

İÇİNDEKİLER

Sıra No	Makale Başlığı	Yazar(lar)	Makale Türü	Sayfa
No	Paper Title	Author(s)	Paper Type	Page
1	Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi <i>Detecting subtitle regions in multimedia images using image processing techniques</i>	Erdal Güvenoğlu	Araştırma Makalesi Research Paper	1-15
2	Kurutulmuş ve taze Trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin incelenmesi <i>Investigation of some properties of dried and fresh persimmon added fruit yoghurts</i>	Züleyha Dal Konuş, Özlem Turgay	Araştırma Makalesi Research Paper	16-26
3	Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu <i>Electrochemical synthesis and characterization of polypyrrolle/dextran composite film on platinum electrode surface</i>	Süleyman Yalçınkaya, Şirin Duran	Araştırma Makalesi Research Paper	27-40
4	MEMS kapasitif ivmeölçer: A review <i>MEMS kapasitif ivmeölçer: Bir inceleme</i>	Cihat Ediz Akbaba, Mahmud Yusuf Tanrıku	Review Paper Derleme Makalesi	41-58

Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi

Erdal Güvenoğlu^{*1}

¹Maltepe Üniversitesi, Meslek Yüksekokulu, Bilgisayar Programcılığı Bölümü, İstanbul, *ORCID: 0000-0003-1333-5953*

Geliş Tarihi:02.11.2023

Kabul Tarihi:25.12.2023

Özet

Mobil cihazların ve multimedya teknolojilerinin yaygın olarak kullanımı ile birlikte görüntülerin elde edilmesi çok daha kolay hale gelmiştir. Bununla birlikte görüntüler içerisinde yer alan alt yazıların elde edilmesi ve bunların farklı amaçlar için kullanımı bir problem olarak ortaya çıkmıştır. Bu çalışmada multimedya görüntülerinde yer alan altyazıların bulunduğu bölgelerin tespit edilmesi için kullanımı basit ve etkili bir yöntem önerilmiştir. Yöntem birbirini takip eden farklı adımlardan oluşmaktadır. Giriş görüntüsü olarak verilen 24 bit renkli bir görüntüler üzerinde görüntü işleme teknikleri yardımıyla metin olan alt yazı bölgesine ait koordinatlar belirlenmektedir. Ardından renkli görüntü üzerinde işaretlenmektedir. Birbirinden farklı özellik ve ölçülerde görüntüler üzerinde deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın gerçekleştirilmesinde köşe noktaların işaretlenmesi amacıyla Harris köşe saptama algoritması, gürültülerin giderilmesi için gauss filtreleme ve morfolojik görüntü işleme teknikleri kullanılmıştır. Gerçekleştirilen çalışmalarda %94 oranında bir başarı elde edilmiştir. Süre ölçüm testlerinde ise ortalama olarak 1.56 sn gibi iyi bir başarı süresine ulaşılmıştır. Süre ölçümleri literatürdeki diğer çalışmalar ile karşılaştırılmıştır. Önerilen yöntemin, süre bakımından oldukça iyi bir performansa sahip olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Altyazı tespiti, Görüntü işleme, Kenar belirleme, Köşe saptama, Morfolojik görüntü işleme

Detecting subtitle regions in multimedia images using image processing techniques

Abstract

With the widespread use of mobile devices and multimedia technologies, the acquisition of images has become much easier. However, obtaining the subtitles in the images and using them for different purposes have emerged as a problem. In this study, a simple and effective process is proposed for detecting the regions where subtitles are present in multimedia images. The process consists of different successive steps. The coordinates of the subtitle region, which is the text, are determined with the help of image processing techniques on a 24-bit colour image given as an input image. Then, it is marked on the colour image. Experimental studies were carried out on images with different features and sizes. Harris corner detection algorithm was used to mark the corner points, Gaussian filtering and morphological image processing techniques were used to remove noise. A success rate of 94% was achieved in the studies performed. In time measurement tests, a good performance time of 1.56 seconds was achieved on average. The time measurements were compared with other studies in the literature. It has been observed that the proposed process has an excellent performance in terms of time.

Keywords: Subtitle detection, Image processing, Edge detection, Corner detection, Morphological image processing.

^{*}Sorumlu yazar (Corresponding author): Erdal Güvenoğlu, erdalguvenoglu@maltepe.edu.tr.

Künye Bilgisi: Güvenoğlu, E., (2023). Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi. *Artibilim: Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 6(2), 1-15. **Doi: 10.55198/artibilimfen.1385122**
Artibilim:Adana Alparslan Turkes BTU Fen Bilimleri Dergisi

1. Giriş

Bilgisayarlı görme teknikleri gündelik yaşantımızda ve sorunlarımızın kolaylaştırılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Görüntü işleme, nesne tanıma ve algılama, yapay zekâ ve çeşitli desenler kullanılarak özel alanlara girişin engellenmesi, sinyal işleme, nesnelerin interneti gibi pek çok teknik bilgisayarlı görmenin önemli oyuncuları haline gelmiştir[1]. Dolayısı ile belgelerin dijitalleştirilmesinde ve ardından çeşitli uygulama alanlarında kullanılmasında bilgisayarlı görme en önemli adımlardan biridir. Belgelerin dijitalleştirilmesinde yaygın olarak optik karakter tanıma sistemleri (OCR) kullanılmaktadır. OCR görüntünün bir kısmını veya tamamını dikkate alarak metin verilerinin elde edilmesini sağlamaktadır. Ancak elde edilen sonuçlar bazen çok tatmin edici olmamakta ve desteklenen karakter setleri ile sınırlı olabilmektedir. Bununla birlikte, günümüzde yaygın olarak kullanılan video teknolojileri ile birlikte OCR sistemleri de altyazıların metinlere dönüştürülmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır [2]. Sosyal medya platformları ve dijital eğlence sektörünün de yaygınlaşması ile birlikte video dosyalarındaki alt yazıların elde edilmesi ve işlenmesi önemli bir konu haline gelmiştir. Dijital eğlence sektöründe video materyalleri genellikle iki farklı türde altyazı seçeneği ile sunulmaktadır. Bunlar sabit kodlu ve harici altyazılar olarak bilinmektedir [3]. Sabit kodlu altyazılar videonun bir parçasıdır ve video üzerinde resim gibi görünmektedirler. Harici altyazılar ise video dosyasından ayrı bir halde harici bir dosyada bulunmakta ve gerektiğinde ortadan kaldırılabilirler. Sabit kodlu altyazıya sahip video dosyalarından bu yazıların elde edilmesi oldukça güçtür. Piyasada sabit kodlu altyazıların elde edilmesi amacıyla birbirinden farklı yazılımlar bulunmaktadır. Ancak bu yazılımların pek çoğu tatmin edici kaliteli sonuçların elde edilmesinde yetersiz kalabilmektedir. Bu yazılımlarda sabit altyazıların bulunduğu bölgenin belirlenmesi elde edilecek sonuçların daha kaliteli olabilmelerini sağlayacaktır. Görüntü çerçeveleri birbirinden farklı özelliklere sahip olduğundan OCR yazılımları tüm çerçevede yer alan metinleri elde etmektedir. Bu sonuç kaliteli altyazıların elde edilmesini etkileyen bir sebeptir.

Son yıllarda mobil cihazların performanslarındaki artış nedeniyle görüntü ve video dosyalarında metnin elde edilmesi problemi büyük ilgi görmüştür. Bu cihazlarda gerçek zamanlı çeviri uygulamalarının da kullanılması bu probleme olan ilgiyi daha da arttırmıştır [4]. Bunun bir diğer nedeni ise yüksek performanslı ve hesaplama kapasitesi yüksek mobil cihazların giderek yaygınlaşmaya başlamasından ileri gelmektedir [5]. Bilgisayarlı görme teknolojilerindeki ilerlemeler bu problem üzerindeki çalışmalarında artmasına önayak olmuştur. Karakter tanımadaki en önemli araç OCR teknolojisi. Her ne kadar düz belgelerde başarı oranı yüksek olsa da karmaşık bir arka plana sahip görüntülerde başarıyı düşüktür. Bu nedenle aydınlatma, metin düzeni, düşük çözünürlük ve yazı tiplerindeki farklılıklardan dolayı karmaşık görüntüler üzerinde bilgisayarlı görme tekniklerinin uygulanması gerekmektedir.

Literatürde sabit ve hareketli görüntü dosyalarından altyazıların elde edilmesi ile ilgili pek çok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların temel amacı görüntü içerisinde metnin varlığının belirlenmesi [4, 6, 7], yerleştirilmesi [8-12] ve tanınması [6, 13] işlemlerini kapsamaktadır. Görüntü çerçevelerinde yer alan metinlerin elde edilmesi amacıyla bir çalışma [14] tarafından yapılmıştır. Çalışmada görüntü çerçevesinin tamamı üzerinde durulmuştur. Yöntemde Sobel kenar belirleme operatörü kullanılmış elde edilen sonuç görüntüsü üzerinde de dört farklı komşuluktaki renk değişimleri ile metinler tespit

edilmeye alıřılmıřtır. Benzer bir alıřma [15] tarafından yapılmıřtır. Benzer bir biimde kenar belirleme operatrleri kullanılmıř ve grnt bloklara ayrılmıřtır. Her bir blokta grnt histogramları oluřturularak karakter olabilecek koordinatlar iřaretlenmiřtir. Yntem arka planı tek dze renklerden oluřan grntlerde iyi alıřmakta ancak karmařık doku yođunluđunun yksek olduđu grntlerde hatalı sonular vermektedir. Metnin algılanması ve tanınması amacıyla bađlı bileřen analizi (CCA, Connected Component Analysis) [16, 17] ve kayan pencereler [16, 18, 19] metotları da tercih edilen yntemler arasındadır. CCA grnt ierisinde metin olabilecek alanların belirlenmesi amacıyla bir grntnn renk, kenar, piksel gradyanı ve doku gibi zelliklerini kullanmaktadır. Bu zellikler dıřında kalan alanlar ise eřitli filtreler yardımıyla grntden elenmektedir. İřlenebilecek bileřen sayısı az olduđundan etkili bir yntem olarak bilinmektedir. Ancak metin tipine karřı duyarlı olduđundan bazı metin ve karakterlerin kaybedilmesi sz konusu olabilmektedir [20]. Kayan pencereler ynteminde ise farklı leklerde pencereler yardımı ile ilgili pikselin tm komřuluklarına bu pencerelerin kaydırılması ile metin tanımlama iřlemi gerekleřtirilmektedir. Bu sre ok kapsamlı bir arama gerektirmekte ve hesaplama maliyeti olduka yksektir.

Grnt ierisinde bir metnin konumunun belirlenmesi iin yapılan bařka bir alıřmada [21], kkk lekli aday kutuları kullanılmıřtır. Aday kutuları yardımıyla metnin uzunluđu elde edilmesi amacıyla Bađlantıcı Metin Teklif Ađı (CTPN, Connectionist Text Proposal Network) tekniđi kullanılmıřtır. Grntlerde metnin uzunluđunun sabit olmaması nedeniyle yatay ynde CTPN ile metnin uzunluđu tahmin edilmektedir. Tespit edilen uzunluktaki metni elde etmek iin tekrarlayan sinir ađı (RNN, Recurrent Neural Network) [22] ađı kullanılmıřtır. Yatay olmayan metinlerin algılanmasında iyi bir bařarıma sahip deđildir. Yapılan benzer bir alıřmada [23] CTPN ile birlikte bađlantı segmentler kullanılmıřtır. Elde edilen tm metin paraları birleřtirilmiřtir. İlk olarak eđik olan metinler dzeltilmeye alıřılmıř ve birleřtirme iřlemi gerekleřtirilmiřtir. Ancak her ne kadar eđik metinler dzeltilmeye alıřılsa da kavis oranı yksek belgelerde metnin algılanmasında bařarım oranı dřktr. Tm satırların blmlere ayrılarak metni tespit edilmesine ynelik bir alıřma [24] tarafından yapılmıřtır. Metnin algılanma sreci birka ařamaya blndđnden daha fazla zaman gerektirmektedir. alıřmada kullanılan verimli ve dođru sahne metin dedektr (EAST, Efficient and Accurate Scene Text Detector) metnin bulunduđu blgeyi dođru tahmin edebilmekte ancak uzun metinlerin algılanmasında bařarımı dřktr.

Son yıllarda bir grntde metnin algılanması ve tanınması amacıyla derin đrenme teknikleri de kullanılmıřtır [25-28]. Grntlerde yer alan metinleri ve metin olmayan nesnelere sınıflandırılmak amacıyla ok katmanlı evriřimsel sinir ađları (CNN, Convolutional Neural Networks) kullanılarak ilgili ađın derin zellikleri hesaplanmaktadır. Long vd. tarafından derin ađlar kullanılarak grntden metnin elde edilmesini sađlayan bir yntem nerilmiřtir [28]. Yntemde nceden etiketlenmiř grntler eđitime verilmiř ve ardından tanıma iřlemi gerekleřtirilmiřtir. Bu alıřma, tanımanın yanı sıra diđer alıřmalarda kullanılan metin algılama metotlarının bir karřılařtırmasına da yer vermektedir. Etiketleme ve eđitim sresi ciddi zaman almaktadır. Etiketleme srecinde tanımda yardımcı olacak nesnelere dikkatli bir biimde sınırlarının belirlenmesi gerekmektedir. Derin ađların verimli bir řekilde alıřabilmesi iin de ok fazla miktarda grntye ihtiya bulunmaktadır. Grnt ierisinde nesnelere sınırlarını tespit etmek amacıyla kullanılan yazılımlar ise nesne sınırlarının dođru tespit edilmesinde grnt arka planında ok karmařık bir zemin olması durumunda ok etkili deđillerdir. Tm bu sebeplerden dolayı etiketleme sresi el yordamıyla yapıldıđından uzun bir zaman gerektirmektedir.

Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi

Benzer bir biçimde görüntüler çok fazla sayıda piksel öge barındırdığından ve görüntü sayısı çok fazla miktarda olduğundan eğitim süresi de uzun süreler gerektirebilmektedir. Bir diğer zorluk ise tanıma öncesinde düzensiz metin veri kümelerini normal metinlere dönüştürmek gerekmektedir. Derin öğrenmeye dayalı metin tanıma modelleri regresyon tabanlı ve segmentasyon tabanlı yöntemler olarak iki sınıfa ayrılmaktadır [29]. Derin öğrenmeye dayalı metin tanıma algoritmaları temel olarak görüntü düzeltme, özellik çıkarma, dizi tahmini vb. içermektedir. Bu sınıflarda yer alan bazı çalışmalar Tablo 1’de özetlenerek verilmiştir.

Tablo 1. Derin öğrenme teknikleri ile metin algılama teknikleri [29]

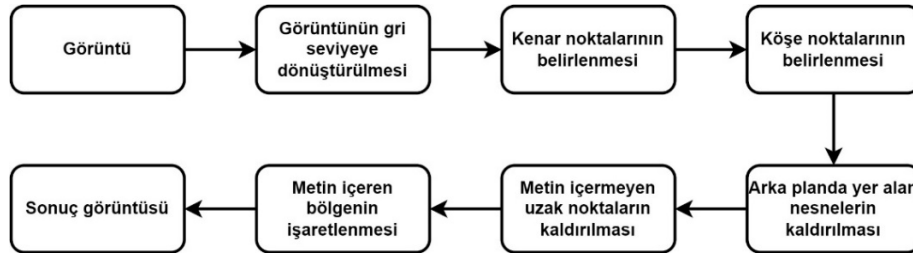
Tip	Model	Avantaj ve Dezavantajları
Regresyon	CTPN [21]	Hem evrişimli hem de tekrarlayan sinir ağlarını kullanan uçtan uca eğitim yöntemini benimsemektedir. Tahmin hızı oldukça düşüktür.
Regresyon	Seglink [23]	Metnin daha iyi algılanması için döndürme işlemi uygulanmaktadır. Geniş aralıklı ve kavisli metin satırlarını algılayamamaktadır.
Regresyon	EAST [24]	Doğruluğun sağlanması sırasında yöntem hızlı ancak uzun metin tespitinde iyi değildir.
Regresyon	ATRR [30]	Yöntem isteğe bağlı metin bölgelerini algılayabilmek için sınırlı sayıda nokta kullanmaktadır. Nokta sayısının artırılması durumunda işlem süresi artmaktadır.
Regresyon	LOMO [31]	Daha uzun metinlerin algılanması için kullanılmaktadır. Yinelemeli bir optimizasyon metodunu kullandığından süre açısından performansı düşük kalabilmektedir.
Regresyon	SBD [32]	Yöntemde yatay ve dönük metinleri algılayabilmekte ancak rastgele biçimlerden oluşan metinleri algılayamamaktadır.
Segmentasyon	CRAFT [33]	Yöntemde metnin içeriğinin tanınması için küçük bir alıcı alana ihtiyaç duymaktadır. Ancak bitişik karakterlerin algılanmasında iyi değildir.
Segmentasyon	PAN [34]	Yöntemde metnin algılanması için benzerlik vektörleri kullanılmaktadır. Kavisli yüzeylerde performansı düşüktür.
Segmentasyon	PSENet [35]	Rastgele biçimlere sahip metinlerin algılanmasında kullanılmaktadır. Yöntemin iyi çalışabilmesi için koordinat parametrelerini iyi seçilmesi gerekmektedir.

Literatürde yer alan alıřmalar dikkate alındığında derin öğrenme tekniklerini kullanan yöntemlerde önemli sayıda verinin yer aldığı veri setlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Bununla birlikte veri setleri içerisinde yer alan metin ifadelerinin eğitim aşaması öncesinde etiketlenmesi gerekmektedir. Bu süreç çok ciddi zaman gerektirmektedir. Bu alıřmanın literatüre ana katkıları řunlardır:

- Derin öğrenme ve diđer tekniklerin kullanımı gerektiğinde etiketleme süresini kısaltmaktadır.
- Karmařık arka plana sahip görüntüler içerisinde yer alan metinlerin bulunduğu bölgelerin de tespit edilmesini sađlanmaktadır.
- Karmařık arka plana sahip görüntülerde OCR yazılımları etkili sonuçlar vermemektedir. Bundan dolayı önerilen yöntem ile metin verilerin bulunduğu bölgelerin tespit edilmesi OCR sürecinde de dođru sonuçların elde edilmesine yardımcı olmaktadır.
- Önerilen yöntem ile karmařık arka planların yer aldığı görüntülerde metin bulunan bölgelerin tespit edilmesinin ardından, metin karakter sınırlarının tespitini de kolaylařtırmaktadır.
- Görüntü işleme teknikleri kullanıldığından altyazı tespit süresi ortalama 1.56 sn' dir. Daha yüksek özelliklere sahip cihazlarda bu süre daha da kısaltmakta ve sektör kullanımına uygundur.
- alıřma ile birbirinden farklı özelliklere sahip görüntülerden oluşan ve gelecek alıřmalarda kullanılacak bir veri seti oluşturulmuřtur.

2. Önerilen yöntem

Önerilen yöntem birbirini takip eden adımlardan meydana gelmektedir. Bu adımlar řekil 1' de gösterilmiş ve yöntemin ayrıntılı detayları alt bölümlerde açıklanmıştır.



řekil 1. Önerilen yöntemin blok diyagramı

2.1. Kenar noktalarının belirlenmesi

Bu adımda öncelikle renkli görüntü gri seviye görüntüye dönüřtürülmektedir. Ardından kenar noktalarının belirlenmesi amacıyla biri yatay yönde biri de dikey yönde olmak üzere iki ayrı gradyan matrisi tanımlanmıştır. Yatay ve dikey yönde tanımlanan gradyan matrisleri řekil 2' de verilmiştir.

Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi

$$G_x = \begin{bmatrix} -2 & -1 & 0 & 1 & 2 \end{bmatrix} \quad G_y = \begin{bmatrix} -2 \\ -1 \\ 0 \\ 1 \\ 2 \end{bmatrix}$$

Şekil 2. Gradyan matrisleri

Çalışmada bilinen kenar belirleme operatörleri ile de çeşitli testler yapılmış ancak etkili sonuçlar elde edilememiştir. Bu nedenle Şekil 2’ de verilen gradyan matrisleri tanımlanmış ve daha etkili olduğu görülmüştür. Belirtilen gradyan matrisleri çok sayıda deneysel çalışma yapılarak elde edilmiştir. Her bir gradyan matrisi görüntü üzerinde yatay ve dikey yönde ayrı ayrı gezdirilmiştir. Elde edilen gradyan görüntüde piksel değerlerinin daha baskın olarak elde edilmesi için sonuç görüntüsüne ait pikseller üzerinde orijinal görüntü I , kenarları tespit edilmiş görüntü I_{xy} , gradyan matrisleri gezdirilmiş görüntüler I_x ve I_y olmak üzere Denklem 2.1, 2.2 ve 2.3 ile verilen işlemler uygulanmıştır.

$$I'_x = I_x^2 \quad (2.1)$$

$$I'_y = I_y^2 \quad (2.2)$$

$$I_{xy} = I'_x \times I'_y \quad (2.3)$$

Kenarları belirlenmiş görüntüde çeşitli gürültüler meydana gelebilmektedir. Görüntüde yer alan gürültüler elde edilecek çalışma sonucunu etkileyen önemli bir faktördür. Görüntüde gürültülerin yer alması alt yazı bölgelerinin yanlış tespit edilmesine neden olabilmektedir. Bu nedenle kenarları belirlenmiş görüntüye gauss filtresi uygulanarak gürültü seviyesi metin konumunun daha başarılı tespit edilmesi amacıyla en aza indirgenmiştir.

2.2. Köşe noktalarının belirlenmesi

Köşe olabilecek noktaların belirlenmesi amacıyla Harris köşe saptama algoritması kullanılmıştır. İlk defa 1988 yılında C. Harris ve M. J. Stephens tarafından ortaya atılmıştır. Herhangi bir yönde hareket ettirilen pencere bölgelerindeki gri renk değişimlerini incelemektedir. Tüm yönlerin kontrolü sırasında birden fazla yöndeki pencerelerde gri renk değerlerinde önemli ölçüde değişiklik meydana geliyorsa bu nokta köşe noktası olarak değerlendirilmektedir [36]. Çalışmada kullanılan örnek bir görüntüde Harris algoritmasının uygulanması ile elde edilen sonuç görüntüsü Şekil 3’ de verilmiştir.



Şekil 3. Örnek köşe noktaları

Harris köşe saptama algoritma ile elde edilen görüntülerde metin bölgesi dışında yer alan bölgelerde de köşe noktaları olduğu görülmektedir. Bu noktalar metin bölgelerinin doğru tespit edilmesini engellemektedir. Bu nedenle metin ile ilgisi olmayan noktaların ortadan kaldırılması gerekmektedir. Görüntü arka planında yer alan nesnelerin ortadan kaldırılması istenmeyen bu noktaların da ortadan kaldırılmasına yardımcı olmaktadır.

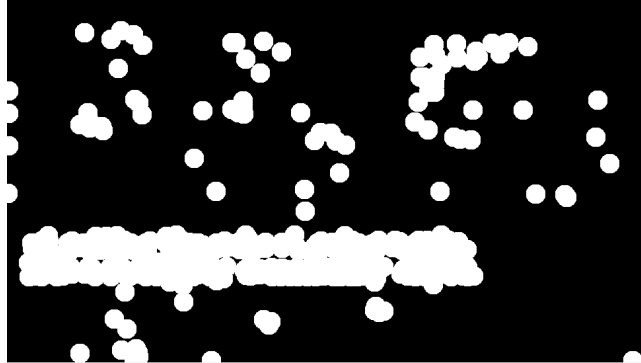
2.3. Arka planda yer alan nesnelerin kaldırılması

Köşe noktalarının koordinatlarının tespit edilmesinden sonra görüntü arka planında yer alan karmaşık nesnelerin ortadan kaldırılması gerekmektedir. Arka planda yer alan karmaşık nesnelere yazı olabilecek alanların belirlenmesinde sıkıntılar oluşturabilmektedir. Köşe olarak tespit edilen noktaların y eksenini koordinatı P_y ve x eksenini ile olan koordinat P_x olmak üzere arka plan nesnelerinin ortadan kaldırılması işlemi Denklem 2.4 ile gerçekleştirilmektedir.

$$I_B(x, y) = \sqrt{(x - P_x)^2 + (y - P_y)^2} , \quad eğer \begin{cases} 1 & I_B(x, y) < 15 \\ 0 & I_B(x, y) > 15 \end{cases} \quad (2.4)$$

Burada n görüntünün genişliğini ve m yüksekliğini ifade etmek üzere, $n \times m$ büyüklüğünde bir görüntüde tüm koordinatlar üzerinde gerekli hesaplamalar yapılarak köşe koordinatları dışındaki pikseller ortadan kaldırılmaktadır. Denklem 2.4' te verilen 15 değeri bir eşik değeri görmekte ve köşe koordinatlarına ait piksel değerlerinin yayılmasını sağlamaktadır. Bu eşik değeri görüntü içerisinde yer alan metinlerin büyüklüklerine göre ayarlanabilmektedir. Elde edilen örnek bir görüntü Şekil 4' de verilmektedir.

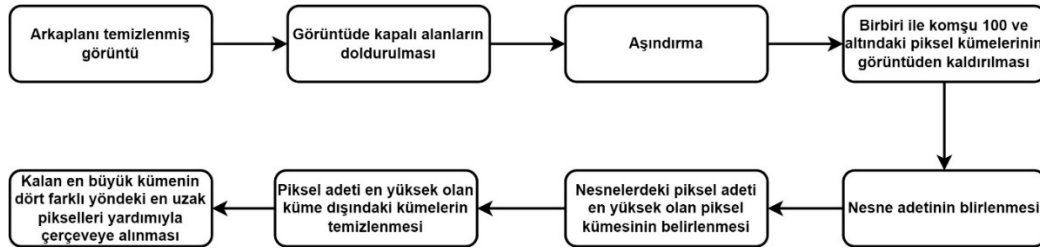
Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi



Şekil 4. Köşe noktaları dışındaki piksellerin temizlenmesi

2.4. Metin içermeyen uzak noktaların kaldırılması

Arka plan piksellerinin ortadan kaldırılması neticesinde metin olamayacak noktaların görüntüden temizlenmesi gerekmektedir. Yapı itibari ile metin ifadelerinde daha fazla köşe noktası bulunmaktadır. Dolayısı ile köşe noktaları, içinde metin barındıran bir bölgede daha sık ve birbirlerine daha yakın olmaktadır. Başka bir ifadeyle, yapı itibariyle metin karakterleri birbirine yakındır ve köşe noktaları da birbirine yakın olmaktadır. İçinde altyazı barındıran bir görüntü de altyazı bölgesine uzak olan bölgelerin ortadan kaldırılması gerekmektedir. Uzak bölgedeki piksellerin ortadan kaldırılması için görüntü morfoloji teknikleri kullanılmaktadır. Bu süreçte gerçekleştirilen işlem adımlarına ait blok diyagram Şekil 5’ de verilmektedir.



Şekil 5. Metin içeren bölgenin morfolojik görüntü işleme ile yerinin tespit edilmesi aşamaları

Görüntü morfolojisi aşamalarının uygulanması neticesinde elde edilen örnek bir sonuç görüntüsü Şekil 6’ da verilmektedir.



Şekil 6. Metin olan bölgenin elde edilmesi örneđi

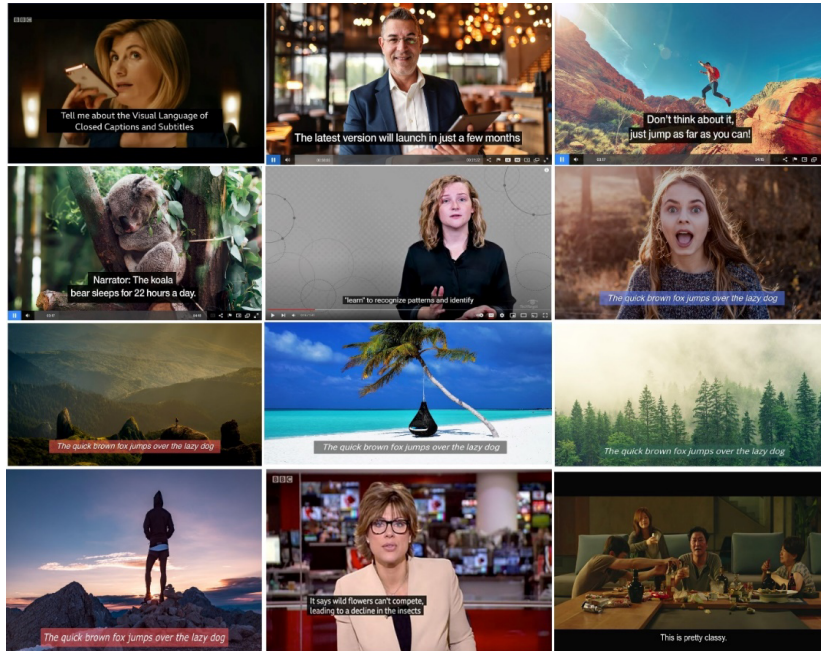
Son aşamada konumu belirlenen metin bölgesine ait dört farklı yöndeki dış kenar koordinatları bulunarak orijinal görüntü üzerinde işaretlenmektedir. İstenildiđi takdirde bu koordinatlar yardımıyla bölge pikselleri elde edilerek OCR yazılımı yardımıyla metne dönüştürülebilmektedir. İşaretlenmiş metin bölgesinin tespit edilmiş bir örneđi Şekil 7’ de verilmektedir.



Şekil 7. Uygulamadan elde edilen örnek sonuç görüntüsü

3. Deneysel sonuçlar

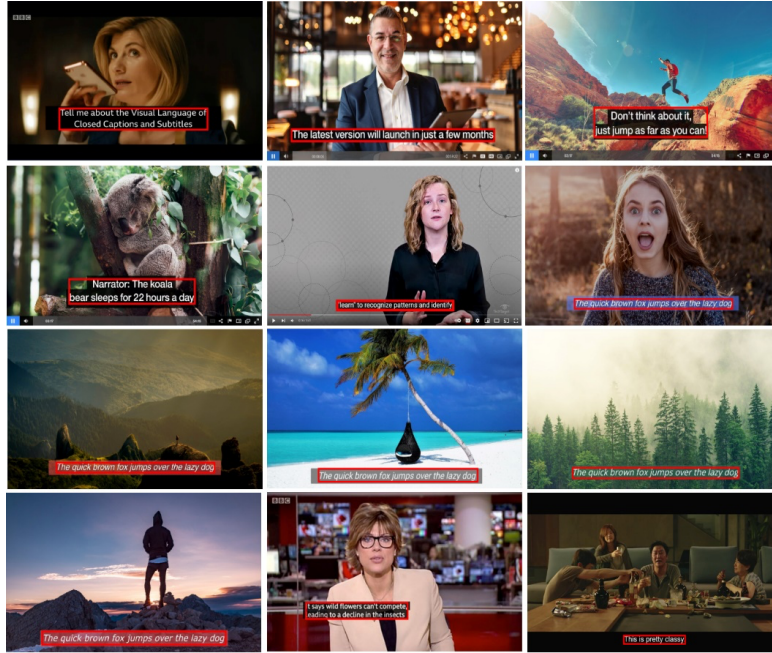
Önerilen yöntem, birbirinden farklı ölçülerde yüz adet görüntü üzerinde denenmiştir. Intel Core i7-4700 CPU 2.4 GHz 4 çekirdek, 16 GB RAM ve MS Windows 10 Pro 64 bit işletim sistemi üzerinde test edilmiştir. Algoritmanın geliştirilmesinde MATLAB 2020b sürümü kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan bazı örnek görüntüler Şekil 8’ de verilmiştir.



Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi

Şekil 8. Çalışmada kullanılan örnek bazı test görüntüleri

Önerilen yöntemin test görüntüleri ile gerçekleştirilmesi neticesinde elde edilen ve yazı olan bölgeleri tespit edilmiş bazı sonuç görüntüleri Şekil 9’ da verilmiştir.



Şekil 9. Metin bölgeleri tespit edilmiş örnek görüntüler

Çalışmanın test edilmesi neticesinde altyazı bölgelerinin doğru tespit edildiği ve başarılı sonuçlar verdiği görülmüştür. Çalışmanın gerçekleştirilmesi amacıyla farklı ölçülere ve özelliklere sahip 100 adet görüntüden oluşan bir veri seti oluşturulmuştur. Görüntüler internet taramaları ve sabit altyazılara sahip multimedya görüntülerinden elde edilmiştir. Görüntü veri setinin en küçüğü 900×500 ve en büyüğü 1920×1080 çözünürlükte görüntülerden oluşmaktadır. Çalışmanın gerçekçi sonuçlar vermesi bakımından görüntü veri setinin tamamen rastgele olmasına dikkat edilmiştir.

Tablo 2. Veri seti üzerinde gerçekleştirilen gözlem sonuçları

Veri seti görüntü sayısı	100
Doğru tespit edilen görüntü sayısı	94
Yanlış tespit edilen görüntü sayısı	6

Elde edilen sonuç görüntülerinde değerlendirme işlemi bölgesel bazda olduğundan doğru sonuç elde edilip edilmediği yapılan gözlemler neticesinde belirlenmiştir. Yapılan gözlemlerde yüz adet rastgele görüntü üzerinde yapılan testlerde %94 oranında bir başarı elde edilmiştir. Altı adet görüntüde

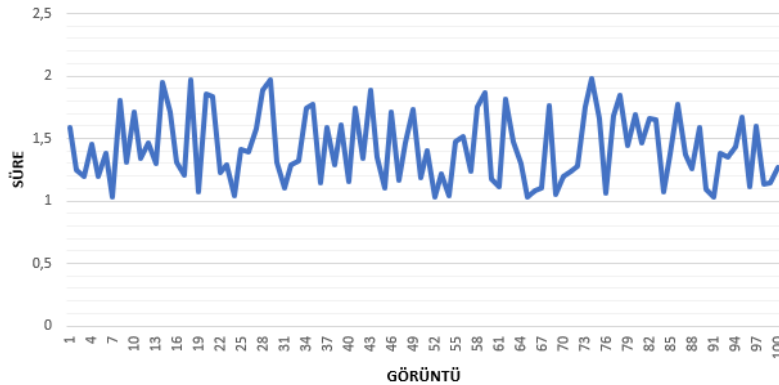
metin bölgesi tespit edilmiş ancak metnin tamamının tespit edilemediđi anlaşılmıştır. Bu tespitin yapılamamasının en temel nedeni metin ifadeleri ile metnin arka planında bulunan zemin renk değerlerinin metin karakterleri ile aynı veya birbirine çok yakın olmasından kaynaklandığı görülmüştür. Dolayısı ile bu bölgelerde yeteri miktarda köşe noktası tespit elde edilememiş ve bu durumun da metnin yerinin doğru olarak tespit edilememesine neden olmuştur. Bu ve benzeri durumların düzeltilmesi ve metin bölgelerinin tespit edilebilmesi morfolojik görüntü işleme tekniklerine el yordamı ile müdahale ile ortadan kaldırılabilir. Ancak böyle bir durumun çalışmanın amacı dışında olduğu düşünöldüğünde herhangi bir müdahalede bulunulmamıştır. Genel olarak değerlendirildiğinde yöntemin başarılı olduğu söylenebilmektedir.

Tablo 3. Çalışma sürelerinin karşılaştırılması

Yöntem	Süre (s)	Metot	Veri seti
Önerilen Yöntem	1,56	Görüntü İşleme	Rastgele görüntüler
[1]	0,366	Derin Öğrenme	FiViD
[37]	0,688	Görüntü İşleme	ICDAR'13
[38]	0,810	Görüntü İşleme	ICDAR'13
[39]	0,830	Görüntü İşleme	ICDAR'13
[40]	0,938	Görüntü İşleme	ICDAR'13
[41]	0,892	Görüntü İşleme	ICDAR'13

Yöntem çalışma süresi bakımından da test edilmiştir. Tüm sürecin ortalama olarak 1.56 sn' de tamamlandığı görülmüştür. Tablo 3' e bakıldığında çalışma süresinin diğer yöntemlerde yüksek olduğu, bazı yöntemlere ise çok yakın olduğu görülmektedir. Bunun en temel sebebi önerilen yöntemde görüntü veri setinin en küçük 900×500 çözünürlükte görüntülerden oluşmasıdır. Literatürde var olan yöntemlerde ise kullanılan ICDAR'13 veri setinde yer alan görüntüler 100×100 boyutundadır [42]. Dolayısı ile önerilen yöntemde kullanılan görüntülerin boyutlarının büyük olması sonucu doğrudan etkilemektedir. En küçük görüntü çözünürlükleri dikkate alınarak süre karşılaştırması yapıldığında yaklaşık 45 kat büyük olan görüntülerde oldukça başarılı bir sonuç elde edildiđi söylenebilmektedir. Çalışmada kullanılan her bir görüntünün süre ölçümü yapılmış ve elde edilen süre grafiđi Şekil 10' da verilmiştir.

Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi



Şekil 10. Test görüntülerine ait süre ölçüm grafiği

Önerilen yöntemin test sonuçları dikkate alındığında süre bakımından oldukça hızlı çalıştığı görülmektedir. Testlerde kullanılan görüntüler standart ölçülerde olmamakla birlikte rastgele seçilmiş ve farklı ölçülerden oluşan görüntülerden oluşmaktadır. Dolayısı ile boyut olarak büyük görüntülerde işlem süresi artmaktadır. İşlem süresinin farklı çözünürlükte görüntüler için yüksek olmasına rağmen önerilen yöntemin oldukça başarılı olduğu söylenebilmektedir.

4. Sonuç

Bu çalışmada, multimedya görüntüleri içerisinde yer alan sabit alt yazıların bulunduğu bölgelerin tespit edilmesi için bir yöntem sunulmuştur. Günlük hayatımızda multimedya uygulamaları yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte multimedya görüntülerinde yer alan altyazıların elde edilmesi, metinlerin seslendirilmesi v.b. farklı kullanım alanlarına sahiptir. Bu alanda çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalarda en temel sorun altyazının yerinin görüntüde doğru tespit edilememesidir. Derin öğrenme gibi tekniklerin kullanılmasında ise görüntülerin her birinin eğitim aşaması öncesinde etiketlenmesi gerekmektedir. Bu durum uzun zaman alabilmektedir. Bu çalışmada önerilen yöntem ile görüntü içerisinde yer alan alt yazı bölgeleri Harris köşe saptama algoritması, Gauss filtresi ve morfolojik görüntü işleme teknikleri kullanılarak belirlenmiştir. Farklı çözünürlükte rastgele görüntüler üzerinde testler yapılmış, literatürdeki yöntemler ile kıyaslanmış ve başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Literatürdeki yöntemlerin çalışma süresi bakımından kıyaslanmasında önerilen yöntemde kullanılan görüntü boyutlarına oranla yaklaşık 45 kat küçük görüntüler kullanıldığı görülmüştür. Dolayısı ile süre bakımından yapılan kıyaslamalarda etkili sonuçlara ulaşılmıştır. Test sonuçları dikkate alındığında önerilen bu yöntemin altyazı tespiti için derin öğrenme tekniklerinde etiketleme süresini kısaltabileceği düşünülmektedir. Benzer bir biçimde alt yazıların yer aldığı farklı amaçlar için de kullanılabilenliği öngörülmektedir.

Araştırma ve yayın etiği beyanı: Bu çalışmada bilimsel araştırma ve yayın etiğine uygun davranılmış ve yazar tarafından kabul edilmiştir.

Etik kurul onayı: Bu çalışmada herhangi bir etik kurul onayına gerek yoktur.

Yazarların katkısı: Bu çalışma tek yazarlıdır ve tüm katkı yazar tarafından sağlanmıştır.

Çıkar çatışması beyanı: Herhangi bir kurum ya da kişiler ile çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Kaynakça

- [1] Elshahaby, H., Rashwan, M. (2022). An end to end system for subtitle text extraction from movie videos. *Journal of Ambient Intelligence Humanized Computing*, 13, 1853-1865.
- [2] Wang, Y., Wu, M., Zheng, B., Zhu, S. (2022). HuZhouSpeech: A huzhou dialect speech recognition corpus. 5th International Conference on Information Communication and Signal Processing (ICICSP), 153-157, Shenzhen, China.
- [3] Wang, D. (2018). The experimental implementation of grabcut for hardcode subtitle extraction. 17th International Conference on Computer and Information Science (ICIS), 1-4, Singapore.
- [4] Ye, Q., Doermann, D. (2014). Text detection and recognition in imagery: A survey. *IEEE Transactions on Pattern Analysis Machine Intelligence*, 37 (7), 1480-1500.
- [5] Liu, X. (2008). A camera phone based currency reader for the visually impaired. *Proceedings of the 10th international ACM SIGACCESS conference on Computers and accessibility*, 305-306, Canada.
- [6] Huang, M. et. al., (2022). Swintextspotter: Scene text spotting via better synergy between text detection and text recognition. *Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition*, 4593-4603, USA.
- [7] Naiemi, F., Ghods, V., Khalesi, H. (2022). Scene text detection and recognition: a survey. *Multimedia Tools Applications*, 81 (14), 20255-20290.
- [8] Kim, G., Yokoo, S., Seo, S., Osanai, A., Okamoto, Y., Baek, Y. (2023). On text localization in end-to-end OCR-Free document understanding transformer without text localization supervision. *International Conference on Document Analysis and Recognition*, 215-232, USA.
- [9] Chaitra, Y., Dinesh, R. (2022). An impact of radon transforms and filtering techniques for text localization in natural scene text images. *ICT with Intelligent Applications: Proceedings of ICTIS 2021*, 563-573, India.
- [10] Goud, D. S., Vigneshwari, M., Aparna, P., Vijayasekaran, G., Yadav, A. S., Kumar, A. (2022). Text localization and recognition from natural scene images using AI. *International Conference on Automation, Computing and Renewable Systems (ICACRS)*, 1153-1158, India.
- [11] Jayanth, R. M., Kapanaiyah, M. (2022). Dominating set based arbitrary oriented bilingual scene text localization. *International Journal of Electrical Computer Engineering*, 12 (4), 3730-3738.
- [12] Champa, H. (2023). Text localization and recognition in video and images. *Journal of Data Acquisition Processing*, 38 (2), 3512.
- [13] Wang, P., Da, C., Yao, C. (2022). Multi-granularity prediction for scene text recognition. *European Conference on Computer Vision*, 339-355, Israel.
- [14] Favorskaya, M.N., Zotin, A.G., Damov, M.V. (2010). Intelligent inpainting system for texture reconstruction in videos with text removal. *International Congress on Ultra Modern Telecommunications and Control Systems*, 867-874, Moscow, Russia.

Görüntü işleme teknikleri kullanılarak multimedya görüntülerinde alt yazı bölgelerinin tespit edilmesi

- [15] Khodadadi, M., Behrad, A. (2012). Text localization, extraction and inpainting in color images. 20th Iranian Conference on Electrical Engineering (ICEE2012), 1035-1040, Tehran, Iran.
- [16] Neumann, L., Matas, J. (2015). Real-time lexicon-free scene text localization and recognition. IEEE Transactions on Pattern Analysis Machine Intelligence, 38 (9), 1872-1885.
- [17] Koo, H.I., Kim, D.H. (2013). Scene text detection via connected component clustering and nontext filtering. IEEE Transactions on Image Processing, 22 (6), 2296-2305.
- [18] Neumann, L., Matas, J. (2011). A method for text localization and recognition in real-world images. Computer Vision–ACCV 2010: 10th Asian Conference on Computer Vision, 770-783, Queenstown, New Zealand.
- [19] Neumann, L., Matas, J. (2012). Real-time scene text localization and recognition. IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 3538-3545, USA.
- [20] Zulkeflee, A. N., Yussof, W.N.J.H.W., Umar, R., Ahmad, N., Mohamad, F. S., Man, M., Awalludin, E. A. (2022). Detection of a new crescent moon using the Maximally Stable Extremal Regions (MSER) technique. Astronomy Computing, 41, 100651.
- [21] Tian, Z., Huang, W., He, T., He, P., Qiao, Y. (2016). Detecting text in natural image with connectionist text proposal network. Computer Vision–ECCV 2016: 14th European Conference, 56-72, Netherland.
- [22] He, P., Huang, W., Qiao, Y., Loy, C., Tang, X. (2016). Reading scene text in deep convolutional sequences. Proceedings of the AAAI conference on artificial intelligence, USA.
- [23] Shi, B., Bai, X., Belongie, S. (2017). Detecting oriented text in natural images by linking segments. Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 2550-2558, USA.
- [24] Zhou, X., Yao, C., Wen, H., Wang, Y., Zhou, S., He, W., Liang, J. (2017). East: an efficient and accurate scene text detector. Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 5551-5560, USA.
- [25] Kazmi, W., Nabney, I., Vogiatzis, G., Rose, P., Codd, A., (2020). An efficient industrial system for vehicle tyre (tire) detection and text recognition using deep learning. IEEE Transactions on Intelligent Transportation Systems, 22 (2), 1264-1275.
- [26] Hassan, H., El-Mahdy, A., Hussein, M. E. (2021). Arabic scene text recognition in the deep learning era: Analysis on a novel dataset. IEEE Access, 9, 107046-107058.
- [27] Wang, M., Niu, S., Gao, Z. (2019). A novel scene text recognition method based on deep learning. Computers, Materials Continua, 60 (2), 781-794.
- [28] Long, S., He, X., Yao, C. (2021). Scene text detection and recognition: The deep learning era. International Journal of Computer Vision, 129, 161-184.
- [29] Wang, X.-F., He, Z.-H., Wang, K., Wang, Y.-F., Zou, L., Wu, Z.-Z. (2023). A survey of text detection and recognition algorithms based on deep learning technology. Neurocomputing, 556, 126702.

- [30] Wang, X., Jiang, Y., Luo, Z., Liu, C.-L., Choi, H., Kim, S. (2019). Arbitrary shape scene text detection with adaptive text region representation. Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 6449-6458, USA.
- [31] Zhang, C., Liang, B., Huang, Z., En, M., Han, J., Ding, E., Ding, X. (2019). Look more than once: An accurate detector for text of arbitrary shapes. Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 10552-10561, USA.
- [32] Liu, Y., He, T., Chen, H., Wang, X., Luo, C., Zhang, S., ... Jin, L. (2021). Exploring the capacity of an orderless box discretization network for multi-orientation scene text detection. International Journal of Computer Vision, 129, 1972-1992.
- [33] Baek, Y., Lee, B., Han, D., Yun, S., Lee, H. (2019). Character region awareness for text detection. Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 9365-9374, USA.
- [34] Wang, W., Xie, E., Song, X., Zang, Y., Wang, W., Lu, T., ... Shen, C. (2019). Efficient and accurate arbitrary-shaped text detection with pixel aggregation network. Proceedings of the IEEE/CVF International Conference on Computer Vision, 8440-8449, Korea.
- [35] Wang, W., Xie, E., Li, X., Hou, W., Lu, T., Yu, G., Shao, S. (2019). Shape robust text detection with progressive scale expansion network. Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 9336-9345, USA.
- [36] Guiming, S. Jidong, S. (2018). Multi-scale Harris corner detection algorithm based on canny edge-detection. IEEE International Conference on Computer and Communication Engineering Technology (CCET), 305-309, China.
- [37] Yao, C., Bai, X., Liu, W., Ma, Y., Tu, Z. (2012). Detecting texts of arbitrary orientations in natural images. 2012 IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 1083-1090, Providence, RI, USA.
- [38] Shivakumara, P., Phan, T. Q., Tan, C. L. (2010). A laplacian approach to multi-oriented text detection in video. IEEE Transactions on Pattern Analysis Machine Intelligence, 33(2), 412-419.
- [39] Koo, H. I., Kim, D. H. (2013). Scene text detection via connected component clustering and nontext filtering. IEEE Transactions on Image Processing, 22 (6), 2296-2305.
- [40] Yin, X.-C., Yin, X., Huang, K., Hao, H.-W. (2013). Robust text detection in natural scene images. IEEE Transactions on Pattern Analysis Machine Intelligence, 36 (5), 970-983.
- [41] Ye, Q., Doermann, D. (2014). Scene text detection via integrated discrimination of component appearance and consensus. Camera-Based Document Analysis and Recognition: 5th International Workshop, CBDAR 2013, 47-59, Washington, DC, USA.
- [42] Karatzas, D., Shafait, F., Uchida, S., Iwamura, M., i Bigorda, L. G., Mestre, S. R., ... & De Las Heras, L. P. (2013). ICDAR 2013 robust reading competition. 12th International Conference on Document Analysis and Recognition, 1484-1493, Washington, DC, USA.

Kurutulmuş ve taze Trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin incelenmesi

Züleyha Dal Konuş^{*1}, Özlem Turgay²

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş, ORCID:0000-0001-7482-094X

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Gıda Mühendisliği, Kahramanmaraş, ORCID: 0000-0003-2286-833X

Geliş Tarihi:07.11.2023

Kabul Tarihi:20.12.2023

Özet

Bu çalışmada sade yoğurt ile %15 taze Trabzon hurması ve kurutulmuş Trabzon hurması katkılı sütlerden pıhtısı karıştırılarak (stirred) ve karıştırılmadan (set) mayalanan meyveli yoğurtlar üretilmiştir. Beş ayrı çeşit yoğurtlar şu şekildedir: kuru meyve katkılı stirred (Y1), yaş meyve katkılı stirred (Y2), kuru meyve katkılı set (Y3), yaş meyve katkılı set (Y4) ve sade (Y5) yoğurt. Yoğurtlar, kuru madde, kül, yağ, protein, şeker, pH, titrasyon asitliği, serum ayrılması, tuz oranları ve toplam mezofilik laktik asit bakteri sayısı bakımından karşılaştırılmıştır. Örneklerdeki kuru madde miktarı %18.09-11.77, kül oranı %0.96-0.60, yağ miktarı %2.97-1.61, protein oranı %2.77-1.97, şeker miktarı %12.07-4.13, pH değerleri 5.53-4.54, titrasyon asitliği %62.00-36.33, serum ayrılması %52.67-34.67, tuz oranı %0.21-0.12, toplam mezofilik laktik asit bakteri sayısı ise 8.7×10^9 - 1.4×10^6 arasında tespit edilmiştir. Yapılan analizlerin sonuçlarına göre istatistiksel olarak yağ, protein, şeker, pH, titrasyon asitliği ve tuz oranları bakımından yoğurtlar arasındaki farklılık çok önemli ($p < 0,01$), kuru madde ve serum ayrılması bakımından yoğurtlar arasındaki farklılık önemli ($p < 0,05$) ve kül oranı bakımından yoğurtlar arasındaki fark önemsiz ($p > 0,05$) bulunmuştur. Toplam mezofilik laktik asit bakteri sayısı bakımından kıyaslama yapıldığında; Y1'in en yüksek laktik asit bakterisine sahip olduğu ve bunu sırasıyla Y2, Y3 ve Y5 (sade yoğurt)'in takip ettiği gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Meyveli yoğurt, Trabzon hurması, Sade yoğurt

Investigation of some properties of dried and fresh persimmon added fruit yoghurts

Abstract

In this study, fruit yoghurts fermented with or without stirred curds were produced from plain yoghurt and milk with 15% fresh persimmon and dried persimmon. Five different types of yoghurts are as follows: stirred with dried fruit (Y1), stirred with fresh fruit (Y2), set with dried fruit (Y3), set with fresh fruit (Y4) and plain (Y5) yoghurt. Yoghurts were compared in terms of dry matter, ash, fat, protein, sugar, pH, titratable acidity, serum separation, salt ratios and total number of total mesophilic lactic acid bacteria. Dry matter amount are 18.09-11.79%, ash ratios are 0.96-0.60%, fat amount are 2.97-1.61%, protein ratios are 2.77-1.97%, sugar amount are 12.07-4.13%, pH values are 5.53-4.54, titration acidity is 62.00-36.33%, serum separation are 52.67-34.67%, salt ratios are 0.21-0.12%, total mesophilic lactic acid bacteria number are between 8.7×10^9 - 1.4×10^6 . According to the results of the analyzes, the difference between yoghurts in terms of fat, protein, sugar, pH, titration acidity and salt ratios is statistically very significant ($p < 0.01$), the difference between yoghurts in terms of dry matter and serum separation is statistically significant ($p < 0, 05$) and the difference between yoghurts in terms of ash content was statistically insignificant ($p > 0.05$). When compared in terms of the total number of mesophilic lactic acid bacteria, It was observed that Y1 has been the highest amount of lactic acid bacteria, followed by Y2, Y3 and Y5 (plain yoghurt), respectively.

Keywords: Fruit yoghurt, Persimmon, Plain yoghurt

*Sorumlu yazar (Corresponding author): Züleyha Dal Konuş, zlyhdal@gmail.com.

Künye Bilgisi: Dal Konuş, Z., Turgay, Ö., (2023). Kurutulmuş ve Taze Trabzon Hurması Katkılı Meyveli Yoğurtların Bazı Özelliklerinin İncelenmesi. Artibilim: Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 6(2), 16-26. Doi:10.55198/artibilimfen.1387441

1.Giriş

Trabzon hurması, özellikle A ve E vitaminleri ile karbonhidratlar bakımından zengindir. İnsan beslenmesinde önemli bir yer teşkil eden meyve türüdür [1,2]. Yapılan çalışmalar Trabzon hurmasının kolesterolü azalttığı, bağışıklık sistemini güçlendirdiği, sindirim sistemini hızlandırdığı ve kanseri önlemeye yardımcı olduğunu ortaya koymuştur [3,4]. Trabzon hurması besin içeriği bakımından iyi bir kalsiyum, potasyum ve vitamin kaynağıdır. Aynı zamanda yüksek seviyede tannik asit içerir, fakat olgunlaştığında buruk tadı veren tannik asit azalır ve zamanla yok olur. Trabzon hurmasının içinde çözünmüş halde tannin maddesi bulunduğu için kanamayı durdurucu olarak kullanılabilir [5].

Türk Gıda Kodeksi Fermente Sütler Tebliği'nde yoğurt; *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* ve *Streptococcus thermophilus* bakterilerinin laktik asit fermentasyonu ile meydana gelen koagüle süt ürünü şeklinde ifade edilirken; meyveli yoğurt ise “Çeşnili fermente süt ürünleri: Kütlesel olarak en fazla %50'si kadar şeker veya tatlandırıcı, meyve ve sebzeler ve bunların suları, püreleri, pulpları ve bunlardan üretilen preparatlar ve konserveler, tahıllar, bal, sert kabuklu yemişler, baharatlar, kahve ve çikolata bunlar dışında taklit ve tağşişe neden olmayacak lezzet verici gıdalar gibi süt bazlı olmayan bileşenler içeren süt ürünü” olarak ifade edilmiştir [6]. Meyveli yoğurt üretimi sade yoğurt üretimine benzerlik göstermekle birlikte iki şekilde gerçekleştirilebilmektedir. Meyveli yoğurt üretimi set (pıhtısı karıştırılarak kırılmamış) ve stirred (pıhtısı karıştırılarak kırılmış) tipi olmak üzere iki şekilde yapılabilmektedir [7].

Elma, armut, portakal, mandarin, muz, ananas, mango, çarkıfelek meyvesi, kayısı, çilek, ahududu, kivi, incir, böğürtlen çeşitleri, şeftali, erik, vişne, kuşburnu, yaban mersini gibi meyve çeşitleri ve meyve aromaları, karışımları ve boyaları meyveli yoğurt üretim endüstrisinde kullanılmaktadır. Bunların dışında stevia, reçel, marmelat, bal, jöle meyveli yoğurt üretiminde kullanılmaktadır [8]. Yoğurt besleyici özelliğinin yanı sıra probiyotik, antikanserojenik, antimitojenik, antogonistik ve terapatik etkilere sahip olduğu bilinen fermente bir süt ürünüdür [9]. Besinsel değer açısından yoğurt süte benzer özellik gösterirken, içeriğindeki mineral ve vitaminlerin biyoyararlılığı yüksektir [10].

Son yıllarda tüketici beklentisini ve taleplerini karşılamak için sade yoğurda alternatif olarak kurutulmuş, tütsülenmiş (isli yoğurt), konsantre edilmiş (süzme yoğurt), dondurulmuş (yoğurt dondurması) ve meyve ile tatlandırılmış yoğurt ürünleri üretilmeye başlanmıştır. Dünya geneline bakıldığında yoğurt çeşitleri arasında en çok ilgi çeken ve talep gören meyveli yoğurttur [11]. Yapılan araştırmalara göre yoğurdun aromatik çeşitliliği ve tatlılık oranlarının artması Batı ülkelerinde yoğurt tüketimini arttırmıştır. Meyveli yoğurtların içinde bulunan meyve aroması asetaldehit tadını örttüğü için duyusal açıdan ilgi çekmektedir [12]. Ayrıca meyvelerin yoğurda eklenmesiyle hem meyvede hem yoğurtta bulunan besin öğelerinden faydalanılmayı sağlıyor olup, yeni fonksiyonel ürünler ortaya çıkmaktadır [11]. Meyveli yoğurt prosesinde ilave edilen bileşenler yoğurdun besleyici özelliğini arttırmaktadır [13].

Bu araştırmada, Trabzon hurması ile yoğurdun birleştiği, yoğurt tüketimini cazip hale getirmek ve mevsimsel bir meyve olan Trabzon hurmasının gıda sektöründe yeni bir ürün çeşidi olarak üretim alanının oluşturulması amaçlanmıştır. Bunun yanı sıra besin değeri yüksek olan bu meyve ve yoğurdun çocuklar tarafından tek başına tüketiminin tercih edilmemesi nedeniyle bu iki gıdanın birleşiminden oluşan çocuk beğenisine hitap eden yeni bir ürün ortaya konulmak istenmiştir. Bu yeni ürün kimyasal ve mikrobiyolojik açıdan sade yoğurt ile karşılaştırılmıştır.

2. Materyal ve metot

2.1. Materyal

Bu çalışmanın ana materyalini; süt, Trabzon hurması, yoğurt kültürleri ve besiyeri oluşturmaktadır. Yoğurt yapımında kullanılan süt Kahramanmaraş'ta ticari olarak faaliyet gösteren bir firmadan temin edilmiştir. Çalışmada toplam 15 L süt kullanılmıştır. Trabzon hurmaları Kahramanmaraş Sebze ve Meyve Hali'nden temin edilmiştir. Toplam 2.5 kg Trabzon hurması kullanılmıştır. Yoğurt kültürü olarak Danisco marka YO-MIX 310 *Lactobacillus bulgaricus* ve *Streptococcus salivarius subsp. thermophilus* kullanılmıştır. Toplam mezofilik laktik asit bakterisi gelişimi için besiyeri olarak M17 agar (Merck) kullanılmıştır.

2.2. Metot

2.2.1. Trabzon hurmasının kurutulması

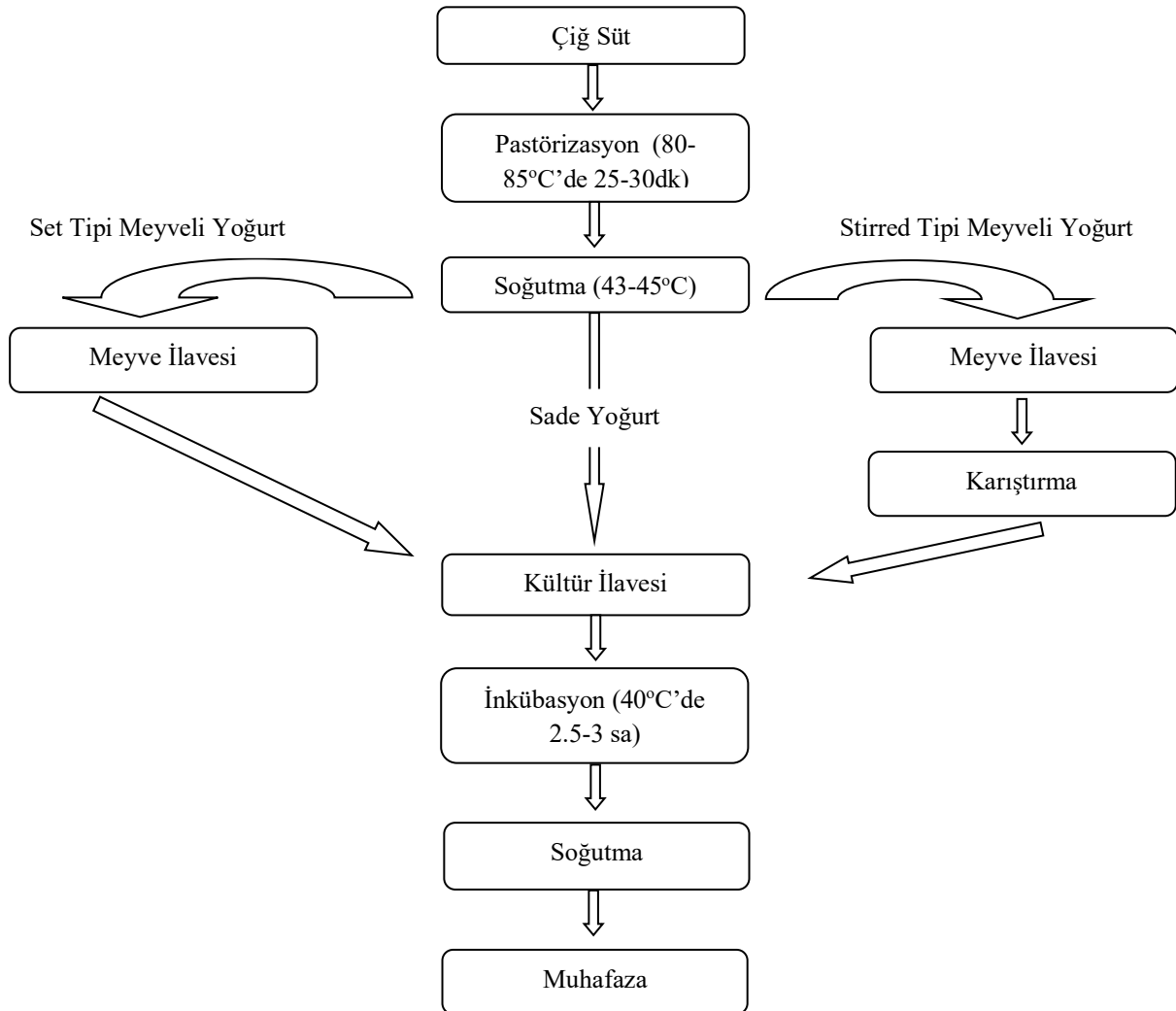
Trabzon Hurmaları, sert formu bozulmadan, çekirdekleri ve sap kısmı çıkarılarak ve kabukları soyulmadan 3 mm kalınlığında dikine dilimlenmiştir. Güz dönemi az nemli olan ortamda hava sirkülasyonunun sağlanması için çığ (Belirli boy ve çaptaki kamış ya da çubuklardan yapılan, üzerine eşya koymak için kullanılan altlık) üzerinde ya da kuru temiz bir bez üzerinde yaklaşık 7-10 gün kadar direkt güneş teması engellenerek kaldırılmaksızın kurutulmuştur. Yaş meyveler çekirdekleri ve sap kısmı çıkarılarak, kuru meyveler ise kurutma öncesi çekirdek ve sap kısmından temizlendiği için direkt laboratuvar tipi (İsolab marka) blenderda parçalanarak boyut küçültmesi yapılmıştır.

2.2.2. Yoğurtların mayalanması

Çığ süt 80-85°C'de 25-30 dk pastörize edilmiştir, 43-45°C sıcaklığa gelmesi beklenmiştir. Kontrol grubu olan sade yoğurt için 200 ml süte 1 g yoğurt kültürü, taze ve kurutulmuş Trabzon hurması katkılı stirred yoğurtlar için 170 ml süte 30 g meyve tamamen dağılıncaya kadar karıştırılıp 1 g yoğurt kültürü, set yoğurtlar için 170 ml süte 30 g meyve ve 1g yoğurt kültürü ilave edilmiştir. Yoğurtlar 40°C'de 2.5-3 saat inkübasyona bırakılmıştır ve inkübasyon sonunda +4°C'de muhafaza edilmiştir. Bu çalışma 3 tekrerrür ve 5 paralel gerçekleştirilmiştir. Her ürün 200 ml'lik cam kavanozlarda mayalanmıştır. Toplam 15 L süt ve 2.5 kg Trabzon hurması kullanılmıştır. Şekil 1'de üretim akış şeması verilmiştir.

2.2.3. Kimyasal analiz metotları

Kuru madde tayini için TS EN ISO 5534 [14], kül tayini için TS EN 1135 [15], yağ tayini için Gerber yöntemi [16], protein tayini için TS EN ISO 8968-1 Kjeldahl Yöntemi [17], şeker tayini için TS EN ISO 5377 Lane- Eynon yöntemi [18], tuz tayini için Cemeroğlu [19] referans alınarak Mohr yöntemi kullanılmıştır. Meyvelerde yapılan yağ tayini ise soxhlet ekstraksiyonu metodu [20] kullanılmıştır. pH tayini için Metin [21] referans alınarak kalibre edilmiş pH metre cihazı kullanılmıştır. Titrasyon asitliği için Kurt ve ark. [22] analiz yöntemi, serum ayrılması tayini için ise Yılmaz [23] referans alınarak analizler yapılmıştır.



Şekil 1. Üretim akış şeması

2.2.4. Mikrobiyolojik analiz metotları

Toplam mezofilik laktik asit bakteri sayısı tayini için ise TS ISO 15214 [24] analiz metoduna göre yapılmıştır.

2.2.5. İstatistik analiz

İstatistiksel analizler Faktöriyel Tesadüf Parselleri Deneme Desenine göre oluşturulmuş olup elde edilen verilerin varyans analizleri IBM SPSS versiyon 19.0 (2010) istatistik paket programı

Kurutulmuş ve taze trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin incelenmesi kullanılarak yapılmıştır. Örneklere ait ortalamaların karşılaştırılması Duncan çoklu karşılaştırma testi kullanılarak yapılmıştır.

3. Sonuç

Kullanılan sütün kuru maddesi %12.2, protein oranı %3, yağ oranı ise %3.3'tür. Meyveli yoğurda katkı olacak taze Trabzon hurmasının kuru maddesi %21.08, kül miktarı %0.41, protein miktarı %0.25, yağ miktarı %0.15, şeker miktarı %11.32 iken kurutulmuş Trabzon hurmasının kuru maddesi %53.29, külü %2.06, protein miktarı %0.34, yağ miktarı %0.41, şeker miktarı %28.56'dır.

Üretilen yoğurtlarda kuru madde miktarı %18.09-11.77, kül oranı %0.96-0.60, yağ oranı %2.97-1.61, protein oranı %2.62-1.97, şeker oranı %12.07-4.13, pH değerleri 5.53-4.54, titrasyon asitliği %62.00-36.33, serum ayrılması oranı %52.67-34.67, tuz miktarı %0.21-0.12, toplam mezofilik laktik asit bakteri sayısı ise 8.7×10^9 - 1.4×10^6 arasında çıkmıştır. Yoğurtlara uygulanan analizin sonuçları ve yoğurtların ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi verileri Tablo 1'de birlikte verilmiştir.

Tablo 1. Yoğurtlara Uygulanan Analiz Sonuçları

Yoğurt Çeşitleri	Kuru madde %	Kül %	Yağ%	Protein %	Şeker %	pH	SH %	Serum Ayrılması %	Tuz %	Toplam Mezofilik Laktik asit Bakterisi Sayısı (kob/ml)
Y1	18.09 ^a ± 0.31	0.96 ^a ± 0.03	2.37 ^b ± 0.06	2.59 ^b ± 0.00	12.07 ^a ± 0.33	5.23 ^a ± 0.01	36.66 ^d ± 1.53	38 ^b ± 2.00	0.12 ^b ± 0.01	8.7x10 ⁹
Y2	12.07 ^b ± 0.04	0.60 ^c ± 0.05	1.61 ^d ± 0.12	2.21 ^c ± 0.75	7.51 ^c ± 0.05	4.57 ^c ± 0.01	51 ^c ± 1.00	34.67 ^b ± 5.03	0.20 ^a ± 0.02	9.9x10 ⁷
Y3	15.39 ^{ab} ± 0.16	0.81 ^b ± 0.16	1.90 ^c ± 0.10	2.62 ^{ab} ± 0.74	9.45 ^b ± 0.74	5.15 ^b ± 0.01	36.33 ^d ± 0.58	43.33 ^{ab} ± 7.02	0.21 ^a ± 0.02	3.7x10 ⁷
Y4	11.77 ^b ± 0.10	0.62 ^c ± 0.08	1.85 ^{cd} ± 0.06	1.97 ^d ± 0.03	6.62 ^d ± 0.24	4.57 ^c ± 0.00	54.33 ^b ± 0.58	34.67 ^b ± 2.31	0.14 ^b ± 0.01	1.4x10 ⁶
Y5	11.88 ^b ± 5.59	0.63 ^c ± 0.05	2.97 ^a ± 0.06	2.77 ^a ± 0.03	4.13 ^c ± 0.18	4.54 ^d ± 0.01	62 ^a ± 1.00	52.67 ^a ± 8.08	0.13 ^b ± 0.01	1.7x10 ⁶
	*	ns	**	**	**	**	**	*	**	

(** p<0,01 çok önemli, * p<0,05 önemli, ns p>0,05 önemsiz)

(a,b,c,d,e; Aynı sütun içinde bulunan farklı harfler içeren ortalamalar istatistiksel olarak birbirinden farklıdır.)

(Y1: Kuru meyve katkılı stirred, Y2: Yaş meyve katkılı stirred, Y3: Kuru meyve katkılı set, Y4: Yaş meyve katkılı set, Y5: Sade yoğurt)

4. Tartışma

Vurgulanması gereken ilk gözlem meyve ilaveli yoğurtlarda kontrole kıyasla kuru madde, şeker, pH, ve tuz miktarının daha yüksek olmasıdır.

Kuru meyve ilaveli yoğurtların protein oranlarının yaş meyve ilaveli örneklerden yüksek olduğu ve kontrol olan sade yoğurttan düşük olduğu tespit edilmiştir. Bu durumun, ilave edilen meyvenin birim kütlede bulundurmuş olduğu protein oranından ve meyveden kaynaklanan proteinin süttten kaynaklanan proteinden daha düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

Meyveli yoğurt çeşitleri sade yoğurt ile kıyaslandığında Y1 ve Y3 yoğurtların kuru madde, kül, şeker, pH, mezofilik laktik asit bakteri sayısı sade yoğurttan yüksek iken; yağ, protein, titrasyon asitliği, serum ayrılması Y5'ten düşüktür. Y2 ve Y4 yoğurtların şeker, pH ve tuz oranları Y5'ten yüksek, kül, yağ, protein, titrasyon asitliği, serum ayrılması düşüktür. Kuru madde oranında ise Y3'ün kuru maddesi Y5'ten yüksek iken Y4'ten düşüktür.

Kontrolün serum ayrılması miktarının diğer örneklerden yüksek olması meyvelerdeki lifli yapının suyu absorbe etmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Kuru meyve katkılı olan yoğurtların serum ayrılması yaş meyve katkılı olan yoğurtlarla kıyaslandığında ise daha yüksek serum ayrılması olduğu gözlenmiştir. Bu durum ise meyvenin kuru formundaki yapı sıklığından dolayı lifin suyu absorbsiyonunun daha az olmasından kaynaklanmıştır [25].

Yapılan analizlerin sonuçlarına göre kuru madde, kül, şeker, pH, laktik asit bakteri sayısı değerleri bakımından en yüksek; yağ, protein, titrasyon asitliği ve serum ayrılması miktarı bakımından ortalama; tuz oranı bakımından en düşük değerlere sahip Y1 örneğidir.

Mikrobiyolojik olarak meyve ilaveli örneklerin kontrole kıyasla daha fazla miktarda laktik asit bakterisi içerdiği tespit edilmiştir. Meyveli yoğurt çeşitlerinde en yüksek laktik asit bakterisi oranı Y1 olarak belirlenmiştir. Bunu sırasıyla Y2, Y3, Y5 takip etmektedir.

Yapılan istatistiksel analizler sonucunda Trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların kimyasal özelliklerinden yağ, protein, şeker, pH, titrasyon asitliği ve tuz bakımından farklılıkların istatistiksel olarak çok önemli olduğu ($p<0,01$), kuru madde ve serum ayrılması bakımından farklılıkların istatistiksel olarak önemli olduğu ($p<0,05$) ve kül bakımından farklılıkların istatistiksel olarak önemsiz olduğu tespit edilmiştir ($p>0,05$).

Çağlayan [26], bal kabağı ve kuru üzümlü yoğurtlarda kurumadde oranını %14.82- %17,52 aralığında tespit etmiştir. Kurumadde oranları bakımından benzerlik göstermektedir. Karakuş ve ark., [27] çilek aromalı ve farklı oranlarda şeker ve stevia ilaveli ettikleri yoğurt üretimlerinde kurumadde oranları Y1 örneğinin kurumadde miktarı ile benzerdir. Tarakçı [28] kivi marmelatı katkılı meyveli yoğurtlarda kuru madde değerlerinin marmelat miktarı arttıkça arttığı sonucuna ulaşmıştır. Bu çalışmada da kuru madde miktarı Y1'de daha fazla çıkmıştır.

Tekyiğit ve ark., [29], %10 oranında bakla, börülce, kereviz ve enginar ilave etmiş olduğu farklı yoğurt örneklerinde kül oranını %0,91-%0,99 aralığında tespit etmiştir. Ayar ve ark. [30] yaptıkları çalışmada %10 Trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtta kül oranı %0,95, %20 Trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtta kül oranı ise %0,99 tespit edilmiştir ve bu çalışmadaki Y1 ve Y3 örneklerinin değerlerine yakınlık göstermektedir.

Kuru meyve katkılı (Y1 ve Y3) örneklerinin yağ oranı yaş meyve katkılı (Y2 ve Y4) örneklerden yüksek olduğu görülmektedir. Tekyiğit ve ark., [29], %10 oranında bakla, börülce, kereviz ve enginar ilave etmiş olduğu farklı yoğurt örneklerini kontrol ile kıyasladığında yağ oranı en yüksek börülceli yoğurttur. Kontrol yoğurdunun yağ oranı %3'tür. Diğer örneklerinde ise yağ oranları %2,65-3,10 arasında tespit edilmiştir. Aly ve ark. [31], Ayar ve ark. [30] ve Çayır [32] meyveli yoğurt ile ilgili yaptıkları çalışmalarda meyve katkılı yoğurtlarda yağ oranının düştüğü sonucuna varmışlardır. Ayar ve ark. [30], yaptıkları çalışmada yağ oranı artış gösteren tek meyve katkılı yoğurt kuşburnu katkılı yoğurttur. Bunun sebebinin meyvenin türünden kaynaklandığını ileri sürmüşlerdir. Çağlayan [26] ise

Kurutulmuş ve taze trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin incelenmesi çalışmasında yağ oranını %1.8-%2.6 aralığında tespit etmiştir ve bu çalışmanın yağ oranları ile benzerlik göstermektedir.

Çayır [32], kayısı katkılı meyveli yoğurtların protein oranlarının sade yoğurda göre azalma gösterdiğini ifade etmiştir. Bu çalışmadaki meyveli yoğurtlarda da benzer bir ilişki gözlenmiştir. Sütten kaynaklanan protein içeriği protein miktarında etkili olan hammaddedir. Meyve eklenmesiyle toplam kütledeki protein miktarı düşüş göstermektedir. Bu nedenle sade yoğurtta meyveli yoğurtlardan daha az protein içeriği görülmektedir.

Y1 ve Y3'ün şeker oranları Y2 ve Y4'ün şeker oranlarından daha yüksektir. Bunun sebebinin kuru meyvede birim kütledeki şeker oranının daha fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekerin kuru madde miktarına etkisi karşılaştırılacak olursa yoğurtların kuru madde miktarları ile şeker miktarları arasında paralellik olduğu söylenebilir. Çayır [32] kayısı katkılı meyveli yoğurda üretim aşamasında %6 şeker ilavesi ve Ayar ve ark. [30] Trabzon hurması katkılı meyveli yoğurda üretim aşamasında %3-5 şeker ilavesi yapmışlardır. Bu çalışmada şeker ilavesi olmadığı için karşılaştırma yapmak yanlış yorumlar yapmaya sebep olacaktır.

Tekyigit ve ark., [29], farklı sebze katkılı yoğurt örneklerinin pH değerlerini 4.47-4.61 aralığında tespit etmişlerdir. Çelik ve ark. [33], çalışmalarında andız pekmezi katkılı yoğurtların pH'sını 4.78-5.02 aralığında, sade yoğurdun pH'sını ise 4.70 belirlemişlerdir. Çağlayan [26] kuru üzüm ve bal kabağı katkılı yoğurt örneklerin pH değerlerini 4.57-4.85 aralığında belirlemiştir. Bu çalışmalardaki pH değerleri ile çok yakınlık göstermektedir.

Y1 ve Y3'ün titrasyon asitliği Y2 ve Y4'ten düşük iken Y5'in titrasyon asitliği en yüksek çıkmıştır. Meyve katkısı pH değerini yükseltirken titrasyon asitliğini düşürmüştür. Yani pH ile titrasyon asitliği ters orantılıdır. Türkmen ve ark., [34] kokusuz balık yağı ve böğürtlen ilave edilerek hazırlanmış olan yoğurt örneklerin kontrol grubu olan böğürtlenli yoğurtların titrasyon asitliğini %48.20 olarak tespit etmiştir ve böğürtlene ek olarak farklı oranlarda süt yağı ve balık yağı ilave edilmiş olan yoğurt örneklerinde titrasyon asitliği %45.31-%46.32 aralığında belirtilmiştir. Çayır [32] ve Ayar ve ark. [30] meyveli yoğurtlarla ilgili yaptıkları çalışmalarda meyve ilavesinin titrasyon asitliğini düşürdüğünü, Rahman ve ark. [35], meyveli yoğurtlarla ilgili yaptıkları çalışmada ise meyve ilave edilmiş yoğurtların titrasyon asitliğinin sade yoğurduna göre daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Temiz ve ark. [36], yeni dünya marmelatı katkılı meyveli yoğurtlarda meyve oranı arttıkça titrasyon asitliğinin arttığını gözlemlemişlerdir. Tarakçı [28], kivi marmelatı ile ilgili yaptığı çalışmada marmelat oranı arttıkça titrasyon asitliğinin arttığını tespit etmiştir.

Öner [37], %0, %6, %10 ve %15 oranlarında avokado ilave edilmiş olan yoğurt örneklerinde serum ayrılması oranlarını yaklaşık %25-%45 oranlarında bulmuştur. En yüksek serum ayrılmasının bu çalışmada da olduğu gibi sade yoğurtta olduğunu belirtmişlerdir. Özdemir [38], farklı oranlarda kırmızı pancar ve stevia ilave etmiş olduğu probiyotik yoğurt örneklerinde en yüksek serum ayrılmasını %37 olan sade probiyotik yoğurtta, en düşük serum ayrılmasını ise kırmızı pancar ilaveli probiyotik yoğurtta %26, kırmızı pancar, stevia ve kırmızı pancar şeker ilavesi olan yoğurtlar ise yakın sonuçlar elde ederek yaklaşık %32 olarak tespit etmiştir. Çelik ve ark. [39], kızılılık püresi ve şeker ilaveli meyveli yoğurt ile ilgili yaptıkları çalışmada meyve ilavesinin serum ayrılmasını attırdığını tespit etmişlerdir. Tarakçı [28], kivi marmelatı katkılı meyveli yoğurtla ilgili yaptığı çalışmada marmelat oranının artışının serum ayrılmasını da arttırdığını gözlemlemiştir. Temiz ve ark. [36], yenedünya marmelatı katkılı meyveli yoğurtlarda meyve oranı arttıkça serum ayrılmasının arttığını gözlemlemişlerdir. Çelik ve ark. [33],

andız pekmezi katkılı yoğurtlarda andız pekmezi katkısı arttıkça serum ayrılmasının azaldığını bulmuşlardır ve bu durumun su tutma kapasitesi yüksek olan indirgen şeker ve proteinden kaynaklandığını ileri sürmüşlerdir. Ayar ve ark. [30], yaptıkları çalışmada farklı meyve katkılı yoğurtlar arasında kara hurmanın su tutma kapasitesinin en yüksek olduğunu yani serum ayrılmasının en düşük olduğunu belirtmişlerdir.

Çakmakçı ve ark. [40], yaptıkları farklı probiyotik bakteriler ile üretilen muzlu yoğurtlarda muhafaza süresince yoğurtların hiçbirinde koliform bakteri, *Staphylococcus aureus* ve *Enterobacteriaceae*'a rastlanmazken (<10 kob/g), toplam aerobik mezofilik bakteri ile maya ve küf sayılarının muhafaza süresince artış gösterdiğini, farklı kültür kombinasyonu kullanımına rağmen başlangıç konsantrasyonuna da bağlı olarak 7. günden sonra yoğurtların probiyotik özelliklerini kaybetmeye başladığını tespit etmişlerdir ($<10^6$ logkob/g). Çakmakçı ve ark. [40]'nın örneklerinin 7. günden sonraki bakteri sayısı ile Y1, Y2 ve Y3 örneklerinin bakteri sayısı benzerlik göstermektedir.

Y1 ve Y3 kuru madde, kül, yağ, şeker analiz sonuçlarının diğerlerinden daha yüksek olmasının sebebi eklenen meyve miktarının yaş meyveye oranla daha konsantre olmasından kaynaklandığı; pH değerlerinin ise diğerlerinden daha yüksek olması yoğurt içinde daha homojen bir yapı oluşmaması ve daha sıkı yapıdaki meyvenin mikroorganizmalar tarafından kullanımının yetersiz olmasından ve fermentasyon süresinin yetersiz olduğundan kaynaklandığı; serum ayrılması sonuçlarına bakıldığında ise Y2 ve Y4 içerisinde meyve liflerinin dağılımı ve bu liflerin su tutma kapasitelerinden dolayı serum ayrılmasını azalttığı düşünülmektedir. Meyvelerin kuru veya yaş, yoğurtların stirred veya set olması tuz değeri üzerinde yorumlanabilir bir etki göstermemiştir. Y1 ve Y2 örneklerinin mikroorganizma yükünün fazla olması ise daha homojen bir numune alımının gerçekleştirilebilir olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Yapılan analizlerin sonuçlarının genel değerlendirilmesinin yapılması gerekirse; sadece meyveden kaynaklanan şeker ile tatlı yoğurt beklentisinin karşılanabileceği bir ürün olduğu ancak kuru meyveden ziyade yaş meyve ile daha homojen bir lezzet algısı oluşturacağı düşünülmektedir. Ayrıca yapı olarak da serum ayrılmasının yaş meyve katkılı yoğurtlarda daha az olması dolayısıyla daha homojen bir yapının oluşması tüketim için tercih edilme sebebi olacağı düşünülmektedir. Bunun yanı sıra besinsel içerik açısından da protein değerinin daha yüksek olması gerekmektedir. Protein içeriğini arttırmak için hammadde olarak tercih edilen sütün protein miktarı daha fazla olabileceği gibi; farklı protein kaynağı ek takviyeler ile de bu besinsel içerik zenginleştirilebilir.

Yapılan bu çalışmanın besinsel nitelikleri ve sağlık üzerine etkileri düşünüldüğünde Trabzon hurmasının tüketim şeklinin çeşitlendirilmesi ve gıda sektörüne yeni bir ürün kazandırılması adına referans oluşturması bakımından önemli olduğu düşünülmektedir.

Teşekkür

2016/3-7 YLS numaralı projeye yaptıkları destekten dolayı Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederiz.

Kurutulmuş ve taze trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin incelenmesi
Etik kurul onayı: Bu çalışmada herhangi bir etik kurul onayına gerek yoktur.

Yazar katkıları: Yazarlar çalışmaya eşit katkıda bulunmuştur.

Çıkar çatışması: Çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı: Bu araştırma çalışması içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca makale yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada, alıntı yapılan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Kaynakça

- [1] Tuzcu, Ö., Yıldırım, B. (2000). Trabzon Hurması (*Diospyros kaki* L) ve Yetiştiriciliği. TÜBİTAK TARP Yayınları, Adana.
- [2] Kuzucu, F.C. (2003). Çanakkale-Lapseki Koşullarında Yetiştirilen Trabzon Hurmalarında Meyve Gelişimi, Olgunlaşma ve Depolama Karakteristikleri Üzerinde Araştırmalar. Doktora Tezi, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.
- [3] Yönel S., Uylaser V., Yonak S. (2008). Trabzon hurmasının bileşimi ve besleyici değeri. Türkiye 10. Gıda Kongresi, 339-342. Erzurum.
- [4] Bölek S, Obuz E. (2014). Quality characteristics of trabzon persimmon dried at several temperatures and pretreated by different methods. Turkish Journal of Agriculture and Forestry, 38, 1-8.
- [5] Özen, A., Çolak, A., Dinçer, B., Güner, S. (2004). A diphenolase from persimmon fruits (*Diospyros kaki* L., Ebenaceae). Food Chemistry, 85, 431–437.
- [6] Anonim. (2009). Türk Gıda Kodeksi. Fermente Süt Ürünleri Tebliği (2009/25). Tarım ve Köyişleri Bakanlığı. 16 Şubat 2009 tarih ve 27143 sayılı Resmi Gazete, Ankara.
- [7] Üçüncü, M. (2005). Süt ve mamülleri teknolojisi. Meta Basım. İzmir.
- [8] Erdal, M. (2020). Afyonkarahisar İlinde Tüketime Sunulan Meyveli Yoğurtlarda Aflatoksin M1 Varlığının ve Düzeyinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar.
- [9] Kumar, P., Mishra, H.N. (2004). Yoghurt powder—A review of process technology, storage and utilization. Food and Bioproducts Processing, 82(2), 133–142.
- [10] Özer B. (2006). Yoğurt bilimi ve teknolojisi. Sidas Yayınları. İzmir.
- [11] Peker H. (2012). Keçiyoynuzu Gamı Kullanarak Az Yağlı Yoğurt ve Zeytin Yaprağı Ekstratı Kullanılarak Fonksiyonel Meyveli Yoğurt Üretimlerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli.
- [12] Yedikardaş, E. (2010). Yağ Oranlarının Kayısı Lifi Katkılı Probiyotik Kültür ile Üretilen Yoğurtların Kalite Özellikleri Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- [13] Şireli, U., Onaran, B. (2012). Yoğurt ve yoğurdun insan sağlığı açısından yararları. www.asuder.org.tr

- [14] Anonim. (2006). TS EN ISO 5534 Peynir ve İşlenmiş Peynir- Toplam Kuru Madde İçeriği Tayini.
- [15] Anonim. (1996a). TS EN 1135 Meyve ve Sebze Suları- Kül Tayini.
- [16] Uylaşer, V., Başoğlu, F. (2000). Gıda analizleri I-II uygulama klavuzu. Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, 116. Bursa.
- [17] Anonim. (2014). TS EN ISO 8968-1 Süt ve Süt Ürünleri- Azot İçeriği Tayini- Bölüm 1: Kjeldahl Prensibi ve Ham Protein Hesaplaması.
- [18] Anonim. (1996b). TS EN ISO 5377 Nişasta Hidroliz Ürünleri- İndirgeme Gücünün ve Dektroz Eşdeğerinin Tayini- Lane ve Eynon Sabit Titrasyon Metodu.
- [19] Cemeroglu, B. S. (2013). Gıda analizleri. 47-48. Bizim Grup Basımevi. Ankara.
- [20] Luque de Castro, M.D., Priego-Capote, F. (2010). Soxhlet extraction: Past and present panacea. *Journal of Chromatography A*, 1217(16), 2383-2389.
- [21] Metin, M. (2012). Süt ve mamülleri analiz yöntemleri. Ege Üniversitesi Yayınları. Rektörlük Yayın No:9. ISBN: 978-975-97841-0-2.
- [22] Kurt, A., Çakmakçı, S., Çağlar, A. (2012). Süt ve mamülleri muayene ve analiz metotları rehberi. 171. Atatürk Üniversitesi Yayınları No: 252/D. Erzurum.
- [23] Yılmaz, L. (2006). Yoğurt Benzeri Fermente Süt Ürünleri Üretiminde Farklı Probiyotik Kültür Kombinasyonlarının Kullanımı. Doktora Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- [24] Anonim. (2015). TS ISO 15214 Gıda ve Hayvan Yemleri Mikrobiyolojisi- Mezofilik Laktik Asit Bakterilerinin Sayımı İçin Yatay Yöntem- 30°C'ta Koloni Sayımı Tekniği.
- [25] Akın, M.S., Akın, M.B. (2016). Elma lifi ile zenginleştirmenin set tipi yoğurtların bazı özelliklerine etkisi. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*, 20(2), 94-104.
- [26] Çağlayan, H. (2018). Balkabağı ve Kuru Üzüm İlavesinin Probiyotik Yoğurtların Bazı Kalite Özellikleri Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Hitit Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. Çorum.
- [27] Karkuş M.Ş., Kırmacı H.A., Atasoy A.F. (2019). Stevia özü ilavesinin çilek aromalı *Acidophilus-Bifidus* yoğurtlarının bazı fizikokimyasal ve duyuşsal özellikleri üzerine etkileri. *Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi*, 4(2): 59-68.
- [28] Tarakçı, Z. (2010). Influence of kiwi marmalade on the rheology characteristics, color values and sensorial acceptability of fruit yogurt. *Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 16, 173-178.
- [29] Tekyiğit, A., H.R. Uysal. (2023). Kimi sebzelerle üretilen set yoğurtların bazı özellikleri üzerine bir araştırma. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 60 (2): 277-289.
- [30] Ayar, A., Sert, D., Kalyoncu, İ. H. (2005). Farklı meyveler kullanılarak üretilen yoğurtların kimyasal, reolojik ve duyuşsal özellikleri. *Gıda ve Yem Bilimi-Teknolojisi*, (8).
- [31] Aly, S.A., Galal, Neimant, E.A., Elewan, A. (2004). Carrot yoghurt : Sensory chemical microbiological propertie sand consumer acceptance. *Pakistan Journal of Nutrition*, 3(6), 322-330.

Kurutulmuş ve taze trabzon hurması katkılı meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin incelenmesi

- [32] Çayır, M.S. (2007). Probiyotik Kültür Kullanılarak Üretilen Kayısı Katkılı Yoğurtların Bazı Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- [33] Çelik, Ş., Durmaz, H., Şat, İ., Şenocak, G. (2009). Andız pekmezi içeren set tipi yoğurtların bazı fizikokimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri. Gıda, 34(4), 213-218.
- [34] Türkmen, N., Şenel, E., Ceren, A. (2019). Effect of Using Odourless Fish Oil on Some Physical, Chemical and Sensorial Properties of Blackberry Fruit Yoghurt. Atatürk Üniversitesi Veteriner Bilimleri Dergisi, 14(2):142-150.
- [35] Rahman, S. M. R., Rashid, M. H., Islam, M. N., Hassan, M. N., Hassan, S. (2001). Utilization of jack fruit juice in the manufacture of yogurt. Online Journal of Biological Sciences, 1(9), 880-882.
- [36] Temiz, H., Tarakçı, Z., Islam, A. (2014). Effect of cherry laurel marmalade on physicochemical and sensorial characteristics of the stired yogurt during storage time. Gıda, 39(1), 1-8.
- [37] Öner, M.E., Tarhan, A., Öner, M. (2020). Coğrafi işaretli Alanya avokadosu ile yoğurt üretimi ve bazı özelliklerinin araştırılması. Mediterranean Agricultural Sciences, 33(2): 231-237.
- [38] Özdemir, T. (2021). Kırmızı pancarlı Probiyotik yoğurt üretiminde şeker ikamesi Olarak Stevia kullanımı. Yüksek Lisans Tezi. Bursa Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- [39] Çelik, S., Bakırcı, I., Şat, I. G. (2006). Physicochemical and organoleptic properties of yogurt with cornelian cherry paste. International Journal of Food Properties, (9), 401-408.
- [40] Çakmakçı, S., Turgut, T., Çetin, B., Erdoğan, A., Gürses, M. (2006). Farklı Probiyotik Bakterilerle Üretilen Muzlu Yoğurtların Bazı Kalite Özelliklerinin Muhafaza Süresince Değişimi. Türkiye 9. Gıda Kongresi, 811. Bolu.

Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu

Süleyman Yalçinkaya ^{*1}, Şirin Duran¹

¹Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Hatay, *ORCID: 0000-0003-3743-5932*, *0000-0002-3447-5288*

Geliş Tarihi:16.12.2023

Kabul Tarihi:28.12.2023

Özet

Bu çalışmada polipirol monomeri dekstran biyopolimeri ile 0,3 M okzalik asit çözeltisi içerisinde platin elektrot yüzeyinde ince film halinde kompozit olarak sentezlenmiştir. Sentez işlemi için elektrokimyasal yöntem kullanılarak dönüşümlü voltametri tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen ince filmin karakterizasyonu için FT-IR, H-NMR, SEM, UV-VİS, TG-DTA analizleri ve elektrokimyasal açıdan davranışlarının incelenmesi için dönüşümlü voltametri teknikleri kullanılmıştır. Karakterizasyon işlemleri sonucunda sentezlenen kompozit için muhtemel bir kimyasal yapı önerilmiştir. Çözünürlük testleri sonucunda genel olarak çözünmediği ancak DMSO çözücüsünde az miktarda çözüldüğü tespit edilmiştir. Elektrokimyasal analizler sonucunda elektroaktif olduğu ve iyi bir redox davranışı gösterdiği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Dekstran, Elektrokimyasal Sentez, Kompozit, Polipirol.

Electrochemical synthesis and characterization of polypyrrolle/dextran composite film on platinum electrode surface

Abstract

In this study, a thin film composite of polypyrrole monomer with dextran biopolymer was synthesized on the surface of platinum electrode in 0,3 M oxalic acid solution. For the synthesis process, it was carried out by the technique of cyclic voltammetry using the electrochemical method. FT-IR, H-NMR, SEM, UV-VIS, TG-DTA analyses were used for the characterization of the synthesized thin film and cyclic voltammetry techniques were used to examine its electrochemical behavior. A possible chemical structure was proposed for the composite synthesized as a result of the characterization processes. As a result of the solubility tests, it was found that it was generally insoluble, but slightly dissolved in the DMSO solvent. As a result of electrochemical analysis, it was determined that it was electroactive and showed good redox behavior.

Keywords: Dextran, Electrochemical Synthesis, Composit, Polypyrrolle.

*Sorumlu yazar (Corresponding author): Süleyman Yalçinkaya, suleyman1444@hotmail.com.

Künye Bilgisi: Yalçinkaya, S., Duran, Ş. (2023). Polipirol/Dekstran Kompozit Filminin Platin Elektrot Yüzeyine Elektrokimyasal Sentezi ve Karakterizasyonu. *Artibilim: Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 6(2), 27-40. **Doi: 10.55198/artibilimfen.1405861**

1. Giriş

İletken polimerler mükemmel elektriksel iletkenliğe, kimyasal, termal ve mekanik özellikler gibi avantajlı yönere sahip olması sebebi ile son yıllarda çok sık çalışılan polimerlerdir. Yapısal olarak homojenlik göstermeleri, elektriksel iletkenliklerinin ve elektro aktifliklerinin yüksek olması temel özelliklerini belirler [1]. Dolayısı ile bu durum kullanım alanlarının genişlemesine yol açmıştır. Fiziksel, kimyasal ve elektriksel özellikleri biyolojik parçaların birleştirilmesinde sağladığı kolaylık iletken polimerlere başka bir avantajlı özellik katmaktadır. İletken polimerler bir biyopolimer ile muamele edilerek elektrokimyasal polimerizasyon yöntemi ile bir metal yüzeyine ince film halinde kompozit olarak sentezlenebilirler. Sentezlenen bu kompozitler son yıllarda bazı kimyasal işlemler uygulanarak iletken jel elde etmede kullanılabilmektedirler [2]. Ayrıca iletken polimerlerin ve kompozitlerinin mükemmel optik ve elektrokimyasal özellikleri, mikroelektronik, gaz sensörleri, güneş pilleri ve korozyondan korunma gibi çeşitli alanlarda kullanılmalarına olanak sağlamıştır [3]. Elektrokimyasal polimerleşme yöntemi ile iletken polimerler metal yüzeyinde ince film olarak sentezlenebilmektedir. Bu yöntem, iletken polimer sentezinde çok önceden bilinen ve uygulanan bir yöntemdir. Elektrokimyasal yöntemin temeli dışarıdan uygun potansiyel uygulanarak monomer oksidasyonu gerçekleştirilmesidir. Bunun için yaygın olarak galvanostatik (sabit potansiyel) ve dönüşümlü voltametri gibi teknikler kullanılır. Dönüşümlü voltametri bir takım avantajlar (sentez sırasında filmin bozulan kısımları onarılabilir) sağladığı için günümüzde iletken polimer film geliştirmede daha yaygın olarak tercih edilmektedir [4]. Yapılan bir çalışmada elektrokimyasal yöntem ile dönüşümlü voltametri tekniği kullanılarak poli(pirol-ko-o-aminofenol)/kitosan kompozitleri sentezlenmiştir. Kompozitlerin iletken polimerler ve kitosan sayesinde hem iletken özellikte, hem termal olarak kararlı olduğu belirlenmiştir. Korozyon uygulamaları için uygulamada alternatif olabileceği veya sensör uygulamalarında destek materyali olarak kullanılabileceği önerilmiştir. Ayrıca kompozit filmin elektrokimyasal yöntem kullanılarak aktif metallere (demir, bakır v.b) kaplanabileceği ve bu metallerin korozyondan korunmasına yönelik çalışmalar gerçekleştirilebileceği ifade edilmiştir [5]. Yapılan bir başka çalışmada elektrokimyasal yöntem ile sentezlenen polipirol/kitosan bazlı kompozit filmin biyolojik uyumluluk ve korozyon performansı tespiti için yapılan ölçümlerde eşit miktarda polipirol ve kitosan içeren örneklerin en iyi biyolojik aktiviteye sahip olduğu belirlenmiştir. Bunun dışında korozyon çalışmaları sonucunda biyoaktif özellik gösteren kompozit malzemenin aynı zamanda 316 L SS implantlarında kullanılabilecek bir malzeme olduğu tespit edilmiştir [6]. Yapılan bir diğer çalışmada ise platin elektrot yüzeyinde dönüşümlü voltametri tekniği ile poli (pirol-ko-o-anisidin)/kitosan kompozit filmlerin yüzeyine Schiff bazı metal kompleksleri tutturularak katekol tayininde kullanılabilecek modifiye kompozit film sensör elektrotlar elde edilmiştir [7].

Biyopolimerler biyo kütle tarafından doğal olarak üretilen ve doğal ortamda bulunan mikroorganizmalar tarafından parçalandığında, çevresel kirliliğe neden olmadan bileşenlerine ayrılan ve bu nedenle yeşil malzemeler olarak adlandırılan polimerlerdir. Biyopolimerler iletken polimerler ile muamele edilerek elektrokimyasal yöntemlerle ince film olarak kaplanabilmesinin yanında kimyasal yöntem ile de kompozit oluşturabilmektedir [8]. Çalışmada kullanılan dekstran biyopolimeri su ile hızlıca reaksiyona girebilen, kururken camsı form alan, inert, biyobozunur ve toksik olmama gibi özelliklere sahiptir. Doğal ve yenilenebilir bir biyolojik makromolekül olan dekstran sadece mükemmel

biyolojik olarak parçalanabilirliğe sahip olmakla kalmaz, aynı zamanda iyi biyoyumluluğa sahiptir. Dekstran ve türevleri ilaç salım sistemlerinde ilaç taşıyıcı (nanopartikül/nanojel/mikroküre/misel taşıyıcı) olarak kullanılmaktadırlar [9]. Bunun yanında literatürde yapılan bazı çalışmalarda dekstranın kuvvetli asitlerde bile kararlı yapısını koruyabildiği, yüzeye tutunabilmesinin diğer doğal polimerlere göre daha iyi olduğu ve metallerin korozyonuna karşı inhibitör özelliği gösterdiği belirlenmiştir [10]. Yapılan bir çalışmada elektroforetik kaplama tekniği kullanarak dekstran-kafeik asit (dekstran-CA) ve tetraanilin (TANi) bazlı kompozitler magnezyum ve alaşımlarının yüzeyine kaplamıştır. Elektrokimyasal analizler sonucunda kompozit kaplamaların magnezyum ve alaşımlarının korozif ortamda korozyona uğrama hızlarını önemli ölçüde düşürdüğünü belirlemişlerdir. Mg alaşımının sityuoyumluluğunun ve korozyon direncinin iyileştirilmesi için yapılan çalışmada elde edilen biyoyumlu dekstran-kafeik asit (dekstran-CA) ve elektroaktif tetraanilin (TANi) bazlı kompozit filmleri elektroaktif tetraanilin varlığında Mg alaşımının korozyon direncini artırdığı ve filmin hücre uyumluluğunu da geliştirdiği tespit edilmiştir [11]. Ayrıca dekstran ve türevleri klinik uygulamalar, yapay kan, kozmetik sanayi, gıda sektörü, kâğıt üretimi, petrolün geri dönüşümü ve petrol sondajları gibi önemli alanlarda kullanılır [12].

Bu çalışmada polipirol/dekstran kompozit ince filmi 0,3 M okzalik asit çözeltisi içerisinde platin elektrot yüzeyinde elektrokimyasal yöntemle dönüşümlü voltametri tekniği kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen kompozit filminin karakterizasyonu FT-IR, ¹H-NMR, SEM, UV-VİS, TG-DTA analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca kompozit filmin elektrokimyasal kararlılığı yine dönüşümlü voltametri tekniği kullanılarak araştırılmıştır.

2. Materyal ve yöntem

2.1. Materyal

Çalışmada Merck marka pirol monomeri ile Sigma marka yüksek mol kütleli dekstran biyopolimeri kullanılmıştır. Çözünürlük testleri için analitik saflıkta olan NMP, DMSO, DMF, CH₃Cl çözücülerini ve saf H₂O ile çalışılmıştır. Sentez yapılabilmesi amacı ile elektrolit ortam olarak 0,3 M okzalik asit çözeltisi ile çalışma elektrodu ve karşıt elektrot olarak platin elektrot (1 cm²), referans elektrot olarak da Ag/AgCl (3 M) elektrodu kullanıldı. Elektrokimyasal sentez için CHI 604E marka elektrokimyasal analiz cihazı, FT-IR analizleri için Shimadzu IRAffinity-1S marka spektrometre, UV-Vis analizleri için optizen alfa marka spektrometre, ¹H-NMR analizleri için Bruker avens (300 mHz) marka model NMR cihazı, Tg-DTA analizleri için Metler Toledo marka termal analiz cihazı ve SEM görüntüleri için Jeol Scanning Electron Microscope-5500LV marka cihaz kullanılmıştır.

2.2. Yöntem

2.2.1. Platin yüzeyinde polipirol/dekstran kompozit filminin sentezi ve karakterizasyonu

Kompozit filmin sentezinden önce dekstran biyopolimerinin elektrolit ortamdaki davranışı 0,3 M okzalik asit ve 0,1 g dekstran içeren okzalik asit çözeltisinde dönüşümlü voltamogramı alınarak belirlendi. Bu işlem için Ag/AgCl referans elektrot (3 M KCl), çalışma ve karşıt elektrotlar olarak platin elektrot (1 cm²) kullanıldı. Üç tam döngü alınarak 50 mV tarama hızı uygulandı. Böylece platin elektrotun karakterizasyon amaçlı okzalik asit çözeltisinde ve dekstran içeren okzalik asit çözeltisinde dönüşümlü voltamogramları elde edildi.

Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu

Kompozit örneğinin sentezi için temiz bir behere 0,3 M okzalik asit çözeltisi alındı. Çözeltiye 0,1 g dekstran eklenerek magnetik karıştırıcı ile tamamen çözünmesi sağlandı. Monomer miktarı 0,1 M olacak şekilde 0,1 g dekstran içeren çözeltiye polipirol monomeri eklendi. Film gelişimi için yine aynı şekilde üç elektrot yöntemi ile dönüşümlü voltametri tekniği kullanılarak 0,2V- 1.0 V potansiyel aralığında 50 tam çevrim alındı ve yine aynı şekilde 50 mV tarama hızı uygulandı. Platin elektrot yüzeyinde elde edilen kompozit film saf su ile birkaç defa yıkanıp 50⁰ C de etüvde kurutulularak çözünürlük testleri ve diğer karakterizasyon işlemleri yapılmak üzere hazırlanmış oldu.

Çözünürlük testleri NMP, DMSO, DMF, CH₃Cl çözücüleri ve saf H₂O ile gerçekleştirildi. Elektrokimyasal yöntem ile platin elektrot yüzeyinde sentezlenen ince film örneğinin çok az miktarda olması kantitatif olarak çözünürlüğünü belirlemede zorluklara neden olmaktadır. Dolayısıyla nitel olarak renk değişimlerinden çözünürlükleri daha kolay kontrol edilebilmektedir [13]. Çalışmamızda çözünürlükler hem nitel olarak renk dönüşümlerinden hem de nicel olarak belirlendi. Nicel olarak çözünürlük testleri: çözünürlük:> 0.2g/100mL: çözüldü; 0.1-0.2 g/100 mL : kısmen çözüldü; <0.1g/100mL : az çözüldü şeklinde değerlendirildi [7]. Çözünürlük testlerinden elde edilen sonuçlara göre kompozit örneğinin en iyi çözüldüğü çözücü olan DMSO UV-Vis analizi için çözücü olarak kullanıldı. Kompozit filmin ultrasonik banyo yardımıyla DMSO çözücüsünde çözeltisi hazırlanarak UV-Vis analizi gerçekleştirildi. FT-IR analizi için platin elektrot yüzeyine kaplanan kompozit film bir neşter yardımıyla yüzeyden sıyrılarak alındı. Analizler FT-IR spektrometresi ile ATR yöntemi kullanılarak 400-4000 cm⁻¹ aralığında yapıldı. SEM görüntüleri Jeol Scanning Electron Microscope-5500LV cihazı kullanılarak direkt metal yüzeyinde gerçekleştirildi. Sentezlenen kompozit filmin elektrokimyasal kararlılığının belirlenebilmesi amacı ile yine dönüşümlü voltametri tekniği ile üç elektrot yöntemi CHI 604E marka model cihaz ile uygulandı. Platin elektrot yüzeyine kaplanan polipirol/dekstran filminin elektrokimyasal davranışı 0,1 M KCl çözeltisinde incelendi. Bu amaçla kompozit ile kaplanmış platin elektrot 0,1 M KCl çözeltisine daldırılarak 10 tam çevrim alındı ve 50 mV tarama hızı uygulandı. Kompozit örneği ¹H-NMR analizinden önce kurutulularak metal yüzeyinden alındıktan sonra döteryumlu dimetilsülfoksit (DMSO-d₆) çözücüsünde çözüldü. Ultrasonik banyoda 24 saat bekletilerek ¹H-NMR analizi gerçekleştirildi. Kompozit filmin TGA ve DTA analizleri 0 °C -550 °C sıcaklık aralığında ve 10⁰ C/dak tarama hızı uygulanarak azot atmosferinde gerçekleştirildi [14].

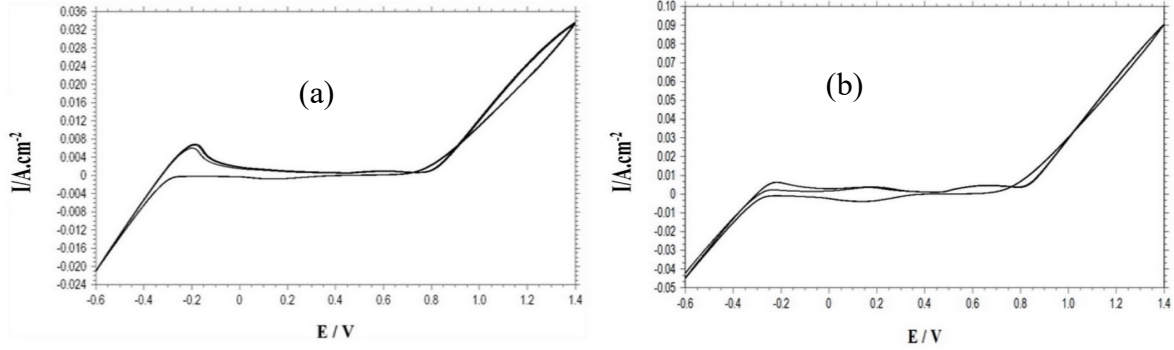
3. Bulgular

3.1. Kompozit filmin elektrokimyasal sentez sonuçları

Platin elektrotun okzalik asit ve dekstran içeren okzalik asit içerisinde dönüşümlü voltamogramları alındı. Elde edilen dönüşümlü voltamogramlar Şekil 1' de verildi.

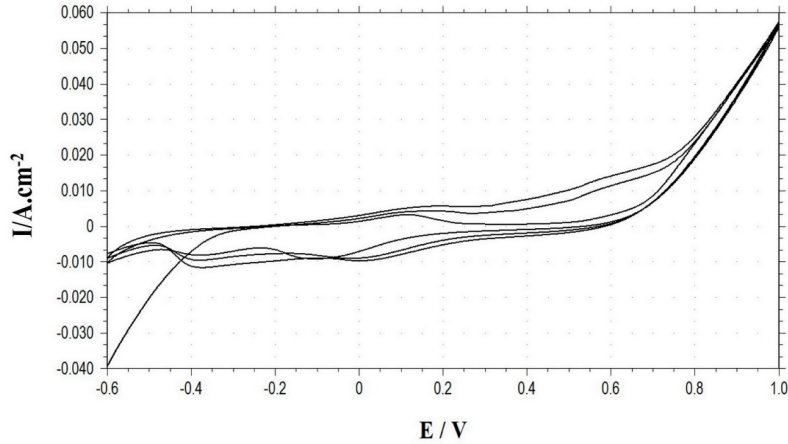
Platin elektrotun okzalik asit çözeltisindeki voltamogramı incelendiğinde dekstran içeren okzalik asit çözeltisi içerisinde alınan voltamograma benzediği görüldü. Her iki voltamogramda -0.6 V ve - 0.2 V potansiyel aralığında hidrojen gaz çıkışından dolayı akım değişimleri gözlemlendi. Ayrıca her iki voltamogramda yine aynı şekilde 0,8 V dolaylarında akımda hızlı bir artış gözlemlendi. Gözlenen akım artışı oksijen gaz çıkışı ile ilgilidir [15]. Her iki voltamogramda da sadece oksijen ve hidrojen gaz çıkışlarına ait şiddetli akım değişimlerinin görülmesi dekstran biyopolimerinin yeterince elektroaktif

olmadığını ve bu sebeple tek başına elektrokimyasal yöntem ile platin elektrot yüzeyinde film oluşturamayacağını gösterdi.



Şekil 1. Platin elektrota ait 0,3 M okzalik asit çözeltisinde (a) ve 0,1 g dekstran içeren 0,3 M okzalik asit çözeltisinde 50 mV/s tarama hızında alınan dönüşümlü voltamogramlar

0,1 M pirol monomeri ve 0,1 g dekstran içeren 0,3 M okzalik asit çözeltisinde 50 mV/s tarama hızında 3 döngü alınarak elde edilen dönüşümlü voltamogram Şekil 2’de verildi.



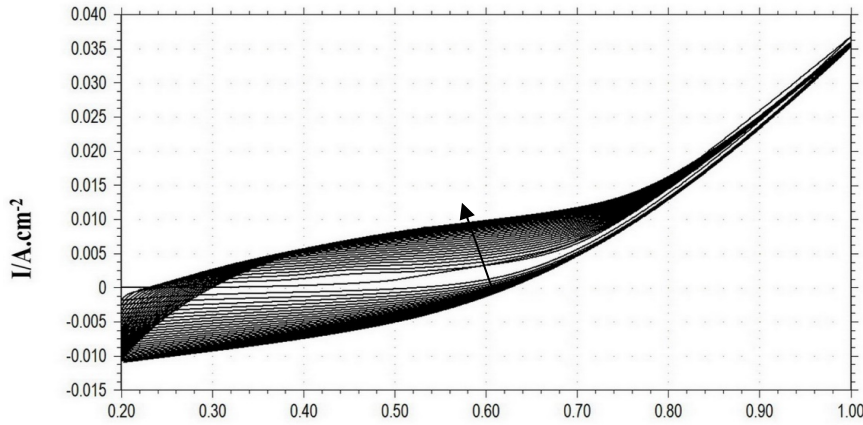
Şekil 2. Platin elektrot yüzeyinde 0,1 M polipirol/dekstran içeren 0,3 M okzalik asit çözeltisinde 50 mV/s tarama hızında alınan dönüşümlü voltamogram

Şekil 2’ deki voltamogram incelendiğinde -0.6 V ile -0.2 V arasında ilk çevrimde karşılaşılan ve hidrojen gaz çıkışına ait olduğu bilinen akım değişimlerinin şiddeti ikinci çevrimden sonra büyük oranda azaldığı görülmektedir. Bu durum ikinci çevrimden sonra bile metal yüzeyinin hızlı bir şekilde polipirol/dekstran filmi ile kaplandığını göstermektedir. Ayrıca monomer oksidasyonun da 0.4 V civarında başladığı görülmektedir.

Platin elektrot yüzeyinde polipirol/dekstran kompozit filme gelişimine ait voltamogram Şekil 3.’te verildi. Bilindiği gibi polipirol ve türevleri metal yüzeyine elektrokimyasal yöntemle ince film

Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu

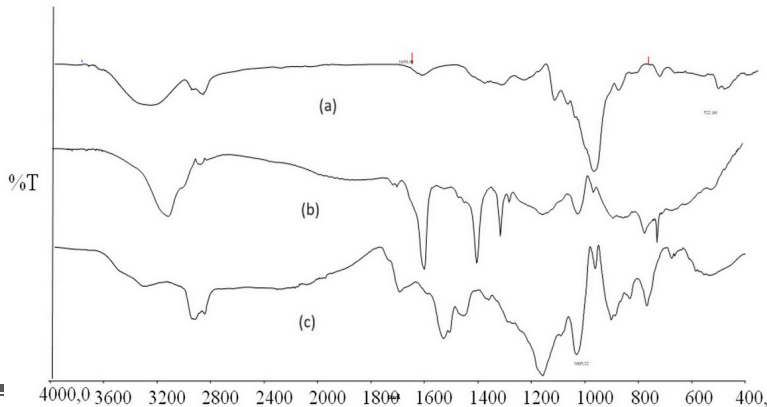
olarak kaplanabilmektedir. Ancak sentez sırasında yüksek potansiyellere çıkılması oluşan filmin bozulmasına neden olmaktadır. Dolayısıyla polipirol/dekstran kompozit film gelişimi için sentezlenen filmin bozulmasına engel olmak amacı ile literatür bilgilerinden ve yapılan ön denemelerden yola çıkılarak 0.2 V – 1.0 V potansiyel aralığı belirlendi [14]. Şekil 3’ te verilen polipirol/dekstran kompozit film gelişimine ait voltamogram incelendiğinde film gelişimi sırasında ilk çevrimden sonra akım değerlerinin arttığı görüldü. Bu durum polipirol polimerinin yüksek iletkenlik özelliğe sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca ilk çevrimden sonra -0.2V – 0.7V arasında anodik ve katodik yönlerde gözlenen akım değişimleri polipirol/dekstran kompozit filminin redoks davranışından kaynaklıdır [16]. Sonuç olarak metalin yüzeyinde homojen ve kararlı polipirol/dekstran kompozit filmi elde edilmiş oldu.



Şekil 3. Platin elektrot yüzeyinde 50 mV/s tarama hızında alınan polipirol/dekstran kompozit örneğinin film gelişimi

3.2. Kompozit filmlerine ait FT-IR analiz sonuçları

Dekstran biyopolimeri, polipirol homopolimeri ve polipirol/dekstran kompozit filmlerinin FT-IR analiz sonuçlarına ait spektrum Şekil 4’te verilmiştir.



Şekil 4. Dekstran(a), polipirol(b), polipirol/dekstran kompozit (c) filmlerine ait FT-IR analiz sonuçları

Dekstran biyopolimerine ait FT-IR spektrumu incelendiğinde yaklaşık olarak 3294 cm^{-1} dolaylarında görülen geniş ve şiddetli pik dekstranın yapısında bulunan O-H gerilmeleriyle ilgilidir. 2900 cm^{-1} - 2975 cm^{-1} civarında gözlemlenen ikili pikler ile 1345 cm^{-1} bölgesindeki pik yine dekstran yapısında bulunan C-H gerilmelerine aittir. Ayrıca 1263 cm^{-1} dolaylarında ortaya çıkan pik dekstranın yapısında bulunan C-OH bağlarının C-O gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. Dekstran spektrumunda bulunan diğer önemli pikler 1150 cm^{-1} , 1006 cm^{-1} ve 915 cm^{-1} , 762 cm^{-1} sırasıyla glikozit birimlerinin α (1-6) ve α (1-3) bağlantılarıyla ilgilidir [17].

Polipirol homopolimeri ve polipirol/dekstran kompozit örnekleri için FT-IR spektrumları kıyaslandığında hem benzerlikler hem farklılıklar olduğu görüldü. 3127 cm^{-1} bölgesinde N-H gerilmelerinden kaynaklanan geniş ve keskin bir pik polipirol spektrumunda ortaya çıkmaktadır. Ayrıca 1599 cm^{-1} dolaylarındaki pik polipirol halkasındaki C=C [18] ve 1410 cm^{-1} bölgesindeki pik ise C-H [19] gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. 1312 cm^{-1} civarında görülen C-N gerilmelerine ait keskin pik ile 1021 cm^{-1} dolaylarında görülen pik bozulmuş polipirol halkalarına aittir. Polipirol/dekstran kompozitinin spektrumunda 3300 cm^{-1} ve 3400 cm^{-1} dolaylarında iki omuz şeklinde mevcut olan yayvan pikler polipirol halkasının N-H gerilmeleri ile dekstranın O-H gerilmelerine ait piklerin çakışmasından kaynaklı olarak meydana gelmektedir. Bu piklerin çakışması ve daha yüksek değerlere kayması kompozit oluşumunda hidrojen bağlarının oluştuğunun da önemli bir kanıtı olarak değerlendirilebilir [20]. Ayrıca polipirol spektrumunda gözlemlenmeyen ancak dekstranın spektrumunda görülen C-H gerilmelerine ait 2900 cm^{-1} ve 2975 cm^{-1} civarında gözlemlenen ikili piklerin kompozitin 2870 cm^{-1} ve 2942 cm^{-1} civarında şiddetli bir şekilde ortaya çıkması kompozitin oluştuğuna dair önemli birer kanıttır. Ayrıca dekstranın spektrumunda 1345 cm^{-1} ve 1263 cm^{-1} değerlerinde görülen ve sırasıyla dekstranın yapısında bulunan C-H ile C-O gerilmelerine ait pikler polipirol/dekstran kompozitinin oluşumuyla ilgili önemli birer kanıt niteliğindedir. Bu pikler sırasıyla 1380 cm^{-1} ve 1280 cm^{-1} dolaylarında kompozitin spektrumunda görülmüştür. Bunun dışında dekstranın yapısında bulunan α (1-6) glikozit bağlanmalarına ait 1006 cm^{-1} değerindeki pik kompozit spektrumunda buna yakın bir yerde keskin bir pik halinde ortaya çıkmıştır. Polipirol spektrumunda 1154 cm^{-1} civarındaki pik dekstranın spektrumunda α (1-6) glikozit bağlanmalarına ait 1150 cm^{-1} piki ile çakışarak kompozitin spektrumunda 1161 cm^{-1} 'de geniş ve keskin bir pik olarak gözlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlar polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyinde sentezlendiğini kanıtlamaktadır.

3.3. Kompozit filmin çözünürlük testleri ve UV-Vis analiz sonuçları

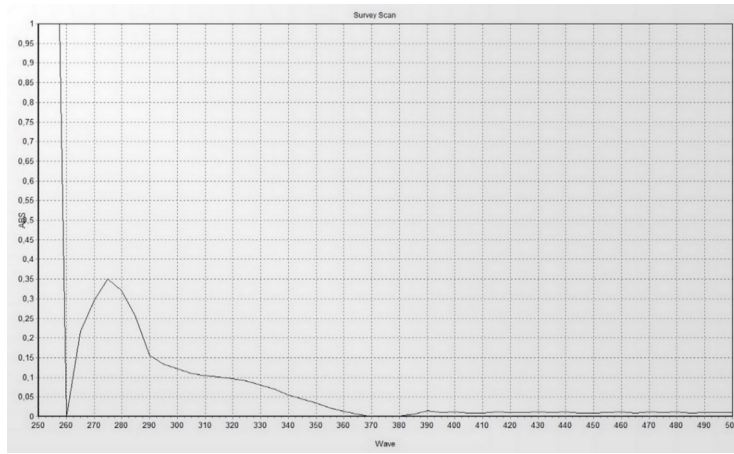
Farklı çözücülerde gerçekleştirilen çözünürlük testlerine ait sonuçlar Çizelge 1.' de verildi. Çözünürlük testleri sonucunda çözeltide oluşan renklemeler ve farklılıklar gözlemlendi. Bunun yanında alınan örneklerin çözünen miktarları (Çözünürlük:> $0.2\text{g}/100\text{mL}$: çözüldü; $0.1-0.2\text{ g}/100\text{ mL}$: kısmen çözüldü; $<0.1\text{g}/100\text{mL}$: az çözüldü) değerlendirildi.

Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu

Tablo 1. Kompozit filmin çözünürlük testi sonuçları

Çözücü	NMP	Klorofom	Saf Su	DMF	DMSO
Polipirol/dekstran	Çözünmedi	Çözünmedi	Çözünmedi	Çözünmedi	Kısmen çözündü Açık siyah

Çözünürlük testleri sonucunda 0,1 M monomer mol oranına sahip çözeltide hazırlanan polipirol/dekstran kompozitine ait UV-VİS spektrum Şekil 5.'te verilmiştir.



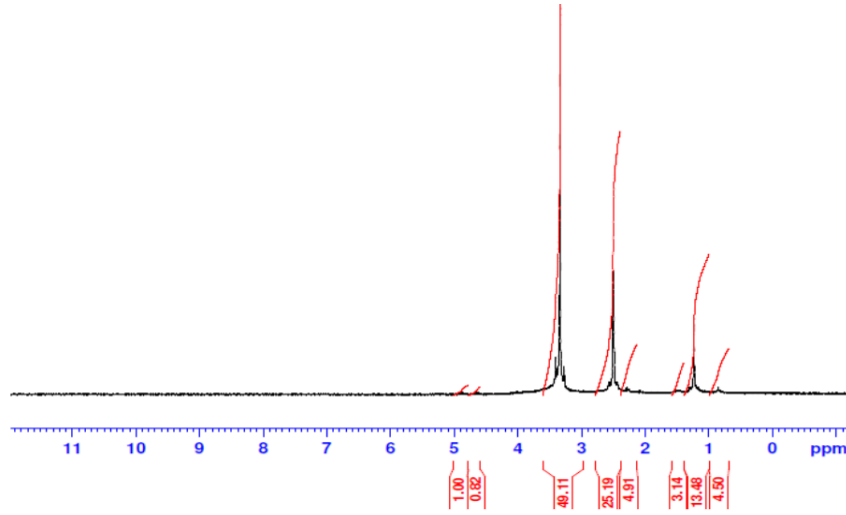
Şekil 5. Polipirol/dekstran kompozit filmine ait UV-Vis analiz sonuçları

Literatürde polipirol polimerine ait UV –VIS spektrumunda polipirol halkalarının indirgenmiş ve yükseltgenmiş formlarından kaynaklanan ve II-II* geçişlerine karşılık geldiği bilinen pikler karakteristik olarak sırasıyla 260 nm dolaylarında keskin bir pik şeklinde ve 400 nm ile 600 nm arasında geniş bir bant şeklinde gözlemlenir. Polipirol/dekstran kompozit filmine ait spektrum incelendiğinde 260 nm dolaylarında gözlenen pikin 280 nm dolaylarına kaydığı görüldü. Ayrıca 400 nm-600 nm arasında ortaya çıkan geniş bandın ise 300 nm -370 nm arasında oluştuğu gözlemlendi. Piklerdeki bu değişimler dekstran biyopolimerinin polipirol polimeri ile etkileşiminden kaynaklanmaktadır. Sonuç olarak UV-VİS analizleri FT-IR analizlerini destekler nitelikte olup kompozit varlığına dair önemli bir kanıt niteliği taşımaktadır.

3.4. Kompozit filmlerinin ¹H-NMR analiz sonuçları

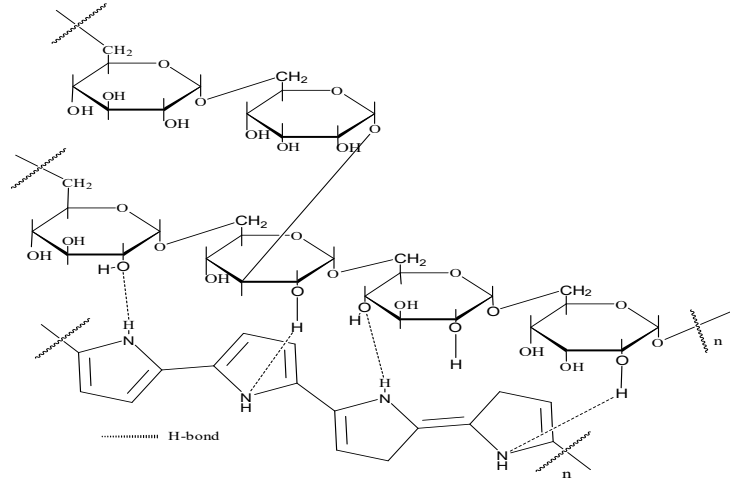
Sentezlenen polipirol/dekstran kompozit filmine ait ¹H-NMR spektrumu alınmış ve Şekil 6 'da verilmiştir.

Polipirol/dekstran kompozitinin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde çözücü pikleri dışında 2,3 ppm ve 4,8 ppm dolaylarında az miktarda çözünmüş [glikozit bağlarının α (1-6) ve α (1-3)] dekstran birimlerinin protonlarına ait olduğu düşünülen küçük pikler mevcuttur [21]. Bunun dışında özellikle polipirol halkalarının protonlarına ait 6 ppm-7 ppm dolaylarında çıkması beklenen piklerin olmayışı kompozitin yeterli oranda çözünmemesinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 6. Polipirol/dekstran kompozitinin $^1\text{H-NMR}$ Spektrumu

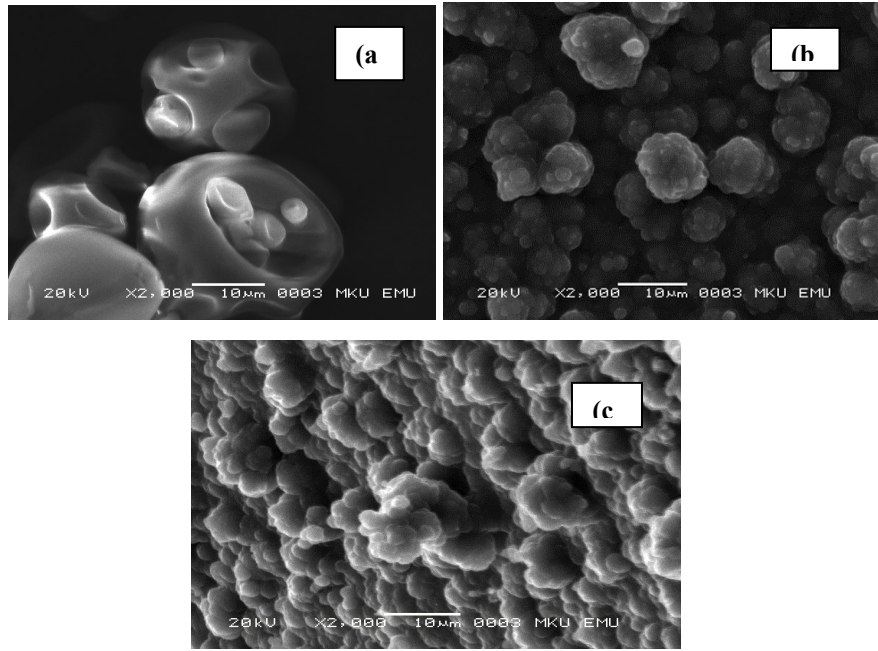
Sentezlenen ve spektroskopik analiz sonuçları gerçekleştirilen polipirol/dekstran kompozit filmi için muhtemel kimyasal yapı önerilmiştir ve önerilen muhtemel yapı Şekil 7’de verilmiştir.



Şekil 7. Polipirol/dekstran kompozitinin muhtemel yapısı

3.5. Kompozit filmine ait SEM analiz sonuçları

Dekstran, polipirol ile polipirol/dekstran kompozit filmlerinin yüzey karakterizasyonu için SEM analizi gerçekleştirildi. Elde edilen görüntüler Şekil 8’de verilmiştir.



Şekil 8. Dekstran (a), polipirol (b), polipirol/dekstran (c) polimerlerine ait SEM görüntüleri

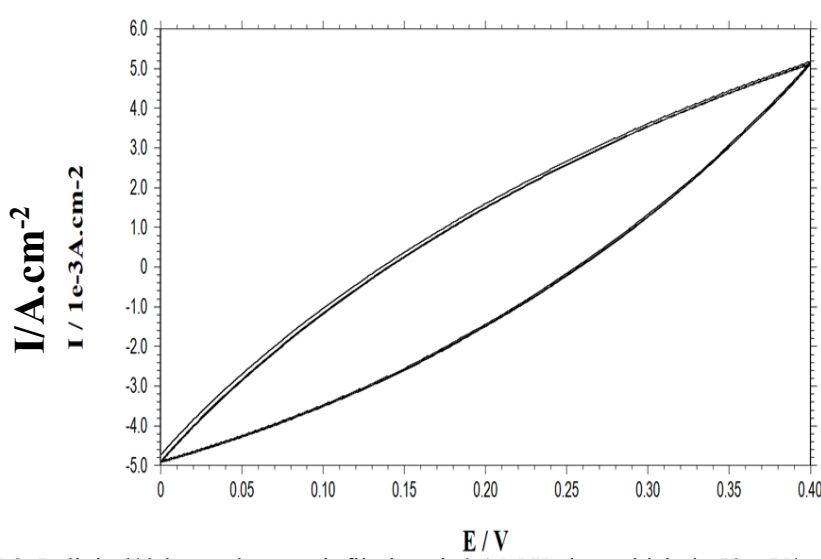
Şekil 8’ de verilen görüntüler karşılaştırıldığında birbirlerinden oldukça farklı olduğu açıkça görülmektedir. Dekstran biyopolimerinin yapısı incelendiğinde küreler halinde kümelendiği görülmektedir. Polipirol polimerinin yüzeyine bakıldığında karnabahar şeklinde olduğu görülürken yapıya dekstran biyopolimerinin eklenmesi ile yapının daha düz hale geldiği ve sık yapılı kümelenmelerin hafif bozulduğu ve azaldığı görülmektedir. Sonuç olarak SEM görüntüleri dekstran polipirol yapısına katıldığını ve dolayısıyla kompozitin oluştuğunu desteklemektedir.

3.6. Kompozit filmin elektrokimyasal davranışı

Platin elektrot yüzeyine kaplanan polipirol/dekstran kompozit filminin elektrokimyasal davranışı 0,1 M KCl çözeltisinde üç elektrot yöntemi ile belirlenmiştir. Filme ait dönüşümlü voltamogram Şekil 9’ de verilmiştir.

Bir filmin elektrokimyasal olarak kararlı ve iyi bir redoks özelliği gösterdiğini söyleyebilmek için ileri ve geri çevrimlerde akım düşüşü gözlenmemiş olması gerekmektedir. İleri ve geri çevrimlerde

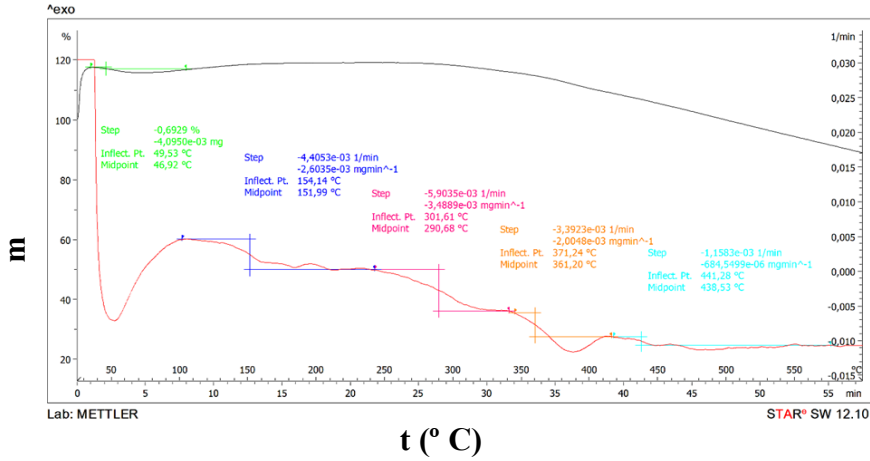
akımda düşüşlerin gözlenmesi filmin kararlı olmadığını ve bozulmaya başladığını ifade eder. Polipirol/dekstran kompozit filmine ait voltamogram incelendiğinde her çevrimden sonra akım düşüşlerinin çok az olduğu görülmektedir. Akım düşüşlerinin az olması kompozit filminin iyi bir redoks özelliği gösterdiğini ve dolayısıyla elektrokimyasal olarak oldukça kararlı olduğunu göstermektedir.



Şekil 9. Polipirol/dekstran kompozit filmine ait 0,1 M KCl çözeltisinde 50 mV/s tarama hızında alınan dönüşümlü voltamogram

3.7. Kompozit filmin TG(-) ve DTA(-) analiz sonuçları

Polipirol/dekstran kompozit filmine ait TG-DTA analizleri azot atmosferinde gerçekleştirilmiş olup elde edilen termogramı Şekil 10'da verilmiştir.



Şekil 10. Polipirol/dekstran kompozit örneğine ait TG (-) ve DTA (-) termogramı

Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu

Polipirol/dekstran kompozit filmine ait termogram incelendiğinde farklı sıcaklıklarda birden fazla kütle kayıplarının gerçekleştiği gözlemlendi. Termogramdaki kütle kayıplarına bakıldığında ilk göze çarpan nokta 50 °C ile 100 °C arasında görülen ve filmin yapısında tutunmuş olarak kalan nemin uzaklaşmasından kaynaklanan endotermik piklerdir [22]. Bunun dışında polipirol/dekstran kompozitinin termogramında sırasıyla yaklaşık olarak 154 °C, 300 °C ve 380 °C civarlarında üç farklı düşük kütle kaybına ait zayıf pikler gözlemlendi. Bu piklere karşılık gelen kütle kayıpları sırasıyla sentez sırasında kompozit yapısına tutunmuş olan küçük moleküllerin (okzalat gibi) uzaklaşması, serbest halde bulunan polimer moleküllerinin ve kompozit yapısının bozulması ile ilgilidir [23]. Bu sonuçlar pirol/dekstran kompozitinin sentezlendiğini göstermekte olup spektroskopik analiz sonuçlarını desteklemektedir.

4. Tartışma ve sonuç

Kompozit film gelişimine ait voltamogramlar film gelişimi sırasında polipirol polimerinin yüksek iletkenlik özelliğinden kaynaklı olarak ilk çevrimden sonra akım değerlerinin arttığı ve neredeyse tüm çevrimlerde aynı şiddette olduğu görülmüştür. Polipirol/dekstran redoks davranış göstererek ilk çevrimden sonra metalin yüzeyinde homojen ve kararlı kompozit film halinde sentezlenmiştir. Sonuçta polipirol/dekstran kompozitinin ince film halinde platin elektrot yüzeyinde sentezlendiği görülmüştür. FT-IR sonuçlarına göre polipirol homopolimerine ait karakteristik pikler ile dekstrana ait piklerin kompozit filmin spektrumunda gözlemlenmiştir. Bu da polipirol ve dekstranın metal yüzeyinde kompozit film oluşturduğunu kanıtlamıştır. UV-VİS analiz sonuçları sayesinde polipirol homopolimerine ait piklerin, monomerin yapısına dekstranın katılması ile farklı değerlerde ortaya çıktığı görülmüştür. Sonuç olarak UV-Vis analizleri FT-IR analizlerini destekler nitelikte olup kompozit oluşumuna dair önemli bir kanıt niteliği taşımaktadır. SEM analiz sonuçlarına göre dekstranın yapısının küreler halinde olduğu, polipirol homopolimerinin karnabahar şeklinde olduğu ancak polipirol ile dekstranın oluşturduğu kompozitin düz ve sık yapılı olduğu görülmüştür. Bu sonuçlardan yola çıkarak dekstran biyopolimerinin polipirol yapısına katılarak polipirol/dekstran kompoziti oluşturduğu kanıtlanmıştır. Sentezlenen kompozit filmin elektrokimyasal kararlılığı incelenerek iyi bir redoks özelliği gösterdiği, kararlı yapıda ve elektroaktif olduğu belirlenmiştir. Sentezlenen ve spektroskopik analiz sonuçları gerçekleştirilen polipirol/dekstran kompozit için muhtemel kimyasal yapı önerilmiştir.

Bu çalışmada elektroaktif özellikte, elektrokimyasal olarak kararlı yapıda, biyoyumlu polipirol/dekstran kompozit filmi platin elektrot yüzeyinde elektrokimyasal yöntemle sentezlenmiş ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak sentezlenen kompozit filmi özellikle sensör uygulamalarında destek materyali olarak ya da metallerin korozyonun önlenmesi gibi alanlarda iyi bir alternatif malzeme olarak önerilebilir.

Teşekkür

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesi için sağladığı maddi destekten dolayı Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (HMKÜ-BAP) birimine (Proje No: 21.D.023) teşekkür ederiz.

Araştırma ve yayın etiği beyanı: Yazarlar Araştırma ve yayın etiğine uyulduğunu beyan eder.

Etik kurul onayı: Çalışmamızda etik kurul onayına gerek yoktur.

Yazar katkıları: Bu çalışma Şirin Duran' ın Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü'nde yapılan doktora tez konusundan üretilmiştir.

Çıkar çatışması: Makale yazarları herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan eder.

Kaynakça

- [1] Folorunso, O., Olukanmi, P., Thokozani, S. (2023) . Conductive polymers'electronic structure modification for multifunctional applications. *Materialstudy*, 35,106308.
- [2] Yalçinkaya, S., Tüken, T., Yazıcı, B., Erbil, M. (2010). Electrochemical synthesis and corrosion behaviour of poly (pyrrole-co-o-anisidine-co-o-toluidine). *Current Applied Physics*, 10(3), 783-789.
- [3] Ghoreishi, S. M., Shabani-Nooshabadi, M., Behpour, M., Jafari, Y. (2012) Electrochemical synthesis of poly(poli(o-anisidine) and its corrosion studies as a coating on aluminum alloy 3105. *Progress in Organic Coatings*, 74(3), 502-510.
- [4] Filazi, İ., Özyılmaz A.T. (2022). PANi/PPy and PANi Films on ZnNi alloy coated carbon steel; Electrochemical syntheses and corrosion performances. *Eurasian Journal of Biological and Chemical Sciences*, 5(1):15-21.
- [5] Yalçinkaya, S., Duran, Ş. (2023). Poli (pirol-ko-o-amino fenol)/kitosan kompozit filmlerinin farklı monomer oranlarındaki çözeltilerde elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu. *Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitü Dergisi*, 6(1), 619 – 634.
- [6] Kumar, A. M., Suresh, B., Das, S., Obot, I. B., Adesina, A. Y., Ramakrishna, S. (2017). Promising 3 bio-composites of polypyrrole and chitosan : Surface protective and in vitro biocompatibility performance on 316L SS implants. *Carbohydrate Polymers*, 173,121-130.
- [7]Yalçinkaya, S., Çakmak, D. (2021). Immobilization of CoII-(N,N'-bis(salicydene)-2aminobenzylamine) on poly(pyrrole-co-o-anisidine)/chitosan compositefilms: application to electrocatalytic oxidation of catechol. *Electroanalysis*, 33(3), 755-765.
- [8] Yalçinkaya, S., Duran, Ş. (2022). Chemical synthesis and characterization of poly (pyrrole-co-o aminophenol) /chitosan composite. *Polymer Bulletin*, 79, 10037–10052.
- [9] Chen, F., Huang, G., Huang H. (2020). Preparation and application of dextran and its derivatives as carriers. *International Journal of Biological Macromolecules*, 145 (2020) 827–834.
- [10] Zhang, Q. H., Hou, B. S., Li, Y. Y., Zhu, Z. Y.,Lei, Y., Wang, X., Liu, H. F., Zhang, G. A. (2021). Dextran derivatives as highly efficient green corrosion inhibitors for carbon steel in CO2-saturated oil field produced water: Experimental and theoretical approaches. *Chemical Engineering Journal*, 424:130-519.
- [11] Li, X., Shi, H., Cui, Y., Pan, K., Wei, W., Liu, X. (2020). Dextran-caffeic asid/tetraaniline composite coatingsfor simultaneous improvement of cytocompatibility and corrosion resistance of magnesium alloy. *Progress in Organic Coatings*, 149-105928.
- [12] Bucak Demirbilek, C., Özdemir Dinç, C. (2021). Alizarin red boyar maddesinin dietilaminodekstran/epiklorohidrin (DEAE-D/ECH) kriyojeli ile sulu çözeltiden gideriminin araştırılması. *International Journal of Pure and Applied Sciences*, 7(3) 383-390.

Polipirol/dekstran kompozit filminin platin elektrot yüzeyine elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu

- [13] Gui Li, X., Xia Wang, L., Rong Huang, M., Quing Lu Y., Fang Zhu, M., Manner A., Springer, J. (2001). Synthesis and Characterization of Pyrrole and Anisidine Copolymer. *Polymer*, 42(14) 6095-6103.
- [14] Yalçınkaya, S., Demetgül, C., Timur, M. (2010). Electrochemical synthesis and characterization of polypyrrole/chitosan composite on platinum electrode: Its electrochemical and thermal behaviors. *Carbohydrate Polymers*, 79, 908-913.
- [15] Tüken, T., Arslan, G., Yazıcı, B., Erbil, M. (2004). The corrosion protection of mild steel by polypyrrole/polyphenol. multilayer coating. *Corrosion Science*, 46(11), 2743-2754.
- [16] Yalçınkaya, S., Tüken, T., Yazıcı, B., Erbil M. (2008). Electrochemical synthesis and corrosion performance of poly(pyrrole-co-panse). *Progress in Organic Coatings*, 62 (2), 236-244.
- [17] Iconaru, S. L., Predoi, M.V., Motelica-Heino, M., Predoi, D., Buton, N., Megier, C., George Stan, E.G. (2020). Dextran-Thyme magnesium-doped hydroxyapatite composite antimicrobial coatings. *Coatings*, 10(57), 1001-0057.
- [18] Yalçınkaya, S., Demirbilek, C., Ozdemir Dinç, C., (2015). Preparation and characterization of polypyrrole/dextran sulphate composite:its electrochemical and thermal behaviors. *Polymer Bulletin*, 72:2843-2855.
- [19] Ozyılmaz, A. T., Filazi, I., Surmelioglu, C., Ozyılmaz, G. (2022). Optimization of anticorrosive PANi and PPy synthesis conditions on ZnNiMo coated copper electrode surface with box behnken design. *Investigation methods for physicochemical systems*, 58 (4), 883–897.
- [20] Meera Moydeen A., Syed Ali Padusha M., Thamer, B.M., Anis Ahamed, N., Al-Enizil, A.M., El-Hamshary, H., El-Newehyl, M.H. (2019). Single-nozzle Core-shell electrospun nanofibers of PVP/dextran as drug delivery system. *Fibers and Polymers*, 20(10), 2078-2089.
- [21] Siddiquia, N. N., Amana, A., Silipo Ul, A., Qadera, S. A., Molinarob, A. (2014). Structural analysis and characterization of dextran produced by wild and mutant strains of *Leuconostoc mesenteroides*. *Carbohydrate Polymers*, 99,331-338,
- [22] Ozkazanç, E. (2012). Polypyrrole/copper(II) acetlyacetate composites prepared by in situ chemical oxidative polymerization. *Synthtetic Metals*, 162, 1016-1023.
- [23] Yalçınkaya, S., Çakmak, D. (2017). Electrochemical synthesis of poly(pyrrole-co-oanisidine)/chitosan composite films. *Journal of Molecular Structure*, 1135, 32-43.

MEMS capacitive accelerometer: A review

Cihat Ediz Akbaba*¹, Mahmud Yusuf Tanrikulu¹

¹Adana Alparslan Türkes Science and Technology University, Department of Electrical-Electronics Engineering, Adana, ORCID: 0000-0003-1078-4382, 0000-0001-7956-1289

Geliş Tarihi:06.11.2023

Kabul Tarihi:21.12.2023

Abstract

Micro-electro-mechanical systems sensors are integrated systems used in many fields such as consumer electronics, the automobile industry, and biomedical, and their dimensions change between micrometers and millimeters. MEMS capacitive accelerometers are the most widely used sensor type among MEMS accelerometer sensors. As a result of the external force applied to the capacitive accelerometer sensor, the proof mass inside the sensor moves, and the capacitive change is measured as an electrical signal using reading circuits. In this review paper, general information about MEMS sensors is given, and a comprehensive review is made of MEMS capacitive accelerometers. In the study, the dynamic circuit of the MEMS capacitive accelerometer is given, and the calculation of the important values for the mechanical and electronic structure during the design of the capacitive MEMS accelerometer is explained. In addition, information about the readout circuits used to convert the capacitive change to voltage is given. Finally, the fabrication processes used to produce the final product are explained, and the studies on sample fabrication processes found in the literature are mentioned.

Keywords: Capacitive accelerometer, MEMS accelerometer, MEMS capacitive accelerometer, MEMS devices

MEMS kapasitif ivmeölçer: Bir inceleme

Özet

Mikro-elektro-mekanik sistem sensörleri tüketici elektroniği, otomobil endüstrisi, biyomedikal gibi birçok alanda kullanılan, boyutları mikrometre ile milimetre arasında değişen entegre sistemlerdir. MEMS kapasitif ivmeölçerler, MEMS ivmeölçer sensörleri arasında en yaygın kullanılan sensör türüdür. Kapasitif ivmeölçer sensörüne uygulanan dış kuvvet sonucunda sensörün içindeki kanıt kütlesi hareket eder ve kapasitif değişim, okuma devreleri kullanılarak elektrik sinyali olarak ölçülür. Bu inceleme yazısında MEMS sensörleri hakkında genel bilgiler verilmiş olup, MEMS kapasitif ivmeölçerler hakkında kapsamlı bir inceleme yapılmıştır. Çalışmada MEMS kapasitif ivmeölçerin dinamik devresi verilmiş, kapasitif MEMS ivmeölçerin tasarımı sırasında mekanik ve elektronik yapı için önemli değerlerin hesaplanması anlatılmıştır. Ayrıca kapasitif değişimi gerilime dönüştürmek için kullanılan okuma devreleri hakkında da bilgi verilmiştir. Son olarak nihai ürünü üretmek için kullanılan imalat süreçleri açıklanmış ve literatürde bulunan örnek imalat süreçlerine ilişkin çalışmalara değinilmiştir.

Keywords: Kapasitif ivmeölçer, MEMS ivmeölçer, MEMS kapasitif ivmeölçer, MEMS cihazları

*Sorumlu yazar (Corresponding author): Cihat Ediz Akbaba, edizakbaba@gmail.com.

Künye Bilgisi: Akbaba, C.E., Tanrikulu, M.Y., (2023). MEMS Capacitive Accelerometer: A Review. Artibilim: Adana Alparslan Türkes Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 6(2), 41-58. Doi: 10.55198/artibilimfen.1386846

Artibilim:Adana Alparslan Turkes BTU Fen Bilimleri Dergisi

1. Introduction to Micro Electro-Mechanical Systems (MEMS) Sensors

MEMS structures, called microelectromechanical systems in the USA and micro-machines in Japan, are integrated systems consisting of both mechanical and electrical devices, developed using batch processing techniques and varying in size from a micrometer to millimeter [1,2]. MEMS devices, which are quite different from electronic and microelectronic circuits, consist of a combination of electronic and mechanical parts [2]. MEMS accelerometers are widely used in electronic devices such as automobiles, navigation systems, health applications, computers and mobile phones due to their features such as small size, high resolution, stability and low power consumption [3,4]. The rapidly developing MEMS technology has shown itself in many areas that can benefit humanity. For example, with smart MEMS microsurgical systems, it is possible to perform surgery without any incision on the skin, as well as to intervene in sick cells and tissues without damaging healthy cells [2]. Another example of the use of MEMS is their use in vehicle airbags. MEMS accelerometers detect the change in capacitance in sudden movement changes and create a signal ensuring the airbag works. Figure 1 shows the common usage areas of MEMS systems [5].

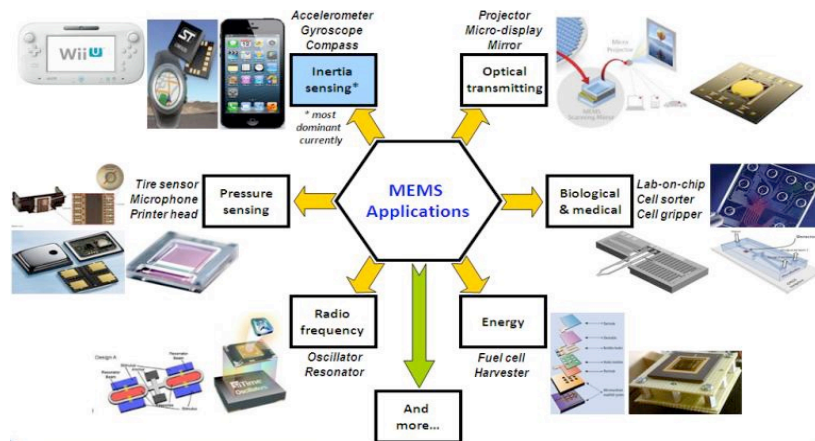


Figure 1. Common usage areas of MEMS systems [5]

MEMS technology, which consists of a combination of mechanical and electronic systems uses many of the techniques used in the integrated circuit field such as oxidation, diffusion, ion implantation, LPCVD, and sputtering [6,7]. MEMS systems have 3 characteristics: miniaturization, batch fabrication, and microelectronics [6]. Miniaturization enables the production of efficient and fast responsive components, while multiplicity enables thousands of components to be produced simultaneously. On the other hand, the microelectronics form the brain of the MEMS systems that enable sensors and actuators to work systematically.

In this study general information about MEMS sensors is given, and a comprehensive review is made about MEMS capacitive accelerometers. In addition, information about the readout circuits used to convert the capacitive change to voltage is given. Finally, the fabrication processes used to produce the final product are explained, and the studies on sample fabrication processes found in the literature are mentioned.

1.1. MEMS fabrication

Since the design and production of MEMS is complex, manufacturability design is very important to reduce the time and effort spent on accurate production [8]. Fabrication of MEMS structures often uses structural, sacrificial, and masking materials on a common substrate, so issues related to etching selectivity, adhesion, microstructure, and a number of other properties are very important parameters in the design process [9]. The main steps of the MEMS fabrication processes are film growth, doping, lithography, etching, dicing, and packaging [6]. In addition, the properties of the materials used as structural, sacrificial, and passivation layers in the fabrication stage of MEMS are very important and these materials play an important role in the formation of final devices not only alone but also as a result of their interaction with each other. In the MEMS fabrication process, materials such as single-crystal silicon, polysilicon, silicon dioxide, silicon nitride, metals, silicon carbide, and diamond are used [9]. Although most of the microfabrication methods used to fabricate MEMS structures are borrowed from IC technology, specialized micromachining techniques for MEMS have been developed [10]. In the production process of MEMS, techniques such as bulk micromachining, surface micromachining, and LIGA processes are very popular.

1.1.1. Bulk Micromachining

Bulk micromachining which is the oldest micromachining technology enables the selective removal of a significant amount of silicon from the substrate material to form shrunken mechanical components [2,11]. Since etching speed is an important factor affecting efficiency in the bulk micromachining technique, choosing the right methods during etching is very important [12]. By utilizing the etching properties, complex 3D shapes such as channels, pyramidal pits, and roads can be created [10]. In the wet bulk micromachining process which is the most commonly used technique, the exposed areas of the substrate are etched at certain rates [2,13]. Figure 2 shows the release of SiC material by etching silicon from the front and back of the wafer using the bulk micromachining technique [14].

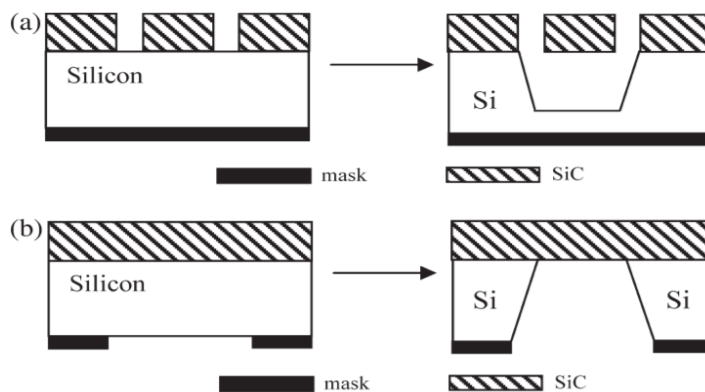


Figure 2. Bulk micromachining technique. a) Release of SiC material by etching silicon from the front side of the wafer. b) Release of SiC material by etching silicon from the back side of the wafer [14]

MEMS capacitive accelerometer: A review

1.1.2. Surface micromachining

The surface micromachining technique is the process of removing the underlying film called the sacrificial layer without damaging the upper layer called the structural element. In this method, microstructures are created by depositing, growing, and etching a series of thin films onto the substrate [15]. In order for the micromachining process to be healthy, the structural material and the sacrificial material must have appropriate properties. In addition, without affecting the structural material, the etchers used to remove sacrificial materials should have very good physical and chemical etching features [16]. Figure 3 shows the steps of a typical surface micromachining technique [10].

1.1.3. LIGA (Lithographic-Galvanoförmung-Abform) process

Developed in Germany in the mid-1980s, LIGA is an abbreviation of the German words lithographic, galvanoförmung, abform, which translates as lithography, electroplating, and molding [17]. Combining X-ray lithography with electroplating and molding, the LIGA process is a popular technique for the fabrication of high aspect ratio microstructures [18]. Figure 4 shows an example LIGA process [19]. In the LIGA technique, a resist layer is first applied to a metal-coated substrate. This resist layer is then exposed to Ultraviolet rays by masking. In the last step, the parts of the resist layer that are not exposed to UV rays are eliminated, and the final microstructure is reached.

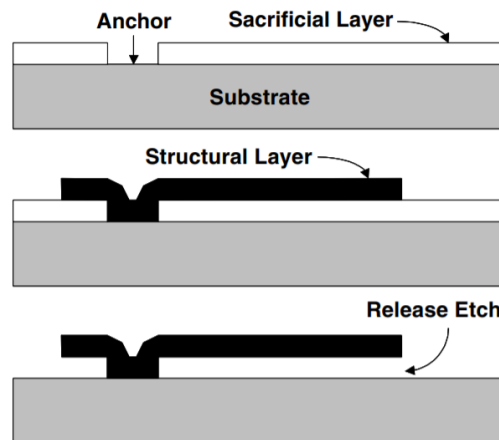


Figure 3. The steps of a typical surface micromachining technique [10]

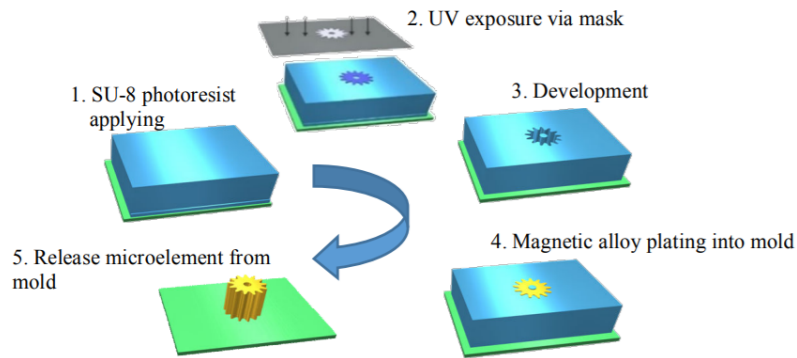


Figure 4. Example LIGA fabrication process [19]

2. Accelerometers

Accelerometers which measure the acceleration applied to a mass have high sensitivity and it is used in many fields from industry to scientific studies [20]. The acceleration sensor measures the acceleration with the change of the test mass in it against the gravitational force ($g=9.8 \text{ m/s}^2$). These sensors convert the mechanical movement created by the movement of the test mass into electrical signal. It is possible to model accelerometers with a spring-mass-damper system. Figure 5 gives the dynamic model and the free body diagram of an accelerometer [21]. Here, m is the proof mass, b is the damping coefficient, and k is the spring constant. When the system is carefully examined, it can be seen that the proof mass is attached to the base with a spring and damper. When a force is applied to the accelerometer, while the proof mass moves, the spring and damper resist this movement. According to Newton's second law, the sum of the forces acting on the object is equal to the product of the mass of the object and its acceleration, and the equation of motion of the mass m is given in Equations 1. In Equation 2, the differential equation of the system is given.

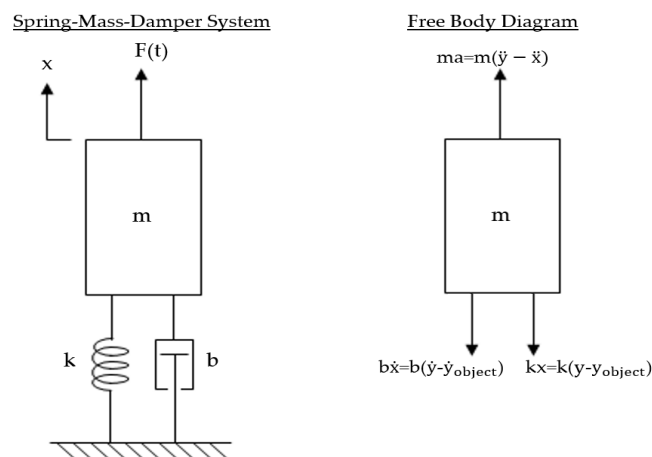


Figure 5. Spring-mass-damper system and free body diagram for an accelerometer [21]

MEMS capacitive accelerometer: A review

$$m\ddot{x}_d + c\dot{x}_d + kx_d = F(t) \quad (1)$$

$$m \frac{d^2x(t)}{dt^2} + c \frac{dx(t)}{dt} + kx(t) = ma_{\text{ext}}(t) \quad (2)$$

When Laplace transform is applied to the system expressed by a quadratic equation, the transfer function of the system can be found as in Equation 3. In the equation, w_r is the resonant frequency and the Q value is the quality factor. To obtain high mechanical sensitivity, the resonant frequency should be chosen as low as possible. In addition, if the quality factor of the system is less than 0.5, the system is over damped, if it is equal to 0.5, it is critically damped, and if it is greater than 0.5, it is under damped. Under damped systems are preferred due to low mechanical noise and quick response time [21].

$$\frac{X(s)}{A_{\text{ext}}(s)} = \frac{1}{s^2 + \frac{b}{m}s + \frac{k}{m}} = \frac{1}{s^2 + \frac{w_r}{Q} + w_r^2} \quad (3)$$

The most commonly used accelerometers are piezoelectric, piezoresistive, optical, and capacitive accelerometers [5,22]. Piezoelectric accelerometers, which are frequently used in the civil and aerospace industries and generally measure mechanical changes such as vibration and shock, use the piezoelectric effect of certain materials to detect the change in acceleration [23]. Optical accelerometers, working with the principle of moving the proof mass with the change in wavelength caused by the change in light intensity have advantages such as high sensitivity and low noise compared to conventional electrical accelerometers [24,25]. The capacitive accelerometers, one of the most used accelerometers, senses the change in electrical capacitance to determine the acceleration of an object. In capacitive accelerometers, the distance between the plates changes in proportion to the applied acceleration. Thus, an electrical signal is produced in proportion to this change [26].

3. MEMS accelerometers

MEMS-based accelerometers are the fastest developing devices using MEMS technology, and these devices have wide applications in many fields such as automotive, consumer electronics, aerospace, biomedical, and robotics [3,27,28]. Figure 6 shows the usage areas of MEMS accelerometers according to their bandwidth and acceleration range [29]. MEMS accelerometers used in most of these applications have many advantages such as mass manufacturability, low cost production, small size, low power, and easy system integration [30]. While one of the main advantages of a MEMS accelerometer is its linear frequency response, it has disadvantages such as charging shortage and gravitational acceleration being calibrated [31]. A typical MEMS accelerometer detects an external acceleration by the displacement of a suspended mass attached to an anchor. Displacement sensing can be achieved using techniques such as capacitive, thermal, piezoresistive, piezoelectric, and optical [32,33]. Among these techniques, capacitive sensing technology is the most popular among MEMS accelerometer techniques because of its ease of fabrication [31,32].

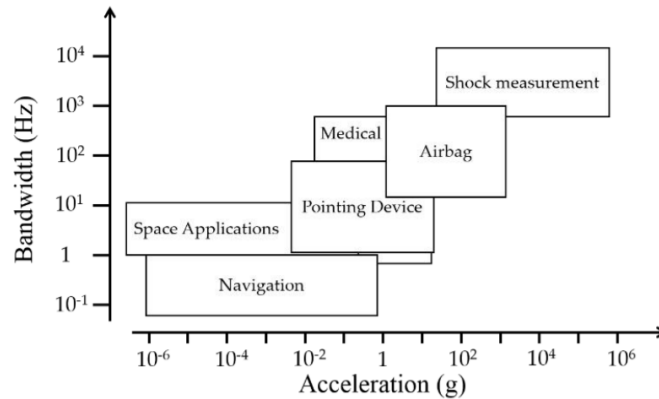


Figure 6. Usage areas of MEMS accelerometers according to bandwidth and acceleration range [29]

4. Capacitive MEMS accelerometers

Capacitive accelerometers are extensively employed in the MEMS markets due to their simple structure, low production costs, low power consumption, and low thermal dependence [28,34]. A capacitive accelerometer using MEMS is typically a structure that uses a capacitor with a moving plate placed between two fixed plate. When the total force is zero, the value of both capacitors is zero, when there is a change in force, the moving plate will approach the fixed plate, which will increase the capacitance value [35]. In Figure 7, the dynamic circuit of the capacitive accelerometer consisting of spring, damping, and proof mass in the main structure is given [3]. Looking at the dynamic model, there is the proof mass which is suspended in the central part and acts as a sensing element. The mass is attached to the substrate by a spring with constant k_x and damping with a damping coefficient B_x . There are capacitances between fixed fingers and movable fingers attached to the proof mass. When the proof mass is subjected to acceleration, the movable fingers attached to the mass move, and this movement produces an output as capacitive displacement. To measure the capacitance change, an electronic circuit can be designed to convert this change into voltage [29].

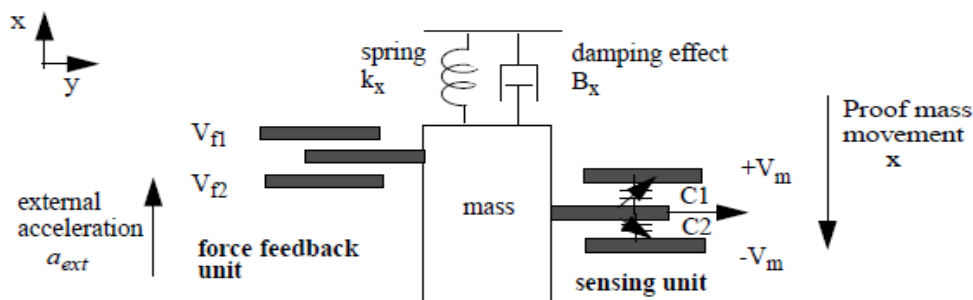


Figure 7. The dynamic circuit of the capacitive accelerometer [3]

When the system accelerates, the proof mass moves and as a result of the displacement of the moving fingers, the value of one of the capacitances increases while the other decreases. The magnitude

MEMS capacitive accelerometer: A review

of the acceleration is calculated by measuring the capacitance values. As a result of the acceleration, the values of the capacitances C1 and C2 are measured as in Equation 4 [36].

$$C1 = \epsilon n S \left(\frac{1}{d - x} \right), \quad C2 = \epsilon n S \left(\frac{1}{d + x} \right) \quad (4)$$

where, n is the number of movable fingers, epsilon value is the electrical conductivity between the fingers, d is the distance between the fingers, x is the displacement due to acceleration, and S is the surface area of a single finger.

In Equation 5, it is seen that the total force acting on the system is directly proportional to the product of the mass of the object and its acceleration [37].

$$F_a = ma = F_m + F_K + F_B \quad (5)$$

where, F_a is the applied force, F_m is the inertial force of the proof mass, F_K is the force of the spring constant, and F_B is the damping effect. The expression of the displacement of the proof mass subjected to the force in terms of a differential equation is given in Equation 6.

$$F_a = M \frac{d^2x}{dt^2} + B \frac{dx}{dt} + kx \quad (6)$$

Applying the Laplace transform to Equation 6, we can obtain Equation 7 and Equation 8, and the transfer function of the system is as in Equation 9.

$$F_a = MS^2X(S) + BSX(S) + KX(S) \quad (7)$$

$$F_a = (MS^2 + BS + K)X(S) \quad (8)$$

$$\frac{X(S)}{F_a} = \frac{1}{MS^2 + BS + K} \quad (9)$$

The final mathematical model of the capacitive accelerometer can be expressed as in Equation 10.

$$\frac{X(S)}{F_a} = \frac{1}{s^2 + s \frac{B}{M} + \frac{K}{M}} = \frac{1}{s^2 + s \frac{\omega_r}{Q} + \omega_r^2} \quad (10)$$

where, ω_r is the resonant frequency and Q is the quality factor. At low frequencies, when $\omega \ll \omega_r$, we can write Equation 11 [38].

$$\frac{X(S)}{F_a} = \frac{1}{\omega_r^2} \quad (11)$$

As can be seen from Equation 11, the sensitivity is inversely proportional to the resonance frequency. Therefore, we can say that the sensitivity increases as the resonance frequency decreases. A decrease in resonance frequency requires an increase in proof mass and a decrease in spring constant, and with a decrease in this value, the sensor bandwidth also decreases [39]. In addition, parameters such as resonance frequency, quality factor are related to sensor size.

The proof mass value is calculated as follows [37].

$$m = \rho(W_p L_p T_p + N W_F L_F t) \quad (12)$$

where, ρ is the density of the material from which the proof mass is made, W_p is the width of the proof mass, L_p is the length of the proof mass and T_p is the thickness of the proof mass. N is the number of movable fingers. W_F , L_F , and t are the width, length, and thickness of the movable sensing fingers, respectively.

In Equation 13, the expression of the spring constant of the system is given. Here, l_b is the length of the beam, ω_b is the width of the beam, h is the thickness of the beam, and E is the Young's modulus of the structural material. In order to get a good performance and sensitivity from the capacitive accelerometer, it is very important to choose the parameters at the right value such as beam width and beam length [38]. In addition, parameters such as the width and length of the movable fingers play an important role in the accuracy of acceleration measurement [38].

$$K_s = \frac{1}{2} E h \left(\frac{\omega_b}{l_b} \right)^3 \quad (13)$$

The formula used to find the damping coefficient is shown in Equation 14 [40]. Here, N_f is the total number of sensing fingers, n_{eff} is the effective viscosity of the air, and d_0 is the capacitance gap.

$$B = N_f n_{eff} l_b \left(\frac{h}{d_0} \right)^3 \quad (14)$$

In a system with capacitive accelerometer, some readout circuits are needed to measure the capacitive change after capacitive sensing takes place. There are some important parameters such as signal to noise ratio (SNR), power consumption, and readout method in sensor reading circuits. SNR value is very important for accurate measurement of physical quantity, and to obtain a higher SNR we need to increase the signal power while reducing the noise power [41]. In addition, power consumption and low supply voltage is very important as capacitive accelerometers are widely used in small devices [42]. Since sensitivity is important when detecting, the values of the circuit elements should be chosen correctly for readout circuits. Figure 8 shows the simplified readout circuit diagram of a MEMS capacitive accelerometer realized by [43].

MEMS capacitive accelerometer: A review

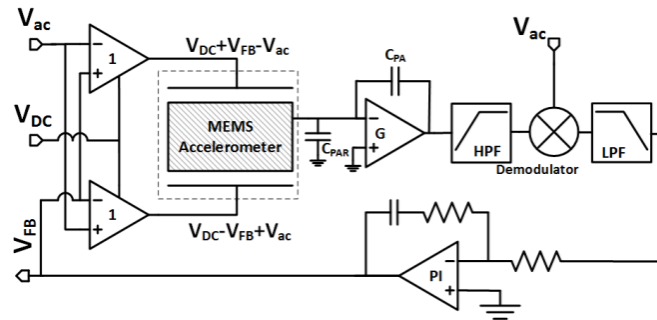


Figure 8. Simplified readout circuit diagram of a MEMS capacitive accelerometer [43]

In the given circuit, differential V_{ac} and $-V_{ac}$ signals are applied to the electrodes. In case of a capacitance mismatch between the two electrodes due to external acceleration, an electric current signal is generated in the preamplifier stage and this signal is then converted to voltage. This voltage is then filtered and demodulated by the passive RC high pass filter and then it is filtered again by the low pass filter and the signal is applied as input to the PI controller. The output of the PI controller is superimposed on the modulation signals and it is given as a feedback to the sensor to keep the proof mass stable. This results in a high linearity performance for the accelerometer. In addition, the range and noise values can be adjusted for different applications by adjusting the V_{dc} voltage applied equally to both electrodes [43]. Capacitive displacement is converted to an analog signal thanks to the reading circuit inside the accelerometer package, and this analog signal can be converted to a digital signal with an ADC converter, if necessary.

5. Example fabrication and design studies for capacitive MEMS accelerometers

In the study by [44], a single axis MEMS differential capacitive accelerometer design was carried out. The design process was performed using MEMS+, and the MATLAB Simulink environment was used for simulation processes. A readout circuit was created to measure the capacitance change caused by the displacement of the proof mass structure due to the applied acceleration. The reading circuit consists of a capacitance-voltage converter, a demodulator, and a low-pass filter. In addition, it is stated in the study that the designed accelerometer can be produced using the DRIE-based process. The accelerometer designed according to the obtained simulation results showed high sensitivity and good linearity. The 3D solid model and the reading circuit of the designed accelerometer are given in Figure 9 [44].

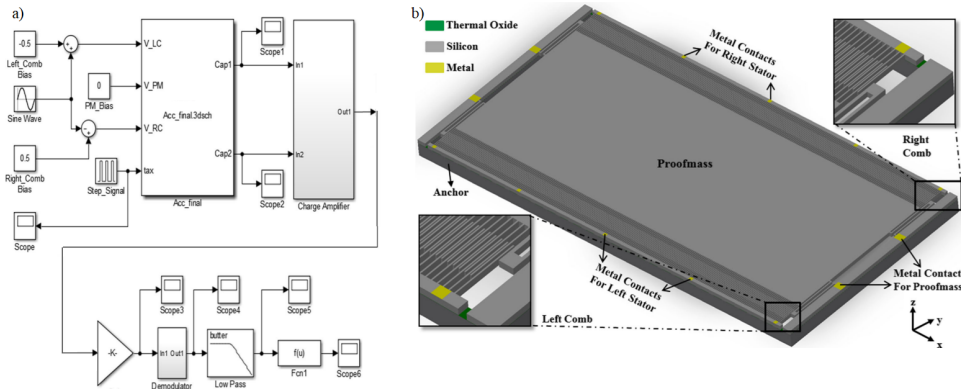


Figure 9. a) The reading circuit of the designed accelerometer b) The 3D solid model of the designed accelerometer [44]

In study [39], a single-axis capacitive full differential accelerometer design with two proof masses was carried out with the surface micro-machining technique. In the study, the proof mass structure was electrically isolated and divided into two parts to show a fully differential feature. Figure 10 (a) shows the general structure of the proposed accelerometer [39]. The designed sensor was optimized and simulated using the COMSOL Multiphysics tool. In addition, some sensor capacitors are embedded in the proof mass structure to increase sensitivity. In the fabrication stage, chemical vapor deposition (CVD), electroplating, lift-off, and photolithography methods were used together with the surface micromachining technique. Figure 10 (b) gives the fabrication process of the accelerometer [39].

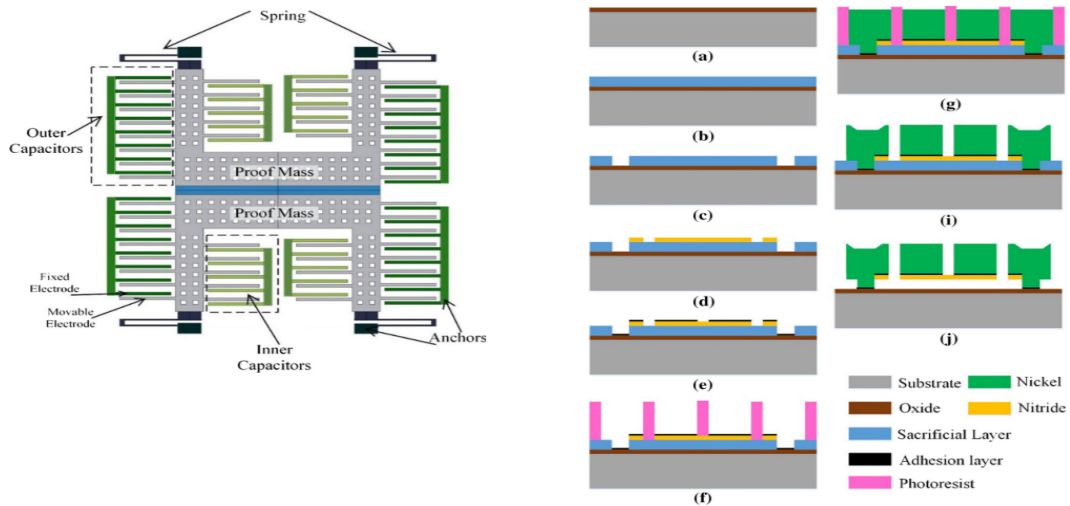


Figure 10. Accelerometer general structure and fabrication process [35]

MEMS capacitive accelerometer: A review

In study [45], a MEMS capacitive accelerometer specially designed for Structural Health Monitoring (SHM) applications is presented. The IntelliSuite MEMS design tool was used for simulations in the design performed using the surface micro-machining technique. The design and simulation of the readout circuit used to convert the differential capacitance to voltage were carried out with the SPICE circuit design program. Figure 11 gives the detailed fabrication process for the designed accelerometer. When the fabrication process was examined, first of all, 1 μm thick Si_3N_4 material and 2 μm thick sacrificial material was deposited on the silicon substrate, respectively. Then, a 4 μm thick polysilicon layer was formed with the LPCVD technique, and finally, the surface micromachined folded beam-type accelerometer structure was obtained by removing the sacrificial layer.

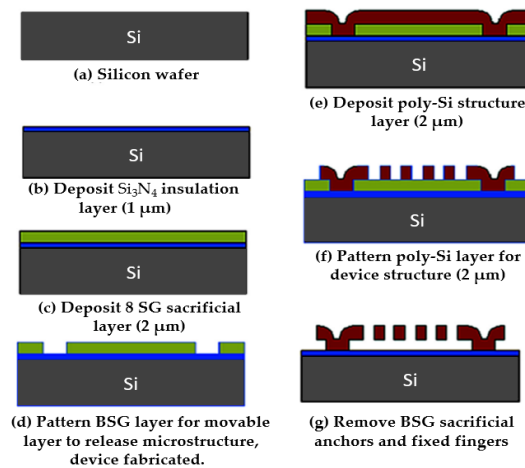


Figure 11. Fabrication process for designed capacitive accelerometer [45]

In study [29], a MEMS differential capacitive accelerometer was designed and simulated using 8 μm UV-LIGA technology. Device simulation was performed using CoventorWare® and MEMS+ tools, and the simulation results are similar to the calculated results. According to the simulation results obtained, the device showed good linearity at DC-400 Hz bandwidth. The designed accelerometer was put into the fabrication process using UV-LIGA technology [46]. Figure 12 shows the fabrication flow chart. When the figure is examined, copper was used as the sacrificial layer, nickel was used as the structural layer, and the seed layer was sputtered to obtain the anchoring sites and the pattern was created. Finally, the structural layer, Nickel, was grown using electroplating, and the Cu layer was released after etching.

Study [47] presents a MEMS capacitive accelerometer with a symmetrical, double-sided, and H-shaped beam structure. The fully symmetrical structure is produced using a double-layer SOI wafer structure. Figure 13 shows the fabrication steps. When the figure is examined, after the H-shaped beam-mass structure is defined as a mask, the wafer is oxidized and then photoresist coating is applied. Then, after some scraping on both sides of the wafer, the photoresist is removed. With the onset of thermal oxidation at high temperatures, a capacitive gap is defined on one side of the wafer. As a result of the processes, MEMS capacitive accelerometer with a fully symmetrical double-sided H-shaped beam-mass structure was produced.

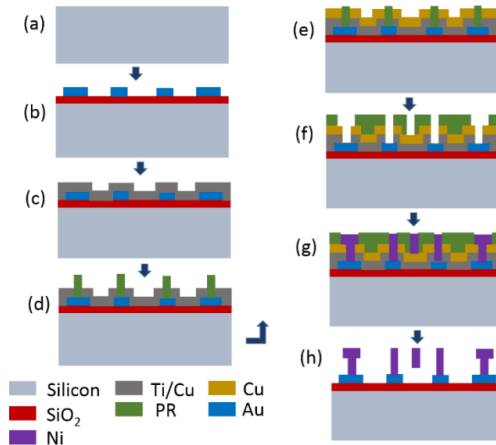


Figure 12. The fabrication process of the accelerometer designed using UV-LIGA technology [29]

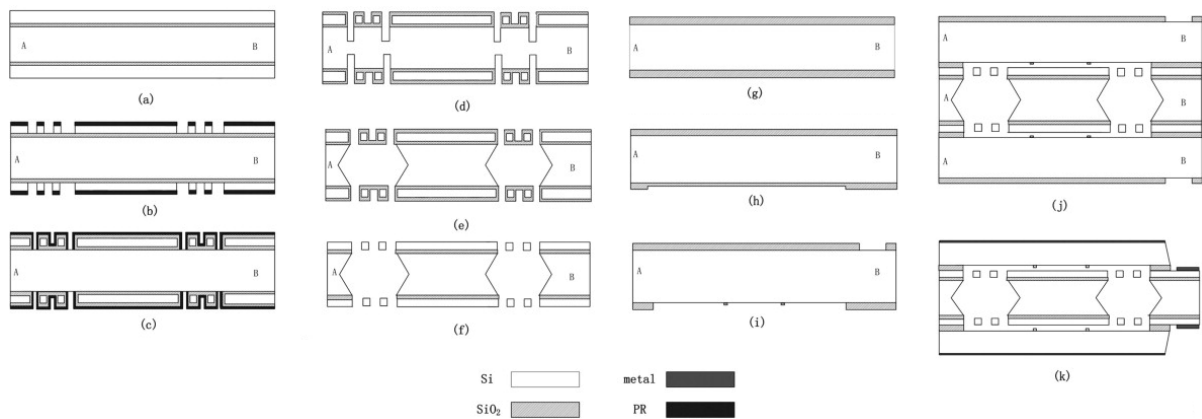


Figure 13. Fabrication process for the presented accelerometer [47]

When the studies are examined, it has been observed that many parameters are important in order to provide high performance when designing capacitive MEMS accelerometer structures. Table 1 gives the parameters obtained for the examined studies.

Table 1. Design parameters of capacitive accelerometers presented in examined studies

	Ref [26]	Ref [35]	Ref [40]	Ref [41]	Ref [43]
Bandwidth	400 Hz	not given	100 Hz	0-250 Hz	not given
Frequency range	not given	not given	not given	0-40 Hz	1.5 kHz-3 kHz
Displacement sensitivity	0.19 $\mu\text{m/g}$	not given	0.121 $\mu\text{m/g}$	21.39 $\mu\text{m/g}$	not given
Capacitive sensitivity	3.83 fF/g	15.8 fF/g	225 fF/g	1.22 pF/g	not given
Mechanical sensitivity	not given	29.8 $\mu\text{m/g}$	0.12 $\mu\text{m/g}$	not given	not given
Voltage sensitivity	not given	not given	not given	1,783 V/g	0.24 V/g
Natural frequency	not given	not given	1.5 kHz	100Hz-500Hz	not given
Resonance frequency	1448 Hz	2870 Hz	not given	not given	2240 Hz
Electrical noise	not given	not given	5 aF/ $\sqrt{\text{Hz}}$	5.612 $\mu\text{g}/\sqrt{\text{Hz}}$	not given
Quality factor	4	not given	not given	not given	106

5. Conclusion

In this study, it is aimed to give a comprehensive perspective on MEMS capacitive accelerometers. In addition, the structure, working principle, design parameters, and fabrication process of capacitive accelerometers have been observed in detail. Design parameters such as bandwidth, frequency range, sensitivity, electrical noise, quality factor for MEMS capacitive accelerometer sensors

are compared within the studies in the literature. When the studies are examined extensively, it is understood that MEMS capacitive accelerometer sensors are used widely MEMS market because they have a simple structure, low production cost, low power consumption, and low thermal dependence. Although there are various studies on capacitive accelerometers, it appears that the ultimate limit for performance has not been reached. There is also a potential gap in the materials used for Accelerometers. Studies on new materials and new process flows should be continued to increase the performance and process efficiency of MEMS capacitive accelerometers.

Conflict of interest statement: There is no conflict of interest.

Research and publication ethic statement: The study does not require Ethics Approval.

References

- [1] Fujita, H. (1997). A decade of MEMS and its future. In Proceedings of the Proceedings IEEE The Tenth Annual International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems. An Investigation of Micro Structures, Sensors, Actuators, Machines and Robots, 1-7.
- [2] Mishra, M.K., Dubey, V., Mishra, P., Khan, I. (2019). MEMS technology: a review. Journal of Engineering Research Reports, 1-24, doi:10.9734/JERR/2019/v4i116891.
- [3] Hristov, M.H., Ruskov, S.I., Denishev, K.H., Uzunov, I.S., Grozdanov, V.E., Gaydazhiev, D.G. (2009). Design and simulation of horizontal accelerometers. Annual Journal of Electronics.
- [4] Vajargah, M.K., Shamsi, H. (2023). An accurate Verilog-A based model for MEMS capacitive accelerometer. AEU-International Journal of Electronics Communications, 164, 154625, doi:10.1016/j.aeue.2023.154625.
- [5] Liu, C.-H., Chang, H.-D., Li, K.-H., Lin, C.-H., Hsu, C.-J., Lin, T.-Y., Chou, H.-H., Huang, H.-C., Liao, H.Y.(2013). Adaptable and integrated packaging platform for MEMS-based combo sensors utilizing innovative wafer-level packaging technologies. In Proceedings of the 2013 IEEE 63rd Electronic Components and Technology Conference, 1675-1681.
- [6] Pannaga, N., Rai, P., R.(2013). Review: MEMS fabrication technology. International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT) 02.
- [7] Partnership, P.F. (2002). An introduction to MEMS (micro-electromechanical systems). Prime Faraday Partnership.
- [8] Niekiel, M.F., Meyer, J.M., Lewitz, H., Kittmann, A., Nowak, M.A., Lofink, F., Meyners, D., Zollondz, J.H.(2023). What MEMS research and development can learn from a production environment. Sensors, 23, 5549, doi:10.3390/s23125549.
- [9] Gad-el-Hak, M.(2005). MEMS: design and fabrication; CRC press.
- [10] Judy, J.W.(2001). Microelectromechanical systems (MEMS): fabrication, design and applications. Smart Materials Structures, 10, 1115, doi:10.1088/0964-1726/10/6/301.
- [11] Kovacs, G.T., Maluf, N.I., Petersen, K.E.(1998). Bulk micromachining of silicon. Proceedings of the IEEE, 86, 1536-1551.
- [12] Pal, P., Swarnalatha, V., Rao, A.V.N., Pandey, A.K., Tanaka, H., Sato, K. (2021). High speed silicon wet anisotropic etching for applications in bulk micromachining: A review. Micro Nano Systems Letters, 9, 1-59, doi:10.1186/s40486-021-00129-0.

MEMS capacitive accelerometer: A review

- [13] Ghodssi, R., Lin, P. (2011). MEMS materials and processes handbook; Springer Science & Business Media: Volume 1.
- [14] Cheung, R., Argyrakis, P. (2008). Microscale sensors based on silicon carbide and silicon. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 222, 19-26, doi:10.1243/09544062JMES663.
- [15] Antonello, R., Oboe, R. (2011). MEMS gyroscopes for consumer and industrial applications. Microsensors, Intech, 253-280, doi:10.5772/17689.
- [16] Mamilla, V.R., Chakradhar, K.S. (2014). Micro machining for micro electro mechanical systems (MEMS). Procedia Materials Science, 6, 1170-1177, doi:10.1016/j.mspro.2014.07.190.
- [17] Almuramady, N. (2017). Dry friction between rough surfaces of silicon and functionalized gear microelectromechanical systems. Cardiff University.
- [18] Meyer, P., Schulz, J., Hahn, L. (2003). DoseSim: Microsoft-Windows graphical user interface for using synchrotron x-ray exposure and subsequent development in the LIGA process. Review of Scientific Instruments, 74, 1113-1119, doi:10.1063/1.1532542.
- [19] Timoshkov, I.V., Khanko, A.V., Kurmashev, V.I., Grapov, D.V., Kastevich, A., Govor, G.A., Vetcher, A.K. (2019). Applications of uv-liga and grayscale lithography for display technologies. Доклады Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники, doi:10.35596/1729-7648-2019-125-7-81-87.
- [20] Victorino, M., Jiang, X., Menon, C. (2018). Wearable technologies and force myography for healthcare. In Wearable Technology in Medicine and Health Care; Academic Press,135-152.
- [21] Erdener, Ö. (2005). MEMS Accelerometer Design. MS Thesis, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- [22] Suh, M. (2015). Wearable sensors for athletes. In Electronic Textiles; Elsevier: 257-273.
- [23] Yoder, N., Adams, D. (2014). Commonly used sensors for civil infrastructures and their associated algorithms. In Sensor Technologies for Civil Infrastructures; Elsevier: 57-85.
- [24] Casas-Ramos, M.A., Castillo-Barrera, L.G., Sandoval-Romero, G. (2018). Optical accelerometer for seismic measurement. Vibroengineering PROCEDIA, 21, 38-41, doi:10.21595/vp.2018.20379.
- [25] Plaza, J.A., Llobera, A., Dominguez, C., Esteve, J., Salinas, I., Garcia, J., Berganzo, J. (2004). BESOI-based integrated optical silicon accelerometer. Journal of Microelectromechanical Systems, 13, 355-364, doi:10.1109/JMEMS.2004.824884.
- [26] Venkatanarayanan, A., Spain, E. (2014). Review of recent developments in sensing materials. Comprehensive Materials Processing, 13, 47-101, doi:10.1016/B978-0-08-096532-1.01303-0.
- [27] Gomathi, T., Shaby, S.M.(2016). Capacitive accelerometers for microelectromechanical applications: a review. In Proceedings of the 2016 International Conference on Control, Instrumentation, Communication and Computational Technologies (ICCICT), 486-490.
- [28] Kesilmiş, Z., Mutlu, A., Aksoy, M. (2008). Yapay sinir ağı ile kapasitif MEMS ivme ölçerin rezonans frekansı kestirimi. Elektrik-Elektronik Bilgisayar Mühendisliği Sempozyumu ELECO'2008, Türkiye, 26 - 29 Kasım, 87-90
- [29] Sinha, S., Shakya, S., Mukhiya, R., Gopal, R., Pant, B. (2014). Design and simulation of MEMS differential capacitive accelerometer. In Proceedings of the Proceeding of ISSS international conference on smart materials, structures and systems.
- [30] Zou, X., Seshia, A.A. (2015). A high-resolution resonant MEMS accelerometer. In Proceedings of the 2015 Transducers-2015 18th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS), 1247-1250.

- [31] Aizawa, T., Kimura, T., Matsuoka, T., Takeda, T., Asano, Y. (2009). Application of MEMS accelerometer to geophysics. *International Journal of the JCRM*, 4, 33-36, doi:10.11187/ijjcrm.4.33.
- [32] Nie, Y., Huang, K., Yang, J., Cao, L., Cheng, L., Wang, Q., Tian, H., Peihua, W., Heng, L. (2020). A proposal to enhance high-frequency optical MEMS accelerometer sensitivity based on a one-dimensional photonic crystal wavelength modulation system. *IEEE Sensors Journal*, 20, 14639-14645, doi:10.1109/JSEN.2020.3006220.
- [33] Yazıcıoğlu, R.F. (2003). Surface micromachined capacitive accelerometers using mems technology. Middle East Technical University.
- [34] Delfan Hemmati, K., Azizollah Ganji, B. (2022). Increase of three-axis accelerometer sensitivity using capacitor in spring. *Journal of Electrical Engineering*, 54, 97-106, doi:10.22060/ej.2021.20123.5420.
- [35] Tan, S.-S., Liu, C.-Y., Yeh, L.-K., Chiu, Y.-H., Lu, M.S.-C., Hsu, K.Y. (2010). Design of low-noise CMOS MEMS accelerometer with techniques for thermal stability and stable DC biasing. In *Proceedings of the IEEE Custom Integrated Circuits Conference 2010*, 1-4.
- [36] Szermer, M., Zając, P., Amrozik, P., Maj, C., Jankowski, M., Jabłoński, G., Kiełbik, R., Nazdrowicz, J., Napieralska, M., Sakowicz, B. (2021). A Capacitive 3-Axis MEMS accelerometer for medipost: A portable system dedicated to monitoring imbalance disorders. *Sensors*, 21, 3564, doi:10.3390/s21103564.
- [37] Gomathi, K., Balaji, A., Mrunalini, T. (2021). Design and optimization of differential capacitive micro accelerometer for vibration measurement. *Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, 30, 19-27, doi:10.1515/jmbm-2021-0003.
- [38] Benmessaoud, M., Nasreddine, M.M. (2013). Optimization of MEMS capacitive accelerometer. *Microsystem Technologies*, 19, 713-720, doi:10.1007/s00542-013-1741-z.
- [39] Keshavarzi, M., Hasani, J.Y. (2019). Design and optimization of fully differential capacitive MEMS accelerometer based on surface micromachining. *Microsystem Technologies*, 25, 1369-1377, doi:10.1007/s00542-018-4187-5.
- [40] Amini, B.V. (2006). A mixed-signal low-noise sigma-delta interface IC for integrated sub-micro-gravity capacitive SOI accelerometers. Georgia Institute of Technology.
- [41] Yoo, Y., Choi, B.-D. (2021). Readout circuits for capacitive sensors. *Micromachines*, 12, 960, doi:10.3390/mi12080960.
- [42] Zhong, L., Lai, X., Song, H., Xu, D. (2018). Differential capacitive readout circuit using oversampling successive approximation technique. *IEEE Transactions on Circuits Systems I: Regular Papers*, 65, 4072-4085, doi:10.1109/TCSI.2018.2849992.
- [43] Terzioglu, Y., Alper, S.E., Azgin, K., Akin, T. (2014). A capacitive MEMS accelerometer readout with concurrent detection and feedback using discrete components. In *Proceedings of the 2014 IEEE/ION Position, Location and Navigation Symposium-PLANS 2014*, 12-15.
- [44] Mukhiya, R., Agarwal, P., Badjatya, S., Garg, M., Gaikwad, P., Sinha, S., Singh, A., Gopal, R. (2019). Design, modelling and system level simulations of DRIE-based MEMS differential capacitive accelerometer. *Microsystem Technologies*, 25, 3521-3532, doi:10.1007/s00542-018-04292-0.
- [45] Kavitha, S., Daniel, R.J., Sumangala, K. (2016). Design and analysis of MEMS comb drive capacitive accelerometer for SHM and seismic applications. *Measurement*, 93, 327-339, doi:10.1016/j.measurement.2016.07.029.

MEMS capacitive accelerometer: A review

- [46] Qu, W., Wenzel, C., Gerlach, G. (1999). Fabrication of a 3D differential-capacitive acceleration sensor by UV-LIGA. *Sensors Actuators A: Physical*, 77, 14-20, doi:10.1016/S0924-4247(98)00377-X.
- [47] Zhou, X., Che, L., Liang, S., Lin, Y., Li, X., Wang, Y. (2015). Design and fabrication of a MEMS capacitive accelerometer with fully symmetrical double-sided H-shaped beam structure. *Microelectronic Engineering*, 131, 51-57, doi:doi.org/10.1016/j.mee.2014.10.005.