kanat sayısını arttırmanın, FDM erime süresine etkisinin araştırılması için erime süresinin kanatsız durumda daha kısa olduğu tespit edilen  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  seçilmiştir. Şekil 13 ve 14'de verilen renk skalası, 0 noktasından 1 noktasına (lacivertten kırmızıya doğru) ilerlerken, FDM'nin yüzde olarak erime süreçlerini gösteren renklerle tanımlanmıştır.  $0.0-0.1$  aralığında katı olan FDM'nin,  $0.9-1$  aralığındaki skala renklerine uygun olarak tamamen erime gösterdiğini belirtmek üzere verilmiştir.



Şekil. 13.  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için kanatsız hal analiz çıktılarıŞekil 14.  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  için kanatsız hal analiz çıktıları

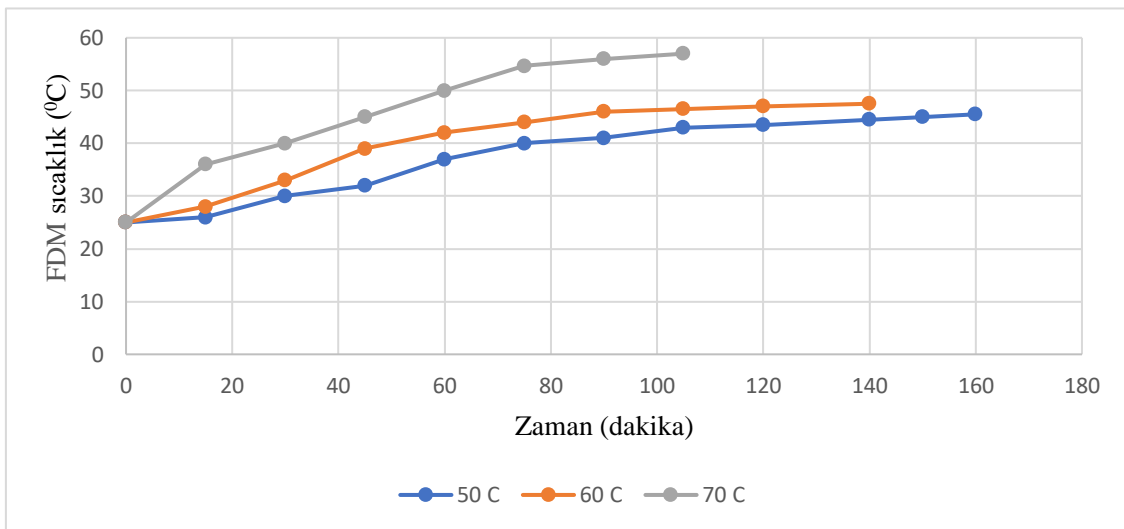
Acir ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada faz değiştiren malzemesi olarak parafin kullanılan enerji depolama ünitesinde 1, 1,5 ve 2 mm kanat kalınlığında ve 3, 5 ve 7 adet kanat kullanılan çalışmada 7 kanat sayısı kullanmanın, 3 kanat sayısına kıyasla daha iyi ısı transfer performansı sağladığı tespit edilmiştir (Acir ve Canli, 2018). Eritme işleminin simülasyonunu sonlu hacim



yöntemi kullanarak inceleyen Li ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, sunulan çalışmada da kullanılan entalpi-gözeneklilik yöntemi ile HAD analizi yapılmıştır. En kötü kanatçıklı duruma kıyasla bile kanatçıksız durumda %11,2 ve %10,7'lik erime süresinde artış tespit edilmiştir (Li ve ark., 2023).

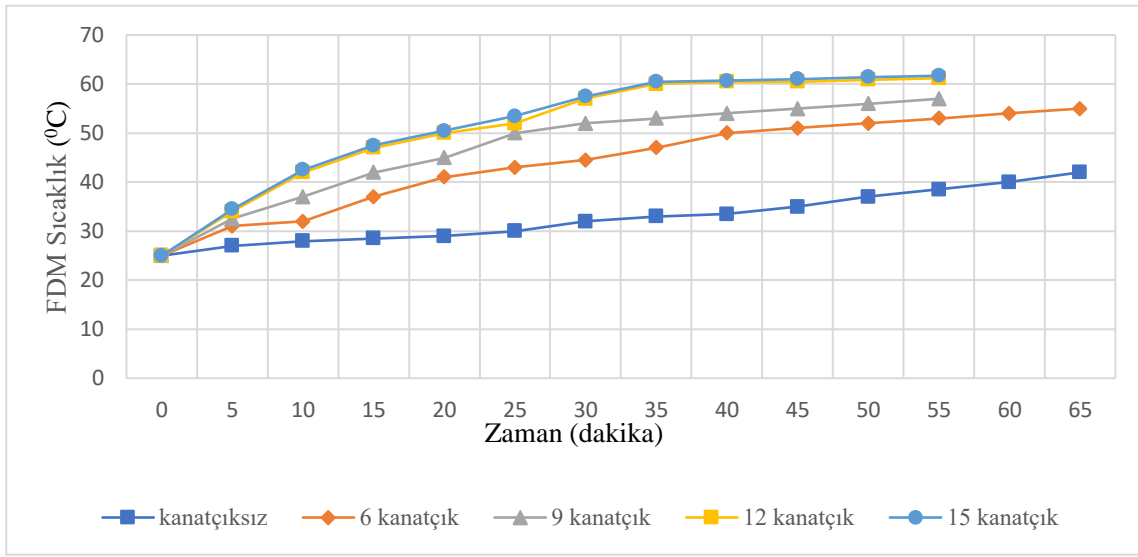
Şekil 15'de 50 °C, 60 °C ve 70 °C ITA su sıcaklıklarına göre CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sıcaklığının zamana göre değişimini gösteren grafikte, 70 °C'de FDM en kısa erime süresine sahipken, en yüksek erime süresi 50 °C için gerçekleşmiştir. Şekilde görüldüğü gibi ısı transfer akışkanı olan suyun sıcaklığı arttığında, birim zamanda gerçekleşen ısı transferi miktarıda arttığı için tahmin edildiği gibi FDM'nin sıcaklığının da arttığı gözlemlenmiştir. Endüstriyel tesisler ve işletmeler için atık su sıcaklığını 70 °C seçmek, çoğu işletme için gerçekçi bir yaklaşım olmadığından, bu çalışmada FDM sıcaklığı için 60 °C optimum sıcaklık değeri olarak kabul edilmiştir. 50 °C ise kabul edilebilir bir ITA sıcaklığı olarak değerlendirilmiştir. Sunulan çalışmada kanatsız model için Şekil 3.3'de görüldüğü gibi, ITA sıcaklığı 50 °C iken CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 160 dakikada, 60 °C iken 140 dakikada ve 70 °C iken ise 105 dakikada erimektedir. Simülasyon sonuçları, ITA sıcaklığının 50 °C'den 60 °C'ye çıkması halinde erime süresinin %12, 50 °C'den 70 °C'ye çıkması halinde ise %34 oranında azalarak gerçekleştiğini göstermiştir.

Koşan ve arkadaşının yaptığı HAD analiziyle erime süresinin incelendiği çalışmada ise FDM olarak RT42'nin depolandığı eş merkezli bir ısı değiştiricide, ITA sıcaklığı 50 °C, 60 °C, 70 °C, olduğunda FDM'nin sırasıyla 300 dakika, 240 dakika ve 180 dakikada eridiği belirtilmektedir. Sunulan çalışmada ise CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O için elde edilen ısı transfer akışkanı sıcaklığı simülasyon sonuçlarının, ITA sıcaklığının artışıyla erime süresinin kısaldığı görülen Koşan ve arkadaşının RT42 için yaptığı simülasyon modelinin analizindeki sonuçla uyumlu olduğu görülmüştür ( Koşan ve Aktaş, 2018).



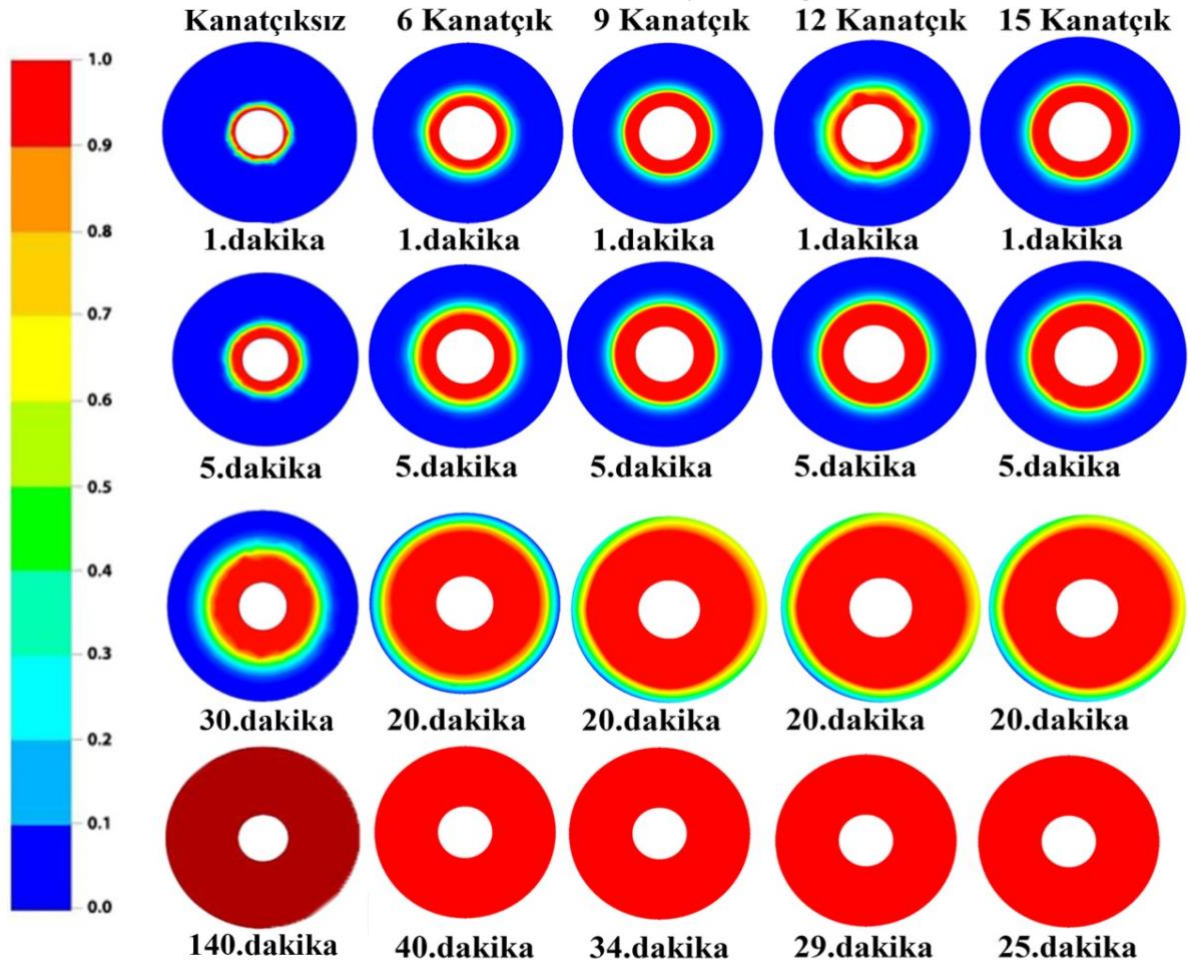
Şekil 15. ITA su sıcaklıklarına göre CaCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O için FDM erime süresi- sıcaklık grafiği

İnorganik iki FDM'nin erime süresinin incelendiği bu çalışmada, erime süresini azaltmak amacıyla eşmerkezli ısı değiştiricinin FDM depolanan ara boşluğuna kanat eklenmiş ve ara boşlukta 6, 9, 12, 15 kanatçık kullanılması hallerine göre yeniden analizler yürütülmüştür. Yani FDM içerisine yerleştirilen kanatçıklar vasıtasıyla, ITA'nın verdiği ısı enerjisinin erime süresini ne kadar azalttığı incelenmiştir. Kanat sayısına göre  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'ın sıcaklığının değişiminin verildiği Şekil 16'da, kanat sayısını arttırmanın FDM sıcaklığını arttırdığı tespit edilmiştir. 2,2, 3,3, 4,4, 5,5 kanat etkinliklerine sahip sırasıyla 6,9,12 ve 15 kanat için; erime süresinin ciddi oranda düştüğü verilen FDM sıcaklık değişimleri grafiğinde gösterilmiştir. FDM sıcaklığının en iyi kanat veriminin elde edildiği 15 kanat durumunda sağlandığı, 15 kanat sayısının üstünde ise sabit kalacağı grafikten tespit edilmiştir.



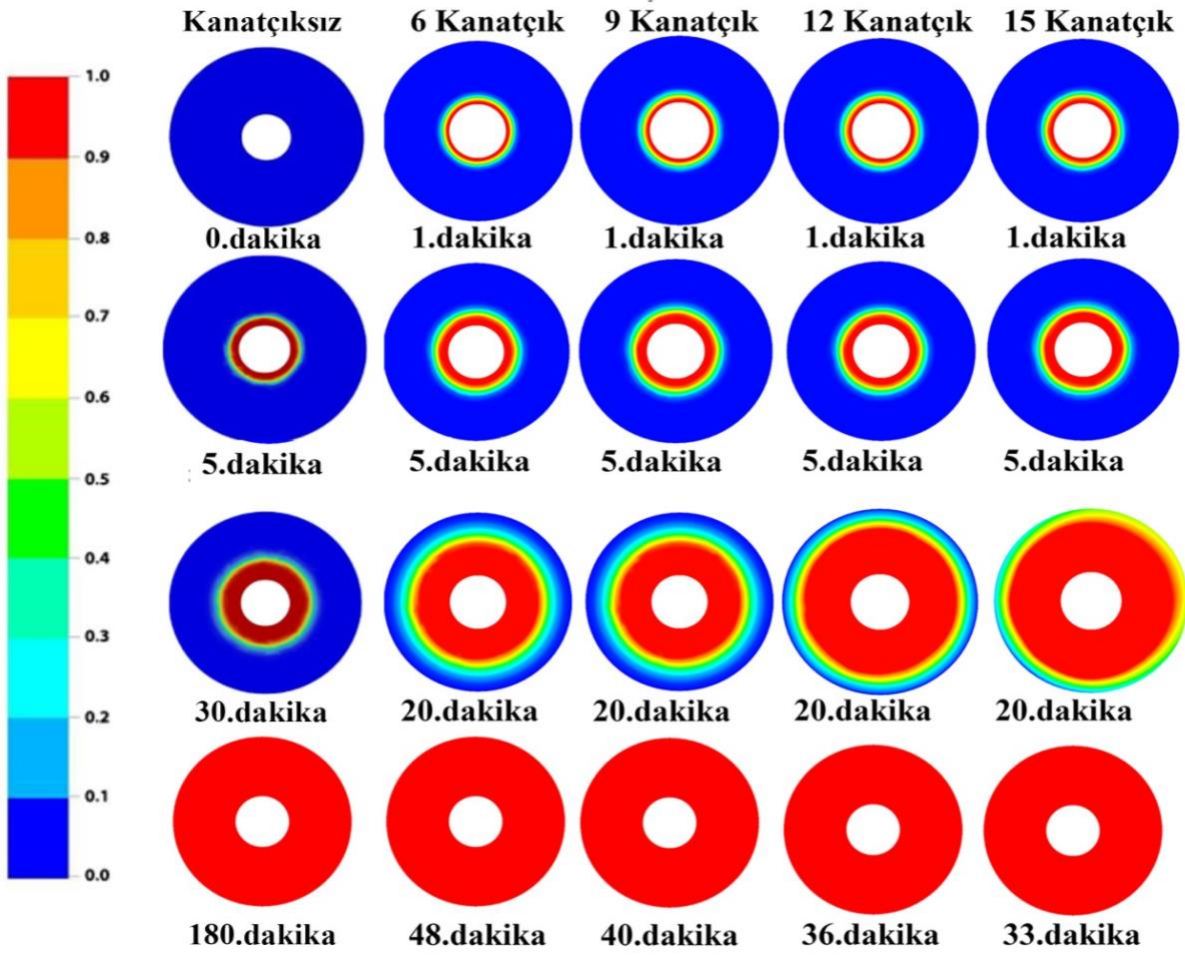
Şekil 16. Kanat sayısına göre  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için FDM erime süresi- sıcaklığı grafiği.

Şekil 17'de faz değişim malzemesi  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  için 0,5 m/s hızına sahip, 60 °C sıcaklıktaki ITA için, 6, 9, 12, 15 kanatlı eşanjör modellerine ait HAD analizleri verilmiştir. Bu analiz sonuçlarına göre 15 kanatlı eşanjör sistemi içinde depolanan  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'ın tamamen erime süresi 25 dakika olarak tespit edilmiştir. Bu tespit sonucunda hiç kanat konulmamış eşanjör sistemine göre %82,14 oranında bir süre azalımı elde edilmiştir. Kanatsız modele göre; 6, 9, 12, 15 kanatlı modellerin erime süresinin artan kanat sayısına göre sırasıyla %71,42, %75,71, %79,28 ve %82,14 oranında azaldığı görülmüştür.



Şekil 17.  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılan kanatsız ve 6,9,12,15 kanatlı ısı eşanjörü için FDM erime süresi analizleri

Şekil 18’de 0,5 m/s hıza, 60 °C sıcaklığa sahip ısı transfer akışkanı kullanılan eşmerkezli eşanjörde, kanat etkenlikleri sırasıyla 2,2, 3,3, 4,4, 5,5 olarak tespit edilen 6, 9, 12, 15 kanatlı modellerin kanatsız modele göre; erime süresinin;  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ’ın için artan kanat sayısı ile %73,33 , %77,77 , %80 ve %81,66 oranında azaldığı belirlenmiştir.  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ’ın faz değişim malzemesinin 6, 9, 12, 15 kanatlı eşanjör modelleri için yapılan analiz sonuçlarına göre ise 15 kanat durumunda, tamamen erime süresi 33 dakika olarak ölçülmüştür. Bu ölçüm sonucunda kanatsız eşanjör sistemine göre 15 kanat kullanımı durumunda,  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ’ın erime süresinde % 81,66 oranıyla maximum süre azalması meydana gelmiştir. Koşan ve arkadaşının yaptığı, FDM olarak RT42 faz değişim malzemesi depolanan çalışmada, 6, 9, 12 ve 15 dikdörtgen geometrili kanat kullanılan durumlarda kanatsız modele göre FDM erime süresinin %72,5, %76,7, %78,4 ve %80 azaldığı görülmüştür (Koşan ve Aktaş, 2018). Sunulan çalışmada kullanılan literatürden farklı bal peteği kanat modeli verimlerinin, Koşan’ın çalışmasındaki RT-42 için elde edilen aynı sayıda ve dikdörtgen geometrideki kanat verimlerinden yüksek olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 18.  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  kullanılan kanatsız ve 6,9,12,15 kanatlı ısı eşanjörü için FDM erime süresi analizleri

LHTES (Gizli ısı termal enerji depolama) ünitesindeki faz değıştiren malzemenin ısı transfer verimliliğini artırmak için Ao ve arkadaşlarının yaptığı sayısal analiz çalışmasında, boyuna kanatlı bir ısı eşanjörü sisteminde de kanatçık tasarım parametrelerinin "N = 20, L = 30, W = 1" olarak belirtildiği bir ısı değıştirici optimal bir kombinasyonunda FDM'nin toplam erime süresi %71,2 oranında azaldığı belirtilmiştir (Ao ve ark., 2023).

Sonuç olarak literatürdeki pek çok çalışmada (Bilen ve ark., 2008; Velraj ve ark., 1999; İsmail ve ark., 2001) olduğu gibi sunulan çalışmada da belirtildiği üzere, kanat kullanımının, eşanjör verimini arttırdığı tespit edilmiştir. Sunulan çalışmada iki inorganik faz değışim malzemesine yönelik elde edilen analiz çıktıları birbiri ile karşılaştırıldığında,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'ın  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ya göre daha düşük bir ergime sıcaklığına sahip olması nedeniyle, FDM olarak bu eşanjör sisteminde kullanımının daha avantajlı olduğu belirtilmiştir. Sonuçta aynı ısı eşanjöründe en avantajlı kanat sayısı olan 15 kanat kullanılması halinde,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'ın,  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ya göre yaklaşık %24 oranında daha erken bir erime sağladığı tespit edilmiştir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

ANSYS Fluent ticari yazılımı kullanılarak, eşmerkezli ısı deęiřtiricinin ara bořluęunda  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 'ın FDM olarak kullanıldıęı bir termal enerji depolama ünitesinde, FDM'nin erime süresi HAD analiziyle incelenmiřtir. Kanatçıksız ve literatürden farklı bir kanatçıklı model için iki boyutlu ve zamana baęlı olarak gerçekteřtirilen çalıřma neticesinde elde edilen sonuçlar ařaęıda belirtilmiřtir.

- Eř merkezli iki borulu ısı deęiřtiricisinde içteki borudan  $50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $60\text{ }^\circ\text{C}$  ve  $70\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklıklarında ısı transfer akıřkanı su geçirilmesi halinde, sıcaklıęın artmasıyla birlikte řarj iřlemi esnasında erime süresinde azalma gerçekteřmiřtir.
- FDM içerisinde kanat etkenlięi 2.2, 3.3, 4.4, 5.5 olan 6, 9, 12 ve 15 adet kanat kullanımıyla iletimle olan ısı transfer yüzey alanının artmasına baęlı olarak ara bořlukta depolanan FDM'nin erime süresinin kısaldıęı tespit edilmiřtir. Gizli enerji depolanan eř merkezli ısı eřanjörlerinde, kanat ilavesi ve geometrisinin erime süresine önemli oranda katkısı olması nedeniyle yeni kanat tasarımlarının geliřtirilmesi desteklenmelidir.
- Atık su ısı enerjisi açıęa çıkaran endüstriyel tesislerde atık ısının, termal enerji depolamada kullanılabilmesi için tasarlanan pilot ısı eřanjörünün, bu tür tesislerde kullanılacak eřanjörler için yol gösterici olabileceęi tespit edilmiřtir. Bu kapsamda yapılacak deneysel, sayısal ve simülasyon çalıřmalarının, atık ısının deęerlendirilmesinde faydalı olabileceęi görölmüřtür.
- Sonuçta eşmerkezli ısı eřanjörünün kanatsız durumunda FDM erime süresi  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  için sırasıyla 140 ve 180 dakika iken, içteki borunun dıř yüzeyini taban alanlarıyla tamamen kaplayacak řekilde tasarlanan maximum kanat sayısı olan 15 kanatın uygulanması halinde, sırasıyla 25 ve 33 dakika olarak ölçölmüřtür. Erime süresinde kanatsız modele göre sırasıyla %82,14 ve %81,66 oranında bir süre azalımı saęlanarak FDM'ye gömölü olarak kullanılacak kanat uygulamasının erime süresinde ciddi azalmaya sebebiyet verdięi ortaya konulmuřtur.

#### Yazarların Katkısı

Tüm yazarlar çalıřmaya eřit katkıda bulunmuřtur.

#### Çıkar Çatıřması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatıřması bulunmamaktadır.

## Kaynaklar

- Acir, A. and Canli, M. E. (2018). Investigation of fin application effects on melting time in a latent thermal energy storage system with phase change material (PCM). *Applied Thermal Engineering*, 144.
- ANSYS, (2008) Inc. Fluent Theory Guide, USA, November 28, Chp:21.1-14.
- Ao, C., Yan, S., Zhao, L., Wu, Y. (2023). Assessment on the effect of longitudinal fins upon melting process in a latent heat thermal energy storage unit. *Journal of Energy Storage*, 59.
- Barba, A., and Spiga, M. (2003). Discharge mode for encapsulated PCMs in storage tanks. *Solar Energy*, 74(2), 141–148.
- Bédécarrats, J., Strub, F., Falcon, B., and Dumas, J. (1996). Phase-change thermal energy storage using spherical capsules: performance of a test plant. *International Journal of Refrigeration*, 9(3), 187–196.
- Bilen, K., Takgil, F., and Kaygusuz K. (2008). Thermal energy storage behavior of  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  during melting and solidification. *Energy Sources, Part A*, 30:775–787.
- Carlsson, B., and Wettermark, G. (1980). Heat transfer properties of a heat of fusion store based on  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . *Solar Energy*, 24, 239–47.
- Castell, A., Solé, C., Medrano, M., Roca, J., Cabeza, L. F., and García, D. (2008). Natural convection heat transfer coefficients in phase change material (PCM) modules with external vertical fins. *Applied Thermal Engineering*, 28 (13), 1676–1686.
- Çengel, Y. A. and Cimbala, J. M. (2006). *Akışkanlar mekaniği temelleri ve uygulamaları*. İzmir: Güven Bilimsel Yayınevi. 818-830.
- Çengel, Y. A., (2015) *Heat and mass transfer: Principles and applications*. Ankara: Palme Pub.
- Çengel, Y. A., (2015) *Thermodynamics: with an engineering approach*. Ankara: Palme Pub.
- El Qarnia, H., A. Draoui, A., and Lakhali, E.K. (2013). "Computation of melting with natural convection inside a rectangular enclosure heated by discrete protruding heat sources. *Applied Mathematical Modeling*, 37 (6), 3968-3981.
- Esen, M., Durmuş, A., and Durmuş, A. (1998). Geometric design of solar-aided latent heat store depending on various parameters and phase change materials. *Solar Energy*, 62(1), 19–28.
- Hasnain, S. M. (1998). Review on sustainable thermal energy storage Technologies., Part 1: heat storage materials and techniques. *Energy Conversion and Management*, 39 (11), 1127–38.
- Ismail, K.A.R., Alves, C.L.F., Modesto, M. (2001). Numerical and experimental study on the solidification of PCM around a vertical axially finned isothermal cylinder. *Applied Thermal Engineering*, 21, 53–77.
- Iten, M., and Liu, S. (2014), A work procedure of utilizing pcms as thermal storage systems based on air-tes systems. *Energy Conversion and Management*, 77, 608–627.
- Ji, C., Qina, Z., Low Z., Dubeya S., Chooa, F. H., and Duanb F. (2018). Non-uniform heat transfer suppression to enhance PCM melting by angled fins. *Applied Thermal Engineering*, 129, 269-279.
- Khadiran, T., Hussein, M. Z., Zainal, Z., and Rusli, R. (2016). Advanced energy storage materials for building applications and their thermal performance characterization. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 57, 916–928.
- Koşan, M., ve Aktaş M. (2018). Faz değiştiren malzemelerle termal enerji depolayan bir ısı değiştiricisinin sayısal analizi. *Politeknik*, 21(2), 403-409.
- Li, J., Abdulghani Z.R., Alghamdi M.N., Sharma K., Niyas H., Moria H., Arsalanloo A. (2023) Effect of twisted fins on the melting performance of PCM in a latent heat thermal energy storage system in vertical and horizontal orientations: Energy and exergy analysis, *Applied Thermal Engineering*, 219, Part A, 119489.
- Mazman, M., " *Gizli ısı depolaması ve uygulamaları*", Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana. 2006.
- Medrano, M., Yilmaz M.O., Nogués M. Martorell I., Roca J., Cabeza L.F. (2009). Experimental evaluation of commercial heat exchangers for use as PCM thermal storage systems. *Applied Energy*, 86 (10), 2047–2055.
- Mettawee E.B.S., and Assassa G.M.R. (2007). Thermal conductivity enhancement in a latent heat storage system. *Solar Energy*, 81(7), 839–845.
- Mohamed, S. A., Al-Sulaiman, F. A., Ibrahim, N. I., Zahir, M. H., Al-Ahmed, A., Saidur, R., Yılbaş, B.S., and Sahin, A.Z (2017). A review on current status and challenges of inorganic phase change materials for thermal energy storage systems. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 70, 1072-1089.



- Pahamli, Y., Hosseini M.J., Ranjbar A.A., and Bahrampoury R. (2016). Analysis of the effect of eccentricity and operational parameters in pcm-filled single-pass shell and tube heat exchangers. *Renewable Energy*, 97, 344–357.
- Pillai, K.K. and Brinkworth, B.J. (1976). The storage of low-grade thermal energy using phase change materials. *Applied Energy*, 2, 205–16.
- Rahimi, M., Ranjbar, A. A., Ganji, D. D., Sedighi, K., Hosseini, M. J. and Bahrampoury, R. (2014). Analysis of geometrical and operational parameters of PCM in a fin and tube heat exchanger. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 53, 109–115.
- Ravikumar M. and Srinivasan P. (2008). Phase change material as thermal energy storage material for cooling of buildings. *Journal of Theoretical and Applied Information Technology*, 4, 503–11.
- Sharma, R., Ganesan, P., Tyagi, V., Metselaar, H. and Sandaran, S. (2015). Developments in organic solid–liquid phase change materials and their applications in thermal energy storage. *Energy Conversion and Management*, 95, 193-228.
- Sharma, S.D., Kitano H. and Sagara K. (2004). Phase change materials for low temperature solar thermal applications. *Res. Rep. Fac. Eng. Mie Univ.*, 29, 31-64.
- Stritih, U. (2004). An experimental study of enhanced heat transfer in rectangular PCM thermal storage. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 47, 2841–2847.
- Velraj R., Seeniraj R., Hafner B., Faber C., Schwarzer K. (1999). Heat transfer enhancement in a latent heat storage system. *Solar Energy*, 65,171–80.
- Verma, P., Varun G., and Singal, S.K. (2008). Review of mathematical modeling on latent heat thermal energy storage systems using phase-change material. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 12(4), 999-1031.
- Vyshak, N. R., and Jilani, G. (2007). Numerical analysis of latent heat thermal energy storage system. *Energy Conversion and Management*, 48 (7), 2161–2168.
- URL-1: <https://en.zae-bayern.de/> (Erişim Tarihi: 1 Mart 2023).

## Investigation of Cap and Buffer Layer Effect in Co/Ni Thin Films by Ferromagnetic Resonance Technique

Taner KALAYCI<sup>1</sup> \* 

### Abstract

In this study, the magnetic properties of Si(100)/X<sub>5</sub>/(Co<sub>0.3</sub>/Ni<sub>0.5</sub>)<sub>3</sub>/Y<sub>5</sub> (X: Pt, Cu and Y: Pt, Cu, all thicknesses are nm) multilayers were investigated using ferromagnetic resonance technique (FMR). In sample sets all layers (buffer, cap, and Co) were grown by magnetron sputtering while Ni sub-layers were grown by molecular beam epitaxy (MBE) at high vacuum. The effective magnetic anisotropy is 300 mT when copper is used as the buffer and cap layer, 290 mT when the buffer layer is copper, and the cap layer is Pt. On the other hand, it is seen that the effective magnetic anisotropy is 350 mT when Pt is used as buffer and cap layer, and 150 mT when Pt buffer and Cu cap layer are used. Furthermore, magnetic easy axis is out of plane when the Pt buffer layer is used, while the magnetic easy axis is parallel to the plane when the Cu buffer layer is used. The results show that the buffer and cap layers of Co/Ni thin films, which are frequently used in the field of spintronics influence the magnetic properties.

**Keywords:** Ferromagnetic Resonance, Magnetic Multilayers, Buffer Layer, Magnetic Anisotropy, Cap Layer.

## Co/Ni İnce Filmlerde Kapak ve Tampon Katmanı Etkisinin Ferromanyetik Rezonans Tekniği ile İncelenmesi

### Öz

Bu çalışmada, Si(100)/X<sub>5</sub>/(Co<sub>0.3</sub>/Ni<sub>0.5</sub>)<sub>3</sub>/Y<sub>5</sub> (X: Pt, Cu ve Y: Pt, Cu, tüm katmanların kalınlığı nanometre) çok tabakalarının manyetik özellikleri ferromanyetik rezonans tekniği kullanılarak incelenmiştir. Numune setlerinde tampon, kapak ve Co katmanları magnetron püskürtme tekniği ile büyütülürken, Ni alt katmanları yüksek vakumda moleküler ışın epitaksisi (MBE) ile büyütüldü. Etkin manyetik anizotropi, tampon ve üst katman olarak bakır kullanıldığında 300 mT, tampon katman bakır ve üst katman Pt olduğunda 290 mT'dir. Öte yandan tampon ve kapak tabakası olarak Pt kullanıldığında etkin manyetik anizotropinin 350 mT, Pt tampon ve Cu üst tabakası kullanıldığında ise 150 mT olduğu görülmektedir. Ayrıca, Pt tampon tabakası kullanıldığında manyetik kolay eksen düzlem dışındayken, Cu tampon tabakası kullanıldığında manyetik kolay eksen düzleme paraleldir. Sonuçlar, spintronik alanında sıklıkla kullanılan Co/Ni ince filmlerde tampon ve kapak katmanların manyetik özellikleri etkilediğini göstermektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Ferromanyetik Rezonans, Manyetik Çokkatmanlar, Tampon Katman, Manyetik Anizotropi, Kapak Katman.

<sup>1</sup>Bandırma Onyedi Eylül University, Vocational School of Health Services, Bandırma, Turkey, tanerkalayci@bandirma.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-6374-2373>



## 1. Introduction

Thin magnetic films are widely used in modern data storage and spintronics technologies (Berger, 2020) and are emerging as a promising platform for biological (Freitas et al., 2012) and chemical sensing (Lueng et al., 2016, 2019). The reason why multilayer thin films are used so much in today's technology is to obtain better physical properties and to meet technological needs with cheaper costs. Rather than single-layer films, multilayered thin films in which more than one layer come together are used in the technological issues that need to be overcome. Multi-layer magnetic systems mean films formed by combining two or more magnetic layers or adding a non-magnetic layer between two magnetic layers. Properties such as giant magnetoresistance and exchange coupling are not possible in single layer films but are possible in multilayered structures.

Ultrathin magnetic multilayers are fundamental units used in spintronic applications such as magnetic random-access memories (MRAM), magnetic data storage devices, and magnetic sensors. Various experimental studies for multilayer magnetic nanostructures have also been done in the literature such as PMA in magnetic thin film with optimal Mo buffer layer (Saravanan et al., 2018), influence of anisotropy on magnetoresistance in magnetic multilayer structures (Prudnikov et al., 2019), biomedical applications (Peixoto et al., 2020), Skyrmions at zero magnetic field (Ho et al., 2019), Ta buffer layer effect in Pt/Co/Pt trilayers (Mukhopadhyay et al., 2020), magnetic nanowires applications (Piroux, 2020), magnetic anisotropy and thermal stability (Wang et al. 2013), giant magnetoresistance effect (Kalaycı 2022; Lee et al. 2018; Milyaev et al. 2019), CoFeB-MgO structures with different buffer layers (Shi et al., 2018), Co/Ni multilayers with different sublayer thicknesses (You et al., 2012).

On the other hand, anisotropy is among the main physical properties that limit the usability of magnetic materials in devices. Along with the chemical composition, surface, interface, and thickness roughness are parameters that affect the anisotropy of a magnetic material (Yang et al., 2013). The ferromagnetic resonance technique (FMR) is basically based on magnetic resonance. Every magnetic system has a natural frequency due to the spin of its magnetic moments. In other words, in the presence of a magnetic field applied to the material, the magnetic moments act like magnets and split into allowed energy levels according to the spin values of the unpaired electrons. The difference between these energy levels is proportional to the Larmour frequency. A frequency is applied perpendicular to the externally applied static magnetic field. If the frequency of this field transmitted on the material is in the microwave region of the electromagnetic spectrum, the name of the technique used is Electron Spin Resonance (ESR). To obtain FMR spectrum, this technique has been frequently used in studies (Haertinger et al., 2013; Kalaycı, 2022; Kalaycı et al., 2017; Sabino et al., 2014).

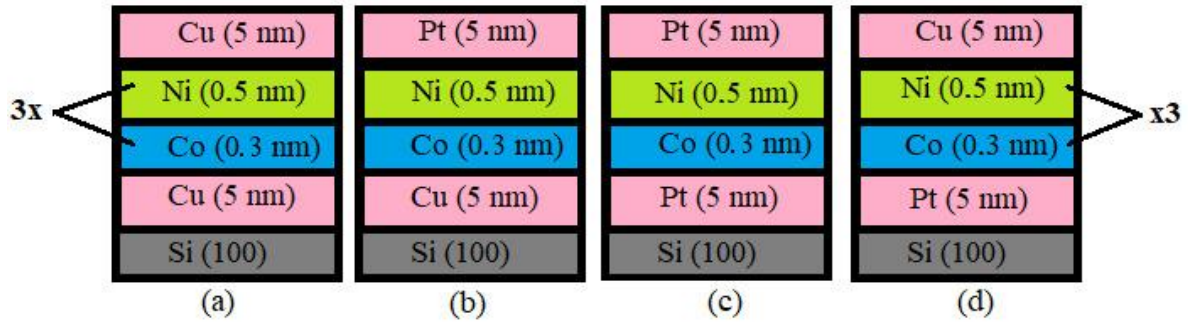
In this study, the effect of buffer and cap layers in Co/Ni thin films, which are frequently used in spintronic applications, will be brought to the literature. Making the buffer and cap layers more effective in such thin films are still investigated. For this purpose, we examined the effect of buffer (Pt, Cu) and cap (Pt, Cu) layers in [Co/Ni]<sub>3</sub> multilayers with Co and Ni layers having thicknesses of 0,3 and 0,5 nm, respectively. Ferromagnetic resonance (FMR) techniques were used to define the magnetic properties of the materials.

## 2. Materials and Methods

Sputtering technique is based on the principle of bombarding the target material surface with high-energy gas ions in atomic size, usually by means of plasma or ion gun. The noble gas ions used in the sputtering technique give their energy to the material by hitting the target material surface, thus splitting atoms from the material surface. Moreover, Molecular Beam Epitaxy is an ultra-high vacuum evaporation process where deposition rates can be better controlled and ensures uniform layer thickness.

To investigate the effects of cap and buffer layers on Co/Ni layer structure, the cap and buffer layers were changed and fabricated as sample set-1, set-2, set-3, and set-4, respectively. The schematic representation of sample sets is shown in Fig. 1a, b, c, and d. All samples prepared in this study were grown on Si (100) substrate. Sample preparations were carried out in two stages. First, the single crystal Si (100) substrates on which the film will be grown were cleaned in an ultrasonic cleaner using acetone, isopropanol, and distilled water, respectively. Before thin films were grown, the Si substrate was heated at 750 K for 90 minutes. Pt and Cu layers were grown on silicon substrate by magnetron sputtering technique using DC generator while Co layers were grown by RF generator. There is a base pressure of  $2 \times 10^{-9}$  mbar in the sputter chamber, while during deposition, the Argon (Ar) pressure was  $5 \times 10^{-3}$  mbar. On the other hand, molecular beam epitaxy (MBE) with high vacuum chamber was used to deposit Ni sublayers.

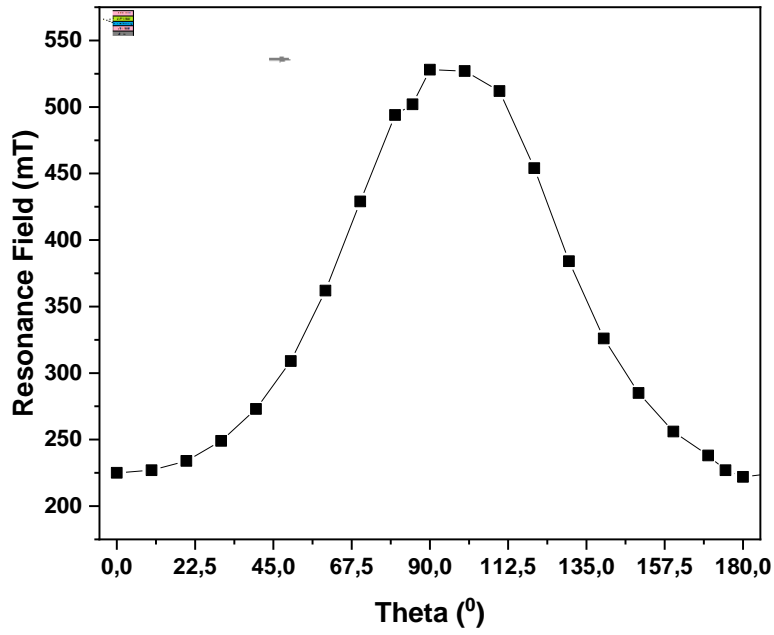
Layers of Co, Pt, Cu, and Ni were deposited at rates of 0.440, 1.750, 0.660, and 0,303 Å/min, respectively. An FMR measurement was conducted at room temperature using a microwave frequency of 9.8 GHz and a JEOL ESR spectrometer (JESFA300). During the FMR measurements for out of plane geometry (OPG), the films were rotated from the sample plane to the sample normal with respect to the DC magnetic field applied. The magnetic field was scanned in the range of 0.0 to 2.0 T.



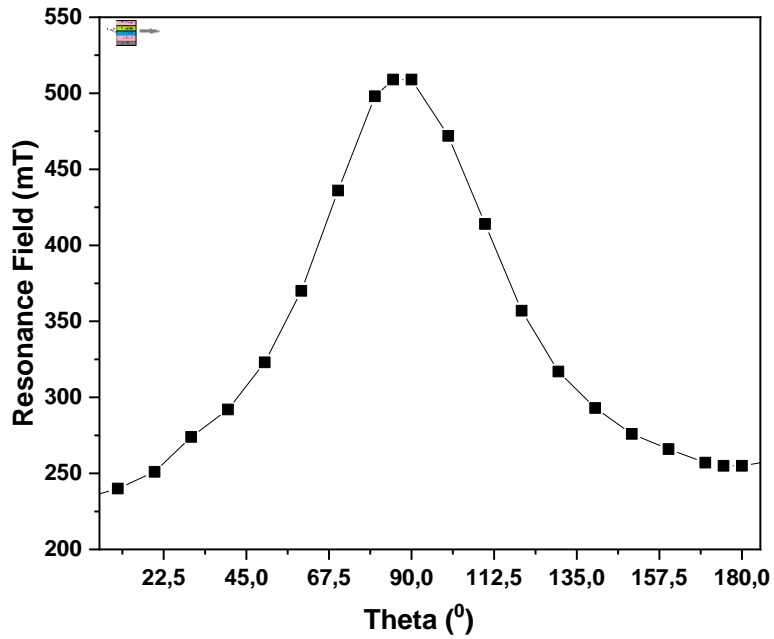
**Figure 1.** Schematic representation of sample sets (x3 means that the Ni and Co layers are repeated 3 times)

### 3. Findings and Discussion

Due to competition between the interface atoms and the bulk atoms, Co/X (X = Pt, Pd, Ni, Au) multilayers can exhibit PMA. The magnetization direction occurs perpendicular to the film plane if the number of interface atoms exceeds the number of bulk atoms and a positive  $H_{Keff}$  value is obtained. In multilayered Co/Ni films, decreasing or increasing  $H_{Keff}$  can be attributed to changes in the buffer or cap layer. With increasing  $n$ , the interface between Co or Ni and the buffer and cap layers becomes less evident. Because PMA is induced more by these interfaces than by Co/Ni interfaces, PMA strength will decrease as these interfaces become less prominent. Moreover, the PMA's strength decreases with increasing roughness (Sabino et al., 2014). The magnetization directions of easy axes of sample sets and the angular dependency of the resonance fields are shown in Figure 2-5, respectively.



**Figure 2.** Ferromagnetic Resonance Field of Sample Set-1 measured in out of plane geometry.



**Figure 3.** Ferromagnetic Resonance Field of Sample Set-2 measured in out of plane geometry.

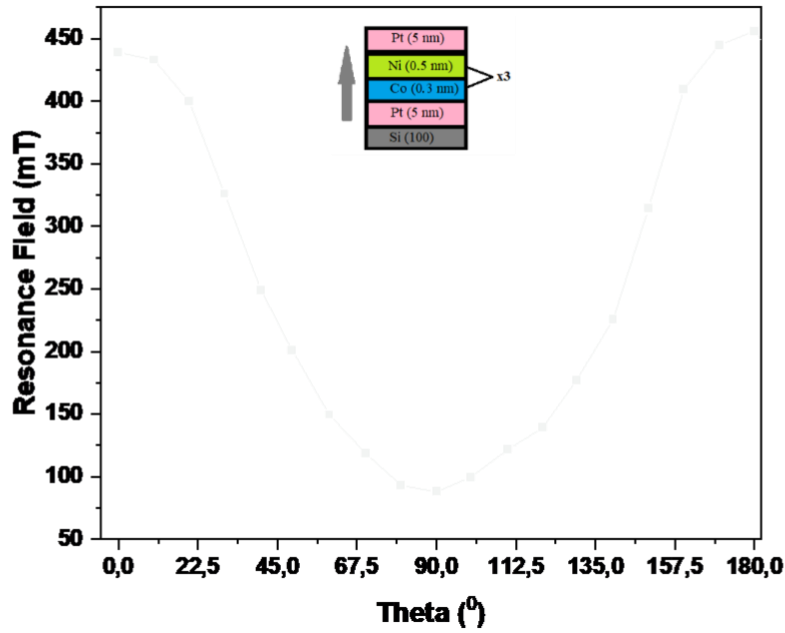


Figure 4. Ferromagnetic Resonance Field of Sample Set-3 measured in out of plane geometry.

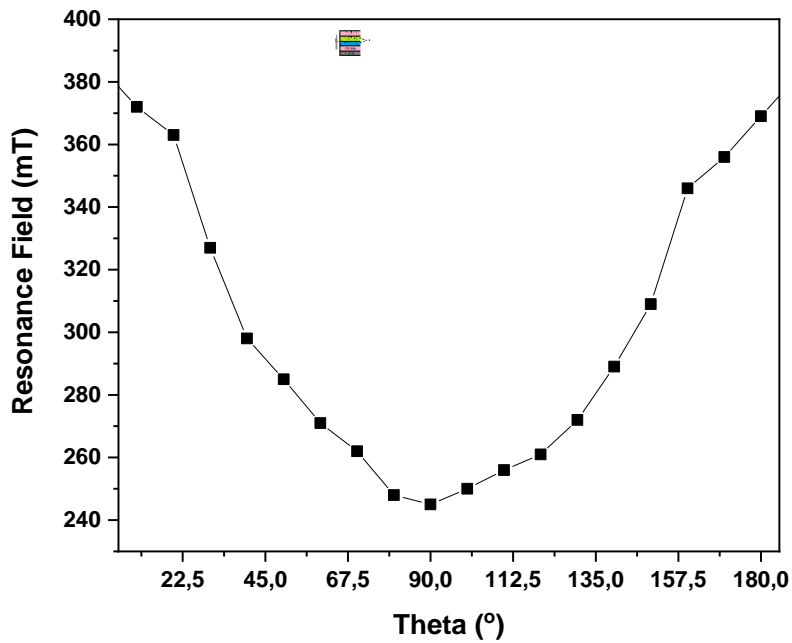


Figure 5. Ferromagnetic Resonance Field of Sample Set-4 measured in out of plane geometry.

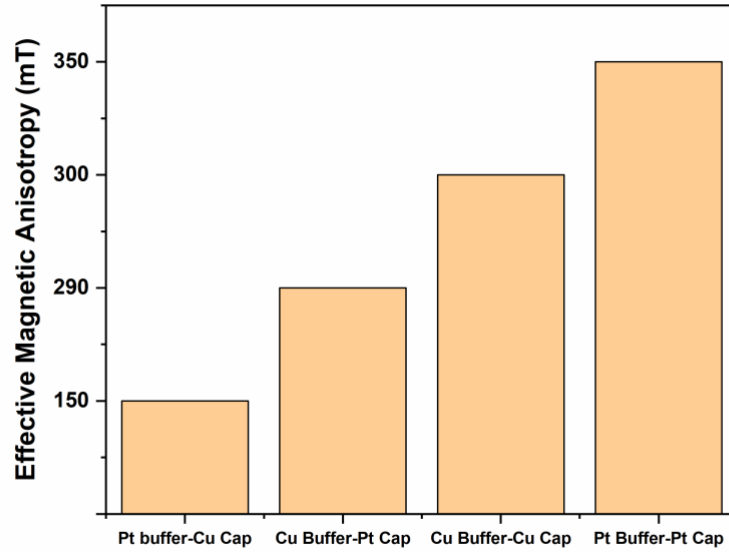
Looking at Figures 2 and 3, a lower resonance field is required at 0 degrees, while a higher resonance field is required at 90 degrees. This indicates that the 1st and 2nd sample sets have in plane magnetic anisotropy. On the other hand, the opposite is true for figures 4 and 5. A higher resonance field is required at 0 degrees, while a lower resonance field is required at 90 degrees. This shows that the 3rd and 4th sample sets have perpendicular magnetic anisotropy (PMA).

The findings suggest that an interface effect between the buffer or cap layer and the Co or Ni layer is the cause of the uniaxial anisotropy perpendicular to the [Co/Ni] multilayer film (Posth et al., 2009). PMA is attributed to both bulk (111) magneto crystalline anisotropy and interface anisotropy in Co/Ni multilayers (Gottwald et al., 2012). The perpendicular magneto crystalline anisotropy can be raised by using a Pt buffer layer or Pt cap layer (Bersweiler et al., 2016). It has been demonstrated that having a Pt buffer layer and a Pt cap layer will cause the magnetization's easy direction to change out of plane. In addition to the anisotropy-inducing Co-Ni interface, it is observed that the out of plane easy axis is supported by a Pt cap layer instead of a Cu cap layer contrary to (Posth et al., 2009). Therefore, because of the strong magneto-crystalline anisotropy in sample sets 3 and 4 (Figure 4 and 5), PMA is observed in these samples.

FMR offers a method for figuring out a sample's magnetization direction as well to evaluate the sample's anisotropy strength.  $H_{Keff}$  describes effective anisotropy and indicates the strength of anisotropy (Bersweiler et al., 2016). It is the difference between the resonance field of zero degrees and ninety degrees that determines the value of effective magnetic anisotropy. The effective magnetic anisotropy fields are given in Table 1 below. In addition, these values are shown in Figure 6 in graphic form.

**Table 1.** Effective Magnetic Anisotropy Values of All Samples

	<b>Cu buffer - Cu Cap Layer</b>	<b>Cu buffer - Pt Cap Layer</b>	<b>Pt buffer - Pt Cap Layer</b>	<b>Pt buffer - Cu Cap Layer</b>
<b>Effective Magnetic Anisotropy (mT)</b>	300	290	350	150



**Figure 6.** Effective Magnetic Anisotropy Fields of All Samples

It is seen that the effective magnetic anisotropy is 300 mT when copper is used as the buffer and cap layer, and 290 mT when the Buffer layer is copper, and the cap layer is Pt. On the other hand, it is seen that the effective magnetic anisotropy is 350 mT when Pt is used as buffer and cap layer, and 150 mT when Pt buffer and Cu cap layer are used.

#### 4. Conclusions and Recommendations

The role of the buffer and cap layers in Co/Ni thin magnetic films have been studied by ferromagnetic resonance technique. The thicknesses of the buffer and cap layers were fixed at 5 nm. Pt, Cu buffer and cap were used as layers to examine the layer effect. When the buffer and cap layers are Cu, effective magnetic anisotropy is 300 mT; when the buffer layer is Cu and the cap layer is Pt, it is 290 mT. The effective magnetic anisotropy is 350 mT when Pt buffer and cap layers used, and 150 mT when Pt buffer and Cu cap layers are used. In addition, the magnetic easy axis is out of plane when the Pt buffer layer is used (Yang et al., 2013), while it is parallel to the plane when the Cu buffer layer is used.

Despite a Pt cap layer, which in theory would offer more interface anisotropy, Co/Ni multilayers deposited on Cu buffer layers do not exhibit perpendicular anisotropy. The reason for this is thought to be increased roughness or interfacial lattice mismatch when Cu buffer layer is used. The results showed that it is important to select a suitable buffer layer to obtain PMA. In Co/Ni thin films which are frequently used in the field of spintronics such as MRAM, spin-torque oscillators and magnetic

electrode, the buffer and cap layer influence the magnetic properties. In future studies, it can be investigated how the buffer and cap layer thicknesses affect the magnetic properties of these thin films.

### Acknowledgements

This study was supported by Research Projects with Foundation Number BAP-20-1003-007, Bandırma Onyedi Eylül University Scientific Research Commission, Turkey.

### Statement of Conflicts of Interest

There is no conflict of interest between the authors.

### Statement of Research and Publication Ethics

The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.

### References

- Berger, A. (2020). *The 2020 magnetism roadmap Abstract*.
- Bersweiler, M., Dumesnil, K., Lacour, D., & Hehn, M. (2016). Impact of buffer layer and Pt thickness on the interface structure and magnetic properties in (Co/Pt) multilayers. *Journal of Physics Condensed Matter*, 28(33), 336005. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/28/33/336005>
- Freitas, P. P., Cardoso, F. A., Martins, V. C., Martins, S. A. M., Loureiro, J., Amaral, J., Chaves, R. C., Cardoso, S., Fonseca, L. P., Sebastião, A. M., Pannetier-Lecoeur, M., & Fermon, C. (2012). Spintronic platforms for biomedical applications. *Lab on a Chip*, 12(3), 546–557. <https://doi.org/10.1039/c1lc20791a>
- Gottwald, M., Andrieu, S., Gimbert, F., Shipton, E., Calmels, L., Magen, C., Snoeck, E., Liberati, M., Hauet, T., Arenholz, E., Mangin, S., & Fullerton, E. E. (2012). Co/Ni(111) superlattices studied by microscopy, x-ray absorption, and ab initio calculations. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, 86(1), 1–15. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.86.014425>
- Haertinger, M., Back, C. H., Yang, S. H., Parkin, S. S. P., & Woltersdorf, G. (2013). Properties of Ni/Co multilayers as a function of the number of multilayer repetitions. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 46(17). <https://doi.org/10.1088/0022-3727/46/17/175001>
- Ho, P., Tan, A. K. C., Goolaup, S., Oyarce, A. L. G., Raju, M., Huang, L. S., Soumyanarayanan, A., & Panagopoulos, C. (2019). Geometrically tailored skyrmions at zero magnetic field in multilayered nanostructures. *Physical Review Applied*, 11(2), 1. <https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.11.024064>
- Kalaycı, T. (2022). Influence of Layer Thickness on Magnetoresistance Properties of Multilayered Thin Films. *Türk Doğa ve Fen Dergisi*, 11(3), 118–122. <https://doi.org/10.46810/tdfd.1158730>
- Kalaycı, T., Deger, C., Akbulut, S., & Yildiz, F. (2017). Tuning magnetic properties of non-collinear magnetization configuration in Pt/[Pt/Co]6/Pt/Co/Pt multilayer structure. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 436, 11–16. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.04.008>



- Lee, D., Kim, J., Park, H., Lee, K. J., Ju, B. K., Koo, H. C., Min, B. C., & Lee, O. (2018). Spin-Orbit Torque and Magnetic Damping in Tailored Ferromagnetic Bilayers. *Physical Review Applied*, 10(2), 1. <https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.10.024029>
- Lueng, C., Lupo, P., Metaxas, P. J., Kostylev, M., & Adeyeye, A. O. (2016). Nanopatterning-Enhanced Sensitivity and Response Time of Dynamic Palladium/Cobalt/Palladium Hydrogen Gas Sensors. *Advanced Materials Technologies*, 1(5). <https://doi.org/10.1002/admt.201600097>
- Lueng, C., Lupo, P., Schefer, T., Metaxas, P. J., Adeyeye, A. O., & Kostylev, M. (2019). Sensitivity of ferromagnetic resonance in PdCo alloyed films to hydrogen gas. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44(14), 7715–7724. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.01.234>
- Milyaev, M., Naumova, L., Proglyado, V., Krinitsina, T., Bannikova, N., & Ustinov, V. (2019). High GMR Effect and Perfect Microstructure in CoFe/Cu Multilayers. *IEEE Transactions on Magnetics*, 55(4), 30–33. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2019.2892666>
- Mukhopadhyay, A., Koyiloth Vayalil, S., Graulich, D., Ahamed, I., Francoual, S., Kashyap, A., Kuschel, T., & Anil Kumar, P. S. (2020). Asymmetric modification of the magnetic proximity effect in Pt/Co/Pt trilayers by the insertion of a Ta buffer layer. *Physical Review B*, 102(14), 144435. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.102.144435>
- Peixoto, L., Magalhães, R., Navas, D., Moraes, S., Redondo, C., Morales, R., Araújo, J. P., & Sousa, C. T. (2020). Magnetic nanostructures for emerging biomedical applications. *Applied Physics Reviews*, 7(1). <https://doi.org/10.1063/1.5121702>
- Piroux, L. (2020). Magnetic nanowires. *Applied Sciences (Switzerland)*, 10(5). <https://doi.org/10.3390/app10051832>
- Posth, O., Hassel, C., Spasova, M., Dumpich, G., Lindner, J., & Mangin, S. (2009). Influence of growth parameters on the perpendicular magnetic anisotropy of [Co/Ni] multilayers and its temperature dependence. *Journal of Applied Physics*, 106(2). <https://doi.org/10.1063/1.3176901>
- Prudnikov, P. V., Prudnikov, V. V., Mamonova, M. V., & Piskunova, N. I. (2019). Influence of anisotropy on magnetoresistance in magnetic multilayer structures. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 482(March), 201–205. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.03.061>
- Sabino, M. P. R., Tran, M., Hin Sim, C., Ji Feng, Y., & Eason, K. (2014). Seed influence on the ferromagnetic resonance response of Co/Ni multilayers. *Journal of Applied Physics*, 115(17), 15–18. <https://doi.org/10.1063/1.4865212>
- Saravanan, L., Raja, M. M., Prabhu, D., Pandiyarasan, V., Ikeda, H., & Therese, H. A. (2018). Perpendicular magnetic anisotropy in Mo/Co<sub>2</sub>FeAl<sub>0.5</sub>Si<sub>0.5</sub>/MgO/Mo multilayers with optimal Mo buffer layer thickness. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 454, 267–273. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.01.097>
- Shi, H., Li, M., Fang, S., Zhou, W., Yang, C., Jiang, Y., Wang, D., & Yu, G. (2018). Characterization of the interfacial structure and perpendicular magnetic anisotropy in CoFeB-MgO structures with different buffer layers. *Surface and Interface Analysis*, 50(1), 59–64. <https://doi.org/10.1002/sia.6335>
- Wang, G., Zhang, Z., Ma, B., & Jin, Q. Y. (2013). Magnetic anisotropy and thermal stability study of perpendicular Co/Ni multilayers. *Journal of Applied Physics*, 113(17), 111–114. <https://doi.org/10.1063/1.4799524>
- Yang, E., Sokalski, V. M., Moneck, M. T., Bromberg, D. M., & Zhu, J. G. (2013). Annealing effect and under/capping layer study on Co/Ni multilayer thin films for domain wall motion. *Journal of Applied Physics*, 113(17), 3–6. <https://doi.org/10.1063/1.4795720>
- You, L., Sousa, R. C., Bandiera, S., Rodmacq, B., & Dieny, B. (2012). Co/Ni multilayers with perpendicular anisotropy for spintronic device applications. *Applied Physics Letters*, 100(17), 1–4. <https://doi.org/10.1063/1.4704184>

## Geri Dönüştürülmüş Farklı İnşaat ve Yıkıntı Atıklarının Yol Temellerinde Kullanımının Maliyet ve Esnek Üstyapı Kalınlığına Etkisinin Araştırılması

Orhan KAYA<sup>1\*</sup>, Bahadır OK<sup>2</sup>

### Öz

Günümüzde hem üretiminin sınırlı olması hem de üretim aşamalarının çevreyi tahrip etmesinden dolayı doğal kırma taş agregaya (DA) alternatif olabilecek sürdürülebilir yol malzemelerini araştırmak ön plana çıkmıştır. Bu bağlamda, bu çalışmanın amacı geri dönüştürülmüş agregaların plant miks temel (PMT) olarak kullanımının esnek üstyapı kalınlığına ve yol yapım maliyetine etkisinin araştırılmasıdır. Bu çalışma kapsamında DA ve dört farklı atık agrega PMT’de kullanılacak şekilde AASHTO 93 üstyapı tasarım yönteminde değerlendirilmiş ve üç farklı yol sınıfı, tabii zemin taşıma gücü ve trafik yoğunluğu olmak üzere (5x3x3x3) 135 farklı tasarım senaryosu için üstyapı kalınlıkları ile Karayolları 2023 yılı birim fiyatları kullanılarak yaklaşık yol yapım maliyetleri hesaplanmıştır. DA ile teşkil edilen PMT kullanıldığında toplam kaplama kalınlığının atık agregalarla teşkil edilen PMT’nin kullanılma durumuna göre daha az olduğu görülmüştür. Kaplama kalınlıklarındaki farklılıklara rağmen atık agregalarla inşa edilen yolların yapım maliyetleri DA ile inşa edilene göre daha düşük olmuştur. Kaplama kalınlığında fazla bir artış olmaması, yol yapım maliyetinin DA’ya göre daha az olması ve çevresel faydaları sebebi ile atık agregaların esnek üstyapı PMT tabakalarında kullanılma potansiyeline sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Esnek üstyapı, İnşaat ve yıkıntı atıkları, PMT, AASHTO 93.

## Economic and Structural Evaluation of the Flexible Pavements Constructed with Different Construction and Demolition Wastes as Aggregates in Their Granular Bases

### Abstract

Recently, many studies have been searching for alternative sustainable road materials to natural crushed stone aggregate (NA) due to both its limited production and the destruction of the environment in the production stages. In this context, the aim of this study is to investigate the effect of the use of recycled aggregates as a granular base material, the granular base has specific gradation and aggregate properties, called plant mix base (PMT), on flexible pavement thickness and road construction cost. Within the scope of this study, NA and four different waste aggregates used in PMT were evaluated and pavement thicknesses for 135 different design scenarios, including three different road classes, natural soil bearing capacities and traffic conditions (5x3x3x3) were determined based on the AASHTO 93 pavement design method. The estimated road construction costs were also determined by using the unit prices of Turkish General Directory of Highway in 2023. When PMT formed with NA is used, it has been observed that the total asphalt pavement thickness was less than when using PMT formed with waste aggregates. Despite the differences in asphalt pavement thicknesses, the construction costs of the roads built with waste aggregates were found to be lower than those built with NA. It has been concluded that waste aggregates have the potential to be used in flexible pavement PMT layers due to the lack of excessive pavement thickness increase, the lower cost of road construction compared to that of NA and environmental benefits.

**Keywords:** Flexible pavements, CDW, Granular base, AASHTO 93.

<sup>1</sup>Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Adana, Türkiye, okaya@atu.edu.tr

<sup>2</sup>Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Adana, Türkiye, bahadirok@atu.edu.tr

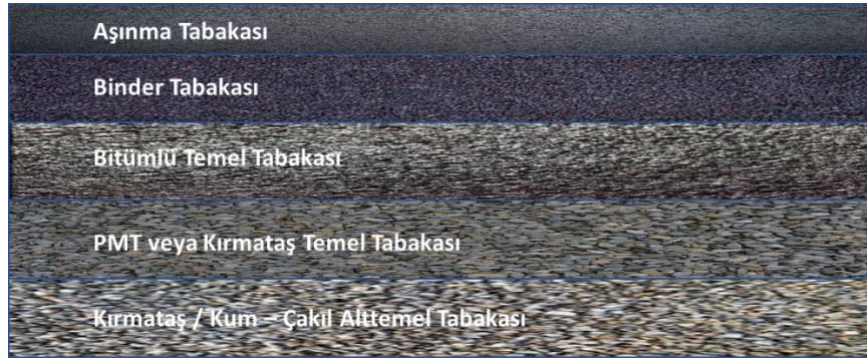
<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0001-6072-3882>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0001-8333-5671>

## 1. Giriş

Karayolu üstyapısı, trafik yükünü taban yüzeyine güvenli bir şekilde aktarabilmek için projelendirilen katmanlı bir sistemdir. Üstyapılar kullanılan malzemeler ve davranışları ile ele alındığında esnek üstyapılar ve rijit üstyapılar şeklinde iki gruba ayrılır (Ağar ve ark., 1998). Esnek üstyapılar bitümlü kaplama, temel ve alt temel tabakalarından oluşurken, rijit üstyapılar ise alt temel ve beton plak tabakasından oluşur. Taban zemininin özellikleri, trafik yükü, çevre koşulları ve ekonomik faktörler göz önünde bulundurularak en uygun üstyapı tipi seçilir.

Ülkemizde esnek üstyapılar yukarıdan aşağıya doğru sırasıyla aşınma, binder, bitümlü temel tabakası, plent-miks temel (PMT) ya da kırmataş temel tabakası ve gerektiğinde kırmataş / kum – çakıl alt temel tabakası şeklinde yapılmaktadır (Şekil 1) (KGM, 2013). Aşınma, binder ve bitümlü temel tabakaları bitümlü sıcak karışımdan (BSK) oluşur. BSK karışımından oluşan bu tabakalar, en üst tabaka olan aşınma tabakasından başlayıp üstyapının üzerine gelen trafik yüklerini aşağıya doğru azaltarak alt katmanlara aktarır.



Şekil 1. Esnek üstyapı tabakalarının dizilimleri.

Esnek üstyapılar maruz kaldıkları trafik yüklerinin etkisiyle viskoelastoplastik deformasyonlara uğradıkları kabul görülen tabakalardan oluşur. Bu tabakaların elastisite modülleri aşağıdan yukarı doğru artacak şekilde sınırlandırılır. Esnek üstyapılar dingil yüklerinin sürekliliğinden ve mevcut çevre koşullarının etkisinde zamanla yorulmaya başlar. Bununla birlikte yapıda kalıcı deformasyonlar, çatlamlar ve çeşitli bozukluklar görülür. Bozulmaların ulaşımı sekteye uğratabileceği aşamada üstyapı çeşitli takviye yöntemleri ile onarılır. Böylece yapının hizmet ömrü ve taşıma gücü bir miktar arttırılmış olur.

Alt temel tabakası, taban zemininin taşıma gücünü aşabileceği yüksek gerilmeleri ve tabanda oluşabilecek don etkisinin üstyapıya zarar vermesini engelleyecek niteliklere sahip olması gereklidir. Alt temel malzemesi, ekonomik faktörler göz önüne alınarak bölgede mevcut kaliteli, seçme malzemelerden temin edilmelidir. Temel tabakası, üstyapının ana yapısal elemanlarından biridir. Alt temele ve tabana gelecek olan basınç gerilmelerini kabul edilebilir bir seviyeye indirgediği gibi aynı

zamanda üstyapıya esneklik kazandırarak kaplama tabakalarının kırılmasını engeller. Bu sebeple temel tabakası belirli standartlara sahip seçme malzemelerden yapılmalıdır. Kaplama tabakası, BSK' dan meydana gelen aşınma ve binder katmanlarından oluşur. Kaplama tabakası trafik yüklerine doğrudan maruz kaldığından, üstyapıyı oluşturan diğer katmanlara kıyasla çok daha yüksek bir elastisite modülüne sahip olmalıdır. Kaplama tabakasının trafiğin aşındırıcı etkisine karşı koymak, temel tabakasına iletilen basınç ve kayma gerilmelerini azaltmak, yüzey sularının temel tabakasına geçmesini engellemek, konforlu ve güvenli bir sürüş sağlamak, üstyapıyı kalıcı deformasyonlardan korumak gibi işlevlere sahiptir.

Alt temel ve temel katmanlarının çoğunluğunda yapı malzemesi olarak kırma taş agregalar kullanılmaktadır. Bu agregalar genellikle inşa edilecek yol çevresindeki taş ocaklarından temin edilmeye çalışılmaktadır. Ancak bu taş ocakları hem buldukları doğal ortamı yok etmekte hem de ürettikleri toz ile çevresindeki doğal ortamlara zarar vermektedir. Ayrıca taş ocaklarının uygun maliyetli kırma taş agrega üretim kapasitesi sınırlıdır. Dahası kapatılan taş ocaklarının bulunduğu yerler tekrar eski doğal hayatına döndürülemezdir. Günümüzde hem üretiminin sınırlı olması hem de üretim aşamalarının çevreyi tahrip etmesinden dolayı doğal kırma taş agregaya (DA) alternatif olabilecek sürdürülebilir malzemeleri araştırmak ön plana çıkmıştır. Birçok araştırmacı yıkılan betonarme yapılardan elde edilen ve inşaat ve yıkıntı atıkları (İYA) olarak isimlendirilen atık malzemelerin doğal kırma taş agregaya bir alternatif olabileceği yönünde çalışmalar yürütmüşlerdir (Poon ve Chan, 2006; Arulrajah ve ark., 2011; Gabr ve Cameron, 2012; Jiménez ve ark., 2012a; Jiménez ve ark., 2012b; Arulrajah ve ark., 2013; Sangiorgi ve ark., 2013; Ok ve Demir, 2018). İYA'ların dönüştürülerek tekrar kullanılması hem atık olan bir malzemenin tekrar kullanılmasının yolunu açarak sürdürülebilirliğe katkı sağlayabilecek hem de çevre tahribatını azaltabilecektir. Ayrıca bu atık malzemelerin tekrar kullanımı, atığın ücretsiz olarak temin edilebilen bir malzeme olması ve hali hazırda bertaraf işleminin de bir maliyeti olması sebebi ile ekonomiye katkı sağlayabilecektir. Birçok çalışmada İYA'ların DA'lara alternatif olabileceği belirtilse de dayanım ve bazı fiziksel özellikler bakımından İYA'ların DA'lardan kısmen olumsuz yönleri olduğu da bildirilmiştir. (Arulrajah ve ark., 2016; Yaghoubi ve ark., 2017; Mohammadinia ve ark., 2019a, Mohammadinia ve ark., 2019b; Perera ve ark., 2019; Ok ve ark., 2020; Mehrjardi ve ark., 2020; Geçkil ve ark., 2022). Agreganın kalitesi yol üstyapısı kalınlığının belirlenmesinde önemli bir faktördür. Kalitesi doğal kırma taş agregalara göre nispeten daha düşük olan inşaat ve yıkıntı atıkları ile inşa edilecek yollardan doğal agrega performansı bekleniyorsa dolgu veya kaplama kalınlığının belli oranlarda artırılması bir çözüm olarak ortaya çıkmaktadır.

Ülkemizde gerekli kaplama kalınlığı Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi'ne göre belirlenmektedir (KGM, 2008). Bu rehberdeki tasarım metodolojisi temelde AASHTO 93 tasarım metodolojisi üzerine inşa edilmiştir (AASHTO, 1993). AASHTO 93 tasarım metodolojisi ise

Amerika Birleşik Devletleri'nde 1956-1961 yıllarında gerçekleşen AASHO yol testleri (AASHO Road Tests) sonucunda geliştirilen ampirik bağlantıları kullanan bir tasarım metodolojisidir. İYA'ların ücretsiz olarak temin edilebilen bir ürün olması sebebi ile bu malzeme ile inşa edilecek yollarda, yolun temel ve alt temel üretim maliyetinin düşmesi beklenmektedir. Ancak İYA'ların DA'lardan daha düşük kaliteli olması sebebi ile gerekli kaplama kalınlığı artacağı için kaplama maliyetinde artış olması da beklenmektedir. Bu bağlamda İYA'lar ile inşa edilecek temel ve alt temel tabakalı yollarda gerekli kaplama kalınlığını ve dolayısı ile yolun maliyetini DA'larla kıyaslayan kayda değer bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ayrıca İYA'lar atık beton, atık tuğla, atık seramik ve atık agrega gibi bileşenleri heterojen olarak içermektedir. Bu atıklar İYA'lardan ayrıştırılarak ayrı ayrı da kullanılabilir gibi İYA olarak karışık halde de kullanılabilir (Sarıcı ve ark., 2022; Ok ve ark., 2023). İYA'ların ihtiva ettiği atıkları ayrı ayrı ve karışık olarak araştıran bir çalışmanın, hem hangi atık agreganın DA'lara göre ne kadar fazla kaplama kalınlığına ihtiyaç duyacağını belirlemek hem de bunun maliyete etkisinin ne olacağını incelemek literatüre önemli katkılar sağlayabilecektir.

Bu çalışmanın temel amacı geri dönüştürülmüş agregaların plent miks temel olarak kullanımının esnek üstyapı kalınlığına etkisinin araştırılmasıdır. Ayrıca esnek üstyapı kalınlığı değişiminin yol yapım maliyetine etkisini incelemek de bu çalışmanın bir konusu olarak değerlendirilebilir. Bu bağlamda, dört farklı atık agrega ve bu atıklarla karşılaştırmak için doğal agrega malzemesi seçilmiştir. Sonrasında, bu malzemelerden elde edilen veriler plent miks temelde (PMT) kullanılacak şekilde AASHTO 93 üstyapı tasarım yönteminde değerlendirilmiş ve üç farklı yol sınıfı, tabii zemin taşıma gücü ve trafik yoğunluğu olmak üzere (5x3x3x3) 135 farklı tasarım senaryosu için üstyapı kalınlıkları hesaplanmıştır. Bütün durumlar için gerekli üstyapı kalınlıkları belirlenerek birbirleri ile karşılaştırılmıştır. Ayrıca üstyapı kalınlıklarına göre bir maliyet analizi yapılarak sonuçlar karşılaştırmalı şekilde sunulmuştur.

## 2. Materyal

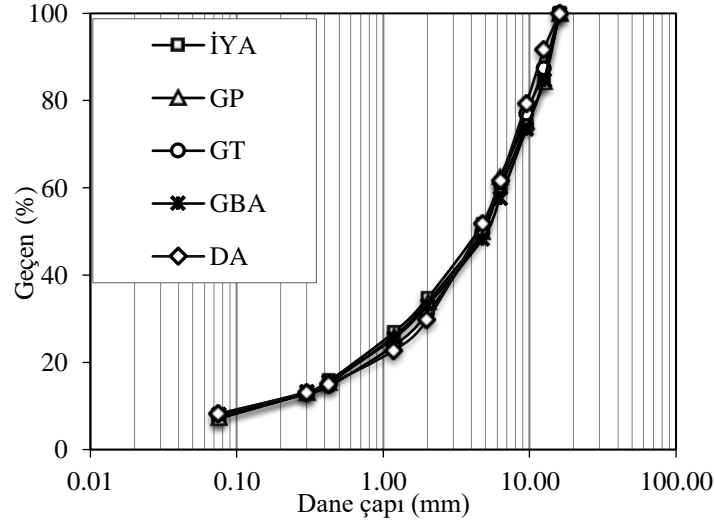
### 2.1 Agregaların numunelerinin bileşimi

Çalışma kapsamında dört adet geri dönüştürülmüş agrega numunesi ve bunların performanslarının değerlendirilebilmesi için bir adet doğal agrega numunesi (DA) seçilmiştir. Geri dönüştürülmüş agregalar tuğla, beton ve atık agregaları içeren inşaat yıkıntı atığı malzeme (İYA), sadece beton atığı içeren geri dönüştürülmüş beton agrega numunesi (GBA), beton bazlı atık parke parçaları içeren geri dönüştürülmüş parke numunesi (GP) ve sadece atık tuğla içeren geri dönüştürülmüş tuğla numunesinden (GT) oluşmaktadır. İYA numunesi günümüzde yürürlükte olmayan ama 1990'lı yılların başındaki yönetmeliklere tabii olarak inşa edilen betonarme binaların

yıkıntılarında oluşturulmuştur. Bu numuneler yaklaşık %60 oranında atık beton içerirken, yaklaşık %30 doğal agrega atığı ve %10'u ise tuğla atığı içermektedir (Ok ve Çolakoğlu, 2022). Analiz başlangıcında İYA numunesi konkasörde parçalandıktan sonra dolguda kullanılmaya uygun gradasyona getirilmiştir. GBA numunesi betonarme yapıların inşası sırasında kontrol amaçlı alınan 15 cm x 15 cm x15 cm küp numunelerin kırılması sonrasında atık hale gelen numunelerden elde edilmiştir. Alınan küp numunelerin beton sınıfı C30'dur. Bu küp numuneler, konkasörlerle parçalanarak dolguda kullanılmak için uygun gradasyona getirilmişlerdir (Çolakoğlu ve ark., 2021). GP numunesi yaklaşık 15 yıl kullanıldıktan sonra deforme olduğu veya kırıldığı için atık haline gelmiş kilit parkelerin konkasörlerle parçalanarak uygun gradasyona getirilmesi ile elde edilmiştir. Kilit parkeler betondan imal edilmiş olup yarmada çekme dayanımı ortalama 3,85 MPa'dır (Çolakoğlu ve ark., 2021). GT numunesi eski (en az 30 yıllık) ve deforme olduğu veya kırıldığı için atık haline gelmiş tuğlaların konkasörlerle parçalanarak uygun gradasyona getirilmesi ile elde edilmiştir (Ok ve Çolakoğlu, 2022). DA numunesi ise atık agregaların dolgularda kullanılabilirliğinin değerlendirilebilmesi açısından bir taş ocağından diğer numunelerin gradasyonları ile aynı gradasyonlu olarak elde edilmiştir (Çolakoğlu ve ark., 2021).

## 2.2. Agrega numunelerinin fiziksel/geoteknik özellikleri

Hem atık hem de doğal agrega numunelerinin gradasyonu yol dolgularında dolgu malzemesi olarak kullanılmaya uygundur (ASTM D 12141-00). Numunelerin gradasyon eğrileri Şekil 2'de sunulmaktadır (ASTM D 422-63). Numuneler üzerinde daha önce yassılık indeksi, Los Angeles aşınma, birim hacim ağırlık, su emme ve kompaksiyon (ASTM C 127-01; ASTM C 128-01; ASTM D 1557; ASTM D 854-02; ASTM C 131-03) gibi deneyler gerçekleştirilmiş olup bu deneylerin sonucunda elde edilen parametreler Tablo 1'de gösterilmiştir (Çolakoğlu ve ark., 2021; Ok ve Çolakoğlu 2022). Numunelerin zemin sınıfı ise iyi derecelendirilmiş çakıl (GW) olarak belirlenmiştir (ASTM D 2487-11).



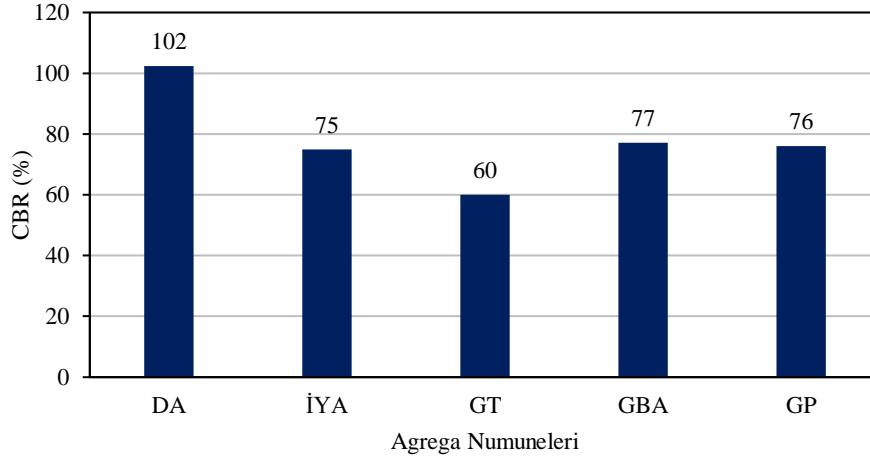
Şekil 2. Numunelerin gradasyon eğrileri.

Tablo 1. Agregaların fiziksel/geoteknik özellikleri.

Özellik	İYA	GT	GBA	GP	DA
$C_u$	19.2	12	9.1	14	14.4
$C_c$	1.2	1.2	1.5	1.4	1.6
YI (%)	10.4	26.3	14.3	10.5	9.9
LA (%)	38.6	26.9	38.2	41.8	28.3
$\gamma_s$ (kN/m <sup>3</sup> ) (Ort.)	26.2	26.9	26.1	26.2	26.6
WA (%) (Ort.)	9.5	18.2	7.24	6	2.1
$\gamma_{kmax}$ (kN/m <sup>3</sup> )	17.9	15.4	18.6	17.9	21.2
$\omega_{opt}$ (%)	12	21.2	10.9	12.9	7.3
Zemin sınıfı	GW	GW	GW	GW	GW

Ort: İnce ve kaba malzemelerin ortalaması,  $C_u$ : Uniformluk katsayısı,  $C_c$ : Derecelendirme katsayısı, YI: Yassılık İndeksi, LA: Los Angeles aşınma kaybı,  $\gamma_s$ : Dane yoğunluğu, WA: Su emme,  $\gamma_{kmax}$ : Maksimum kuru birim hacim ağırlık,  $\omega_{opt}$ : Optimum su içeriği

Numunelerin dayanımlarının belirlenmesi adına optimum su içeriği ve maksimum kuru birim hacim ağırlığına getirilen numuneler üzerinde Kaliforniya Taşıma Oranı (CBR) deneyleri gerçekleştirilmiştir. Numuneler üzerinde gerçekleştirilen CBR deneyleri sonucunda elde edilen değerler birbirleri ile karşılaştırmalı olarak yüzde cinsinden Şekil 3'te verilmektedir (ASTM D 1883–99). Buna göre en yüksek CBR değeri DA'da elde edilirken atık agregaların CBR değerleri %60-80 civarında kalmıştır. Bu durumda dane dayanımları ve su emme değerlerinin etkin olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 3. Agregra numunelerinin CBR değerleri.

### 3. Metot

Daha önce de belirtildiği üzere, Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi temelde AASHTO 93 tasarım metodolojisi üzerine inşa edilmiştir. Bu tasarım metodolojisine göre tasarımı gerçekleştirmek için tasarımda kullanılacak çeşitli parametrelerle ilgili verilere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışma kapsamında 135 farklı tasarım senaryosu için kullanılan tasarım parametreleri ve söz konusu parametreler için bu çalışmada kullanılan tüm alternatif değerler Tablo 2’de sunulmuştur. Bu parametreler incelendiğinde, bazı parametreler için alternatif değerlerin kullanılmadığı görülmektedir. Bunun sebebi, bu parametrelerin Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi’ne göre tasarımdan bağımsız sabit değerlere sahip olmalarıdır (KGM, 2008). Bu rehberde göre bu parametrelerden tasarım ömrü parametresinin 20 yıl olarak, toplam standart sapma parametresinin 0.45 olarak, ilk servis kabiliyet sınıfı parametresinin ise 4.2 olarak alınması mecburidir. Bunun haricinde, güvenilirlik ve son servis kabiliyeti parametreleri için, yol sınıfına bağlı olarak Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi’nde belirtilen değerler kullanılmıştır (Tablo 2). Trafik değerleri için Karayolları 5. Bölge Müdürlüğü sorumluluk sahası içerisinde yer alan üç farklı yol sınıfı için trafik yoğunluğu verileri incelenmiş ve bu veriler ışığında çok yoğun, orta yoğun ve az yoğun trafik değerleri tespit edilmiştir. Bu trafik kategorilerine ait günlük trafik değerleri kullanılarak 20 yıllık proje süresi boyunca yolun maruz kalması öngörülen toplam standart dingil yükü tekerrür sayıları hesaplanmış ve Tablo 2’de sunulmuştur. Üstyapıda kullanılacak PMT kalınlıkları ise Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi’nde belirtildiği şekilde 20 yıllık proje süresi boyunca yolun maruz kalması öngörülen toplam standart dingil yükü tekerrür sayıları 3-15 milyon olan yollarda 15 cm, 15 milyon ve üzerinde olan yollarda ise 20 cm olarak alınmıştır. Üstyapı tabanı, taşıma gücü açısından farklı taşıma gücü değerlerine sahip zeminleri kapsayacak şekilde değerlendirilmiş ve tasarım senaryoları olarak üç farklı CBR değerine sahip zeminler



değerlendirilmiştir. Zemin taşıma gücü olarak minimum %10 CBR değerinin kullanılması, Karayolları Teknik Şartnamesi'nde CBR değeri %10'dan küçük zeminlerin zayıf zemin olarak sınıflandırılmasından kaynaklanmaktadır (KGM, 2013). AASHTO 93 tasarım yönteminde zeminin taşıma gücü zeminin elastisite modülü cinsinden ifade edilmektedir. Bu çalışma kapsamında, zemin CBR değerleri ise taban zemininin elastisite modülüne ( $M_r$ ) Denklem (1) kullanılarak çevrilmiştir (NCHRP, 2004).

$$M_r = 2555 \times CBR^{0.64} \quad (1)$$

Esnek üstyapı tabakalarının göreceli dayanım parametreleri AASHTO 93 tasarım yöntemine göre izafi mukavemet katsayısı ( $a$ ) değerlerine göre belirlenmektedir. Karayolları Teknik Şartnamesi'ne uygun standart malzemelerle üretilmiş esnek üstyapı tabakalarının izafi mukavemet katsayıları Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi'nde şu şekilde yer almaktadır:

- Asfalt Beton Aşınma: 0.42
- Asfalt Beton Biner: 0.40
- Bitümlü Temel: 0.36

Bu çalışma kapsamında tasarımda kullanılan aşınma, binder ve bitümlü temel tabakalarının izafi mukavemet katsayıları olarak Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi'nde yer alan ve yukarıda da ifade edilen değerler kullanılmıştır. Doğal agrega ile üretilmiş PMT tabakasının izafi mukavemet katsayısı ise Karayolları Esnek Üstyapılar Projelendirme Rehberi'nde belirtildiği şekilde 0.15 olarak alınmıştır. Dört adet geri dönüştürülmüş agrega numunesi kullanılarak üretilen PMT tabakalarının izafi mukavemet katsayıları ise sırasıyla şöyle hesaplanmıştır: Şekil 3'te herbir malzeme için CBR test sonuçları sunulmuştur. Bu test sonuçları ve Denklem (1) kullanılarak, herbir malzemenin  $M_r$  değeri hesaplanmıştır. Son olarak da hesaplanan  $M_r$  değerleri Karayolları Esnek Üstyapılar projelendirme Rehberi'nde yer alan Denklem (2) kullanılarak,  $a$  değerlerine çevrilmiştir.

$$a = 0.0045 \times M_r^{1/3} \quad (2)$$

**Tablo 2.** Tasarım senaryolarında kullanılan parametreler ve değerleri.

Parametre	Yol Sınıfı		
	Otoyol	Devlet Yolu	İl Yolu
Güvenilirlik (%)	95	85	70
Tasarım Ömrü (yıl)	20	20	20
Proje Trafığı (Toplam Standart Dingil Yükü Tekerrür Sayısı) (milyon)	34, 153, 275	3, 45, 83	3, 10, 21
Toplam Standart Sapma ( $S_0$ )	0.45	0.45	0.45
İlk Servis Kabiliyeti ( $P_0$ )	4.2	4.2	4.2

Son Servis Kabiliyeti ( $P_1$ )	2.5	2.5	2.0
Üstyapı Tabanı CBR Değeri (%)	10, 30, 50	10, 30, 50	10, 30, 50
PMT'de kullanılan agrega çeşidi	DA, İYA, GT, GBA, GP	DA, İYA, GT, GBA, GP	DA, İYA, GT, GBA, GP

Çalışma kapsamında Tablo 2'de yer alan her bir tasarım senaryosu için (toplamda 135 senaryo) aşınma, binder ve bitümlü temel kalınlıkları hesaplanmış ve toplam kaplama kalınlıkları hesaplanıp sunulmuştur. Daha sonra ise bu kalınlıklar ve PMT kalınlıkları da dikkate alınarak Karayolları 2023 yılı birim fiyatları (KGM, 2023) kullanılarak yaklaşık yol yapım maliyetleri çıkarılmıştır.

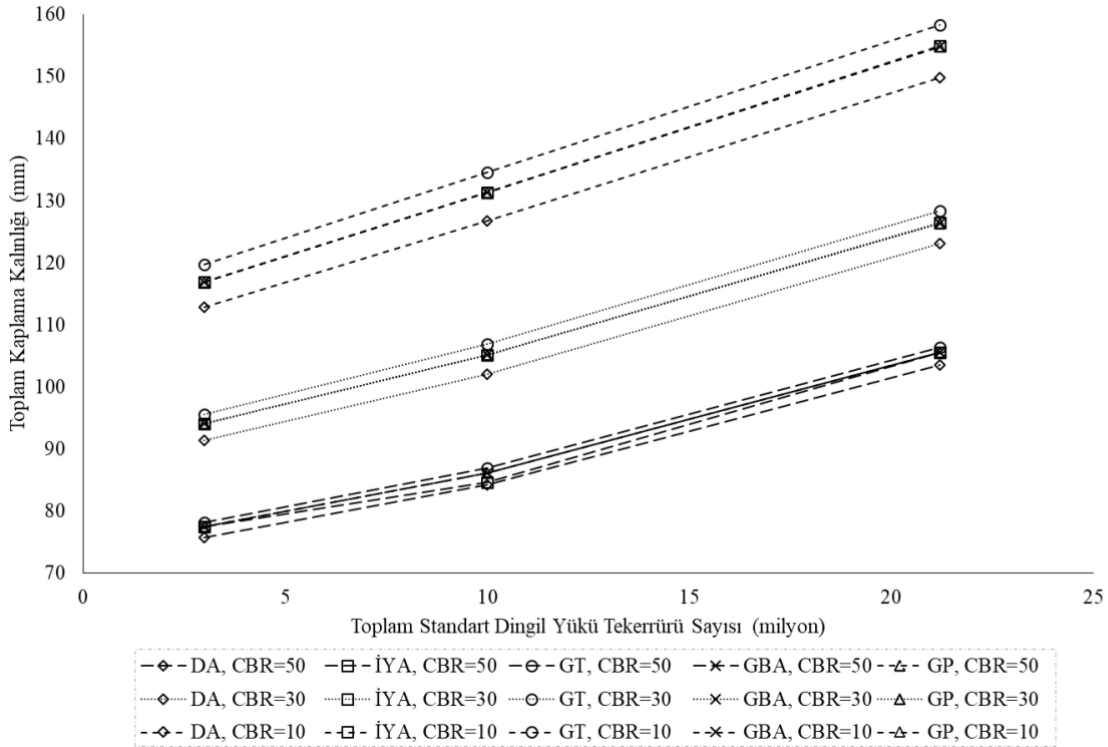
#### 4. Esnek Üstyapı Tabaka Kalınlıkları Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Şekil 4, Şekil 5 ve Şekil 6 sırasıyla il yolları, devlet yolları ve otoyollar için üç farklı tabii zemin CBR değeri (10%, 30% ve 50%) ve beş farklı PMT malzemesi (DA, İYA, GT, GBA, GP) kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için yolun tasarım ömrü boyunca maruz kalacağı proje trafiği (toplam standart dingil yükü tekerrür sayısı) arttıkça hesaplanan toplam kaplama kalınlıklarının değişimini göstermektedir. Her bir şekil incelendiğinde aşağıdaki sonuçlara ulaşılmaktadır:

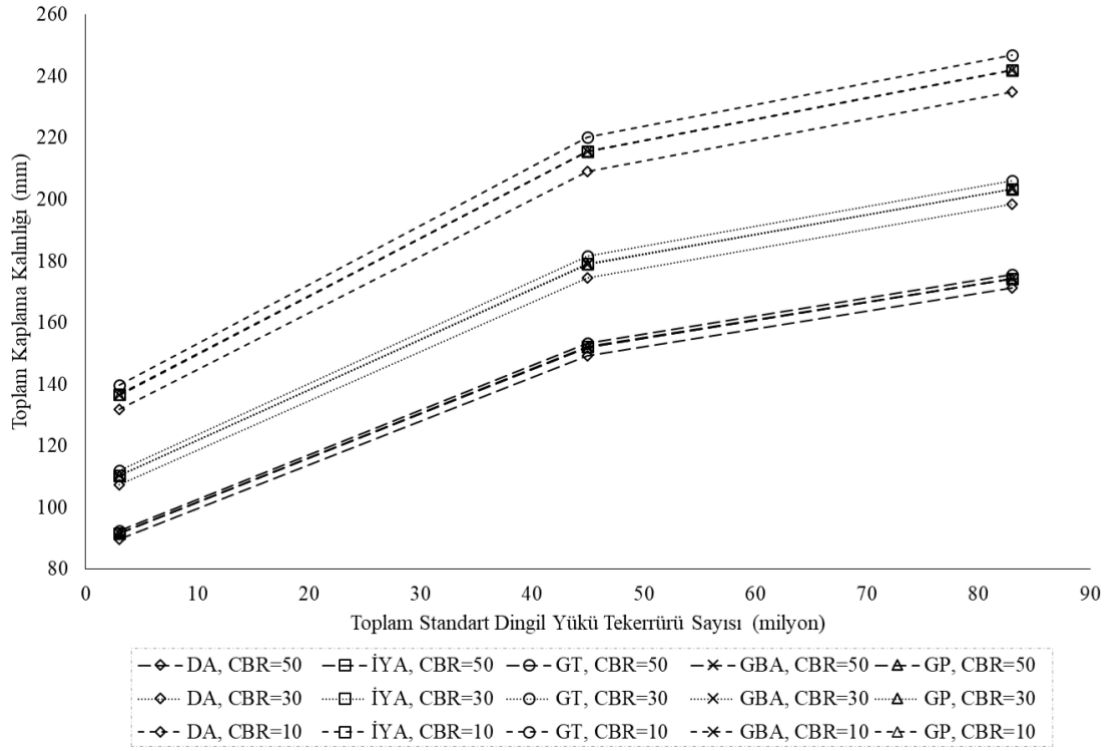
- Otoyolların tasarımında hem daha yüksek güvenilirlik katsayısı (%95) hem de daha yüksek proje trafiği değerleri kullanıldığından otoyollar için hesaplanan toplam kaplama kalınlık değerleri devlet yolları ve il yollarına göre daha yüksek çıkmıştır. Benzer şekilde il yolları ile devlet yolları için hesaplanan kaplama kalınlıkları karşılaştırıldığında, devlet yollarının tasarımında hem daha yüksek güvenilirlik katsayısı (%85) hem de daha yüksek proje trafiği değerleri kullanıldığından devlet yolları için hesaplanan toplam kaplama kalınlık değerleri il yollarına göre daha yüksek bulunmuştur.
- Her bir yol sınıfı kendi içinde değerlendirildiğinde, üç yol sınıfında da ortak olarak yolun tasarım ömrü boyunca maruz kalacağı toplam standart dingil yükü tekerrür sayısı değeri arttıkça ve tabii zemin CBR değeri azaldıkça hesaplanan toplam kaplama kalınlıklarının arttığı gözlemlenmiştir. Bunun sebebi yol üstyapısından gelen yüklerin zayıf zeminin taşıma gücünü aşmaması için kaplama kalınlığının artırılarak zayıf zemine aktarılacak yükün azaltılmasıdır.
- DA ve dört farklı atık agrega kullanılarak oluşturulan PMT tabakalarının toplam kaplama kalınlığına etkisi incelendiğinde, her üç yol sınıfı durumu için de ortak olarak aynı proje trafiği ve tabii zemin CBR değerleri için en yüksek kaplama kalınlığının GT, en düşük kalınlığının ise DA kullanılarak oluşturulan PMT'ler kullanıldığında meydana geldiği gözlemlenmiştir. Toplam kaplama kalınlıkları arasındaki farkın tabii zemin CBR değeri arttığında azaldığı görülmektedir. İYA, GBA ve GP kullanılarak teşkil edilen PMT tabakalarının toplam kaplama kalınlığına etkisinin benzer olduğu belirlenmiştir. Bunun sebebi olarak da her üç malzemenin Şekil 3'te de

belirtildiği şekilde benzer CBR değerleri ve dolayısıyla da benzer izafi mukavemet katsayılarına sahip olmaları gösterilebilir.

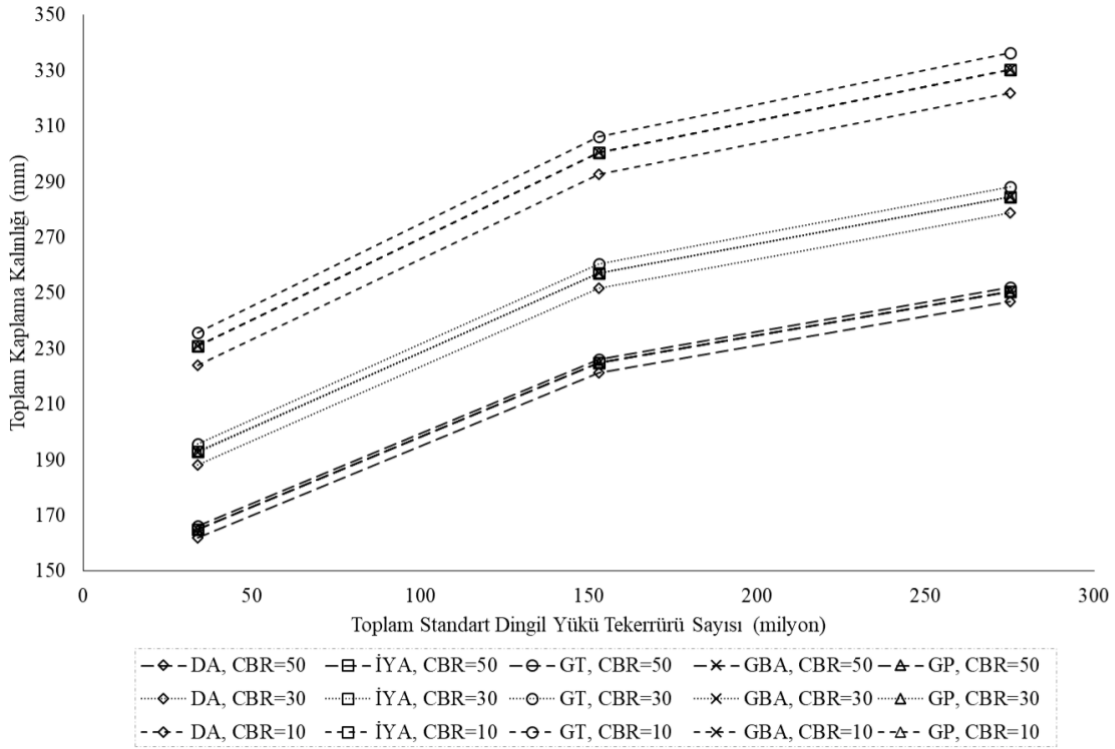
- Hesaplanan toplam kaplama kalınlıkları incelendiğinde her üç yol tipi için de en yüksek kaplama kalınlıklarının aynı proje trafiği değerleri için tabi zemin CBR değerinin %10 olması durumunda gerçekleştiği gözlemlenmiştir. DA ve GT ile teşkil edilen PMT tabakaları kullanıldığında hesaplanan toplam kaplama kalınlıkları arasındaki farkın tabi zemin CBR değerinin %10 olması durumunda il yolları, devlet yolları ve otoyollar için sırasıyla 7.7 mm, 10.3 mm ve 13.2 mm olduğu hesaplanmıştır. Dahası, bu farkın tabi zemin CBR değerinin %50 olması durumunda il yolları, devlet yolları ve otoyollar için sırasıyla 2.6 mm, 3.6 mm ve 4.7 mm olduğu bulunmuştur. DA, İYA, GBA ve GP ile teşkil edilen PMT tabakaları kullanıldığında hesaplanan toplam kaplama kalınlıkları arasındaki farkın DA ile her üç atık agrega için tabi zemin CBR değerinin %10 olması durumunda benzer şekilde il yolları, devlet yolları ve otoyollar için sırasıyla ortalama 4.6 mm, 6.1 mm ve 7.8 mm olduğu hesaplanmıştır. Bu veriler incelendiğinde hesaplanan kaplama kalınlıkları arasındaki en yüksek farkın DA ve GT ile teşkil edilen PMT tabakaları kullanıldığında gerçekleştiği ve aradaki farkın en yüksek (tabi zemin CBR değerinin %10 olması durumunda) ortalama değerinin 10 mm, her üç tabi zemin CBR durumu için ise ortalama 6.9 mm olduğu görülmüştür. DA ile diğer üç atık agrega (İYA, GBA ve GP) ile teşkil edilen PMT tabakasının toplam kaplama kalınlığına etkisinin daha sınırlı olduğu (CBR değerinin 10% olması durumunda ortalama 6.1 mm toplam kaplama kalınlığı farkı) gözlemlenmiştir.



**Şekil 4.** İl yolları için farklı trafik ve zemin CBR değerleri ile beş farklı PMT malzemesi kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan toplam kaplama kalınlıklarının değişimi



Şekil 5. Devlet yolları için farklı trafik ve zemin CBR değerleri ile beş farklı PMT malzemesi kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan toplam kaplama kalınlıklarının değişimi



Şekil 6. Otoyollar için farklı trafik ve zemin CBR değerleri ile beş farklı PMT malzemesi kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan toplam kaplama kalınlıklarının değişimi

## 5. Maliyet Analizi Sonuçlarının Değerlendirilmesi

135 farklı tasarım sonucu elde edilen herbir esnek üstyapı tabaka kalınlığı (aşınma, binder ve bitümlü sıcak temel tabakası) ile beş farklı agrega (DA ile dört farklı atık agrega) ile üretilen PMT kalınlıkları dikkate alınarak 135 farklı yol üstyapı tasarımının yaklaşık yapım maliyetleri de bu çalışma kapsamında karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Bu maliyet analizinin amacı dört farklı atık agrega ile üretilen PMT tabakasının yol üstyapısı toplam yapım maliyetine DA ile üretilen PMT tabakasının göre etkisinin karşılaştırmalı olarak analiz edilmesidir. Maliyet analizinde KGM 2023 birim fiyatları dikkate alınmıştır (KGM, 2023). Tablo 3'te maliyet analizinde kullanılan her bir esnek üstyapı tabakasının 2023 yılı yaklaşık yapım maliyetleri hem birim fiyat hem de m<sup>2</sup>/cm cinsinden sunulmuştur. Tablo 3'te görüldüğü gibi kaplama tabakalarının (aşınma, binder ve bitümlü sıcak temel) birim fiyatları ilgili pozlarda m<sup>2</sup> cinsinden belirlenmiş, PMT birim fiyatı ise ton cinsinden tanımlanmıştır. 135 farklı tasarım senaryosunun yaklaşık yapım maliyetini hesaplamak için herbir tabakanın öncelikle birim maliyetleri m<sup>2</sup>/cm cinsinden hesaplanmış daha sonra ise önceki bölümde hesaplanan tabaka kalınlıkları dikkate alınarak yol yapım maliyetleri TL/m<sup>2</sup> cinsinden bulunmuştur.

**Tablo 3.** Tasarım senaryolarında kullanılan esnek üstyapı tabakalarının 2023 yılı birim fiyat ve maliyetleri

Poz no	Tanım	Birim	Birim Fiyat	Maliyet (TL)	
				m <sup>2</sup> /cm	m <sup>2</sup>
KGM/6405/S-M	5 cm sıkışmış kalınlıkta 1 m <sup>2</sup> asfalt betonu aşınma tabakası yapımı	m <sup>2</sup>	53.55	10.71	53.55
KGM/6307	7 cm sıkışmış kalınlıkta 1 m <sup>2</sup> asfalt betonu binder tabakası yapımı	m <sup>2</sup>	57.19	8.17	57.19
KGM/6208	8 cm sıkışmış kalınlıkta 1 m <sup>2</sup> asfalt betonu bitümlü sıcak temel tabakası yapımı	m <sup>2</sup>	62.03	7.75	62.03
KGM/6100/3	Plentmix temel yapılması (Yoğunluk : 2.4 g/cm <sup>3</sup> ) (20 cm sıkışmış kalınlıkta)	ton	188.45	4.52	90.46

Tablo 3'te yer alan KGM/6100/3 poz numaralı PMT yapılması işi standart doğal agrega ile PMT tabakasının teşkil edilmesi işini kapsamaktadır. PMT yapılması işinin KGM/6100/3 poz detayı incelendiğinde (Tablo 4) iş farklı gradasyonlara sahip doğal agrega temini, karışımın hazırlanması, tartılması, sıkıştırılması ve sulanmasını kapsamaktadır. Ayrıca ilgili poz 150 m mesafeye kadar ocak ile konkasör arası malzemeyi taşıma işini de kapsamaktadır. Bu mesafeden daha fazla taşıma işi için taşıma mesafesine bağlı olarak ek maliyet gerekmektedir (KGM, 2023). Bu çalışma kapsamında DA ile teşkil edilen PMT için birim fiyat olarak Tablo 3'te yer alan KGM/6100/3 poz numaralı işin birim maliyeti (4.52 TL (m<sup>2</sup>/cm)) direkt olarak kullanılmıştır. Atık agregalar kullanılarak PMT yapılması işi birim maliyet hesabında da atık agrega temini maliyetlerinin (KGM/4101/B, KGM/4102/B, KGM/4105/B ve KGM/4107/B) olmadığı ve diğer maliyetlerin de (KGM/4465/3, KGM/4269, KGM/4466/5 ve KGM/15.047) Tablo 4'te gösterilen KGM/6100/3 poz detayındaki miktar ve birim fiyatlarla aynı olduğu değerlendirilmiştir. Dolayısıyla atık agrega ile teşkil edilen PMT yapılmasının

birim maliyetinin 1.97 TL (m<sup>2</sup>/cm) olduğu hesaplanmıştır. Hem DA ile üretilen hem de diğer atık agregalar ile üretilen PMT tabakasının teşkilinde ocak-konkasör arası malzeme taşıma mesafesinin 150 m'den az olduğu varsayılmış ve her iki durumda da ek bir malzeme taşıma maliyeti öngörülmemiştir.

Şekil 7, Şekil 8 ve Şekil 9 sırasıyla il yolları, devlet yolları ve otoyollar için tabi zemin CBR değerinin %30 olması durumunda ve beş farklı PMT malzemesi (DA, İYA, GT, GBA, GP) kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan esnek üstyapı kaplama tabakaları kalınlıkları ve PMT kalınlıkları ile ilgili birim maliyetler dikkate alınarak yolun tasarım ömrü boyunca maruz kalacağı proje trafiğine (toplam standart dingil yükü tekerrür sayısı) bağlı olarak hesaplanan yaklaşık yol yapım maliyetlerini göstermektedir. Söz konusu şekiller incelendiğinde aşağıdaki sonuçlar çıkmaktadır:

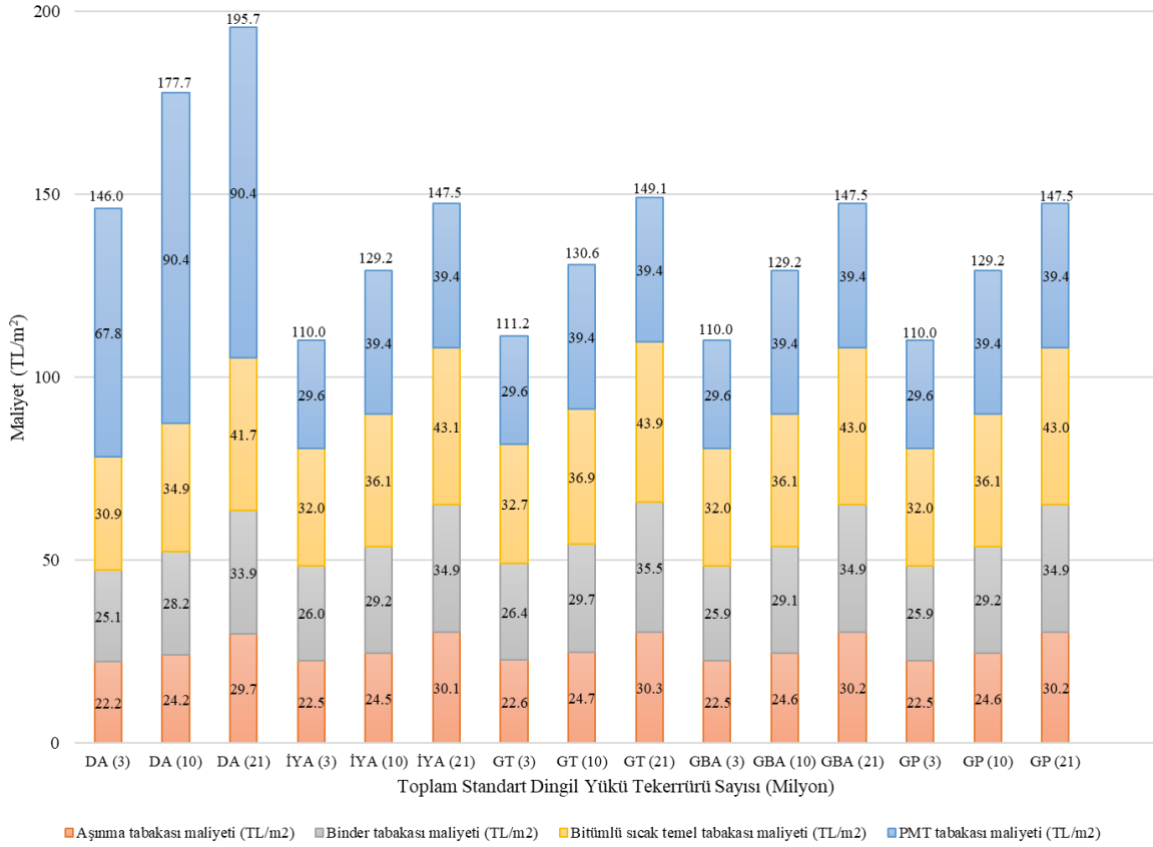
**Tablo 4.** KGM/6100/3 poz detayı

Rayiç No	Tanım	Birim	Birim Fiyat (TL)	Miktar
KGM/4101/B	Ocak taşından konkasörle kırılmış ve elenmiş 37,5 mm (1 1/2")'lik agregası hazırlanması	ton	108.09	0.239
KGM/4102/B	Ocak taşından konkasörle kırılmış ve elenmiş 25 mm (1") ve 19 mm (3/4")'lik agregası hazırlanması	ton	104.85	0.239
KGM/4105/B	Ocak taşından konkasörle kırılmış ve elenmiş 12,5 mm (1/2") ve 9,5 mm (3/8")'lik agregası hazırlanması	ton	119.35	0.239
KGM/4107/B	Ocak taşından kırılmış ve elenmiş 4,75 mm (No.4) ve daha küçük agregası hazırlanması	ton	126.51	0.24
KGM/4465/3	Plent-miks alttemel ve temel karışımı hazırlanması	ton	24.74	1
KGM/4269	Malzemenin kantar ile tartılması	ton	0.29	1
KGM/4466/5	Plent-miks alttemel ve temel karışımlarının elektronik duyargalı finişerle serilmesi ve silindire sıkıştırılması	ton	56.65	1
KGM/15.047	Arazöz ile sulama	ton	49.23	0.01

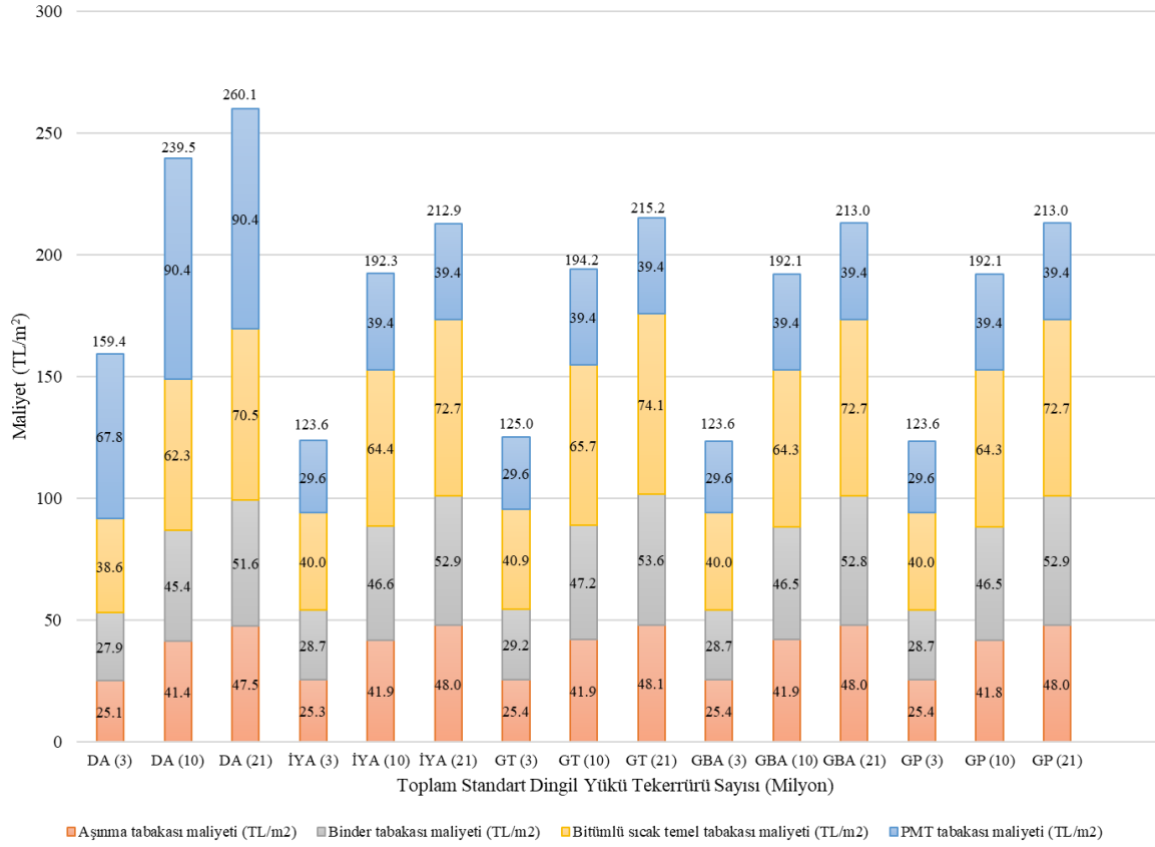
- Yol sınıflarına göre yaklaşık yol yapım maliyetleri karşılaştırıldığında önceki kısımda hesaplanan kaplama kalınlığı sonuçlarına paralel olarak yol yapım maliyetleri büyükten küçüğe otoyollar, devlet yolları ve il yolları şeklinde bulunmuştur. Benzer şekilde, tüm yol sınıflarında kaplama kalınlığı sonuçlarına paralel olarak proje trafiği değerleri arttıkça yol yapım maliyetlerinde artış gözlemlenmiştir.
- DA ve dört farklı atık agregası kullanılarak oluşturulan PMT tabakalarının yol yapım maliyetine etkisi incelendiğinde, her üç yol sınıfı durumu için de ortak olarak aynı proje trafiği değerleri için en yüksek yol yapım maliyetinin DA ile oluşturulan PMT'ler kullanıldığında olduğu, en düşük yol yapım maliyetinin ise İYA, GBA ve GP ile teşkil edilen PMT tabakalarının kullanıldığında olduğu gözlemlenmiştir. GT ile teşkil edilen PMT tabakalarının kullanıldığı yollardaki yol

yapım maliyetlerinin diğer üç atık agrega ile teşkil edilen PMT tabakalarının kullanıldığı duruma göre çok az miktarda fazla olmakla birlikte onlarınkine benzer olduğu tespit edilmiştir. DA ile teşkil edilen PMT'lerin kullanıldığı yollardaki yol yapım maliyetlerinin atık agrega kullanılan yollardakinden fazla oluşu DA ile üretilen PMT tabakalarının birim maliyetlerinin doğal agrega temini maliyetlerini de içermesi ve dolayısıyla atık agregalarla üretilen PMT tabakalarına göre  $m^2/cm$  cinsinden birim maliyetlerinin yaklaşık 2.3 kat daha fazla oluşundandır. Her ne kadar PMT yapım maliyetleri  $m^2/cm$  cinsinden kaplama tabakalarına göre daha düşük olsa da PMT tabaka kalınlıklarının diğer kaplama kalınlıklarına nispeten daha fazla oluşu PMT yapım maliyetlerinin toplam yol yapım maliyetindeki etkisini arttırmıştır.

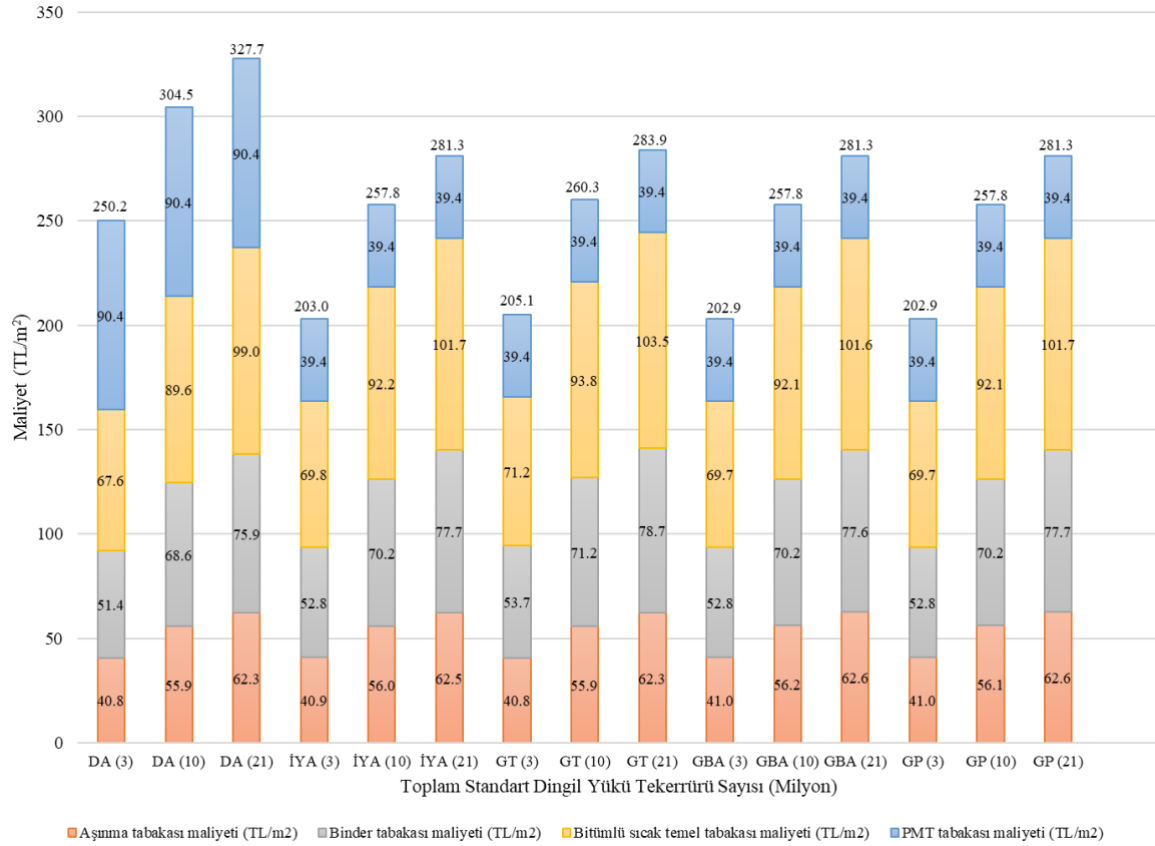
- DA ile teşkil edilen PMT tabakasının kullanıldığı yolların yol yapım maliyetleri, atık agregalar ile teşkil edilen PMT tabakasının kullanıldığı yolların yol yapım maliyetlerine göre sırasıyla otoyollar, devlet yolları ve il yolları için ortalama %19, %25 ve %32 fazla çıkmıştır.



**Şekil 7.** İl yolları için farklı proje trafiği değerleri ile beş farklı PMT malzemesi kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan yaklaşık yol yapım maliyetlerinin dağılımı



Şekil 8. Devlet yolları için farklı proje trafiği değerleri ile beş farklı PMT malzemesi kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan yaklaşık yol yapım maliyetlerinin dağılımı



Şekil 9. Otoyollar için farklı proje trafiği değerleri ile beş farklı PMT malzemesi kullanılarak oluşturulan tasarım senaryoları için hesaplanan yaklaşık yol yapım maliyetlerinin dağılımı



## 6. Sonular ve neriler

Bu alıřma kapsamında toplamda 135 tasarım senaryosu iin ařınma, binder ve bitümlü temel kalınlıkları ile toplam kaplama kalınlıkları hesaplanmıřtır. Daha sonra ise bu kalınlıklar ve PMT kalınlıkları dikkate alınarak ve Karayolları 2023 yılı birim fiyatları kullanılarak yaklaşık yol yapım maliyetleri belirlenmiřtir. Elde edilen dikkate deęer sonular ařaęıdaki maddelerde sunulmaktadır:

- Tabi zemin CBR deęeri, yolun gvenilirlik dzeyi, PMT malzemesinin CBR deęeri ve toplam standart dingil yk tekerrr sayısı kaplama kalınlıęını ve dolayısı ile yolun yapım maliyetini etkileyen faktrlerdendir. Tabi zemin CBR deęeri arttıka PMT malzemesinin kaplama kalınlıęına etkisi olduka azalmıřtır.
- Tabi zemin CBR deęerinin %50 olduęu durumda il yolları iin PMT'nin DA ile teřkil edilmesi ile dięer geri dnřüml agregalar (İYA, GBA, GT, GB) ile teřkil edilmesi durumunda ok kayda deęer kaplama kalınlıęı farkı grlmemesi bu tip yollar iin geri dnřüml agregaların kullanımının iyi bir alternatif yaratabileceęini gstermektedir.
- Kapsama kalınlıklarındaki farklılara raęmen geri dnřüml agregalarla (İYA, GBA, GT, GB) inřa edilen yolların maliyetleri DA ile inřa edilene gre daha az olmuřtur. Bununla birlikte GT ile inřa edilen yolların maliyeti dięer atık agregalarla (İYA, GBA, GB) inřa edilene gre ok az daha fazla ıkmıřtır.
- Ařırı kaplama kalınlıęı artışı olmaması, yol maliyetinin DA'ya gre daha az olması ve evresel faydaları sebebi ile atık agregaların esnek styapı PMT tabakalarında kullanılma potansiyeline sahip olduęu sonucuna varılmıřtır.

### Yazarların Katkısı

Tm yazarlar alıřmaya eřit katkıda bulunmuřtur.

### ıkar atıřması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir ıkar atıřması bulunmamaktadır.

### Arařtırma ve Yayın Etięi Beyanı

Yapılan alıřmada arařtırma ve yayın etięine uyulmuřtur.

## Kaynaklar

- AASHTO (1993). *AASHTO guide for design of pavement structures*. Washington, D.C.: American Association of State Highway and Transportation Officials.
- Ağar E., Süttaş İ., Öztaş G. (1998). *Beton yollar*. İTÜ.
- Arulrajah, A., Piratheepan, J., Aatheesan., T., and Bo, M. W. (2011). Geotechnical properties of recycled crushed brick in pavement applications. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 23(10): 1444-1452, [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000319](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000319).
- Arulrajah, A., Piratheepan, J., Disfani, M. M., and Bo, M. W. (2013). Geotechnical and geoenvironmental properties of recycled construction and demolition materials in pavement subbase applications. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 25(8): 1077-1088, [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000652](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000652).
- Arulrajah, A., Mohammadinia, A., Phummiphan, I., Horpibulsuk, S., and Samingthong W. (2016). Stabilization of recycled demolition aggregates by geopolymers comprising calcium carbide residue, fly ash and slag precursors. *Construction and Building Materials*, 114: 864-73, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.150>.
- ASTM C 127-01 (2001). Standard test method for density, relative density (specific gravity), and absorption of coarse aggregate. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM C 128-01 (2001). Standard test method for density, relative density (specific gravity), and absorption of fine aggregate. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM D 1241-00 (2005). Specification for Materials for Soil-aggregate Sub-base, Base and Surface Courses. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM D 1557 (2012). Standard Test Methods for Laboratory Compaction Characteristics of Soil Using Modified Effort. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM D 2487-11 (2011). Standard practice for classification of soils for engineering purposes (unified soil classification system). West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM D 422-63 (2009). Standard Test Method for Particle-Size Analysis of Soils. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM D 854-02 (2009). Standard Test Methods for Specific Gravity of Soil Solids by Water Pycnometer. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM D 1883-99 (1999). Standard Test Method for CBR (California Bearing Ratio) of Laboratory-Compacted Soils. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- ASTM C 131-03 (2003). Standard Test Method for Resistance to Degradation of Small-Size Coarse Aggregate by Abrasion and Impact in the Los Angeles Machine. West Conshohocken, USA: ASTM International.
- Çolakoğlu, H., Ok, B., and Sarıcı, T. (2021). Geri Dönüştürülmüş Farklı Tip İnşaat ve Yıkıntı Atıklarının Kompaksiyon Özelliklerinin İncelenmesi. *5th International Symposium on Natural Hazards and Disaster Management*, Kasım 5-7, Sakarya, Türkiye. <https://doi.org/10.33793/acperpro.04.02.47>.
- Gabr, A. R., and Cameron, D.A. (2012). Properties of recycled concrete aggregate for unbound pavement construction. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 24(6): 754-764, [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000447](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000447).
- Geçkil, T., Sarıcı, T., and Ok, B. (2022). Model studies on recycled whole rubber tyre reinforced granular fillings on weak soil. *Revista de la Construcción*, 21(2): 264-280. <http://dx.doi.org/10.7764/rdlc.21.2.264>.
- Jiménez, J. R., Ayuso, J., Agrela, F., López, M., and Galvín, A. P. (2012a). Utilisation of unbound recycled aggregates from selected cdw in unpaved rural roads. *Resources, Conservation and Recycling*, 58:88-97.
- Jiménez, J. R., Ayuso, J., Galvín, A. P., López, M., and Agrela, F., (2012b). Use of Mixed Recycled Aggregates with a Low Embodied Energy From Non-Selected CDW in Unpaved Rural Roads. *Construction and Building Materials*, 34:34-43.
- KGM (2008). *Karayolları esnek üstyapılar projelendirme rehberi*.
- KGM (2013). *Karayolları teknik şartnamesi*.
- KGM (2013). Araştırma ve Geliştirme Dairesi Başkanlığı ve Bölge Araştırma ve Geliştirme Başmühendisliklerinin Görevleriyle İlgili Hizmetler İçin 2023 Yılı 1. Dönemi Birim Fiyat Listesi. <https://www.kgm.gov.tr/SiteCollectionDocuments/KGMdocuments/MerkezBirimler/ProgramIzlemeDairesiBaskanligi/2023YiliBirimFiyatListesi.pdf>.

- Mehrijardi, G. T., Azizi, A., Haji-Azizi, A., and Asdollafardi, G. (2020). Evaluating and improving the construction and demolition waste technical properties to use in road construction. *Transportation Geotechnics*, 23: 100349, <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2020.100349>.
- Mohammadinia, A., Arulrajah, A., Horpibulsuk, S., and Shourijeh, P. T. (2019a). Impact of potassium cations on the light chemical stabilization of construction and demolition wastes. *Construction and Building Materials*, 203: 69-74, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.083>.
- Mohammadinia, A., Arulrajah, A., Phummiphan, I., Horpibulsuk, S., and Mirzababaei, M. (2019b). Flexural fatigue strength of demolition aggregates stabilized with alkali-activated calcium carbide residue. *Construction and Building Materials*, 199: 115-23, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.031>.
- NCHRP (2004). *Guide for mechanistic-empirical design of new and rehabilitated pavement structures. Final Report, NCHRP Project 1-37A. TRB, National Research Council, Washington, D.C.*, <http://trb.org/mepdg/guide.htm>.
- Ok, B., and Demir, A. (2018). Yapım Yıkım Atıklarının Yol Temellerinde Kullanılabilirliğinin İncelenmesi. *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 7 (1), 224-236.
- Ok, B., Sarici, T., Talaslioglu, T., and Yildiz, A. (2020). Geotechnical properties of recycled construction and demolition materials for filling applications. *Transportation Geotechnics*, 24: 100380, <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2020.100380>.
- Ok, B., Çolakoğlu, H. (2022). Kompaksiyon yönteminin farklı tip geri dönüştürülmüş agregalar üzerindeki etkilerinin incelenmesi. *Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 5(3): 1592-1607.
- Ok, B., Sarici, T., Demir, A., Talaslioglu, T., and Yildiz A. (2023). Investigation of construction and demolition materials reinforced by geosynthetics. *Proceedings of the Institution of Civil Engineers – Engineering Sustainability*. <https://doi.org/10.1680/jensu.22.00077>
- Perera, S., Arulrajah, A., Wong, Y. C., Horpibulsuk, S., and Maghool, F. (2019). Utilizing recycled PET blends with demolition wastes as construction materials. *Construction and Building Materials*, 221: 200-209, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.047>.
- Poon, C. S., and Chan, D. (2006). Feasible use of recycled concrete aggregates and crushed clay brick as unbound road sub-base. *Construction and Building Materials*, 20: 578-585, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.01.045>.
- Sangiorgi, C., Lantieri, C., and Dondi, G. (2013). Construction and demolition waste recycling: an application for road construction. *International Journal of Pavement Engineering*, 16(6): 530-537, <http://dx.doi.org/10.1080/10298436.2014.943134>.
- Sarıcı, T., Ok, B., Mert, A., and Comez, S. (2022). The resilient modulus of hybrid construction and demolition wastes reinforced by a geogrid. *Acta Geotechnica Slovenica*, 2022(2): 2-14. <https://doi.org/10.18690/actageotechslov.19.2.2-14.2022>
- Yaghoubi, E., Arulrajah, A., Wong, Y. C., and Horpibulsuk, S. (2017). Stiffness properties of recycled concrete aggregate with polyethylene plastic granules in unbound pavement applications. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 29(4): 1-7, [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001821](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001821).

## Değişik Pişirme Yöntemlerinin Lambuka (*Coryphaena hippurus*) Filetolarının Yağ Asidi Kompozisyonu Üzerine Etkileri

Nasuh AKGÜL<sup>1\*</sup>, Mehmet BAŞHAN<sup>2</sup>

### Öz

Bu çalışmada lambuka balığının (*Coryphaena hippurus*) yağ asidi kompozisyonu üzerine bitkisel yağlarda kızartma ile kızartma dışındaki pişirme yöntemlerinin etkisi araştırılmıştır. Farklı pişirme yöntemlerinin, balıkların yağ asidi kompozisyonunu değiştirdiği görülmüştür. Bitkisel yağlarda kızartılan lambuka filetolarında kontrole göre eikosapentaenoik asit, dokosaheksaenoik asit ve  $\sum n-3$  PUFA (çoklu doymamış yağ asitleri) yüzdeleri ile n-3/n-6 oranı bir hayli düşük çıkmıştır. Zeytinyağında kızartılan örneklerde ham filetolara oranla 18:1n-9 miktarı 4 kat, ayçiçek yağı ve mısırözü yağında kızartılanlarda ise 18:2n-6 yüzdesi 25 kat artmıştır. Fırında pişirmede; 18:1n-9, 18:2n-6,  $\sum$ MUFA (tekli doymamış yağ asitleri),  $\sum n-6$  PUFA artarken DHA,  $\sum$ PUFA,  $\sum n-3$  PUFA yüzdeleri önemli oranda düşük bulunmuştur. Izgarada pişirme yönteminde ise 20:4n-6 ile  $\sum n-6$  PUFA artmış,  $\sum n-3$  PUFA ve DHA azalmıştır. n-3/n-6 oranı, fırın ve ızgara ile pişirme işleminde oldukça düşük bulunmuştur. Tüm pişirme yöntemlerinden elde edilen aterosjenik indeks (AI) ve trombojenik indeks (TI) değerleri, beslenme uzmanlarının önerdiği değer olan 1.0 in altında bulunmuştur.

**Anahtar Kelimeler:** Pişirme yöntemleri, Yağ asitleri kompozisyonu, Lambuka.

## The Effects of Different Cooking Methods on Fatty Acid Composition of Mahi-mahi (*Coryphaena hippurus*) Fillets

### Abstract

In this study, the effect of cooking methods other than frying in vegetable oils and frying on the fatty acid composition of mahi-mahi fish (*Coryphaena hippurus*) was investigated. It was determined that the frying process changed the fatty acid composition of the fish. The eikosapentaenoic acid, dokosaheksaenoic acid and  $\sum n-3$  PUFA (polyunsaturated fatty acid) percentages and the n-3/n-6 ratio were found to be considerably lower in mahi-mahi fillets fried with vegetable oils compared to the control. In the samples fried in olive oil, the amount of 18:1n-9 increased 4 times compared to the raw fillets, and the percentage of 18:2n-6 in the samples fried in sunflower oil and corn oil increased 25 times. While 18:1n-9, 18:2n-6,  $\sum$ MUFA (monounsaturated fatty acid),  $\sum n-6$  PUFA increased in oven cooking, the percentages of DHA,  $\sum$ PUFA,  $\sum n-3$  PUFA were found to be significantly lower. In the grill cooking method, 20:4n-6 and  $\sum n-6$  PUFA increased,  $\sum n-3$  PUFA and DHA decreased. The n-3/n-6 ratio was found to be quite low in the oven and grill cooking process. Atherogenic index (AI) and thrombogenic index (TI) values obtained from all cooking methods were found below 1.0, which is the value recommended by nutritionists.

**Keywords:** Cooking methods, Fatty acid composition, Mahi-mahi..

<sup>1</sup>Dicle Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Diyarbakır, Türkiye, [akgulnasuh@gmail.com](mailto:akgulnasuh@gmail.com)

<sup>2</sup>Dicle Üniversitesi, Fen Fakültesi, Diyarbakır, Türkiye, [mehmetbashan@gmail.com](mailto:mehmetbashan@gmail.com)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0001-6166-5354>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0000-0002-1228-9548>

## 1. Giriş

Balık; yüksek protein içeriği, çoklu doymamış yağ asitleri (PUFA), mineralleri ve vitaminleri içermesi nedeniyle güçlü bir antioksidan ve antiinflamatuvar özelliğe sahip olup insan diyetinde bulunması gerekli bir gıdadır (Abraha ve ark., 2018). Balıklar, çeşitli besin bileşimleri ile tanınmaktadır. Balığın bileşimi % 0.1-1 karbonhidrat, % 15-24 protein, % 70-84 su, % 0.1-22 yağ ve % 1-2 mineral, % 0.5 kalsiyum, % 0.25 fosfor ve % 0,1 A, B, C ve D vitaminlerinden oluşur (Abraha ve ark., 2018).

Balık lipitleri yüksek n-3 PUFA içeriği sayesinde kan serumundaki kolesterol ve trigliserit miktarlarını, düşük yoğunluklu lipoprotein kolesterol seviyesini, kan basıncını ve kanın pıhtı oluşturma eğilimini azaltarak ateroskleroz, kardiyovasküler hastalıklar ve arteriyel hipertansiyon riskini indirgemektedir (Horrocks ve Yeo 1999). Sağlığın korunmasında ve bağışıklığın düzenlenmesinde rol oynayan n-3 PUFA'lar, kalp-damar, romatoid artrit, diyabet, ülseratif kolit, alerji, depresyon ve kanser gibi hastalıkları önleyici etkilere sahiptirler (Loftsson ve ark., 2016).

Balık lipitlerinin yağ içeriği ve yağ asidi bileşimi; mevsim, mevcut yem türü ve miktarı, balığın boyutu, yaş, pH, tuzluluk, suyun sıcaklığı ve üreme dönemleri gibi farklı abiyotik ve biyotik faktörlere bağlı olarak değişmektedir (Kaushik ve ark., 2006). Balıklar; değişik besinsel yağlarda kızartma, ızgara, buğulama ve fırında pişirme gibi değişik pişirme yöntemleri uygulanarak tüketilmektedir. Pişirmedeki amaç; sindirilebilirliği arttırmak, lezzet ve tat gibi duyuşal özellikleri geliştirmek, enzimleri ve patojen mikroorganizmaları inaktif duruma getirmek, su aktivitesini azaltmak ve besinin raf ömrünü uzatmak içindir (Garcia-Arias ve ark., 2003). Ancak bu yöntemler balık filetolarındaki yağ asidi kompozisyonunda önemli değişikliklere neden olmaktadır (Weber ve ark., 2008). Ayrıca; pişmiş gıdaların işlenmesi ve hazırlanması sırasında oksidasyon oluşur. Eikosapentaenoik (EPA) ve dokosaheksaenoik asit (DHA) gibi fazla sayıda çift bağ içeren PUFA'lar, ısıtma ve diğer mutfak işlemleri sırasında oksidasyona duyarlı oldukları için serbest radikalleri oluştururlar (Loughrill ve ark., 2016). Dolayısıyla faydalı olan bu yağ asitlerinin oksidasyon ürünlerinin de tüketilme riskini beraberinde getirir (Turkkan, ve ark., 2008).

Ekonomik ve besin değeri oldukça fazla olan lambuka (*Coryphaena hippurus*), özellikle Akdeniz bölgesinde sıklıkla tüketilen bir deniz balığıdır. Daha önce yaptığımız çalışmada bu balıkla birlikte Akdeniz'den topladığımız sekiz balık türünün yağ asidi kompozisyonunu araştırdık (Akgül, 2019). Ancak; lambukanın yağ asidi bileşimine değişik pişirme tekniklerinin etkisi ile ilgili bir çalışma yapılmamıştır. Bu çalışmanın amacı, lambuka filetolarının yağ asidi kompozisyonuna değişik yağlarda kızartma, fırın ve mikrodalgada pişirme, buğulama ve ızgara gibi farklı pişirme yöntemlerinin etkisini araştırmaktır.

## 2. Materyal ve Metot

Araştırmada, Mersin ili Aydıncık ilçesi Karatepe Koyu'nda 2021 yılı eylül ayında olta ile yakalanan lambuka (*Coryphaena hippurus*) deniz balığı kullanılarak, balık filetoları sekiz farklı pişirme tekniği ile pişirilmiş, pişirilmeyen (ham, çiğ) filetolar ise standart olarak belirlenmiştir.

Kızartma işleminde; zeytinyağı, mısır özü, ayçiçek ve fındık yağı kullanılmıştır. Tavaya konulan yağlar ısıtılarak kızgınlık derecesine eriştikten sonra filetoların her iki yüzü kızgın yağda üçer dakika süreyle kızartılmıştır. Değişik pişirme yöntemleriyle pişirilen balık filetolarının iç kısım sıcaklıkları ortalama 75°C olacak şekilde; fırında (180°C, 30 dakika), mikrodalgada (2450 MHz 500 W, 6 dakika), buğulamada (buğulama suyunda, 45 dakika) ve ızgarada (filetonun her iki tarafı, 8 dakika) ise kömür ateşinde pişirilmiştir.

Örneklerin yağ asidi kompozisyonunu belirlemek amacıyla; filetolar 2:1 oranındaki kloroform – metanolde parçalandıktan sonra (Folch ve ark., 1957) lipit kısmının ayrımı için % 0.88 KCl kullanılmıştır. Lipitteki çözücü evaporatörle buharlaştırıldıktan sonra örneğe, asitli metanol eklenip iki saat boyunca reflux sisteminde (85°C de) ısıtılıp yağ asitlerinin metil esterlerine dönüşümü gerçekleştirilmiştir. Hekzan kullanılarak alınan metil esterleri 2 ml kalıncaya kadar evapore edilmiştir. Örnekler, Rtx-2330 (Bonded 90 % bicyanopropyl/ 10% phenylcyanopropyl polysioxane) kapiller kolon (30m x 0.25mm iç çapı x 0.20µm film kalınlığı) kullanılarak SHIMADZU GC 2010 PLUS model gaz kromatografi cihazında analiz edilmiştir. Dedektör ve enjektör sıcaklığı: 250°C; enjeksiyon: Split-model 1/20. Gazlardan helyumun akış hızı 0.5 ml/dk; hidrojenin: 30 ml / dk ve kuru havanın 400 ml/dk. Kolon sıcaklığı 170°C de 2 dakika tutulduktan sonra 2°C/dakika olacak şekilde 210°C e kadar ısıtılmış ve bu sıcaklık derecesinde 20 dakika beklenmiştir.

Numune, cihaza 1 mikrolitre olarak verilmiştir. Metil esterleri karışımı (Sigma-Aldrich Chemicals) kullanılarak, yağ asitleri belirlenmiştir. GC Solution (Versiyon 2.4) programı kullanılarak kromatogramlar ve toplam yağ asidi miktarları elde edilmiştir. Analizi yapılan numunenin kromatogramında oluşan pikler, standarttaki alıkonma zamanları ile karşılaştırılarak tespit edilmiştir. Verilerin istatistiksel değerlendirmesinde ise SPSS 10.0 programı kullanılarak yağ asidi yüzdeleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen tüm veriler 3 tekrarın ortalaması olup, yağ asidi metil esterlerinin gaz kromatografik analizlerinde, her pişirme yöntemine ait 3'er numune ayrı ayrı enjekte edilmiş aynı yağ asidine ait 3 değerın ortalaması alınmıştır. Yağ asidi oranları arasındaki farklılıklar tek yönlü ANOVA ile analiz edilip, farklılıklar TUKEY HSD testi ile belirlenmiştir. İstatistiksel farklar, p<0.05 düzeyinde olduğunda önemli kabul edilmiştir.

## 2.1. Lipit Kalite İndeksleri

Lipit kalitesinin belirlenmesinde; PUFA/SFA, n-3/n-6 ile aterojenik indeks (Aİ, doymuş yağ asitleri ile doymamış yağ asitleri toplamı arasındaki ilişki) ve trombojenik indeks (Tİ, kan damarlarında pıhtı oluşturma eğilimi) gibi parametreler kullanılmaktadır (Ulbritch ve Southgate, 1991; Hosseini ve ark., 2014).

$$AI: \frac{12:0+4 \times 14:0+16:0}{\Sigma PUFA+\Sigma MUFA}$$

$$TI: \frac{14:0+16:0+18:0}{(0,5) \times \Sigma MUFA+(0,5) \times (N-6)PUFA+3 \times (N-3)PUFA+\frac{N-3}{N-6}}$$

## 2.2. Tablolar

**Tablo 1.** Kızartmada kullanılan yağların yağ asidi kompozisyonu

Yağ Asidi	Zeytin Yağı (ORT.± S.H.*)	Ayçiçek Yağı (ORT. ± S.H.*)	Mısır Özü Yağı (ORT. ± S.H.*)	Fındık Yağı (ORT. ± S.H.*)
C12:0	-	0.03 ± 0.004	0.04 ± 0.006	0.04 ± 0.003
C14:0	-	0.04 ± 0.005	0.18 ± 0.01	0.03 ± 0.005
C16:0	14.22 ± 1.13	6.78 ± 0.54	12.45 ± 0.99	6.31 ± 0.50
C17:0	-	-	1.56 ± 0.12	-
C18:0	2.62 ± 0.21	3.24 ± 0.26	0.01 ± 0.00	2.45 ± 0.20
ΣSFA	16.85 ± 1.34	10.10 ± 0.81	14.26 ± 1.14	8.83 ± 0.70
C16:1n-7	1.15 ± 0.09	0.15 ± 0.01	0.08 ± 0.01	0.20 ± 0.02
C18:1n-9	71.04 ± 5.67	36.97 ± 2.95	30.12 ± 2.40	76.25 ± 6.08
ΣMUFA	72.20 ± 5.76	37.11 ± 2.96	30.20 ± 2.41	76.45 ± 6.10
C18:2n-6	9.95 ± 0.79	52.51 ± 4.19	54.80 ± 4.37	14.53 ± 1.16
C18:3n-6	0.28 ± 0.02	0.23 ± 0.02	-	0.10 ± 0.01
C18:3n-3	0.73 ± 0.06	0.04 ± 0.00	0.74 ± 0.06	0.09 ± 0.01
ΣPUFA	10.95 ± 0.87	52.79 ± 4.21	55.54 ± 4.43	14.72 ± 1.17
Σn-3 PUFA	0.73 ± 0.06	0.04 ± 0.00	0.74 ± 0.06	0.09 ± 0.01
Σn-6 PUFA	10.23 ± 0.82	52.74 ± 4.21	54.80 ± 4.37	14.62 ± 1.17
n-3/n-6	0.07 ± 0.00	0.00 ± 0.00	0.01 ± 0.00	0.01 ± 0.00
ΣPUFA/ΣSFA	0.64 ± 0.05	5.22 ± 0.41	3.89 ± 0.30	1.66 ± 0.13
<b>AI</b>	0.17 ± 0.01	0.08 ± 0.00	0.15 ± 0.01	0.07 ± 0.00
<b>TI</b>	0.39 ± 0.03	0.22 ± 0.01	0.28 ± 0.02	0.19 ± 0.01

S.H.: Standart Hata, SFA: Doymuş Yağ Asitleri, MUFA: Tekli Doymamış Yağ Asitleri, PUFA: Çoklu Doymamış Yağ Asitleri, Aİ: Aterojenik İndeks, Tİ: Trombojenik İndeks.

**Tablo 2.** Farklı bitkisel yağlarda kızartılan lambuka ile ham (çiğ) lambukanın yağ asidi kompozisyonu

Yağ Asidi	Çiğ (HAM)	Ayçiçek Yağı	Zeytin Yağı	Mısır Özü Yağı	Fındık Yağı
	(ORT. ± S.H.*)	(ORT. ± S.H.*)	(ORT. ± S.H.*)	(ORT. ± S.H.*)	(ORT. ± S.H.*)
C12:0	0.10 ± 0.01a	0.02 ± 0.003b	0.02 ± 0.002b	0.03 ± 0.004c	0.01 ± 0.001d
C14:0	0.76 ± 0.09a	0.14 ± 0.02b	0.08 ± 0.007c	0.59 ± 0.07d	0.14 ± 0.02b
C15:0	0.25 ± 0.03a	0.05 ± 0.007b	0.04 ± 0.006b	0.03 ± 0.005b	0.03 ± 0.004b
C16:0	24.15 ± 1.73a	8.21 ± 0.74b	14.70 ± 1.16c	12.69 ± 1.02c	8.08 ± 0.69b
C17:0	0.18 ± 0.002a	0.02 ± 0.004b	0.18 ± 0.015a	0.02 ± 0.003b	0.06 ± 0.007c
C18:0	11.83 ± 0.87a	4.41 ± 0.37b	4.19 ± 0.30b	3.10 ± 0.26b	4.29 ± 0.34b
ΣSFA	37.27 ± 2.52a	12.85 ± 1.14b	19.21 ± 1.48c	16.46 ± 1.19c	12.61 ± 0.84b
C16:1n-7	0.88 ± 0.13a	0.19 ± 0.03b	0.84 ± 0.06a	0.07 ± 0.005c	0.19 ± 0.02b
C18:1n-9	12.39 ± 1.54a	35.98 ± 2.87b	67.08 ± 3.44c	31.16 ± 2.45d	36.44 ± 2.79b
C20:1n-9	0.20 ± 0.02a	0.06 ± 0.007b	0.07 ± 0.005b	0.16 ± 0.01c	0.16 ± 0.03c
ΣMUFA	13.47 ± 1.68a	36.23 ± 2.90b	67.99 ± 4.51c	31.39 ± 2.46d	36.79 ± 3.81b
C18:2n-6	1.76 ± 0.91a	44.92 ± 3.50b	7.71 ± 0.67c	47.40 ± 3.01b	44.95 ± 2.08b
C18:3n-6	0.17 ± 0.02a	0.23 ± 0.02a	0.35 ± 0.03b	0.38 ± 0.04b	0.13 ± 0.01a
C18:3n-3	0.18 ± 0.02a	0.11 ± 0.02a	0.53 ± 0.04b	0.67 ± 0.05c	0.05 ± 0.007d
C20:2n-6	0.02 ± 0.002a	0.04 ± 0.005b	0.04 ± 0.006b	0.02 ± 0.003a	0.05 ± 0.004b
C20:3n-6	0.11 ± 0.02a	0.09 ± 0.008a	0.12 ± 0.01a	0.02 ± 0.003b	0.04 ± 0.006c
C20:4n-6	3.74 ± 0.23a	0.76 ± 0.05b	0.29 ± 0.03c	0.15 ± 0.02d	0.48 ± 0.06e
C20:5n-3	4.30 ± 0.35a	0.41 ± 0.03b	0.27 ± 0.02c	0.24 ± 0.02c	0.40 ± 0.07b
C22:5n-3	1.27 ± 0.09a	0.08 ± 0.01b	0.08 ± 0.01b	0.08 ± 0.01b	0.22 ± 0.02c
C22:6n-3	37.61 ± 1.42a	4.29 ± 0.30b	3.32 ± 0.19b	3.11 ± 0.20b	4.26 ± 0.28b
ΣPUFA	49.16 ± 2.78a	50.93 ± 3.94a	12.71 ± 0.98b	52.07 ± 3.32a	50.58 ± 2.32a
Σn-3 PUFA	43.36 ± 2.67a	4.89 ± 0.36b	4.20 ± 0.26b	4.10 ± 0.27b	4.93 ± 0.41b
Σn-6 PUFA	5.80 ± 0.61a	46.04 ± 3.57b	8.51 ± 0.73c	47.97 ± 3.05b	45.65 ± 3.12b
n-3/n-6	7.47 ± 0.78a	0.10 ± 0.01b	0.49 ± 0.05c	0.08 ± 0.01b	0.10 ± 0.01b
ΣPUFA/ΣSFA	1.31 ± 0.13a	3.96 ± 0.41b	0.66 ± 0.06c	3.16 ± 0.33b	4.01 ± 0.42b
AI	0.43 ± 0.04a	0.10 ± 0.01b	0.18 ± 0.01c	0.18 ± 0.01c	0.09 ± 0.01b
TI	0.24 ± 0.02a	0.22 ± 0.02a	0.36 ± 0.03b	0.31 ± 0.03b	0.22 ± 0.02a

\*Her veri 3 tekrarın ortalamasıdır. Her tekrarda 3 enjeksiyon yapılmıştır.

Her satırda aynı harflerle belirlenen veriler P>0.05 olasılık düzeyinde birbirinden farklı değildir.

S.H.: Standart Hata, SFA: Doymuş Yağ Asitleri, MUFA: Tekli Doymamış Yağ Asitleri, PUFA: Çoklu Doymamış Yağ Asitleri, AI: Aterojenik İndeks, TI: Trombojenik İndeks.



**Tablo 3.** Değişik pişirme yöntemleri ile pişirilen lambuka filetoları ile çığ filetoların yağ asidi kompozisyonu

Yağ Asidi	Çığ (HAM)	Fırın	Izgara	Mikrodalga	Buğulama
	(ORT.± S.H.*)	(ORT.± S.H.*)	(ORT.± S.H.*)	(ORT. ± S.H.*)	(ORT. ± S.H.*)
C12:0	0.01 ± 0.002a	0.09 ± 0.01b	0.10 ± 0.01b	0.18 ± 0.02c	0.23 ± 0.02d
C14:0	0.79 ± 0.09a	0.42 ± 0.04b	0.39 ± 0.05b	0.92 ± 0.06a	0.54 ± 0.05c
C15:0	0.43 ± 0.03a	0.28 ± 0.03b	0.26 ± 0.03b	0.43 ± 0.04a	0.29 ± 0.04b
C16:0	24.07 ± 1.73a	23.23 ± 1.24a	20.91 ± 1.25a	24.71 ± 1.63a	18.63 ± 1.06b
C17:0	0.13 ± 0.002a	0.08 ± 0.01b	0.07 ± 0.001b	0.76 ± 0.08c	0.09 ± 0.02b
C18:0	11.94 ± 0.67a	12.49 ± 0.89a	12.58 ± 0.99a	13.92 ± 1.11a	12.87 ± 0.80a
ΣSFA	37.37 ± 2.52a	36.59 ± 2.19a	34.31 ± 2.33a	40.92 ± 2.48b	32.65 ± 2.33c
C16:1n-7	0.66 ± 0.07a	0.60 ± 0.08a	0.54 ± 0.06a	1.12 ± 0.09b	0.44 ± 0.06a
C18:1n-9	10.96 ± 1.54a	17.08 ± 0.90b	14.34 ± 1.12b	10.18 ± 1.03a	11.86 ± 1.24a
C20:1n-9	0.12 ± 0.01a	0.12 ± 0.02a	0.02 ± 0.003b	0.10 ± 0.01a	0.08 ± 0.02a
ΣMUFA	11.74 ± 1.68a	17.80 ± 0.99b	14.9 ± 1.22b	11.40 ± 1.12a	12.38 ± 1.34a
C18:2n-6	1.17 ± 0.91a	11.24 ± 1.17b	6.52 ± 0.67c	1.51 ± 0.17a	4.70 ± 0.37d
C18:3n-6	0.08 ± 0.03a	0.14 ± 0.03b	0.51 ± 0.03c	0.23 ± 0.02d	0.04 ± 0.01e
C18:3n-3	0.08 ± 0.01a	0.22 ± 0.03b	0.12 ± 0.04c	0.15 ± 0.02c	0.21 ± 0.02b
C20:2n-6	0.21 ± 0.02a	0.18 ± 0.02a	0.19 ± 0.02a	0.26 ± 0.02b	0.21 ± 0.01a
C20:3n-6	0.05 ± 0.02a	0.11 ± 0.01b	0.18 ± 0.02c	0.21 ± 0.02c	0.08 ± 0.007ab
C20:4n-6	4.01 ± 0.33a	2.48 ± 0.30b	15.58 ± 1.24c	3.77 ± 0.30a	3.80 ± 0.25a
C20:5n-3	3.66 ± 0.45a	2.22 ± 0.26b	1.97 ± 0.23b	3.57 ± 0.20a	3.30 ± 0.22a
C22:5n-3	1.06 ± 0.16a	0.84 ± 0.07b	0.76 ± 0.07b	1.08 ± 0.10a	1.60 ± 0.15c
C22:6n-3	40.50 ± 2.42a	28.10 ± 1.80b	24.87 ± 1.43c	36.83 ± 2.53d	40.96 ± 2.37a
ΣPUFA	50.82 ± 2.78a	45.53 ± 2.79b	50.70 ± 3.43a	47.61 ± 3.38ab	54.90 ± 3.31c
Σn-3 PUFA	45.30 ± 3.67a	31.38 ± 2.15b	27.72 ± 2.77c	41.63 ± 3.86a	46.07 ± 3.65a
Σn-6 PUFA	5.52 ± 0.67a	14.15 ± 1.64b	22.98 ± 2.67c	5.98 ± 0.52a	8.83 ± 0.66d
n-3/n-6	8.20 ± 0.95a	2.21 ± 0.25b	1.20 ± 0.13c	6.96 ± 0.80a	5.21 ± 0.60d
ΣPUFA/ΣSFA	1.35 ± 0.15a	1.24 ± 0.14a	1.47 ± 0.17a	1.16 ± 0.13a	1.68 ± 0.19b
AI	0.43 ± 0.05a	0.39 ± 0.04a	0.34 ± 0.03a	0.48 ± 0.05a	0.31 ± 0.03a
TI	0.24 ± 0.02a	0.32 ± 0.03b	0.32 ± 0.03b	0.28 ± 0.03a	0.21 ± 0.02a

\*Her veri 3 tekrarın ortalamasıdır Her tekrarda 3 enjeksiyon yapılmıştır.

Her satırda aynı harflerle belirlenen veriler P>0.05 olasılık düzeyinde birbirinden farklı değildir.

S.H.: Standart Hata, SFA: Doymuş Yağ Asitleri, MUFA: Tekli Doymamış Yağ Asitleri, PUFA: Çoklu Doymamış Yağ Asitleri, AI: Aterojenik İndeks, TI: Trombojenik İndeks.

### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Lambukanın Total Yağ Asidi Kompozisyonuna Değişik Pişirme Tekniklerinin Etkisi

##### 3.1.1. Lambuka Filetolarının Kızartılmasında Kullanılan Besinsel Yağların Yağ Asidi Kompozisyonu

Yağda kızartma yöntemi için kullanılan bitkisel yağların yağ asidi kompozisyonu Tablo 1’de verilmiştir. Her yağın kendine has bir yağ asidi bileşimine sahip olduğu görülmüştür. Örneğin, zeytinyağı ve fındık yağı oleik asit (18:1n-9) ve total tekli doymamış yağ asidi ( $\Sigma$ MUFA); ayçiçek yağı ve mısır özü yağı ise linoleik asit (18:2n-6) ve  $\Sigma$ PUFA ile  $\Sigma$ n-6 PUFA bakımından zengin olduğu görülmüştür (Tablo 1).

##### 3.1.2 Değişik Besinsel Yağlarla Kızartılan Filetoların Total Lipitteki Yağ Asidi Kompozisyonu

Bitkisel yağlarla pişirilen filetolarla çiğ (ham) filetonun total yağ asidi kompozisyonu Tablo 2’de verilmiştir. Denenen yağlarda kızartılan filetolar ile çiğ filetolarda 16:0’ın doymuş yağ asitleri (SFA) arasında, 18:1n-9’un MUFA’lar arasında baskın yağ asitleri olduğu görülmüştür. Besinsel yağlarla kızartılan örneklerde PUFA’lar içinde 18:2n-6, çiğ örneklerde ise % 37.61 ile 22:6n-3, yüzde dağılımda en fazla bulunmuştur. Çiğ filetolarda yağ asidi gruplarında sıralama PUFA>SFA>MUFA şeklinde olmuştur. Bu sonuçlar, Akdeniz’den toplanan balıklardan elde edilen sonuçlarla uyumludur (Prato ve Biandolino, 2012; Akgül, 2019). Ayçiçek yağı ile mısır özü yağı benzer yağ asidi kompozisyonuna sahip oldukları için (Tablo 1), bu yağlarla pişirilen filetoların yağ asidi içeriklerinin de yakın olduğu görülmüştür (Tablo 2). Örneğin her iki yağda pişirilen örneklerde 18:2n-6 ve  $\Sigma$ PUFA ile  $\Sigma$ n-6 PUFA’ların çiğ filetolardan oldukça yüksek olduğu belirlenmiştir. Bunun nedeni ayçiçek ile mısır özü yağının yüksek düzeyde 18:2n-6 içermesidir (Tablo 1). Dolayısıyla kızartma işlemiyle filetolara geçen linoleik asit, balığın yağ asidi bileşimini değiştirmiştir.

Zeytinyağı ile fındık yağında kızartılan filetolarda ise oleik asit ve  $\Sigma$ MUFA içeriğinin hem çiğ balıklardan hem de diğer besinsel yağlarda kızartılan örneklerden çok daha fazla olduğu tespit edilmiştir (Tablo 2). Bunun nedeni, zeytinyağı ile fındık yağında yüksek yüzdede bulunan 18:1n-9’un (Tablo 1), kızartma esnasında filetolarca emilmesi ve onların yağ asidi kompozisyonunu değiştirmesidir (Tablo 2). Çiğ filetolardaki 16:0 ve  $\Sigma$ SFA’lar ile 20:5n-3, 22:5n-3 ve 22:6n-3 düzeylerinin değişik besinsel yağlarda kızartılan filetolardan oldukça yüksek olduğu, 18:1n-9 ve  $\Sigma$ MUFA’ların ise daha düşük olduğu görülmüştür. Bunun nedeni yukarıda da belirtildiği gibi kızartma

yağlarının kimi yağ asitleri bakımından zengin olmaları ve besinsel yağlarda 20:5n-3, 22:5n-3 ve 22:6n-3 gibi n-3 yağ asitlerinin olmamasıdır.

Daha önceki çalışmalarda, kızartma işleminde kullanılan yağın yağ asidi kompozisyonunun, balıkların yağ asidi içeriğine etki ettiği belirlenmiştir (Sánchez-Muniz ve ark., 1992; Little ve ark., 2000; Başhan, 2019). Ayçiçek yağı, uskumrunun linoleik asit yüzdesini 9.74, mısır özü yağı ise 13.7 kat arttırmıştır. Zeytinyağında kızartılan filetoların 18:1n-9 düzeyi % 48.18 yükselmiştir (Başhan, 2019). Zeytin yağında kızartılan lagosta (*Epinephelus coioides*) 18.1n-9 düzeyi artmış, EPA ve DHA azalma olmuştur (Zahra Momenzadeh ve ark., 2017). Çalışmada da görüldüğü gibi belirli yağ asitleri bakımından zengin olan besinsel yağlar, kızartma işlemi ile filetolara geçip yağ asidi kompozisyonunun değişimine neden olmuştur. Kızartma yağında baskın olan yağ asitlerinin balıklara geçmesi, bitkisel yağlarda bulunmayan ve önemli n-3 PUFA'lar olan (Tablo 1) EPA ve DHA oranlarını da çok fazla düşürmüştür.

Gıdalardaki yağların besinsel kalitesini belirleyen başlıca parametreler; n-3/n-6 oranı, PUFA/SFA oranı, Aİ ile Tİ indeksleridir. Çalışmada çığ lambuka filetosunda  $\omega$ -3/ $\omega$ -6 oranı 7.47 olarak bulunmuştur (Tablo 2). Sağlıklı beslenme için bu indeksin 0.2'den fazla olması gerekir (Simopoulos, 2002). Çığ lambukadaki n-3/n-6 oranının, önerilen aralığın oldukça üstünde olması, balığın önemli bir diyet kaynağı olduğunu gösterir. Farklı balık türlerinde bu oran 0.24- 4.1 arasında belirlenmiştir (Hosseini ve ark., 2014). Mersin Karatepe Koy'unda çalışılan sekiz balıkta n-3/ n-6 oranı, 2.3-7.86 arasında belirlenmiştir (Akgül, 2019). Farklı besinsel yağlarda kızartılan lambuka filetolarında n-3/ n-6 oranı 0.08 (mısır özü yağında kızartılmış balıklar) – 0.49 (zeytinyağında kızartılmış balıklar) arasında tespit edilmiştir (Tablo 2). Görüldüğü gibi yağlarda kızartılan lambuka filetolarında, n-3/n-6 oranı ham filetolara oranla hayli düşük bulunmuştur. Bu orana göre, denenen yağlar arasında en sağlıklı yağın zeytinyağı olduğunu söyleyebiliriz. Mısır özü yağı, ayçiçek ve fındık yağında 18:2n-6'nın fazla düzeyde olması, bu yağlarla kızartılan balıkların n-3/n-6 oranının düşük olmasına neden olmuştur. Daha önce yapılan çalışmada, bu orandaki azalma en fazla ayçiçek yağında, en az zeytinyağında kızartılan örneklerde bulunmuştur (Başhan, 2019). Mısır özü yağında kızartılan Hamsi (*Engraulis encrasicolus*) balığında n-3/n-6 oranı 1.21, çığ balıkta ise 9.93 olarak saptanmıştır (Turhan ve ark., 2011). Ayçiçek yağı, çipura balığında n-3/n-6 oranını 26.75 kat azaltmıştır (Özoğul ve ark., 2009).

PUFA/SFA oranının sağlıklı bir diyet için 0.4'ten fazla olması önerilmektedir (WHO, 2003). Araştırmamızda çığ lambukada bu oran 1.31, değişik besinsel yağlarda kızartılan filetolarda 0.66 – 3.16 arasında bulunmuştur. Ayçiçek yağı ve mısırözü yağında 18:2n-6 yüksek olduğu için bu yağlarda kızartılan filetolarda oran yüksek olarak saptanmıştır (Tablo 2). Örneğin, ayçiçek yağında kızartılan sardalyada PUFA/SFA oranı kontrole oranla 3.0 kat (Gall ve ark., 1983), uskumruda ise 1.5 kat artmıştır (Başhan, 2019). Ulbricht ve Southgate'ın (1991), kullandığı ve formülleri daha önce

belirtilen indekslerden Aİ, çeşitli yağ asitlerinin, serum kolesterol düzeyi üzerine olan etkileriyle ilgilidir. Tİ ise trombositlerin agregasyonunu uyarma potansiyelinin bir ölçüsüdür. Her iki indeksin yüksek olması, kalp-damar hastalıkları için bir risktir. Bu nedenle beslenme uzmanları bu indekslerin 1.0'den düşük olmasını önermektedir. Çalışmada Aİ indeksi 0.09 (fındık yağında kızartılan filetolar) – 0.43 (çiğ fileto); Tİ ise 0.22 (fındık yağında kızartılan filetolar) – 0.36 (zeytinyağında kızartılan filetolar) aralığında bulunmuştur (Tablo'2). Fındık yağında kızartılan filetolarda her iki indeksin, çiğ ve diğer yağlarda kızartılan filetolardan daha düşük olmasının nedeni, bu yağda kızartılan balıklarda 16:0'ın düşük; 18:1n-9 ve  $\sum$ MUFA'nın yüksek olmasıdır (Tablo 2). Bu verilere göre, Aİ ve Tİ indeksi bakımından en uygun yağın fındık yağı, n-3/n-6 oranı açısından ise zeytinyağı olduğunu söyleyebiliriz.

### 3.1.3. Kızartma Dışındaki Yöntemlerle Pişirilen Lambukanın Total Lipitteki Yağ Asidi Kompozisyonu

Kızartma dışındaki tekniklerle pişirilen balığın total yağ asidi kompozisyonu Tablo 3'te verilmiş olup buradan da anlaşılacağı üzere ham örnek ile kızartma dışındaki yöntemlerle pişirilen filetolarda doymuş yağ asitleri içerisinde palmitik asit, tekli doymamışlar içerisinde oleik asit, çoklu doymamışlar içerisinde ise DHA'nın baskın olduğu görülmüştür. Buğulama yönteminde 16:0 ve  $\sum$ SFA yüzdesi, çiğ (ham) filetolara oranla bir miktar azalmıştır. Fırınla pişirme yöntemlerinde 18:1n-9, 18:2n-6,  $\sum$ MUFA,  $\sum$ n-6 PUFA artmış, DHA,  $\sum$ PUFA,  $\sum$ n-3 PUFA yüzdeleri önemli oranda düşük bulunmuştur. Izgarada pişirme yönteminde ise 20:4n-6 ile  $\sum$ n-6 PUFA artmış,  $\sum$ n-3 PUFA ve DHA azalmıştır (Tablo 3). n-3/n-6 oranı, fırın ve ızgara ile pişirme işleminde oldukça düşük bulunmuştur. Bunun nedeni, fırın ile pişirilen filetolarda n-6 yağ asitlerinden 18:2n-6'nın, ızgara ile pişirilenlerde ise 20:4n-6'nın çiğ filetolara oranla oldukça yüksek yüzde de bulunmasıdır. Tablo 3'te de görüldüğü gibi çiğ (ham) filetolarda 8.20 olan n-3/n-6 oranı ızgara yöntemi ile pişirilen örneklerde 1.20, fırınla pişirilenlerde 2.21 olarak bulunmuştur.

Tüm bu veriler özellikle ısı işlemler uygulanan fırında ve ızgarada pişirme yöntemlerinin lambuka total lipitlerindeki yağ asidi kompozisyonunu olumsuz bir şekilde değiştirdiğini göstermiştir. Çünkü her iki yöntemde  $\sum$ n-3 PUFA ile n-3/n-6 yüzdeleri kontrol filetolarına oranla önemli düzeyde azalmıştır. Bu parametreler mikrodalga ve buğulama ile pişirilen örneklerde ham örneklere yakın bulunmuştur. Bu nedenle bu pişirme yöntemleri arasında en sağlıklı yöntemlerin buğulama ve mikrodalga ile pişirme yöntemleri olduğunu söyleyebiliriz.

Buğulama işlemi, Çipura balığında 18:1n-9 ve  $\sum$ n-3 PUFA yüzdesinde azalmaya neden olmuş, Sarı Benekli Lagos balığında ise n-3 PUFA'lardan EPA ve DHA düzeylerini değiştirmemiştir (Zahra Momenzadeh ve ark., 2017).

Kızartma dışında denenen çeşitli pişirme teknikleri uskumru (Başhan, 2019), Ringa (Ilow ve Ilow, 2002) ve Deniz Levreğinin (Yanar ve ark., 2007) bireysel yağ asitleri ile yağ asitleri grubu kompozisyonu, üzerinde önemli bir etki oluşturmamıştır.

Çalışmada kızartma dışında uygulanan pişirme yöntemleri lambuka filetolarının PUFA/SFA oranını pek fazla etkilemezken, mikrodalga ve buğulama ile pişirme dışındaki yöntemler, n-3/n-6 oranını oldukça düşürmüştür (Tablo 3).

Mikrodalgayla pişirilen ve buğulama yapılan dört tatlı su balığında (Neff ve ark., 2014), fırında ve mikrodalgada pişirilen, buğulama, tütsüleme ve ızgara yapılan uskumruda n-3/n-6 ile PUFA/SFA oranı değişmemiştir (Başhan, 2019).

Değişik pişirme yöntemleriyle pişirilen lambukadaki Aİ ve Tİ değerleri, beslenme uzmanlarının önerdiği aralık olan 1.0'in altında bulunmuştur (Tablo 3). Bu da sağlık açısından bir risk oluşturmadığının kanıtıdır.

Tırsi (*Alosa immaculata*) balığında, Aİ indeksi ızgarada, Tİ ise hem ızgara hem de buğulamada artmıştır (Merdzhanova ve ark., 2016). Fırında pişirilen Hazar kutumu (*Rutilus kutum*) balığında Aİ ve Tİ değerleri kontrole yakın çıkmış, ancak mikrodalgada pişirme yönteminde artmıştır (Hosseini ve ark., 2014). Bu sonuçlar, yaptığımız çalışmadan elde edilenlerle uyum içindedir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Kızartma işleminin balıkların yağ asidi kompozisyonuna önemli etki yaptığı, ayçiçek ve mısır özü yağında kızartılan filetolarda 18:2n-6 ile  $\sum$ n-6 PUFA'nın, zeytinyağı ve fındık yağında kızartılan örneklerde 18:1n-9 ve  $\sum$ MUFA'nın kontrole oranla önemli düzeyde arttığı saptanmıştır.

Fırınla pişirme yöntemlerinde 18:1n-9, 18:2n-6,  $\sum$ MUFA,  $\sum$ n-6 PUFA artmış, DHA,  $\sum$ PUFA,  $\sum$ n-3 PUFA yüzdeleri önemli oranda düşük bulunmuştur. Iızgarada pişirme yönteminde ise 20:4n-6 ile  $\sum$ n-6 PUFA artmış,  $\sum$ n-3 PUFA ve DHA azalmıştır. Her iki pişirme yöntemi ile değişik bitkisel yağlarda kızartılan filetolarda n-3/n-6 oranı, kontrol balıklara oranla oldukça düşük bulunmuştur.

n-3/n-6 değerleri baz alındığında yağda pişirme yönteminde en sağlıklı yağın zeytin yağı, kızartma dışında denenen yöntemlerden ise en uygun olanın buğulama ve mikrodalgada pişirme yöntemi olduğunu söyleyebiliriz.

Tüm pişirme yöntemlerinden elde edilen Aİ ve Tİ değerleri, beslenme uzmanlarının önerdiği aralığın altında bulunmuştur.

## **Teşekkür**

Bu çalışma Nasuh AKGÜL'ün Doktora Tezinin bir bölümünden türetilmiş olup DÜBAP (Dicle Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri) tarafından desteklenmiştir (Proje No: FBE.21.019).

## **Yazarların Katkısı**

Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

## **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

## **Kaynaklar**

- Abraha, B., Admassu, H., Mahmud, A., Tsighe, N., Shui, X.W. and Fang, Y. (2018). Effect of processing methods on nutritional and physico-chemical composition of fish: a review. *Food Processing and Technology*, 6(4), 376-382. <https://doi.org/10.15406/mojfpt.2018.06.00191>.
- Akgül, N., (2019). *Akdeniz'deki bazı balıkların yağ asidi içerikleri* (Tez no 10264151). Dicle Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Diyarbakır.
- Başhan, U. (2019). *Uskumru balığının (Scomber scombrus) yağ asidi içeriğine farklı pişirme tekniklerinin etkisi*. Biruni Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Folch J, Lees M, & Stanley G.H.S. (1957), A simple method for the isolation and purification of total lipides from animal tissues. *The Journal of Biological Chemistry*, 226, 497–509.
- Gall, K. L., Otwell, W. S., Koburger, J. A., & Appledorf, H. 1983. Effects of four cooking methods on the proximate, mineral and fatty acid composition of fish fillets. *Journal of Food Science Technology* 48:1068–1074.
- Garcia-Arias, M.T.; Pontes, E.A.; Garcia-Linares, M.C.; Garcia-Fernandez, M.C.; & Sanchez- Muniz, F.J. Cooking-freezing-reheating (CFR) of sardine (*Sardina pilchardus*) fillets. Effect of different cooking and reheating procedures on the proximate and fatty acid composition. *Food Chemistry* 2003, 83, 349–356.
- Horrocks, L. A., and Y. K. Yeo. 1999. Health benefits of docosahexaenoic acid (DHA), *Pharmacological Research*, 40(3), 211–225. doi:10.1006/phrs.1999.0495
- Hosseini, H., Mahmoudzadeh, M., Rezaei, L., Mahmoudzadeh, R., Khaksar, N., Khosroshahi K., & Babakhani, A. (2014). Effect of different cooking methods on minerals, vitamins and nutritional quality indices of kutum roach (*Rutilus frisii kutum*). *Food Chemistry* 148: 86-91.
- Ilow, B.R. & Ilow, R. (2002), Comparison of the effects of microwave cooking and conventional cooking methods on the composition of fatty acids and fat quality indicators in herring. *Nahrung/ Food*, 6, 383-388.
- Kaushik, S. J., Corraze, G., Radunz-Neto, J., Larroquet, L., and Dumas, J. 2006. Fatty acid profiles of wild brown trout and Atlantic salmon juveniles in the Nivelle basin. *Journal of Fish Biology* 68: 1376–1387.

- Little, S. O., Armstrong, S. G., & Bergan, J. G. (2000) Fatty acids in foods and their health implications. In C. K. Chow (Ed.), *Factors affecting stability and nutritive value of fatty acids: Culinary practices* (2nd ed., pp. 427–437). New York, NY: Marcel Dekker.
- Loftsson, T., Ilievska, B., Asgrimsdottir, G. M., Ormarsson, O. T., & Stefansson, E. (2016) Fatty acids from marine lipids: Biological activity, formulation and stability. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 34:71–75.
- Loughrill E, & Zand N. An Investigation into the fatty acid content of selected fish-based commercial infant foods in the UK and the impact of commonly practiced re-heating treatments used by parents for the preparation of infant formula milks. *Food Chemistry*, 2016; 197: 783 - 789.
- Merdzhanova, A., Dobрева, D.A., & Makedonski, L. (2016) Comparison of polyunsaturated fatty acid and fat-soluble vitamins content of cooked Shad (*Alosa immaculata*). *Journal of Agricultural Technology* 12(6): 1043-1056.
- Neff, M. R, Bhavsar, S.P., Braekevelt, E., & Arts, M. T. Effects of different cooking methods on fatty acid profiles in four freshwater fishes from the Laurentian Great Lakes region. *Food Chemistry* 164, 544–550 (2014)
- Özogul, Y., Özogul, F., Çiçek, E., Polat, A., & Kuley, E., 2009. Fat content and fatty acid compositions of 34 marine water fish species from the Mediterranean Sea. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*. 60(6): 464-475.
- Prato, E. & Biandolino, F., 2012. Total lipid content and fatty acid composition of commercially important fish species from the Mediterranean, Mar Grande Sea. *Food Chemistry* 131: 1233–123.
- Sa'nchez-Muniz, F. J, Viejo, J. M., & Medina, R. (1992), Deep-frying of sardines in different culinary fats. Changes in the fatty acids composition of sardines and frying fats. *Journal Agriculture. Food Chemistry* 40, 2252–2256.
- Simopoulos, A. P. (2002). Omega-3 fatty acids in inflammation and autoimmune diseases. *Journal of American College Nutrition*, 21, 495–505.
- SPSS10.0 for Windows. Statistical Software, SPSS Inc., Chicago, IL, 1999.
- Turhan S, Üstun N.S.; & Temiz H. Lipid quality of anchovy (*engraulis encrasicolus*) fillets affected by different cooking methods. *International Journal of Food Properties*, 14:1358–1365, 2011
- Turkkan, A.U.; Cakli, S.; & Kilinc, B. Effects of cooking methods on the proximate composition and fatty acid composition of seabass (*Dicentrarchus labrax*, Linnaeus, 1758). *Food and Bioproducts Processing* 2008, 86, 163–166.
- Ulbricht, T. & Southgate, D. (1991). Coronary heart disease: seven dietary factors. *Lancet* 338: 985–992.
- Un, H., StroËhle A., & Wolters M. ErnÄhrung bei Erkrankungen des rheumatischen Formenkreises. *Monatsschrift für Pharmazeuten* 2007; 30: 138 ± 146.
- Weber, J.; Bochi, V.C.; Ribeiro, C.P.; Victoria, A.M.; & Emanuelli, T. Effect of different cooking methods on the oxidation, proximate and fatty acid composition of silver catfish (*Rhamdia quelen*) fillets. *Food Chemistry* 2008, 106, 140–146.
- WHO, Diet, nutrition and the prevention of chronic disease: report of a joint WHO/FAO expert consultation. WHO technical report series 916, WHO, Geneva (2003).
- Yanar Y, Küçükgülmez A, Ersoy B, & Çelik M. (2007), Cooking effects on fatty acid composition of cultured sea bass (*Dicentrarchus labrax*) fillets. *Journal of Muscle Foods*, 18 (1), 88–94.
- Zahra Momenzadeh, Z., Khodanazary, A., & Ghanemi, K. (2017), Effect of different cooking methods on vitamins, minerals and nutritional quality indices of orangespotted grouper (*Epinephelus coioides*). *Food Measure*, 11, 434–441

# KARADENİZ FEN BİLİMLERİ DERGİSİ

## YAZIM KURALLARI

Özet kısmında çalışmanın yenilikleri ve temel bulguları vurgulanmalıdır. Türkçe ve İngilizce özet kısımları Times New Roman yazı tipi ile yazılmalıdır ve 10 punto büyüklüğü seçilmelidir. Özet kısmının yazımında tek satır aralığı seçilmelidir. Makale özetinin en fazla 200 kelime olmasına dikkat edilmelidir. Türkçe ve İngilizce özetlerin 1 (bir) sayfayı geçmemesi önerilmektedir. Anahtar kelime sayısı en az 3 en fazla 6 olmalıdır.

Makalenin sayfa yapısı A4 kağıt boyutuna ve tüm kenar boşlukları 2 cm olmalıdır. Hem Türkçe hem de İngilizce başlıklar makale konusuna uygun, amacı ve sonucu anlatan, kısa ve yalın olmalıdır. Makale başlığı koyu, ilk harfleri büyük ve ortalanarak 14 punto Times New Roman fontu ile yazılmalıdır. Türkçe makalelerde İngilizce başlık, İngilizce özetten önce verilmelidir. Yazar isimleri kısaltılmadan soy isimler büyük harfle başlığın altına yan yana ortalanarak yazılır. Adreslerde kısaltma kullanılmamalıdır. Farklı adreslere sahip yazarlar için rakamlı üst indis kullanılmalıdır. İsimler Times New Roman 12 punto, düz; adresler ise Times New Roman 10 punto, düz olmalıdır. İsimlerden önce Ünvan yazılmamalıdır. Ayrıca sorumlu yazarın e-posta adresi 10 punto Times New Roman fontunda Sorumlu Yazar kısmına yazılmalıdır.

Ana metin 12 punto yazı büyüklüğünde Times New Roman yazı tipi ile 1,5 satır aralığında ve her iki yana yaslı şekilde yazılmalıdır. Ana bölüm başlıkları numaralandırılmalı, kelimelerin ilk harfleri büyük olmalı ve **koyu (bold)** karakterde yazılmalıdır. Ana bölüm başlığından sonra 1,5 satır aralıklı bir satır boşluk bırakılarak metne geçilmelidir. Başlıkla üst metin arasında da bir satır boşluk bırakılmalıdır. Paragraflar 1 cm içeriden başlamalıdır. Paragraflar arasında boşluk bırakılmamalıdır.

Bu bölümde çalışmayla ilgili yeterli literatür taraması verilmeli, çalışmanın amaçları ve literatürdeki yeri vurgulanmalıdır. Detaylı literatür incelemesinden ve sonuçların özetinin verilmesinden kaçınılmalıdır.

Materyal ve Metot bölümünde çalışmada kullanılan materyal ve metotlar detaylı ve açık bir şekilde anlatılmalıdır.

Şekiller grafik, diyagram fotoğraf, resim, harita olabilir. Şekil yazısı şeklin alt kısmına yazılmalıdır. Hem şekil hem de şekil yazısı sayfaya ortalanmalıdır. Şekil yazılar okunaklı olmalıdır. Şekil ile üst metin arasında 1 satır boşluk bırakılmalıdır. Şekil yazısı ile alt metin arasında da 1 satır boşluk bırakılmalıdır. Şekil yazısı 11 punto ve tek satır aralıklı olarak yazılmalıdır. Şekil yazılarına atıfta bulunulmalıdır.

Tablolar açık çerçeveli tercih edilebilir. Tablo yazısı tablonun üst kısmına yazılmalıdır. Hem tablo hem de tablo yazısı sayfanın soluna hizalanmalıdır. Tablo yazısı ile üst metin arasında 1 satır boşluk bırakılmalıdır. Tablo ile alt metin arasında 1 satır boşluk bırakılmalıdır. Tablo yazıları tercihen



11 punto ile ya da 10 punto ile yazılmalıdır ve tek satır aralığı seçilmelidir. Tablo yazılarına atıfta bulunulmalıdır.

Denklem ekleme ihtiyacı duyulduğunda denklemler sırasıyla 1'den başlanarak numaralandırılmalıdır. Denklem paragraftan başlanarak yazılır. Denklem numarası sağ kenara yerleştirilmelidir. Denklem ile metin arasında üstten ve alttan bir satır boşluk bırakılır. Denklemler resim formatında olmamalıdır.

Bulgular ve Tartışma bölümünde çalışma sonucunda elde edilen bulgular verilmelidir. Elde edilen bulgular ile ilgili literatür çalışmaları yapılarak karşılaştırmalar yapılabilir.

Sonuçlar ve Öneriler bölümünde çalışmadan elde edilen sonuçlar verilmelidir. Okuyucular için öneriler ve görüşler belirtilebilir.

Teşekkür kısmında çalışmada yardımcıları ya da destekleri bulunan kişi veya kişilere ya da kurumlara teşekkür edilebilir.

Yazarların makaleye olan katkıları belirtilmelidir. (Örneğin: Tüm yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.), (Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.), (Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.)

Kaynaklar 11 punto yazı büyüklüğünde Times New Roman yazı tipi ile tek satır aralığında yazılmalıdır. Kaynaklar yazar soyadına göre (alfabetik sıralama) dizini hazırlanmalıdır ve sayfanın sol kenar boşluğu hizasından başlanarak yazılmalıdır. Metin içindeki literatür açıklamaları soyadı ve tarih verilme suretiyle (Soyadı, 2017), (Soyadı ve Soyadı, 2017) şeklinde düzenlenmelidir. İki den fazla yazar olması durumunda birinci yazardan sonra "ark." kısaltılması yapılmalıdır (Soyadı ve ark., 2017). Birden fazla kaynak belirtilmek istendiğinde bunlar noktalı virgül ile ayrılmalıdır (Soyadı, 2017; Soyadı ve Soyadı, 2017). Kaynaklar APA formatından esinlenerek hazırlanmıştır.

#### **Periyodik yayınlar:**

Soyadı, A., Soyadı, B. B. ve Soyadı, C., (2017). Yayınlanan Makalenin Adı. *Makalenin Yayınlandığı Dergi Adı*, 7(1), 1-12.

#### **Kitaplar:**

Soyadı, A. A., (2017). *Kitap adı*. Kitabın basıldığı yer: Yayınevi.

#### **Sempozyum, Kongre, Bildiri:**

Soyadı, A., Soyadı, B. B. ve Soyadı, C., (2017, Ay). Yayınlanan Bildirinin Adı. *Bildirinin Yayınlandığı Sempozyum, Kongre, Toplantı ya da Konferans Adı* (s. 1-12). Şehir: Varsa Üniversite veya Kuruluş.

#### **Tez:**

Soyadı, A. A., (2017). *Yüksek Lisans veya Doktora Tezinin Adı*. Yüksek Lisans Tezi, Giresun Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Giresun.

#### **Diğer Kaynaklar:**

Hallam, A. Duality in consumer theory [PDF document]. Retrieved from Lecture Notes Online Web site: <http://www.econ.iastate.edu/classes/econ501/Hallam/index.html>  
URL-1: <http://www.giresun.edu.tr>, (Erişim Tarihi: 22 Mart 2017).

# **THE BLACK SEA JOURNAL OF SCIENCES**

## **AUTHOR GUIDELINES**

The abstract section should highlight the research in question's novelties and fundamental findings. Both the Turkish and English versions of the abstracts should be single spaced, and should be written in Times New Roman with a 10 pt font size. Abstracts should be no more than 200 words in length. Both versions of the abstract together should not exceed one (1) page in length. Number of keywords should be no less than 3, and no more than 6.

The page structure of the paper should be A4 size (210x297mm) and all margins should be 2 cm. Both Turkish and English titles should be appropriate for the topic of the paper, should describe the purpose of the paper and its conclusion and should be short and simple. The title of the paper should be in bold, with initials large and centered and 14 pt Times New Roman font. The Turkish title in the English papers should be given before the Turkish abstract. Author names are written side by side under the heading, without abbreviation (surnames in capital letters). Abbreviations should not be used in addresses. Numerical overhead indices should be used for authors with different addresses. Names of the authors should be Times New Roman 12 pt. and addresses should be Times New Roman 10 pt and flat. Appellations should not be written before names. In addition, the corresponding author's e-mail address should be written in 10 pt Times New Roman font in Corresponding Author.

The main text should be typed in Times New Roman font with a font size of 12 pt and lines spacing of 1.5. Main headings should be numbered and written in bold, and the initial letter of each word within the heading should be capitalized. A single 1.5-sized line spacing should be left underneath each main heading. A single line spacing should also be left between the heading and the text preceding it. Paragraphs should be indented by 1 cm. Spacing should not be left between paragraphs.

An adequate number of academic/scientific literature relating to the research in question, as well the overall aims of the research should be provided and emphasized within this section. Here, one should avoid detailed examining the literature as well as should avoid summarizing any results.

Materials and methodology used in the conducting of the research need to be described in detail in this section.

Figures can entail graphics, diagrams, photographs, illustrations, and/or maps. Figure descriptions should be written at the bottom of or below the figure(s), and should be legible. A single line space should be left between the figure and the text preceding it. Figure descriptions should be typed in a point-size of 11, as well as should be referenced.

Tables preferably should be open framed. Table descriptions should be written at the top of or above table. Both the table and the table description should be aligned on the left of the page. A single line space should be left between the table and the text preceding it. Table descriptions preferably should be single-spaced and written in either 11 or 10 pt. font, as well as should be referenced.

Equations—where needed—should be numbered from 1 and onwards. Equations are written starting with/following the paragraph. The equation number should be placed on the right edge. A single line spacing should be left between the equation and both the preceding as well as subsequent text. Equations should not be presented in the format of an image.

In Findings and Discussion Section, the results of as well as the findings obtained from the research in question are provided in this section. Here, one can compare and contrast the obtained findings with other relevant academic/scientific literature.

The conclusions of the results obtained from the research in question are given in this section. Here, one can provide readers with suggestions and personal comments.

Acknowledgements section is where one can acknowledge and thank the individuals and/or institutions who helped with and supported the author(s) with her/his/their research.

Contribution of the authors to the article should be indicated. (For example: All authors contributed equally to the study.), (There is no conflict of interest between the authors.), (The author declares that this study complies with Research and Publication Ethics.)

The references should be typed in Times New Roman font with a size of 11 pt font in single line spacing. Bibliographic resources should be arranged in alphabetical order according to the surname(s) of the author(s), and should be written starting from the left corner margin of the page. References to citations within the text should include the author's surname and the year of publication in parenthesis: (Surname, 2017), (Surname and Surname, 2017). In situations whereby a citation reference involves more than two authors, the abbreviation "et al." is to be written after the first author's surname: (Surname et al., 2017). In case of citing more than one resource, surnames and dates are to be separated using semicolons: (Surname, 2017; Surname and Surname, 2017). References should be prepared according to APA (American Psychological Association) Style format.

#### **Periodicals:**

Surname, A., Surname, B. B., and Surname, C., (2017). Title of the Published Paper. *Name of the Journal that the Paper is Featured/Published in*, 7(1), 1-12.

#### **Books:**

Surname, A. A., (2017). *Book title*. Location of where the book was published: Publisher.

#### **Symposiums, Congresses, Presentations:**

Surname, A., Surname, B. B., and Surname, C., (2017, Month). Title of the Published Presentation. *Name of the Symposium, Congress, Meeting or Conference that the Presentation was delivered at*. (pp. 1-12). City: University or Institution (If available).

**Theses and Dissertations:**

Surname, A. A., (2017). *Title of the Graduate or Doctoral Thesis/Dissertations*. Graduate Thesis, Giresun University, Institute of Natural Sciences, Giresun.

**Other Resources:**

Hallam, A. Duality in consumer theory [PDF document]. Retrieved from Lecture Notes Online Web site:  
<http://www.econ.iastate.edu/classes/econ501/Hallam/index.html>

URL-1: <http://www.giresun.edu.tr>, (Date Accessed: 22 Mart 2017).

# Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi (KFBD)

## The Black Sea Journal of Sciences

Giresun Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Güre Kampüsü, GİRESUN  
Telefon: 0 454 310 10 87-88 Faks: 0 454 310 10 89 E-posta: kfbd@giresun.edu.tr  
ISSN: 2564-7377 (Online) <http://dergipark.gov.tr/kfbd>

### TELİF HAKKI DEVİR SÖZLEŞMESİ

**Makale Adı** :

**Makalenin yazarları** :

**Sorumlu Yazar;**

**Adı Soyadı** :

**Adresi** :

**T.C. Kimlik No** :

**E-posta** :

**Telefon** :

Sunulan makalenin sorumlu yazarı tüm yazarlar adına aşağıdaki konuları taahhüt eder:

- Bu makale tarafım(ız)dan yapılmış özgün bir çalışmadır ve makalede intihal yapılmamıştır.
- Bu çalışma için yazar(lar) her türlü sorumluluğa ortaktır.
- Bu makale başka bir yerde yayınlanmamıştır ve yayınlanmak üzere sunulmamıştır.
- Yazar(lar) makaleyi görmüş ve onaylamıştır.
- Makalede bulunan materyaller, diğer şahısların telif haklarını ihlal etmemektedir.
- Makale etik kurallara uygundur ve belirtilen materyaller ve yöntemler kullanıldığında herhangi bir zarara ve yaralanmaya neden olmayacaktır.
- Telif hakkı ihlali durumunda tüm sorumluluk yazar(lar)a aittir.

Yazar(lar) makalenin telif hakkından feragat etmeyi kabul ederler. Makalenin telif hakkı Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi'ne devredilmiştir.

Makalenin tüm yazarlarından makale ile ilgili tüm mali hakları Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi'ne devretme hususunda yetki aldığımı ve bu nedenle doğabilecek tüm uyuşmazlıklardan sorumlu olacağımı taahhüt ederim.

Makaleye ait tüm materyaller, bilim ve yayın kurulunca bir yıl süreyle saklanacak ve daha sonra imha edilecektir. Bu belge sorumlu yazar tarafından ıslak imza ile imzalanmalıdır.

**Sorumlu Yazar Adı Soyadı:**

**İmza / Tarih:**

# **Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi (KFBD)**

## **The Black Sea Journal of Sciences**

Giresun University Institute of Natural Sciences Güre Campus, GİRESUN  
**Phone:** 0 454 310 10 87-88 **Fax:** 0 454 310 10 89 **E-mail:** kfbd@giresun.edu.tr  
ISSN: 2564-7377 (Online) <http://dergipark.gov.tr/kfbd>

### **AGREEMENT FOR THE TRANSFER OF COPYRIGHT**

**Title of Paper** :

**Authors' Names** :

**Corresponding Author;**

**Full Name** :

**Address** :

**Identity Number** :

**E-mail** :

**Telephone** :

The corresponding author of the submitted manuscript undertakes on behalf of all authors for following issues:

- This manuscript is an original work done by us and is not plagiarized.
- The author(s) are responsible for all kinds of responsibilities for this study.
- This article has not been previously published and is not under consideration by another journal.
- The author(s) has seen and confirmed the article.
- The material contained in the article does not infringe the copyrights of other persons.
- The article is suitable for ethical rules. The use of the specified materials and methods will not cause any damage or injury.
- In the event of copyright infringement, all responsibility belongs to the author(s).

The authors agrees to disclaim the copyright of the article. The copyright of the manuscript has been transferred to The Black Sea Journal of Sciences.

I undertake to authorize from all authors of the article to transfer all financial rights related to the study to The Black Sea Journal of Sciences, and to be liable for all incidences arising from this.

All materials belonging to the study will be kept for one year at the time of the science and publishing committee and will be destroyed later. This document must be signed by the corresponding author with a wet signature.

**Corresponding Author Full Name:**

**Signature / Date:**

# KARADENİZ FEN BİLİMLERİ DERGİSİ

## Etik İlkeler ve Yayın Politikası

Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi Mart, Haziran, Eylül ve Aralık aylarında olmak üzere yılda dört kez yayımlanan hakemli akademik bir dergidir.

Gönderilecek eserlerde; alanında bir boşluğu dolduracak özgün bir araştırma makalesi olması şartı aranır.

Dergimizde hakemlerin ve yazarların birbirlerine karşı kimliklerinin gizli tutulduğu çift taraflı kör hakem sistemi kullanılır. Yazarlar ve hakemler, kimliklerinin gizli kalması için gayret göstermelidir. Bu amaçla sisteme dosya gönderen yazar, editör, hakem gibi kişilerin metin ve dosyaları sisteme yüklerken dikkat etmeleri gerekir.

Yayın Kurulu, dergiye gönderilen eserlerin öncelikle yayın ilkeleri ile dergi kapsamı, bilimsel içerik ve şekil açısından inceler. Ön incelemeden geçen eserler değerlendirilmesi amacıyla en az 2 hakeme gönderilir. Eserin dergiye kabul edilebilmesi için 2 hakemden de olumlu değerlendirme alması gerekir. Gerektiği durumlarda 3. hakemden de değerlendirme sürecine katkı sağlaması istenebilir. Son karar editöre aittir.

Yayımlanmak üzere gönderilen makaleler ayrıca intihal tespitinde kullanılan özel bir program aracılığıyla makalelerin daha önce yayımlanmamış olduğu ve intihal içermediği teyit edilir.

Kabul edilen eserin yayınlanma süreci, eserin alındığı tarihten itibaren 2-6 ay sürmektedir.

Dergiye makale gönderimi ücretsizdir. Yayına kabul edilen makaleden de hiçbir ücret talep edilmez.

Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi, hakemli ve açık erişim politikasını benimsemiş bir dergidir. Bu bağlamda, Budapeşte Açık Erişim Hareketine (BOAI) taraftır. BOAI'ye göre Açık Erişim, "hakem değerlendirmesinden geçmiş bilimsel literatürün, internet aracılığıyla; finansal, yasal ve teknik engeller olmaksızın, serbestçe erişilebilir, okunabilir, indirilebilir, kopyalanabilir, dağıtılabilir, basılabilir, taranabilir, tam metinlere bağlantı verilebilir, dizinlenebilir, yazılıma veri olarak aktarılabilir ve her türlü yasal amaç için kullanılabilir olması"dır.

Dergimize gönderilen akademik çalışmalardaki intihalleri tespit etmek amacıyla İntihal Tespit Programları kullanılır. Dergimize makale gönderen yazarlar etik ihlal yapmadıklarını beyan etmiş sayılırlar. İntihal yaptığı tespit edilen yazarların eserlerine dergimizde yer verilmez. Bu konuyla ilgili rapor yazara gönderilir.

Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi yazarlardan makale değerlendirme ve yayın süreci için herhangi bir ücret talep etmemektedir.

Bu dergi, iştirak eden kütüphanelerin dağıtılan arşivleme sistemi yaratması amaçlı, kütüphanelerin koruma ve restorasyon amaçlı kalıcı arşivler yaratmasına izin vermek için LOCKSS sistemi kullanmaktadır.

Bu dergide makalelerini yayımlayan yazarlar aşağıdaki şartları kabul etmiş bulunmaktadır:

Yazar makale telif hakkını elinde tutar ve ilk yayımlama hakkını dergiye verir. Makale, yazarının belirtilmesi ve ilk yayımının bu dergide yapılması koşuluyla diğerleri tarafından paylaşılmasına olanak veren Creative Commons Attribution lisansı altında lisanslanır.

Yazar, makalenin dergide yayımlanmış versiyonunun tam yetki vermeden dağıtımını (örneğin, kurumsal bir veri bankasına gönderilmesi ya da bir kitapta yayımlanması) için ayrı sözleşme düzenlemeleri yapabilir.

Yazarların makalelerini dergiye göndermeden önce ya da gönderi süreci devam ederken internet üzerinden (örneğin, kurumsal veri tabanında ya da kendi web sitelerinde) paylaşımları teşvik edilir; bu, hem verimli fikir alışverişlerine hem de makalenin daha erken ve daha çok atıf almasına yol açabilir (bakınız Açık Erişimin Etkisi).

# THE BLACK SEA JOURNAL OF SCIENCES

## Ethical Principles and Publication Policy

The Black Sea Journal of Sciences is a peer-reviewed academic journal that is published four times a year in March, June, September and December.

Prospective papers are expected to fill a gap in their respective field through innovative research.

Our journal employs a bilateral blind review system in which the personal identities of the reviewers and authors are kept confidential from one another, and whereby the parties involved are expected not to reveal themselves. With this objective in mind, parties submitting the file in question to the system such as the author, editor, and/or reviewer must handle the uploading of those files to the system with utmost care and attention.

The publishing team first examines (the) prospective papers in accordance with the criteria of the journal's scope, as well as for scientific content and format. After the pre-review step, the papers are forwarded to at least two reviewers for evaluation. In order for a paper to be accepted, it must receive positive evaluations from both reviewers. Papers can be requested to be reviewed again if needed and evaluation of a third reviewer should necessity warrant it. The final decision is made by the editor.

Papers that are to be submitted for publishing are first controlled using special detection software in order to verify that they have not been previously published elsewhere, as well as to ensure that they do not include any plagiarized content.

Publishing takes between 2 to 6 months from the acceptance date.

The publishing or evaluation of manuscripts are free of charge.

The Black Sea Journal of Sciences is an open access journal which means that all content is freely available without charge to the user or his/her institution. Users are allowed to read, download, copy, distribute, print, search, or link to the full texts of the articles in this journal without asking prior permission from the publisher or the author. This is in accordance with the BOAI definition of open access.

Academic research submitted to our journal is run through plagiarism detection software in order to check for any possible plagiarized content. Authors are expected as they declare that their work do not include any plagiarism. A report regarding this issue is sent to the authors.

The publishing or evaluation of manuscripts are free of charge.

This journal makes use of the LOCKSS system, which allows participating libraries to create a distributed digital archiving system, as well as allowing libraries to develop permanent archives for the purposes of protection and restoration.

An author's paper is entitled to copyright protection, and is to give her/his copyright to the journal upon its first initial publishing. One's paper is licensed under the Creative Commons Attribution License, which enables it to be shared by others via permission from the author as well according to the terms and conditions laid out by this journal upon (the paper's) first initial publishing.

The author is entitled to have a separate contract drawn up in which allows for her/his paper as it is published in our journal to be distributed without providing full authorisation (e.g., a paper's being sent to the databank of an institution, or for its being published in a book, etc.)

Authors are encouraged to share their share their papers via the internet either before they submit their work to our journal or as they wait through the submission process (e.g., to an institutional database or via their own personal websites, etc.). In doing so, this allows both for a fruitful exchange of ideas and feedback, as well as allows for the paper to be earlier as well as more widely referenced (see: The Effects of Open Access).