NÖHÜ MÜHENDİSLİK BİLİMLERİ DERGİSİ NOHU JOURNAL OF ENGINEERING SCIENCES

ISSN: 2564-6605

Cilt: 12Say1: 32023Volume: 12Issue: 32023

Hope OMER Har

1992

UNIVERSIL



www.ohu.edu.tr/muhendislikfakultesi www.ohu.edu.tr/facultyofengineering

https://dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh https://dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3) Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/ten/pub/ngumuh



Dergi Sahibi/Journal Owner Prof. Dr. Murat Barut Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dekanı, Türkiye/ Niğde Ömer Halisdemir University, Dean of Engineering Faculty, Türkiye

Baş Editör/Editor-in-Chief

Prof. Dr. Mustafa Sarıdemir Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye

Yardımcı Editörler/Associate Editors

Prof. Dr. Mustafa Korkanç Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye Doç. Dr./Assoc. Prof. Dr. Firdevs Uysal Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye Doç. Dr./Assoc. Prof. Dr. Ahmet Şakir Dokuz, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3) Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Yayın Danışma Kurulu/Editorial Advisory Board

Prof. Dr. Adnan Görür Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye Prof. Dr. Metin Yıldırım Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye Prof. Dr. Murat Gökçek Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Türkiye/Niğde Ömer Halisdemir University, Türkiye Prof. Dr. Fahrettin Öztürk Yıldırım Beyazıt Üniversitesi, Türkiye/Yıldırım Beyazıt Üniversitesi, Türkiye Prof. Dr. Muhammad Imran Asghar Hubei Üniversitesi, Çin/Hubei University University of Hubei, China Prof. Dr. Ceyhun Karpuz Pamukkale Üniversitesi, Türkiye/Pamukkale University, Türkiye Prof. Dr. Cengiz Duran Atiş Erciyes Üniversitesi, Türkiye/Erciyes University, Türkiye Prof. Dr. Okan Karahan Erciyes Üniversitesi, Türkiye/Erciyes University, Türkiye Prof. Dr. Mustafa Alçı Ercives Üniversitesi, Türkiye/Ercives University, Türkiye Prof. Dr. Kenan Danısman Ercives Üniversitesi, Türkiye/Ercives University, Türkiye Prof. Dr. Kezban Candoğan Ankara Üniversitesi, Türkiye/Ankara University, Türkiye Prof. Dr. Mustafa İlbaş Gazi Üniversitesi, Türkiye/Gazi University, Türkiye Prof. Dr. Farid Abed Sharjah Amerikan Üniversitesi, B.A.E./ Sharjah American University, U.A.E. Prof. Dr. Ghassan Abu-Lebdeh Sharjah Amerikan Üniversitesi, B.A.E./ Sharjah American University, U.A.E. Prof. Dr. Serter Atabay Sharjah Amerikan Üniversitesi, B.A.E./ Sharjah American University, U.A.E.

Doç. Dr. Kazi Fattah Sharjah Amerikan Üniversitesi, B.A.E./ Sharjah American University, U.A.E.

Prof. Dr. Süreyya Meriç Pagano Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi, Türkiye/Tekirdağ Namık Kemal University, Türkiye

> Prof. Dr. Filipe Figueiredo Aveiro Üniversitesi, Portekiz/Aveiro University, Portugal

NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3) Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/ten/pub/ngumuh



Editör Kurulu/ Editorial Board

Prof. Dr. Mustafa Sarıdemir (Baş Editör/Editor-in-Chief)

Prof. Dr. Mustafa Korkanç (Yardımcı Editör/Co-Editor)

Doç. Dr. Firdevs Uysal (Yardımcı Editör/Co-Editor)

Doç. Dr. Ahmet Şakir Dokuz (Yardımcı Editör/Co-Editor)

Prof. Dr. Fehiman Çiner

Prof. Dr. Hakan Erdem

Prof. Dr. Saffet Ayasun

Prof. Dr. Zeliha Yıldırım

Prof. Dr. Yonca Yüceer

Prof. Dr. Emel Kızılkaya Aydoğan

Prof. Dr. Murat Barut

Prof. Dr. Maciej Dutkiewicz

Prof. Dr. Bora Timurkutluk

Prof. Dr. Ali Özgün Ok

Doç. Dr. Yasin Kabalcı

Doç. Dr. Kutalmış Gümüş

Doç. Dr. Aydın Yeşildirek

Doç. Dr. Serkan Çayırlı

Doç. Dr. Rahim Hassanzadeh

Doç. Dr. Hatice İnan

Doç. Dr. Arzum Büyükkeklik

Doç. Dr. Andaç Batur Çolak

Dr. Öğr. Üyesi Ehsan Noroozinejad

Dr. Öğr. Üyesi Hatice Sinem Şaş Çaycı

Dr. Öğr. Üyesi Casen Panaitescu

İnşaat Mühendisliği Civil Engineering Jeoloji Mühendisliği

Geological Engineering

İnşaat Mühendisliği Civil Engineering

Bilgisayar Mühendisliği Computer Engineering

Çevre Mühendisliği Environmental Engineering

İnşaat Mühendisliği Civil Engineering

Elektrik-Elektronik Mühendisliği Electrical Electronics Engineering

Gıda Mühendisliği Food Engineering

Gıda Mühendisliği Food Engineering

Endüstri Mühendisliği Industrial engineering

Elektrik-Elektronik Mühendisliği Electrical Electronics Engineering

İnşaat Mühendisliği Civil Engineering

Makine Mühendisliği Mechanical Engineering

Geomatik Mühendisliği Geomatics Engineering

Elektrik-Elektronik Mühendisliği Electrical Electronics Engineering

Harita Mühendisliği Geomatics Engineering

Mekatronik Mühendisliği Mechatronics Engineering

Maden Mühendisliği Mining Engineering

Makine Mühendisliği Mechanical Engineering

Çevre Mühendisliği Environmental Engineering

Endüstri Mühendisliği Industrial Engineering

Makine Mühendisliği Mechanical Engineering

İnşaat Mühendisliği Civil Engineering

Üretim Mühendisliği Manufacturing Engineering

Petrol ve Doğalgaz Mühendisliği Perolium and Natural Gas Engineering





Mizanpaj Editörleri/Composition Layout Editors

Arş. Gör. Kıvanç Karacan	Mekatronik Mühendisliği Mechatronics Engineering
Arş. Gör. Metehan Bulut	İnşaat Mühendisliği Civil Engineering
Arş. Gör. Emre Uçar	Makine Mühendisliği Mechanical Engineering
Arş. Gör. Kübra Nur Gül	Elektrik-Elektronik Mühendisliği Electrical Electronics Engineering
Arş. Gör. Ayşe Erdoğmuş	Bilgisayar Mühendisliği Computer Engineering
Arş. Gör. Kemal Ulusoy	Çevre Mühendisliği Enviromental Engineering
Arş. Gör. Mehmet Yetişen	Gıda Mühendisliği Food Engineering

İngilizce Dil Editörleri/English Language Editors

Doç. Dr. Fatih Çelik	İnşaat Mühendisliği Civil Engineering
Doç. Dr. Hande Baltacıoğlu	Gıda Mühendisliği Food Engineering
Dr. Öğr. Üyesi Ömer Genç	Makine Mühendisliği Mechanical Engineering
Dr. Öğr. Üyesi Recep Yıldız	Elektrik-Elektronik Mühendisliği Electrical Electronics Engineering

Türkçe Dil Editörleri/Turkish Language Editors

Prof. Dr. Hasan Tangüler	Gıda Mühendisliği Food Engineering
Doç. Dr. Hasan Erhan Yücel	İnşaat Mühendisliği Civil Engineering
Dr. Öğr. Üyesi Hamdi Muratçobanoğlu	Çevre Mühendisliği Environmental Engineering

NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3)



Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Yazışma Adresi

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Yayın Koordinatörlüğü, 51240 Niğde/Türkiye

Correspondence Address Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences Publishing Coordinatorship, 51240 Niğde/Türkiye

E-posta/E-mail: mbdergisi@ohu.edu.tr

İnternet sayfası/Web page: https://dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh

Dergi Bilgisi

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi (NÖHÜ) Mühendislik Bilimleri Dergisi, NÖHÜ Mühendislik Fakültesi tarafından 2012 yılından beri Türkçe veya İngilizce olarak yazılmış Orijinal Araştırma Makaleleri ve Derleme Makaleleri yayınlayan hakemli bir dergidir. Dergi, hiçbir aşamada yayın ücreti talep etmemektedir ve DergiPark sistemi üzerinden ücretsiz erişimli bir dergidir. **Publication information**

Niğde Ömer Halisdemir University (NOHU) Journal of Engineering Sciences is a peer-reviewed journal that has published Original Research Articles and Review Articles written in Turkish or English since 2012 by NOHU Faculty of Engineering. The journal does not require any publication fee at any stage and is a free access journal from the DergiPark system.

Özetlenme, Dizinlenme/Abstracting, Indexing



Erişilebilirlik /Accessibility













DergiPark







Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/ten/pub/ngumuh



İÇİNDEKİLER/CONTENTS

Bilgisayar Mühendisliği / Computer Engineering Araştırma Makalesi/Research Article Fetüs beyin dokularının 3B U-Net ile segmentasyonu ve gestasyonel yaşın segmentasyon performansına etkisi Segmentation of fetal brain tissues using 3D U-Net and the effect of gestational age on segmentation performance Uğurcan Akyüz, Tayyip Özcan 637-643 Araştırma Makalesi/Research Article Bilişsel radyo ağlarında değişen paket boyutlarının enerji tüketimi üzerindeki etkisinin analizi Analysis of the varying packet sizes effect on energy consumption in cognitive radio networks Sercan Demirci, Doğan Yıldız 644-655 Cevre Mühendisliği / Environmental Engineering Araştırma Makalesi/Research Article PAH, PCB ve PBDE'lerin iç/dış ortam toz konsantrasyon oranlarının karşılaştırılması Comparison of indoor to outdoor concentration ratios of dust for PAHs, PCBs and PBDEs **Mihriban Civan** 656-662 Araştırma Makalesi/Research Article Mutfak atıklarının bahçe tipi kompostlaştırma sistemleri ile kaynağında yönetimi Kitchen waste management at source by yard composting systems Hüseyin Güven 663-671 Research Article /Araştırma Makalesi Determination of some trace elements in various lichens as biomonitors of pollution and assessment of pollution status Kirliliğin biyomonitörleri olarak çeşitli likenlerdeki bazı eser elementlerin belirlenmesi ve kirlilik durumunun değerlendirilmesi Murat Topal, Emine Işıl Arslan Topal, Erdal Öbek, Ali Aslan 672-681 Araştırma Makalesi/Research Article

Demir dışı metal üretimi sektöründe faaliyet gösteren tesislerin EKÖK uyum durumunun değerlendirilmesi

Assessment of IPPC compliance status of facilities operating in the non-ferrous metal production sector

Mehmet Kazım Yetik, Rahman Çalhan

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3)

ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh

Elektrik-Elektronik Mühendisliği / Electrical-Electronic Engineering

Araştırma Makalesi/Research Article

Farklı çözünürlükteki sayısal imge ve videolar için PRNU tabanlı kaynak kamera tespiti üzerine bir çalışma

A study on PRNU-based source device identification for digital images and videos of different resolutions	
Saffet Vatansever, Ahmet Emir Dirik	
	692-698
Araștırma Makalesi/Research Article	
RIS destekli iki atlamalı DF kablosuz haberleşme sistemlerinin α-λ-η-µ/Rayleigh sönümlenmesi durumunda performans analizi	
Performance analysis of RIS assisted two-hop DF wireless communication systems over α - λ - η - μ /Rayleigh fading	
Melike Yılankırkan, Mehmet Bilim	
	699-703
Araștırma Makalesi/Research Article	_
Balistokardiyografi sinyalleri ile derin öğrenme tabanlı hipertansiyon tespiti	
Deep learning based hypertension detection with ballistocardiography signals	
Salih Taha Alperen Özçelik, Hakan Uyanık, Abdulkadir Şengür	
	704-715
Research Article /Araștırma Makalesi	
Neutrosophic valued PID controller for closed loop V/f speed control of permanent magnet synchronous motor	
Deep learning based hypertension detection with ballistocardiography signals	
Gülnur Haçat, Yücel Çetinceviz	
	716-725
Araștırma Makalesi/Research Article	
EEG İşareti tabanlı anksiyete sınıflandırması için dalgacık dönüşümü ile öznitelik çıkarma	
Feature extraction with wavelet transform for EEG signal based anxiety classification	
Shams Qahtan Omar Omar, Cengiz Tepe	
	726-732
Araştırma Makalesi/Research Article	
Dünya dışı ışınımlarla iyileştirilmiş ARIMA, ridge regresyon ve lasso regresyon yöntemlerinin saatlik ışınım tahmininde kullanılması	
Use of ARIMA, ridge regression and lasso regression methods enhanced by extraterrestrial radiation in hourly	
radiation estimation	
durak Arseven, Salu Mannut Çınar	733-742
Research Article /Arasturma Makalesi	
Comparison of exponential and constant voltage based models of power LED driven by isolated CUK DC-DC converter	
İzoleli DC-DC CUK konverter ile sürülen güç LED'inin üstel ve sabit gerilime dayalı modellerinin karşılaştırılması	
Erdal Şehirli	
	743-751
Araştırma Makalesi/Research Article	
Lazer tabanlı sensörler kullanılarak rüzgâr hızı ve yönü ölçüm cihazı tasarımı	
Design of wind speed and direction measurement device using laser-based sensors	
İbrahim Işıklı, Bayram Köse, Mehmet Sağbaş	



Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh

Research Article /Araştırma Makalesi

Robotic based mask detection to prevent epidemic diseases transmitted through droplets using pre-trained deep learning models

Önceden eğitilmiş derin öğrenme modelleri kullanılarak damlacık yoluyla bulaşan salgın hastalıkları önlemek için robotik tabanlı maske tespiti

Ali Ünlütürk

Araştırma Makalesi/Research Article

Hibrit derin öğrenme yöntemi kullanılarak hiperparametre optimizasyonu ile yenilenebilir elektrik enerjisi tahmini

Renewable electric energy estimation by hyperparameter optimization using hybrid deep learning method

Kübra Kaysal1, Ahmet Haşim Yurttakal, Fatih Onur Hocaoğlu

Endüstri Mühendisliği / Industrial Engineering

Research Article/Araştırma Makalesi

Predicting the severity of occupational accidents in the construction industry using standard and regularized logistic regression models

İnşaat sektöründe standart ve düzenlileştirilmiş lojistik regresyon modelleri kullanılarak iş kazalarının şiddetinin tahmini

Şura Toptancı1, Nihal Erginel, İlgın Acar

Harita Mühendisliği / Geomatic Engineering

Araştırma Makalesi/Research Article

Galileo uydu sisteminin nokta konumlamaya etkisi

The effect of Galileo satellite system on point positioning

Cevat İnal, Tunahan Gündoğan, Sercan Bülbül

Araştırma Makalesi/Research Article

Büyük depremler sonrası kadastral noktalardaki değişimlerin izlenmesi: 30.10.2020 Sisam depremi (Mw:6.9) örneği

Monitoring changes in coordinates of cadastral sites after major earthquakes: The example of 30.10.2020 Samos earthquake (Mw:6.9)

Erdi Yenice, İbrahim Tiryakioğlu, Mustafa Yılmaz, Halil İbrahim Solak

Araştırma Makalesi/Research Article

Net_Diff ile PRIDE yazılımlarının hassas nokta konumlama-belirsizlik çözümü (PPP-AR) performanslarının karşılaştırılması

Comparison of precise point positioning-ambiguity resolution (PPP-AR) performances of Net_Diff and PRIDE software

Nezih Furkan Erbaş, Haluk Balı

816-826

770-777

778-798

762-769



810-815



Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



827-834

835-843

844-852

853-860

İnşaat Mühendisliği / Civil Engineering

Araştırma Makalesi/Research Article

Farklı oranlardaki poliolefin polimer karışımları ve SBS kopolimerinin bitümün viskozitesine ve sıcaklık hassasiyetine
etkilerinin karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi
Comparatively evaluation of the effects of polyolefin polymer blends in different ratios and SBS copolymer on viscosity
and temperature susceptibility of bitumen
Neslihan Atasağun

Araştırma Makalesi/Research Article

Uçucu kül, cam tozu ve çimento esaslı hibrit geopolimer harçların mekanik özelliklerine yüksek sıcaklığın etkisi ve yaşam döngüsü analizi (YDA)

Effect of high temperature on mechanical properties of fly ash, glass powder, and cement-based hybrid geopolymer mortars and life cycle assessment (LCA)

Bilal Baran, Serhat Çelikten, İsmail İsa Atabey

Araștırma Makalesi/Research Article

Merkezi ters V ve X çaprazlı çerçeveli yüksek katlı çelik yapıların mod birleştirme yöntemi ile yapısal analiz sonuçlarının karşılaştırılması

Comparison of structural analysis results of central inverted V and X braced frames high-rise steel structures using modal combine method

Oğuz Düğenci, Hüseyin Hilmi Aslanbay, Selçuk Serdar Serpil

Araştırma Makalesi/Research Article

Yığma yapıların düzlem dışı davranışlarına yan duvarın ve yan duvar boşluğunun etkisi

The effect of side wall and side wall opening on the out-of-plane behavior of masonry structures

Fırat Kıpçak, Barış Erdil

Kimya Mühendisliği / Chemical Engineering

Araştırma Makalesi/Research Article

Genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllerin sentezi ve karakterizasyonu

Synthesis and characterization of genipin-crosslinked nanocapsules

Şeyma Çağlar, Deniz Akın Şahbaz

Research Article/Araştırma Makalesi

Synthesis and modification of hydro(solvo) thermal-supported silica aerogels and their use in adsorption studies

Hidro(solvo)termal destekli silika aerojellerin sentezi, modifikasyonu ve onların adsorpsiyon çalışmalarında kullanımı

Sultan Bütün Şengel, Şeyda Somaklı

872-882

NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3)

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

ISSN: 2564-6605

Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Araştırma Makalesi/Research Article	
AISI 1050 çeliğinin delinmesinde itme kuvveti optimizasyonu	
Thrust force optimization of AISI 1050 steel in drilling process	
Murat Özsoy, Yunus Zübeyir Turgut, Neslihan Özsoy, Seçil Ekşi	
Decembra Anticle (Accedence Maleria)	905-911
Research Arucle/Araştırma Makalest	
Inermal buckling analysis of laminated plates with variable angle fiber orientation	
Degişken jiber açılı kompozit plakların termal burkulma analizi	
Fatih Baran, Demet Balkan	912-918
Review Article/Derleme Makalesi	712 710
Recycle potential of thermoplastic composites	
Termoplastik kompozitlerin geri dönüşüm potansiyeli	
Bengü Yıldız Zeyrek, Buse Aydoğan, Esra Dilekcan, Fahrettin Öztürk	
	919-925
Research Article/Araştırma Makalesi	
In-vitro corrosion performance of hydroxyapatite-coated Al2024 in simulated body fluid: A comparative study	
Hidroksiapatit kaplanmış Al2024'ün simüle edilmiş vücut sıvısında in-vitro korozyon performansı: Karşılaştırmalı bir	
çanşma Mehmet Tonuz Burak Dikici	
	926-934
Araştırma Makalesi/Research Article	
Esnek cisim dinamik simülasyonu kullanarak bir mekanik jiroskop volan tasarımının optimizasyonu	
A design optimization of the mechanical gyroscope flywheel using flexible dynamics simulation	
Mehmet Ali Eroğlu, Mehmet Kürşat Yalçın, İlyas Kacar	
	935-949
Research Article/Araştırma Makalesi	
Design and stress analysis of wider lateral lumbar interbody fusion (LLIF) cages: A finite element study	
Daha geniş lateral lumbar interbody füzyon (LLIF) kafeslerinin tasarımı ve stres analizi: Bir sonlu eleman çalışması	
Meltem Eryildiz	
	950-956
Research Article/Araştırma Makalesi	
Effect of SnC12 neat treatment on SnS thin films deposited by KF sputtering	
KF saçtırma ile uretilen SnS ince filmlerine SnCl2 isil işleminin etkisi	
All Çırış	957-964
Araştırma Makalesi/Research Article	
Orta kulak tasarımı ve akustik harmonik performansının sonlu elemanlar yöntemiyle modellenmesi	
Modeling of middle ear design and acoustic harmonic performance with finite element method	

Fatma Uzundemir, Mevlüt Yunus Kayacan, İsmail Şen

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Malzeme ve Metalürji Mühendisliği / Materials and Metallurgical Engineering

Research Article/Arastırma Makalesi

The investigation of mill scale utilization as a reinforcement in aluminum matrix composites

Alüminyum matrisli kompozitlerde takviye olarak tufal kullanımının incelenmesi

Burak Birol

Araştırma Makalesi/Research Article Enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş polikarbonat malzemelerin çevresel gerilme çatlaması davranışlarının incelenmesi

Environmental stress cracking behavior of polycarbonate materials produced by injection molding method

Hacı Abdullah Taşdemir

Araştırma Makalesi/Research Article

Bilecik/Söğüt bölgesi kaolininin termal davranışı üzerine aşırı öğütmenin etkisi

Effect of over grinding on the thermal behavior of kaoline of Bilecik/Söğüt region

Meryem Göktaş

	990-997
Research Article/Araştırma Makalesi	
Degradation of methylene blue and rhodamine B by hollow ZnO microspheres formed of radially oriented nanorods	
Metilen mavisi ve rhodamine B'nin radyal olarak yönlendirilmiş ZnO nanoçubuklardan oluşan içi boş mikroküreler tarafından bozunması	
Hasan Eskalen, Mustafa Kavgacı	
	998-1006
Araştırma Makalesi/Research Article	
Nano elmas ilaveli Mg-3Sn-2Y alaşımının mekanik ve korozyon özelliklerinin incelenmesi	
Effect of nano diamond addition on mechanical and corrosion properties of Mg-3Sn-2Y alloy	

Eren Üstün, Hüseyin Şevik

Araştırma Makalesi/Research Article

Akımsız nikel kaplama süresinin yeni tür dentritik bakır-nikel alaşım tozlarının özellikleri üzerine etkisi

Effect of electroless nickel plating time on the properties of novel dendritic copper-nickel alloy powders

Onur Güler

Araştırma Makalesi/Research Article

Al-Cu-Si üçlü alaşımının mikroyapısının ve mikrosertliğinin katılaşma hızına ve sıcaklık gradyentine bağlı olarak değişimi

The variation of microstructure and microhardness of Al-Cu-Si ternary alloy depending on solidification rate and temperature gradient

Erkan Üstün, Mehmet İzzettin Yılmazer, Emin Çadırlı



1007-1012

1013-1020

973-982



Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences ISSN: 2564-6605 Cilt/Volume: 12 Sayı/Issue: 3 2023 www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/ten/pub/ngumuh



Diğer / Other

Research Article/Araştırma Makalesi

A case study on the technical and economical feasibility of different types of central heating systems for ÇATES lodgements

ÇATES lojmanları için merkezi ısıtma sistemlerinin farklı türlerinin teknik ve ekonomik yapılabilirliği üzerine bir durum çalışması

Suat Öztürk

NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 637-643 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh

Fetüs beyin dokularının 3B U-Net ile segmentasyonu ve gestasyonel yaşın segmentasyon performansına etkisi

Segmentation of fetal brain tissues using 3D U-Net and the effect of gestational age on segmentation performance

Uğurcan Akyüz^{1*} (¹⁰), Tayyip Özcan² ⁽¹⁾

^{1,2} Erciyes Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 38039, Kayseri, Türkiye

Öz

Gebelik esnasında fetüs beyninde, çevresel veya genetik etmenlerden kaynaklanan bozuklukların ilerleyen yaşlarda otizm, hiperaktivite ve bipolar bozukluklar olarak ortaya çıktığı düşünülmektedir. Fetüs beyin dokularının yapısal analizi, dokuların büyüklükleri ve şekilleri hakkında bilgi sağlayarak bu hastalıkların etiyolojisinin araştırılmasına yardımcı olmaktadır. MR (manyetik rezonans) ve ultrason fetüs beyin dokusu analizi için en sık kullanılan iki görüntüleme tekniğidir. Özellikle MR görüntülemede, fetüs beyin dokuları net bir şekilde görülebilmesine rağmen bu görüntülerin yapısal analizi zaman alıcı bir iştir. Hızla gelişen ve değişen fetüs beyin dokuları, haftalık veya aylık perivotlarla, elle veva varı-otomatik sekilde gerçeklestirilen analizinin yapılmasını zorlastırmaktadır. MR Bu araştırmada, 3B U-Net ile MR görüntüleri üzerinde yedi farklı fetüs beyin dokusunun tam otomatik segmentasyonu gerçekleştirilmiştir. FeTA2021 veri seti, erken, orta ve geç gestasyonel yaş gruplarına bölünerek her bir yaş grubu için farklı 3B U-Net modelleri eğitilmiş ve segmentasyon performansı analiz edilmiştir. Gestasyonel yaş gruplarına göre sırasıyla ortalama 0.83, 0.91 ve 0.92 Dice skoruna ulaşılmıştır.

Anahtar kelimeler: Fetüs beyin dokusu, MR görüntüleme, segmentasyon, U-Net

1 Giriş

Milyarlarca nörondan ve karmaşık bağlantılardan oluşan insan beyninin gelişimi hassas bir süreçtir. Gebelik boyunca fetüs beyinlerinde milyarlarca nöron üretilir bu nöronların beyin içerisindeki pozisyonları şekillenir [1]. Gebelik sırasında fetüs beyninde, genetik mutasyonlardan ve çevresel etmenlerden kaynaklanan yapısal bozukluklar meydana gelerek Arnold-Chiari malformasyonu [2], otizm [3], lizensefali [4], gibi anomalilere sebebiyet vermektedir. Bu anomalilerin oluşumunun ve gelişiminin araştırılması amacıyla fetüs beyinlerinin gelişim sürecinin takip edilmesi ve bu oluşumların analizinin yapılması gerekmektedir. Fetüs beyninin analizinin ilk adımı gri madde, beyaz madde, beyincik gibi beyin dokularının segmentasyonu, araştırmacıların nicel analizlerine ve dokulardaki anormal

Abstract

Environmental and genetic factors are thought to cause diseases in the fetal brain that may later manifest as autism, hyperactivity, and bipolar disorder. Structural analysis of fetal brain tissue helps to explore the etiology of these diseases by providing information about the size and shape of the tissues. MR (magnetic resonance) imaging and ultrasound are the two imaging modalities most used to analyze fetal brain tissue. Especially in MR imaging, brain tissues can be seen clearly. However, structural analysis of MR images is a time-consuming process. Because fetal brain tissues develop and change rapidly, it is difficult to perform manual or semi-automated MR analysis weekly or monthly. In this study, seven different fetal brain tissues were segmented fully-automated with 3D U-Net. The FeTA2021 dataset was divided into the early, middle, and late gestational age groups, different 3D U-Net models were trained for each age group, and segmentation performance was analyzed. Average Dice scores of 0.83, 0.91, and 0.92 were achieved for the gestational-age groups, respectively.

Keywords: Fetal brain tissue, MR imaging, segmentation, U-Net

büyümelerin ve şekil bozukluklarının tespit edilebilmesine olanak sağlamaktadır. Günümüzde bevin dokularının segmentasyonu, atlas-tabanlı yöntemler kullanılarak MR görüntüleri üzerinde yapılabilmektedir. Ancak gelişen fetüs beyin yapısı çok kısa sürede değiştiği için her bir gebelik haftasına ait beyin atlası bulmak veya oluşturmak maliyetli bir iştir. Ayrıca Arnold-Chiari malformasyonu [2] gibi patolojik vakaların da olması ve farklı şekil ve büyüklükteki beyin dokularının oluşumu, atlas-tabanlı segmentasyonun başarısını düşürmektedir. Bu gibi problemlere çözüm üretilmesi ve tam otomatik segmentasyon araçlarının geliştirilmesi için Payette vd. [5] tarafından FeTA2021 (Fetal Brain Tissue Annotation and Segmentation Challenge 2021) veri seti yayınlanmıştır. FeTA2021 veri setinin ilk versiyonunda 20-35 haftalık, patolojik ve nörotipik olan 50 fetüse ait MR görüntüsü bulunmaktadır. Daha sonra

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: 4010930037@erciyes.edu.tr (U. Akyüz) Geliş / Recieved: 03.01.2023 Kabul / Accepted: 17.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1228788

yayınlanan ikinci versiyonu ile veri setindeki toplam fetüs sayısı 80'e çıkarılmıştır.

Payette vd. yayınlanan ilk veri seti ile bu veri seti üzerinde segmentasyon çalışması gerçekleştiren farklı araştırmacı grupların çalışmalarını da tanıtmışlardır. Yapılan çalışmalarda 2B U-Net, 3B U-Net ve Mask R-CNN tabanlı segmentasyon modelleri farklı hiper parametre konfigürasyonları ile eğitilmiştir. IBBM olarak adlandırılan ve üç 2B U-Net modelini içeren segmentasyon yönteminde, aksiyal, koronal ve sagital yönlerden çıkarılan MR görüntülerinin kesitleri üzerinde modeller eğitilmiş ve 3 modelin çıktıları birleştirilerek en iyi segmentasyon sonucuna ulaşılmıştır.

Derin öğrenme yöntemleri veriye aç öğrenme yöntemleridir. Veri sayısının ve çeşitliliğinin arttırılması modellerin dayanıklılığını ve başarısını arttırabilmektedir. Bu yüzden farklı kaynaklardan gelen veriler birleştirilerek büyük veri setleri olusturulur. Ancak farklı kaynaklardan gelen veriler her zaman aynı sayıda sınıf sayısı veya etiket düzeni içermeyebilir ve bu da veri setlerinin birleştirilmesini zorlaştırabilir. Bu problemin çözümü için Fidon vd. [6] etiket-seti (label-set) kayıp fonksiyonlarını geliştirmişlerdir. Böylelikle FeTA2021 veri setini farklı kaynaklardan gelen fetüs beyin MR veri setleriyle birleştirip topluluk (ensemble) 3B U-Net modellerini eğitmişlerdir. Farklı kaynaklarından gelen MR görüntüleri farklı veri dağılımlarını da icerebilmektedir. Tek bir veri dağılımına sahip homojen veri setleri üzerinde eğitilen modeller ise farklı veri dağılımındaki veri setleri üzerinde çalıştırıldığında performansları düsebilmektedir. Bu problemin cözümü için Dumast vd. [7], FaBiAN (Fetal Brain magnetic resonance) [8] fantom aracını kullanarak fetüslere ait sentetik MR görüntüleri oluşturmuşlardır. Hedef veri dağılımındaki verileri eldeki verilerden türetebilmiş ve 2B U-Net eğitiminde kullanmışlardır. Böylelikle modelin dayanıklılığını arttırarak farklı veri dağılımları üzerindeki segmentasyon başarılarını arttırmışlardır. Fetüs beyin görüntülerinin toplanmasının yanı sıra yeni oluşmaya başlayan ve sınırları belli olmayan dokuların etiketlenmesi de zorlu bir süreçtir. MR görüntüleri için segmentasyon etiketleri oluşturulurken yarı otomatik etiketleme araçlarından yararlanılarak dokuların etiketleri oluşturulur ve oluşturulan etiketler doktorlar tarafından kontrol edilerek hatalı yerler tespit edilir; hatalı etiket sınırları düzenlenir. Ancak bu süreçte de görüntü veya doktor kaynaklı, sınırları iyi belirlenmemiş, gürültülü etiketler oluşabilmektedir. Hem bu gürültülü etiketleri kullanarak hem de yüksek doğrulukta etiketleme isleminin is yükünü azaltmak amacıyla Karimi vd. [9] gürültülü etiket eğitimi vöntemini kullanarak 3B U-Net modellerini eğitip testlerini gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışma için 294 fetüse ait beyin görüntüsü toplanmıştır. İlk aşamada, eğitim seti için seçtikleri, 272 fetüse ait MR görüntülerini, genel kullanıma açık atlaslarla segmente etmiş uzmanlar tarafından hatalı segmentasyonların ve düzeltilmesini sağlamışlardır. Ancak burada sadece önemli hatalar düzeltilmiş küçük hatalar çok zaman alacağı için düzeltilmemiş ve gürültülü etiketler oluşturulmuştur. Calışmada önerilen yeni etiket düzleştirme (label smoothing) [9] yöntemi ile modellerin eğitimi yapılmış ve genç fetüsler için ortalama 0.89, daha olgun fetüsler için ortalama 0.91 Dice skoru ile beyin dokuları segmente edilmiştir. Segmentasyon modellerinin doğruluğu kadar hızı da önemli bir diğer kriterdir. Özellikle ürüne dönüştürülen çalışmalarda kullanıcının isteklerine kısa sürede cevap vermek kritik önem taşır. Ayrıca hızlı çalışan bir segmentasyon modeli gerçek zamanlı uygulamaların geliştirilebilmesine de olanak sağlar. Salehi vd. [10] yeni geliştirdikleri evrişimsel sinir ağı modeliyle fetüslere ait beyin bölgelerini ve rahim dokularını bir saniyenin altında bir hızla segmente edebilmişlerdir.



Şekil 1. Fidon vd. tarafından iyileştirilmiş FeTA2021 veri setinden sub-015'e ait bir aksiyal kesit ve ilgili kesite ait 8 segmentasyon sınıfı için etiketler.

Bu çalışmada, 3B U-Net modelleri ile üç farklı gestasyonel yaş grubuna ayrılan fetüslerin, 7 farklı beyin dokusunun segmentasyonu gerçekleştirilmiştir. Bu dokular dış serebral sıvı (extra-axial cerebrospinal fluid, eCSF), gri cevher (gray matter, GM), beyaz cevher (white matter, WM), ventriküller, beyincik, talamus-putamen (TP), ve beyin sapıdır. Segmentasyon çalışmaları gerçekleştirilirken FeTA2021 veri setinden ve dHCP (Developing Human Connectome Project) veri setinden vararlanılmıştır. dHCP veri setinden FeTA2021 veri setivle uvumlu olabilecek MR görüntüleri seçilerek aktarımlı öğrenme (transfer learning) için kullanılacak bir veri seti oluşturulmuştur. Temel 3B U-Net modeli, oluşturulan dHCP veri seti üzerinde eğitilmiştir. Daha sonrasında aktarımlı öğrenme ile 3 farklı gestasyonel yaş grubuna ayrılmış FeTA2021 alt setleri üzerinde 3 farklı temel 3B U-Net modeli ile eğitimler yapılıp modellerin başarıları analiz edilmiştir.

Bu makalenin 2. bölümünde, çalışmada kullanılan veri setleri ve segmentasyon modeli hakkında bilgi verilmiştir. 3. bölümde bulgular tartışılmış, 4. bölümde ise deneyler ve analizlere yer verilmiştir. Son bölümde ise çalışmanın sonucu verilmiştir.

2 Materyal ve metot

2.1 FeTA2021 Veri Seti

Bu çalışmada, Fetal Brain Tissue Annotation and Segmentation Challenge 2021 yarışması kapsamında yayınlanmış, T2 ağırlıklı, 0.5mm × 0.5mm × 0.5mm, izotropik, 80 fetüse ait, süper çözünürlüklü MR görüntüleri kullanılmıştır [5]. Fetüslerin gestasyonel yaş aralığı 20 hafta ile 35 hafta arasında değişmektedir. Veri seti nörotipik (sağlıklı) durumların yanı sıra patolojik durumları da içermektedir. Fetüslere ait görüntüler 1.5T ve 3T MR cihazları ile toplanmıştır.



Şekil 1. Arka plan ve 7 farklı beyin dokusunun segmentasyonu için uyarlamış olduğumuz 3B U-Net modeli.

Yüksek çözünürlüklü fetüs beyin MR görüntüsü elde etmek amacıyla mialSR [11] ve Simple IRTK [12] rekonstrüksiyon yöntemlerinden yararlanılmıştır. Veri setindeki 40 fetüse ait beyin MR görüntüsünün rekonstrüksiyonu mialSR ile geriye kalan fetüslerinki ise Simple IRTK metodu ile yapılmıştır. Simple IRTK ile rekonstrüksiyonu yapılan MR görüntülerine görüntü düzleştirme (image registration) uygulanmıştır. Ayrıca klinik uzmanlar tarafından 7 farklı beyin dokusu için segmentasyon maskeleri (etiketleri) oluşturulmuştur. Bu dokular, eCSF, GM, WM, ventriküller, beyincik, TP ve beyin sapıdır.

Fidon vd. [13] yaptıkları segmentasyon çalışması için FeTA2021 veri setindeki eksik ve hatalı yerleri düzelterek veri setini iyileştirmişlerdir. Yaptıkları iyileştirmeler kapsamında, mialSR ile elde edilmiş süper çözünürlüklü görüntüler için görüntü düzleştirme gerçekleştirmişler ve hatalı maske sınırlarını düzeltmişlerdir. Ayrıca klinik uzmanlar tarafından korpus kallozum bölgesi için de maskeler oluşturulmuştur.

Orijinal FeTA2021 veri seti 256 × 256 × 256'lık MR görüntüleri içermektedir. Bazı görüntülerin büyük bir kısmı siyah pikselleri içeren kesitlerinden oluşmaktadır. Fidon vd. tarafından yapılan iyileştirme çalışmalarında bu kesitler temizlenmiş; fetüs beyinleri MR görüntüsünün ortasında konumlanacak şekilde görüntüler iyileştirilmiştir.

Yaptığımız incelemeler sonucunda Fidon vd. tarafından FeTA2021 veri seti üzerinde yapılan çalışmaların fetüs beyin dokusu sınırlarındaki geçişleri daha net gösterdiği ve kontrastlarını iyileştirdiği görülmüştür. Bu sebeple yaptığımız eğitimlerde Fidon vd. tarafından iyileştirilmiş FeTA2021 fetüs beyin MR görüntüleri kullanılmıştır.

Fidon vd. gerçekleştirdikleri iyileştirme çalışmalarında farklı bir etiket düzeni kullandıkları için yaptığımız çalışmada etiket sıralamasını orijinal FeTA2021 veri setindekine göre yeniden uyarladık. Ayrıca maskelerin ve sınıf sayısının orijinal FeTA2021 veri setiyle uyumlu olması için korpus kallozum sınıfının etiketlerini beyaz cevher etiketleri ile birleştirdik. İyileştirilen veri setinde, görüntü düzleştirme yapılmış görüntülerdeki arka plan etiketleri bozuk piksel değerleri içermekteydi. Etiketlerdeki bozuk piksel değerlerine 0 değerleri atayarak arka plan sınıfının etiket bütünlüğünü sağladık. Ayrıca Fidon vd. [5] tarafından yapılan çalışmada sub-007 ve sub-009 verilerinin bozuk olduğu ve yaptıkları araştırmada kullanılmadığı belirtilmişti. Yapılan incelemelerde bu verilerin çok gürültülü olduğu teyit edildi ve yaptığımız çalışmada da sub-007 ve sub-009'a ait veriler kullanılmadı.

Gestasyonel yaşın 3B U-Net modelinin segmentasyon performansına olan etkilerini analiz etmek için iyileştirilmiş FeTA2021 veri seti 3 farklı gestasyonel yaş grubuna bölünmüştür. Bu yaş grupları ve oluşturulan veri setlerine ait fetüs örnek sayısı Tablo 1'de görüldüğü gibidir.

2.2 dHCP Veri Seti

The Developing Human Connectome Project (dHCP) [14] erken dönem insan beyninin nasıl geliştiğini ve evrildiğini anlamak için başlatılmış bir projedir. Proje kapsamında yenidoğanlara ait beyin MR görüntüleri ve segmentasyon maskeleri paylaşılmıştır. Bu veri seti aynı zamanda erken doğumlara ait beyin MR görüntülerini de içermektedir. Veri setinin üçüncü versiyonu 787 denekten T1 ve T2 ağırlıklı beyin MR görüntülerini ve maskelerini içermektedir. Yaptığımız bu çalışmada, aktarımlı öğrenmede kullanmak için bu veri setinden postmenstürel yaşı 26.1 ve 34.9 hafta arasında değişen 89 deneğe ait MR görüntüsü kullanılmıştır.

2.3 Segmentasyon Modeli

Bu çalışmada Çiçek vd. tarafından geliştirilen 3B U-Net [15] modelinden yararlanıldı. 3B U-Net, medikal görüntülerin segmentasyonu için kullanılan en başarılı derin öğrenme modellerinden birisidir. Şekil 2'de 3B U-Net mimarisi görülmektedir. Daralma ve genişleme bloğundan oluşan 3B U-Net mimarisi, daralma katmanında girdi görüntüsünün özniteliklerini öğrenir ve genişleme katmanında bu öznitelikleri kullanarak ilgili segmentasyon bölgelerinin öğrenilmesini sağlar. Gerçekleştirdiğimiz çalışmada arka plan sınıfı ve 7 farklı fetüs beyin dokusu sınıfı olmak üzere toplamda 8 farklı sınıfın segmentasyonu gerçekleştirildi. MR görüntüleri gri skaladaki tek kanallı 2 boyutlu kesitlerden oluşmaktadır. Bu yüzden çalışmada orjinal 3B U-Net modelinin girdi katmanı tek kanallı girdileri alacak şekilde ayarlanmıştır ve modelin çıktı katmanı da Şekil 2'de görüleceği üzere 8 farklı sınıfı segmente edecek şekilde 64 × 8 evrişim katmanı ile değiştirilmiştir. Orijinal 3B U-Net modelinde yığın normalizasyon (batch normalization) katmanları kullanılmaktadır. Yığın normalizasyon katmanları, eğitimlerin daha stabil yapılmasına olanak sağlayarak modellerin daha hızlı sürede veriyi öğrenmesine yardımcı olur ve patlayan veya yok olan gradyan problemlerini de önler. Ancak yığın normalizasyon yöntemi 8, 16, 32 gibi yığın büyüklüklerinde iyi sonuçlar üretmekteyken yığın büyüklüğü küçüldükçe yığın istatistikleri tutarsızlaştığı için etkisini kaybetmektedir. Elimizdeki kısıtlı donanım kaynaklarından ve 3 boyutlu MR görüntülerinin büyük miktarda hafiza maaliyeti getirmesinden dolayı MR görüntüleri yığınlar halinde modellerimize beslenmemiştir. Bu yüzden çalışmalarımızda kullandığımız 3B U-Net modelinin yığın normalizasyon katmanlarını grup normalizasyon [16] katmanlarıyla değiştirilmiştir. Grup normalizasyon katmanları ile daha küçük yığın boyutları üzerinde yığın normalizasyonun gücünden yararlanılabilir. Grup normalizasyon yaparken evrişim filtrelerinin kaç gruba bölüneceği bilgisinin tanımlanması gerekir. Bölünecek grup sayısı belirlerken FeTA2021 veri seti üzerinde, 2, 4, 8, 16 grup sayıları ile eğitimler gerçekleştirdik ve grup normalizasyonda 8 grup sayısı kullanılmasının diğer grup sayılarına göre daha başarılı sonuçlar verdiğini gözlemledik. Bu yüzden grup normalizasyon grup hiperparametresini 8 olarak belirledik.

Tablo 1. Üç farklı gestasyonel yaş grubuna bölünmüş veri setlerine ait yaş aralıkları ve veri seti örnek sayısı dağılımları.

	Gestasyonel Yaş	Eğitim	Validasyon	Test
Erken Haftalar Veri Seti	20.0<=GY<24.9	18	3	3
Orta Haftalar Veri Seti	24.9<=GY<29.8	25	6	6
Geç Haftalar Veri Seti	29.8<=GY<34.8	11	3	3

GY: Gestasyonel yaş



Şekil 2. Fidon vd. tarafından iyileştirilmiş MR görüntülerinden sub-015'e ait arka plan piksel değerleri hatalı olan görüntü (a) ve arka plan piksel değerleri düzeltilmiş görüntü (b).

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Deneyler

Deneylerimiz 11 GB NVIDIA GeForce GTX 1080 Ti ekran kartı üzerinde gerçekleştirilmiştir. Yaptığımız eğitimlerde donanım kısıtları sebebiyle her bir MR görüntüsü her epokta 128 × 128 × 128 boyutlarında, rastgele konumlarda, 8 parçaya bölünmüştür. Optimizasyon algoritması olarak Nesterov Momentum Stocastic Gradient Descent kullanılmıştır. Öğrenme hızı planlayıcısı olarak üçgen2 (triangular2) tipinde döngüsel öğrenme hızı planlayıcı kullanılmıştır [17] ve parametreleri, yukarı 3, aşağı 5, taban 1e-05 ve maksimum 1e-02 olarak tanımlanmıştır. Eğitimler 100 epok boyunca gerçekleştirilmiştir ve aşırı öğrenme durumunun engellenmesi için erken durdurucu (early stopping) kullanılmıştır. Erken durdurucu ile 10 epok boyunca validasyon kayıp (loss) değeri 1e-03 değerinden daha az düşüş eğilimi gösterirse modelin öğrenmeyi bıraktığı varsayılıp eğitim sonlandırılmıştır.

FeTA2021 veri seti Erken, Orta ve Geç Haftalar alt veri setlerine bölündüğü için her bir alt veri seti az miktarda örnek sayısı içermekteydi. Bu yüzden segmentasyon performansının sınırlı kalabileceği göz önünde bulunduruldu ve önlem olarak aktarımlı öğrenmeden yararlanıldı. Temel 3B U-Net modeli dHCP veri seti üzerinde eğitilip gestasyonel yaş gruplarına bölünmüş FeTA2021 alt veri setleri üzerinde eğitime hazır hale getirildi. Daha sonra her bir alt veri seti üzerinde, temel 3B U-Net modelini baz alan üç farklı 3B U-Net modeli eğitildi ve segmentasyon başarıları test edildi.

3.2 Deney Sonuçları

Gebeliğin erken dönemlerinde fetüs beyin dokuları yeni olusmaya başladığı için bu haftalardaki dokuların ayırt edilebilirliği daha düsüktür ancak ilerleyen haftalarda beyin dokuları daha fazla belirginleşmeye başlar ve ayırt edilebilirliği artar. Tablo 2'de gestasyonel yaş gruplarına göre beyin dokusu başına elde edilmiş ortalama Dice skorları verilmiştir. Şekil 4'te Erken Haftalar Veri Seti, Şekil 5'te Orta Haftalar Veri Seti ve Şekil 6'da Geç Haftalar Veri Seti için elde edilen segmentasyon test sonuçlarına ait kutu grafikleri ve hata matrisleri verilmiştir. Şekil 4, 5 ve 6'daki grafikler incelendiğinde daha genç fetüslerin eCSF ve GM beyin dokularının segmentasyonunda yetişkin fetüs beyin dokularına göre daha düşük Dice skoru elde edildiği görülmektedir. Şekil 4.a'daki kutu bıyık grafiği incelendiğinde eCSF ve GM sınıfı için ortanca değerin 0.79 ve 0.77 Dice skoru civarında olduğu görülmektedir. Tablo 2'deki Erken Haftalar veri setinde eCSF ve GM sınıfı için segmentasyon sonuçları incelendiğinde ise bu sınıflara ait ortalama Dice skoru değerlerinin daha düşük olduğu görülmektedir. Veri setlerinde sınırlı sayıda örnek bulunduğu da göz önüne alındığında, iyi segmente edilememiş bir görüntünün buna sebebiyet verdiği anlasılmaktadır. Sekil 4.b'deki Erken Haftalar veri setine ait hata matrisi incelendiğinde, Erken Haftalar veri seti üzerinde eğitilen 3B U-Net modelinin, özellikle arka plan sınıfı ve eCSF sınıfına ait segmentasyon bölgelerini karıştırdığı görülmektedir. İyi oluşturulamayan eCSF sınıfı etiketleri ve

arka plan sınıfı ile eCSF sınıfı arasındaki belirsiz geçişler bu probleme sebebiyet vermiştir. Şekil 5 ve 6'daki kutu bıyık grafikleri incelendiğinde Geç Haftalar veri seti üzerinde eğitilen 3B U-Net modelinin daha başarılı segmentasyon performansı gösterdiği görülmektedir. Gebeliğin ilerleyen haftalarında olgunlaşan ve belirginleşen fetüs beyin dokularının segmentasyonunun daha başarılı bir şekilde gerçekleştirildiği gözlemlenmiştir

Tablo 2. Gestayonel y	yaş gruplarına g	göre bölünmüş	veri setlerinden	elde edilmis	ș ortalama	Dice skorları.
-----------------------	------------------	---------------	------------------	--------------	------------	----------------

	Arka plan	eCSF	GM	WM	Ventriküller	Beyincik	TP	Beyin sapı
Erken Haftalar veri seti	0.9965	0.6397	0.7434	0.9111	0.8621	0.8909	0.8295	0.7407
Orta Haftalar veri seti	0.9979	0.9175	0.8539	0.9480	0.9142	0.9265	0.8872	0.8578
Geç Haftalar veri seti	0.9976	0.9167	0.8455	0.9525	0.9160	0.9450	0.9233	0.8955







Şekil 3. Orta Haftalar Veri Setinde her bir doku için elde edilen Dice skorlarının kutu grafiği ve hata matrisi.



Şekil 4. Geç Haftalar Veri Setinde her bir doku için elde edilen Dice skorlarının kutu grafiği ve hata matrisi.

4 Sonuçlar

Bu çalışmada 3B U-Net modeli ile, başarılı bir şekilde, fetüs beyin dokularının tam otomatik, segmente edilebileceğini gösterdik ve gestasyonel yaşın segmentasyon performansına olan etkilerini analiz ettik. Yaptığımız bu çalışmada 20-35 haftalık fetüslerin beyinlerini 7 farklı sınıf için segmente edebilen farklı 3B U-Net modelleri geliştirdik. 3 farklı gestasyonel yaş grubuna böldüğümüz FeTA2021 veri seti üzerinde 3 farklı 3B U-Net modelini eğiterek performanslarını incelendik. Erken, Orta ve Geç gestasyonel yaşı grupları için, bütün dokular üzerinde, sırasıyla ortalama 0.83, 0.91 ve 0.92 Dice skorları elde ettik. Özellikle Erken Haftalar Veri Setindeki MR görüntülerinde eCSF ve GM dokularını tespit etmek dokuların belirsizliği yüzünden daha zorlayıcıydı. Ancak ileri haftalardaki dokuların segmentasyonu belirgin doku sınırlarından dolavı daha basarılı sekilde gerçekleştirilebildi. Ancak daha dayanıklı ve başarılı modellerin gelistirilebilmesi icin daha fazla sayıda fetüs beyin MR görüntüsü örneğine ve etiketlerine ihtiyaç vardır. İlerleyen yıllarda örnek fetüs beyin MR görüntüsü veri setlerinin çoğalmasıyla, yaş farkı ve patolojik durum modellerin gözetmeksizin daha dayanıklı geliştirilebilmesinin önü açılacaktır.

Teşekkür

Bu çalışma finansal olarak; Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü (BAP) tarafından (Proje No: FYL-2022-11744) desteklenmiştir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı: %6

Kaynaklar

 S. L. Connors, P. Levitt, S. G. Matthews et al., Fetal mechanisms in neurodevelopmental disorders. Pediatric Neurology, 38, 3, 163–176, 2008. https://doi.org/10.1016/j.pediatrneurol.2007.10.009

- [2] A. Barry, B.M. Patten, B.H. Stewart., Possible factors in the development of the Arnold-Chiari malformation. Journal of Neurosurgery, 14, 3, 285– 301,1957. https://doi.org/10.3171/jns.1957.14.3.0285
- [3] N. E. Foster, K. A. Doyle-Thomas, A. Tryfon et al., Structural gray matter differences during childhood development in autism spectrum disorder: A multimetric approach. Pediatric Neurology, 53, 4, 350–359, 2015. https://doi.org/10.1016/j.pediatrneurol.2015.06.013
- [4] Ghai, S., Fong, K.W., Toi, A., Chitayat, D., Pantazi, S., Blaser, S., Prenatal US and MR imaging findings of lissencephaly: review of fetal cerebral sulcal development. Radiographics, 26, 2, 389–405, 2006. https://doi.org/10.1148/rg.262055059
- [5] K. Payette, P. de Dumast, H. Kebiri et al., An automatic multi-tissue human fetal brain segmentation benchmark using the fetal tissue annotation dataset. Scientific Data, 8, 1, 1–14, 2021. https://doi.org/10.6084/m9.figshare.14039327
- [6] L. Fidon, M. Aertsen, S. Shit et al., Partial supervision for the feta challenge 2021. arXiv preprint https://doi.org/10.48550/arXiv.2111.024 082111.02408,2021
- [7] P. de Dumast, H. Kebiri, K. Payette, A. Jakab, H. Lajous and M. B. Cuadra, Synthetic magnetic resonance images for domain adaptation: Application to fetal brain tissue segmentation. 2022 IEEE 19th International Symposium on Biomedical Imaging (ISBI) IEEE, pp. 1–5, Kolkata, India, 2022. https://doi.org/10.1109/ISBI52829.2022.9761451
- [8] H. Lajous, C. W. Roy, T. Hilbert et al., A fetal brain magnetic resonance acquisition numerical phantom (fabian). Scientific Reports, 12, 1, 1–21, 2022. https://doi.org/10.1038/s41598-022-10335-4
- [9] D. Karimi, C. K. Rollins, C. Velasco-Annis, A. Ouaalam and A. Gholipour, Learning to segment fetal brain tissue from noisy annotations. Medical Image

Analysis, 85, 102731, 2023. https://doi.org/10.1016/j.media.2022.102731

- [10] S. S. M. Salehi, S. R. Hashemi, C. Velasco-Annis et al., Real-time automatic fetal brain extraction in fetal mri by deep learning. 2018 IEEE 15th International Symposium on Biomedical Imaging (ISBI 2018), pp. 720-724, Washington, DC, USA, 2018. https://doi.org/10.1109/ISBI.2018.8363675
- [11] S. Tourbier, X. Bresson, P. Hagmann, J. P. Thiran, R. Meuli, M.B. Cuadra, An efficient total variation algorithm for super-resolution in fetal brain MRI with adaptive regularization. Neuroimage, 118, 584-97, 2015.

https://doi.org/10.1016/j.neuroimage.2015.06.018

- [12] M. Kuklisova-Murgasova, G. Quaghebeur, M.A. Rutherford, J.V. Hajnal, J.A. Schnabel, Reconstruction of fetal brain MRI with intensity matching and complete outlier removal. Medical Image Analysis, 16, 8, 1550-64, 2012. https://doi.org/10.1016/j.media.2012.07.004
- [13] L. Fidon, M. Aertsen, D. Emam et al., Label-set loss functions for partial supervision: Application to fetal brain 3d mri parcellation. International Conference on

Medical Image Computing and Computer-Assisted Intervention Springer, pp. 647–657, Virtual Event, 2021. https://doi.org/10.1007/978-3-030-87196-3_60

- [14] A. Makropoulos, E. C. Robinson, A. Schuh et al., The developing human connectome project: A minimal processing pipeline for neonatal cortical surface reconstruction. Neuroimage, 173, 88–112, 2018. https://doi.org/10.1016/j.neuroimage.2018.01.054
- [15] Ö. Çiçek, A. Abdulkadir, S.S. Lienkamp, T. Brox, O. Ronneberger, 3D U-Net: Learning dense volumetric segmentation from sparse annotation. Medical Image Computing and Computer-Assisted Intervention --MICCAI 2016, pp. 424-432, Athens, Greece, 2016. https://doi.org/10.1007/978-3-319-46723-8_49
- [16] Y. Wu, K. He, Group Normalization. Computer Vision - ECCV 2018, pp. 3-19, Munich, Germany, 2018. https://doi.org/10.1007/978-3-030-01261-8_1
- [17] L.N. Smith, Cyclical learning rates for training neural networks. 2017 IEEE Winter Conference on Applications of Computer Vision (WACV), pp. 464-472, Santa Rosa, CA, USA, 2017. https://doi.org/10.1109/WACV.2017.58



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 644-655



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Bilişsel radyo ağlarında değişen paket boyutlarının enerji tüketimi üzerindeki etkisinin analizi

Analysis of the varying packet sizes effect on energy consumption in cognitive radio networks

Sercan Demirci¹ (b), Doğan Yıldız^{2,*} (b)

¹ Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 55139, Samsun, Türkiye ² Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 55139, Samsun, Türkiye

Öz

Kablosuz iletişim teknolojileri, bu teknolojilere olan ihtiyaç ve taleple doğru orantılı olarak gelişmektedir. Dolayısıyla, bu doğrultuda yapılan çalışmalar günden güne önem kazanmaktadır. Sosyal ağlar, dosya paylaşımı ve çoklu ortam iletişimi gibi yoğun veri trafiği olan uygulamaların artışı, kablosuz iletişimde önemli bir yeri olan spektruma olan ihtiyacı günden güne artırmaktadır. Güncel kablosuz iletişim cihazları, sabit bir spektrum atama tekniği ile çalışmakta ve genellikle spektrumun belirli bölümlerini kullanmaktadır. Bilişsel Radyo Ağları (Cognitive Radio Networks, CRN'ler), spektrumun kullanılmayan ve boşta olan bölümlerine dinamik olarak erişerek en uygun durumdaki iletişim kanalının seçilmesini sağlamaktadır. CR kullanıcıları arasında frekans değişimi sonucu ortaya çıkan enerji tüketiminin azaltılabilmesi amacıyla, kullanıcılar arasındaki iletişimde kullanılan paket boyutunun belirlenmesi önem taşımaktadır. Çünkü, CR kullanıcılarının frekanslarını dinamik olarak değiştirmeleri, kendilerine veri iletişimi için ayrılan zaman dilimlerinde kalan süreyi azaltmaktadır. Azalan bu süre içerisinde en uygun paket boyutunun belirlenmesi önem arz etmektedir. Bu çalışmada, paket uzunluk değerlerinin CRN'lerdeki enerji verimliliğine etkileri, Pyhon benzetim ortamında farklı değişken parametreleri için nümerik analizler yoluyla incelenmiştir. Bu parametrelerle yapılan incelemeler; birim kanal değişim gücünün ve süresinin paket boyutlarına göre toplam eneriive etkisi, farklı zaman dilimlerinin paket boyutlarına göre toplam enerjiye etkisi, başarısız gönderim oranın paket boyutlarına göre toplam enerjiye etkisi ve bilissel sürenin değişimine göre paket toplam gönderim/alım veriminin değişimi şeklinde özetlenebilir.

Anahtar kelimeler: Bilişsel radyo ağları, Kanal değiştirme maliyeti, Paket boyutu, Optimizasyon

1 Giriş

Gelişen kablosuz iletişim teknolojileriyle birlikte kablosuz uygulamaların sayısı günden güne artmış ve bu durum da frekans spektrumunun verimli kullanılması problemini ortaya çıkarmıştır. Frekans spektrumunun

Abstract

Wireless communication technologies are developing directly proportional to the need and demand for these technologies. Therefore, studies in this direction are gaining importance day by day. The increase in applications with heavy data traffic, such as social networks, file sharing, and multimedia communication, increases the need for spectrum, which is essential in daily wireless communication. Current wireless communication devices work with a fixed spectrum assignment technique and generally use certain parts of the spectrum. Cognitive Radio Networks (CRNs) dynamically access the unused and idle parts of the spectrum, allowing the selection of the most appropriate communication channel. It is crucial to determine the packet size used in communication between users in order to reduce the energy consumption resulting from frequency changes among CR users. Because CR users dynamically change their frequencies, reducing the time remaining in the time slots allocated to them for data communication. In this decreasing time, it is also crucial to determine the most suitable package size. In this study, the effects of packet length values on energy efficiency in CRNs were investigated through numerical analyzes for different variable parameters in a Python simulation environment. Investigations made with these parameters can be summarized as follows: The impact of unit channel change power and duration on the total energy according to the packet size, the impact of different time zones on the total energy according to the packet size, the impact of the unsuccessful transmission rate on the total energy according to the packet size, and the variation in the packet sending/receiving efficiency according to the change in the whole cognitive time.

Keywords: Cognitive radio networks, Frequency switching cost, Packet size, Optimization

verimsiz kullanıldığı bir örnek ölçüm Şekil 1'de görülmektedir.

Mevcut frekans bantlarının belirli kablosuz iletişim sistemlerine lisanslı olarak tahsis edilmiş olması, frekans kullanım verimliliğini oldukça düşürmektedir. Bu nedenle, mevcut frekans spektrumunun daha iyi ve verimli

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: dogan.yildiz@omu.edu.tr (D. Yıldız) Geliş / Recieved: 07.04.2023 Kabul / Accepted: 21.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1278682

kullanılması, gelişen teknoloji ile birlikte hem ihtiyaç hem de zorunluluk olarak ortaya çıkmıştır. Bu zorunluluğa çözüm olarak geliştirilen bilişsel radyo ağları (Cognitive Radio Networks, CRN'ler), frekans kıtlığından doğacak iletişim sorunlarını aşmak üzere tasarlanmış bir teknolojidir. Bu teknoloji ile lisanslanmış frekans kanallarının, birincil yani lisanslı kullanıcılar (Primary Users, PU'lar) tarafından kullanılmadığı zaman dilimlerinde fırsatcı olarak bekleven ikincil kullanıcılara (Secondary Users, SU'lar) iletişim için tahsis edilmesi amaçlanır [1]. PU, adından da anlaşılacağı üzere, kanal üzerinde özel haklara sahip olan, kanalı kullanmaya yetkili kullanıcıdır. Frekansın lisansına sahip olan PU, kanalı kullanmadığı zaman dilimlerinde SU'ların kullanımına açmaktadır. SU'lara literatürde bilişsel kullanıcı da denmektedir [2]. Bazı zaman dilimlerinde boşta kalan bantlarının kullanılmasıyla bilişsel lisanslı frekans kullanıcılara, lisanslı kullanıcılara müdahale etmeden fırsatçı erişim ile ekstra frekans imkânı sağlanacaktır. Ayrıca, dinamik spektrum erişim teknikleri ve heterojen kablosuz mimariler sayesinde birçok cihazın yüksek bant genişliği imkânı olacaktır [1].



Şekil 1. Spektrum kullanım yoğunluğu [1]

Lisanssız kullanıcılar tarafından frekans bantlarının fırsatçı kullanımı, bazı asamalardan sonra mümkün olabilmektedir. Bu asamalar; spektrum algılama, dinamik spektrum yönetimi, iletim parametrelerinin ayarlanması, spektrum değiştirme ve spektrum paylaşma olarak ifade edilebilir. Bu aşamalarda geliştirilen doğru algoritmalar ile lisanssız kullanıcılar frekans spektrumundan en iyi şekilde faydalanabilmektedir [3]. CRN'ler vasıtasıyla spektrumun verimsiz kalan bölümlerine dinamik erişim sağlanarak en iyi ve en uygun durumdaki iletişim kanalının seçilmesine olanak tanınmış olur. İletim parametrelerinin dinamikliği sayesinde kanal değiştirme ve en iyi spektrumu elde edebilme olanakları mevcuttur. Bununla birlikte, frekans bandı üzerinde özel haklara sahip olan lisanslı kullanıcının iletişiminin engellenmemesi gerekliliği, CRN'lerdeki en önemli zorunluluklardan birisidir [4].



Şekil 2. Spektrum boşluk yapısı [1]

CRN'ler, geçici bir zaman aralığında kullanılmayan ve Şekil 2'de de gösterildiği gibi "spektrum boşlukları" veya "beyaz boşluklar" olarak bilinen spektrumu firsatçı bir sekilde kullanarak sabit spektrum atama politikası sorununu cözmeyi amaclar [5]. Bilissel radyonun alıcı ve vericilerinin çevresindeki frekansları sezmesi, elde ettiği verileri analiz etmesi ve bu verilere bakarak en uvgun frekansı seçerek parametreleri üzerinde yapılması gereken değişikliklere karar vermesi gibi özellikleri bilişsel olma özellikleri olarak nitelenebilir. SU açısından bir CRN çevrimi Şekil 3'teki gibidir. Bilişsel ağ ortamında bulunan SU, ilk olarak frekans sezme işlemini yaparak boşta olan kanalları algılar. Bu algılamadan sonra, tespit ettiği kanallar arasından kendi gereksinimlerine en uygun olanını analiz ederek iletişim için kullanacağı frekans kararını verir. Bu çevrimdeki gibi bir süreci olan CRN'de, PU'nun ilgili frekansa dönmesi halinde SU'nun bu bandı ivedi bir sekilde terk etme zorunluluğunun olduğu unutulmamalıdır. Böyle bir durumda da SU aynı çevrimi yeni baştan başlatır veya çeşitli algoritmalar sayesinde yedek olarak belirlediği frekanslara direkt geçiş yapar [6].



Şekil 3. Bilişsel kullanıcı ağ çevrimi [6]

CRN'lerde enerjiye doğrudan etki eden birçok parametre vardır. Frekans algılama, iletim gücü, iletim süresi, paket boyutu bu parametrelere örnek olarak verilebilir. Oluşturulacak CRN yapısında bu parametrelerin optimize edilmesi ve algoritmik olarak düzenlenmesi gerekmektedir [7]. CRN'ler için algılamanın, iletim süresinin ve iletim gücünün enerji verimli olarak optimalleştirilmesini konu edinen [8] numaralı çalışma, aynı zamanda birincil kullanıcının parazit etkilerden korunmasını da göz önüne almıştır. Bu etkileri ele alarak CRN'ler için enerji verimliliğini en üst düzeye çıkaran yinelemeli bir alt optimal algoritma tasarımı elde etmeyi hedefleyen yazarlar, bu etkilerin enerji tüketimindeki rollerini de çalışma kapsamında sunmuşlardır. Ayrıca, tek bir SU için iletim ve algılama süresinin ortak optimizasyonu ve iletim gücünün enerji verimliliği üzerindeki etkisi de incelenmiştir. Geliştirilen algoritmaların analizlerini, oluşturdukları benzetim ortamında yapmışlardır. Yapılan testlerin sonucları. önerilen sistemin enerii verimliliği maksimizasyonu ve karmaşıklık yapısı yönünden mevcut calısmalara göre daha iyi sonuclar elde ettiğini göstermistir. [9] numaralı çalışmada, CRN'nin enerji verimliliğini en çok etkileyen SU'ların enerji tüketimi analiz edilmiştir. SU'ların değişen ağ koşullarına göre toplam enerji tüketiminin bir analizi sunulmuş ve SU'ların bu koşullardaki toplam enerji tüketimleri araştırılmıştır. Sunulan analiz, SU'ların ağ içerisindeki her bir durumunu içermekle beraber toplam enerji tüketiminin azaltılarak ağ ömrünün uzatılmasına yönelik çözümler de içermektedir. SU'lar arasındaki başarılı iletim durumunda oluşan enerji tüketimleri, çarpışma analizleri, boşta kalma ve uyku durumu, kanal tarama ile geri çekilme süreçleri incelenmiştir. Analizler ile elde edilen sayısal sonuçlar, ağdaki enerji tüketimi üzerinde SU sayısının ve kanalları taramak için geçen sürenin oldukça etkili olduğunu ortaya konmuştur. [10] çalışması, CRN'lerde çok kanallı frekans erişiminin enerji verimliliğini incelemiştir. Bu çalışmada, CRN kullanıcısının frekanslar arası geçişler yapması ve tek bir frekansta frekansın müsait olmasını beklemesi durumlarının enerji verimliliğine etkisi konu edilmistir. Tek bir frekansın bilissel kullanıcıva tahsis edilmesi, daha az iletim fırsatına sebep olsa bile bu eylemin frekans geçişlerinden kaynaklanan enerji verimsizliğini ortadan kaldırdığı söylenebilir. Yani, enerjisi kısıtlı cihazlara statik bantlar tahsis edilebilir. Çalışma [11], bilişsel radyo sensör ağları (Cognitive Radio Sensor Networks, CRSN) için enerji açısından verimli bir algılama protokolü tasarlamayı hedeflemiştir. Bu çalışma; kanal değiştirme, karar verme ve hesaplama gibi enerji tüketen eylemlerin tükettiği enerjiyi azaltmayı amaçlamaktadır. Bu amaçla, enerji verimli ve işbirlikçi şemalar sunulmuştur. Önerilen şemalar, kanal algılamada tüketilen enerjiyi azaltmak için rastgele kanal algılama ve basitleştirilmiş birleştirme kullanmıştır. Yapılan testler sonucunda, önerilen şemaların genel olarak yarı yarıya bir oranla enerjiden tasarruf sağladığı görülmüştür. Karar alma süresinin de %30-%90 oranında azalması, önerilen şemaların emsallerine kıyasla oldukça iyi performans göstermesini sağlamıştır. Yine önerilen şemalar için, yanlış algılama oranı da test edilmiş ve benzer calısmalar ile hemen hemen aynı değer elde edildiği gözlenmistir. CRN'lerde spektrum algılama, iletisimde anahtar süreç olarak karşımıza çıkmaktadır. Algılama esnasında enerji tüketimi, ek gecikme, PU güvenliğini tehdit etme gibi hususlar kurulacak sistemin ana noktaları olmaktadır. Çalışma [12]'de CRN'lerde işbirlikçi spektrum algılama sırasında optimal spektrum algılama süresi ve SU sayısına bağlı olarak spektrumun ikincil kullanımında verim optimizasyonuna odaklanılmaktadır. CRN'ler için verimliliği optimize edilmiş spektrum algılama tasarımının optimum algılama süresi ve optimum SU sayısı gibi iki ana parametreye göre yapılabileceği düşünülmüştür. Optimum

algılama süresi ile SU'ların toplam ortalama veriminin en üst düzeye çıkarılması ve optimum SU sayısı ile de toplam iş hacminin en üst düzeye çıkarılması hedeflenmiştir. Her kanal için algılama süresi ve SU'ların sayısının optimum değerleri birlikte analiz edilmiştir. Önerilen yöntemin performans değerlendirmesi için gerekli benzetim, MATLAB ortamında kurulmuştur. Literatürdeki çalışmalar ile elde edilen sonuçlar karşılaştırılmış ve önerilen sistem sayesinde iş hacminde %91'e yakın bir kazanç, algılama süresindeki düşüş ile de verimlilikte %98'e yakın bir iyileştirme olduğu gözlemlenmiştir.

Son yıllarda yapılan araştırmalar, paket boyutunun düğümler arasındaki iletişim performansı üzerinde doğrudan bir etkiye sahip olduğunu göstermektedir. Yapılan araştırmalara göre, boyutu uzun olan paketlerin kanal üzerinde sert koşullar oluşturduğu ve buna bağlı olarak yüksek kayıpların söz konusu olabildiği; daha kısa paketlerin ise yüksek veri ek yüküne neden olduğu görülmüştür. Dolayısıyla, sabit olarak belirlenmiş bir paket boyutunun ağ içerisinde dezavantaj oluşturması muhtemel bir durum olarak gözükmektedir. Bu noktada, değişen ağ koşullarına göre dinamik olarak belirlenen paket boyutu optimizasyonun önemi ortaya çıkmaktadır.

Paket boyutu optimizasyonu, değişen kanal koşullarına göre paket boyutunun dinamik bir şekilde ayarlanması olarak tanımlanabilir. Ağ performansını en üst seviyeye çıkarmak amacıyla ağ durumuna göre paket boyutunun sistematik tahsisi, paket boyutu optimizasyonu kapsamında gerçekleştirilir. Paket boyutu optimizasyonu, sadece sürekli değişen bir paket boyutunu temsil etmemektedir. Tersine, ağın durumuna göre paket boyutu için doğru optimizasyon türünün seçilmesini ifade etmektedir. Bu noktada, 3 farklı optimizasyon grubundan bahsedilebilir:

- 1. Sabit paket boyutlu optimizasyon yaklaşımı,
- 2. Dinamik paket boyutlu optimizasyon yaklaşımı,
- 3. Matematiksel optimizasyon çerçeveleri.

Bu üç yaklaşımın birbirlerine göre avantaj ve dezavantajları mevcuttur. Kurulan ağ sistemi üzerinde analizler yapılarak paket boyutunun sistematik dizaynı için hangi yaklaşımın uygun olduğu belirlenmelidir. Değişen ağ koşulları, bu yaklaşımların performansını doğrudan etkilemektedir. Sabit paket boyutu yaklaşımı; kolay, uygulanabilir ve daha az ek yük oluşturmasından dolayı avantajlı gözükse de, bu yaklaşım, değişen ağ koşullarına göre dinamik bir paket boyutu belirleme yeteneğinden yoksun olduğundan tekrar gönderim ve fazla enerji tüketimi gibi sorunlara sebep olabilmektedir. Dinamik paket boyutlu optimizasyon yaklaşımının kanal durumuna göre paketler üretmesi, ağ verimini olumlu yönde etkilemektedir. Ancak, bu yaklaşımın gereksiz yere ağ çerçevesi içerisinde kullanılması, özellikle enerji-kısıtlı cihazlar üzerinde verimsizliğe neden olabilmektedir. Matematiksel optimizasyon çerçeveleri ise, güç tüketimini en aza indirerek verimi artırmaktadır. Ancak, bu yaklasım da kaynakları kısıtlı ağlar için uygulanması zor bir seçenek olarak görünmektedir. Yaklaşımların bu avantai ve dezavantajlarından yola çıkarak kurulan ağ yapısına göre paket boyutu optimizasyonun doğru tercihi, elde edilecek

verimi olumlu yönde etkileyecektir [13]. CRN'lerde iletim paket boyutunun ve kanal seçim mekanizmasının optimizasyonunu ele alan çalışma [14], enerji verimliliğini en üst düzeye çıkarmayı hedeflemektedir. SU tarafından seçilen kanala göre dinamik paket boyutu yönteminin kullanılması, hem sistemin performansını olumlu yönde etkilemis hem de bu sayede enerji verimliliğinin iyilestiği gözlemlenmistir. Cok kanallı CRN'lerde enerii verimliliği ve ağ ömrü iyileştirilmesi ile ilgili incelemeler çalışma [15]'de yapılmıştır. İyileştirmenin iki ana dayanağı bulunmaktadır. Bunlar, paket boyutu optimizasyonu ve sensör enerjisinin farkındalığından faydalanarak kanal atamasının yapılmasıdır. Paket boyutu optimizasyonu ile değişen kanal koşullarına göre en uygun boyuttaki paketler başarıyla iletilerek sensörlerin pilinin verimli bir şekilde kullanılması amaçlanmıştır. Enerji farkındalıklı kanal atamasının yapılmasıyla da rastgele kanal atamaya göre ağ ömrünün uzatılacağı öngörülmüştür. Çalışma, kanal durumlarının zamanla değişen performansları için makine öğrenmesi tahminlemesinden faydalanılarak geliştirilmiştir. Paket boyutu optimizasyonu ve bilinçli kanal atama algoritması, CRN'lerde enerjinin verimli kullanılması noktasında oldukça başarılı sayılabilecek iki temel gelişme olarak görülebilir. İlgili çalışma kapsamında bu iki temel üzerine yapılan araştırmaların ağ ömrünü iyileştirmeye olumlu katkı sağlamıştır. Kurulan sistem, benzetim ortamında test edilmiş ve elde edilen sonuçlar mevcut değerlerle kıyaslanmıştır. Paket boyutu optimizasyonu, bit başına enerjiyi en aza indirmek ve hem PU davranısından hem de sensör etkinliğinden gelen mevcut bilgilerden yararlanmak için kullanılır. Bu sayede, sensörlerin kullanım ömrü boyunca enerji verimliliği artırılmış olur. Ancak, bu çalışmada ağ içerisindeki kusur durumları ve hatalı iletim gibi olasılıklar göz ardı edilmiştir. Bu durumların da mevcut ağ yapılarında olabileceği düşünüldüğünde, bu durum bahsedilen çalışma için eksik olarak görülebilir. Çalışma [7], CRSN'ler için dinamik paket boyutu optimizasyonu ve kanal seçim şeması önermiştir. Optimizasyon problemini hizmet kalitesi çözmek kısıtlamalarıyla için Markov sürecinden faydalanılmıştır. Çalışmadaki amaç ise; kabul edilebilir bir girişim seviyesi, gecikme ve bit hata oranı korunurken, enerji verimliliğini en üst düzeye çıkarmak ve mevcut en iyi kanalı ve en uygun paket boyutunu belirlemek olmuştur. CRSN'ler için dağıtılmış bir ortak kanal seçimi, dinamik paket boyutu önerilmesi, optimizasyon şemasının optimizasyon probleminin kısıtlı bir Markov karar süreci olarak modellenmesi ve algoritmanın karmaşıklığının değerlendirilerek önerilen sistem performansının CRSN'lerdeki mevcut kontrol semasıyla paket karşılaştırılması bu çalışmanın katkıları olarak sıralanabilir. Optimum paket boyutu ve kanal belirlenirken göz önüne alınan bazı parametreler; iletim verimliliği, enerji verimliliği, spektrum kullanımı, uçtan uca gecikme ve PU müdahalesi olmuştur. Önerilen yöntemin benzetim ortamında testi sonucunda, hem paket boyutunun hem de kanal seçiminin sistem performansı üzerinde etkili olduğu görülmüştür. Servis kalitesinde bu çalışma ile yapılan iyileştirmeler mevcut çalışmalar ile yapılan karşılaştırmalar sonucunda görülmüştür.

Bir CR cihazının çalışma frekansını değiştirilmesi, güç yükselteçlerinin sık aralıklarla ayarlanmasına ve dolayısıyla frekans değiştirme gecikmesi, frekans değiştirme gücü gibi durumların oluşmasına neden olmaktadır [16, 17]. Bu iki durum birlikte, frekans değiştirme nedeniyle tüketilen enerjiyi belirlemektedir. Frekans değiştirmenin maliyeti, calısma frekans aralığı dar olduğunda ihmal edilebilmektedir. Ancak, CRN'ler genel olarak geniş bir frekans aralığında calısmak üzere tasarlanmıstır. Dolayısıyla, hem frekans değiştirme gecikmesi hem de frekans değiştirme gücü önemli parametrelerdir. Ek olarak, CRN'lerde PU'ların operasyonlarının olumsuz etkilenmediği garanti edilmelidir. Bu amaçla, CR cihazlarının boş frekansları algılama yetenekleri olmalıdır.

Frekans geçiş enerjisinin frekans geçiş gecikmesi ve frekans geçiş gücü gibi iki bileşeni bulunmaktadır. Deneysel çalışmalar frekans geçiş gücünün CR cihazları için önemini ortaya koymaktadır. Hatta, bu konuda yapılan araştırmalar frekans geçiş gücünün iletim gücü kadar yüksek olabileceğini göstermektedir. Örneğin, [18-20] incelemelerinde, RT2860 sürücüsü ile Linux sisteminde çalışan Ralink 802.11n kablosuz kartının deneysel ölçümleri verilmiştir. Bu çalışmalarda, veri paketlerini iletmeye harcanan gücün frekans geçişi için tüketilen güç (Psw) ile aynı olduğu (her ikisi de 750 mW) sonucuna ulaşılmıştır. Benzer şekilde, [21] çalışması benzetimlerinde frekans geçiş gücünü 1000 mW olarak ayarlamıştır.

Başka bir deyişle, frekans geçiş gecikmesi, CR cihazının geçiş yapacağı uygun kanalı tespit etmesinin ardından frekans sentezleyicinin donanım geçişi için harcadığı gecikmeyi ifade etmektedir. Bu gecikme, voltaj kontrollü osilatörün giriş ve çıkış freknaslarının pozisyonlarına bağlıdır. Yani, bu frekans değişimi cihazlar tarafından adım adım gerçekleştirirler ve bu sayede sonraki frekanslara geçiş zamanı uzar [16], [18, 22-24]. [25] çalışmasında, verimlilik üzerine bahsedilen frekans geçiş gecikmelerinin etkisi incelenmiştir. [16], [22, 24], [21, 26-30] gibi ilgili diğer çalışmalarda da frekans geçiş gecikmesinin frekans mesafesine bağlılığı araştırılmıştır. Frekans geçişi için gerekli olan süre, bu işlem için tüketilen enerjiyi de etkilediğinden ilgili süre optimize edilmesi gereken önemli bir değişkendir. [31] çalışmasında, çok sekmeli ve tek alıcıvericili CR ağlarında enerji verimliliğinin optimizasyonu amacıyla frekans değiştirme maliyeti dikkate alınmıştır. [32] çalışmasında, CR cihazları farklı frekans bantlarına geçiş yaparken oluşan frekans mesafesine bağlı enerji tüketimi dikkate alınarak, yönlendirme problemini IoT ağları için ele alınmıştır.

CRN'lerde frekans değiştirme maliyeti, genellikle gecikme parametresiyle incelenmiştir [16], [18, 22], [27-29]. Bu çalışmaların çoğunluğu frekans geçiş maliyetinin sabit olduğunu varsayarak, bahsedilen maliyetin frekanslar arasındaki mesafeyle olan ilişkisini göz ardı etmektedir. Son günlerde, frekans geçişinde frekans mesafesinin enerji verimliliğine olan bağımlılığı da araştırmacılar tarafından ilgi duyulan konular arasında gelmektedir [33-36].

Bir paketin boyutu, kablosuz veri iletişimlerinin kalitesi üzerinde güçlü bir etkiye sahiptir. Her şeyden önce, uzun paketlerle karşılaştırıldığında, kısa paketlerin hataya açık kablosuz kanallardan etkilenme olasılığı daha düşüktür. Ancak, kısa paketler de başlıklar nedeniyle ek yüke maruz kalır. Bu nedenle, paketin kanal hatalarından zarar görmemesi ve ek yükten etkilenmemesi için uygun bir paket boyutunun seçilmesi önemlidir. Ayrıca, SU hareketliliğinin neden olduğu kanal sönümlemesi de SU paket boyutu üzerinde belirli bir etkive sahiptir. Daha da önemlisi, SU paket boyutu üzerindeki tüm etkiler zaman ve mekâna göre sürekli değişir. Bu da bu konuyu son derece zorlaştırır. SU paket boyutunun dikkatli bir tasarımı olmadan, hem SU hem de PU iletimleri ciddi performans düşüşüne maruz kalabilir. CR ağlarındaki önceki çalışmaların çoğu, SU paket boyutunun ağ performansı üzerindeki etkisini dikkate almamaktadır. Ek olarak, CR ağlarındaki mevcut çalışmaların çoğu yalnızca hem SU'ların hem de PU'ların statik olduğu sabit ağlara odaklanmaktadır. Bununla birlikte, gelecekteki mobil cihazların CR işlevselliğini içerecekleri ve bir mobil senaryoda iletişim parametrelerini optimize edebilecekleri öngörülebilir. Bu çalışmada, mobil CR ağlarında sönümleme kanalları altında optimal SU paket boyutu sorunu incelenmiştir. Bu etkiler, matematiksel olarak modellenmiş ve en uygun SU paket boyutunu elde edilmiştir. SU paket boyutunun hem SU hem de PU iletişiminde önemli bir rol oynadığı ve bu nedenle dikkatli bir tasarıma ihtiyaç olduğu gösterilmiştir. Yani, CRN'lerde frekans değiştirme maliyeti dikkate alınarak paket boyutunun optimize edilmesi hedeflenmistir. Bilissel ağın temel değişkenlerinin değişiminin paket boyutlarına göre toplam enerjiye etkisi analiz edilerek optimum sonuclar hakkında değerlendirmeler sunulmuştur. Çalışmanın geri kalanı şu şekilde düzenlenmiştir: II. bölümde, ele alınan CRN ağının sistem modeli ve bu ağın enerji tüketim modeli ile ilgili detaylı bilgiler sunulmuştur. III. bölümde, frekans değiştirme maliyeti farkındalıklı paket boyutu optimizasyonun analizini ve sonuçlarını içermektedir. IV. bölümde de çalışmada elde edilen sonuçlar yorumlanmıştır.

2 Materyal ve metot

Bu bölümde, çalışma kapsamında ele alınan CRN ağının sistem modeli ve bu ağın enerji tüketim modeli ile ilgili detaylı bilgiler sunulacaktır.

2.1 CRN ağının sistem modeli

CRN, yönlü bir G = (V, E) çizgesi ile ifade edilmektedir. V, CR düğümlerini ve E ise bu düğümler arasında bulunan iletişim linklerini temsil etmektedir. Lisanslı frekans bantlarının kümesi de F = [1 f, ..., F] olarak ifade edilmektedir. PU'ların $f \in F$ bandı üzerindeki aktiviteleri, f bandının kullanılabilir durumda olup olmamasına bağlıdır. Bu çalışmada, klasik bir CRN'de olduğu gibi, ortamda PU'lar ve SU'lar bulunmakta ve bu kullanıcılar gönderici/alıcı şeklinde görev almaktadır. Her bir lisanslı kullanıcının kendine ait frekansının olmasından ötürü, PU sayısı ile frekans sayısı esittir. Diğer yandan, PU, dolayısıyla frekans sayısı, elde edilecek sonuçları etkileyen bir değişkendir. SU'lar için frekansların uygun olup olmadığı, Markov Süreci ile kurgulanmıştır. PU'ların frekans kullanım davranışının modellendiği Markov süreci Şekil 4'te yer almaktadır [37]. Markov sürecinde PU'nun kapalı veya açık olma durumu modellenmiştir. PU'nun kapalı veya açık olması, frekansın boş veya dolu olması anlamına gelir ve bu durumun ihtimali p_s ile temsil edilir. p_s değeri SU'nun harcayacağı enerjiye doğrudan etki eder ve bu etkinin analizi de bu çalışma kapsamında yer almaktadır.



Şekil 4. PU Frekans doluluk modeli [37]

SU'nun frekans algılama esnasında frekansların durumu ile ilgili karşılaşabileceği 4 ihtimal bulunmaktadır. Bunlar:

- 1. Frekans boş iken SU'nun boş algılaması
- 2. Frekans boş iken SU'nun dolu algılaması
- 3. Frekans dolu iken SU'nun boş algılaması
- 4. Frekans dolu iken SU'nun dolu algılaması

Bu seçeneklerden SU'ların iletişim koşullarına uyan tek seçenek bulunmaktadır ve bu da ilk seçenektir. Diğer seçenekler SU için gönderim ve alıma uygun olmadıklarından, algılama esnasında faydasız enerji tüketimine neden olurlar. Hatta 3. seçenek, CRN'ler için PU'nun haklarını ihlal ettiği için karşılaşılması istenmeyen bir seçenektir. Bu kapsamda, SU'nun mevcut frekansın durumunu doğru tespit etmesi oldukça önemli bir husustur.

2.2 Enerji tüketim modeli

Gönderici ve alıcı arasında l_{ij}^{f} gibi bir link olduğunu varsayalım. Buna göre, Şekil 5'te verilen çerçeve linki üzerinde harcanan enerji kullanılarak l_{ii}^{f} biçimlendirilebilmektedir. i ve j gibi iki CR düğümünün öncelikle, l_{ij}^{f} linki üzerinde boş olabilecek f frekansını algılama yetenekleri olmalıdır. Sonrasında, i düğümünün veri iletişimi yapabilmesi amacıyla antenini f frekansına getirmesi gerekmektedir. Benzer sekilde *i* düğümünün de, *i* düğümünden gelen veriyi alabilmesi için antenini f frekansına getirmelidir. Veri iletişimi tamamlanmasının ardından düğümler, arta kalan zaman diliminde boş duruma geçmektedirler. Hiçbir şekilde veri transferinde bulunmayan düğümler ise uyku modunda kalmaktadırlar. Bu çalışmadaki CRN tasarımında, [34, 38] çalışmalarında önerilen enerji tüketim modeli baz alınmıştır.



Şekil 5. Çerçeve Yapısı

 l_{ij}^{f} linki üzerinde enerji harcanmasına neden olan ve Şekil 5'te özetlenen süreçler aşağıdaki gibi detaylandırılabilir:

2.2.1 Algılama

CR düğümlerinin frekans kaynaklarından dinamik olarak yararlanabilmesi için iletişimden önce algılama yapmaları gerekmektedir. Algılama işlemi sırasında tüketilen enerji E_{sense} , Denklem (1)'deki gibi hesaplanmaktadır:

$$E_{sense} = P_{sense} \times t_{sense} \text{ Joule}$$
(1)

Burada, E_{sense} algılama işlemi için harcanan enerjiyi, t_{sense} algılama işlemi için harcanan toplam süreyi ve P_{sense} ise algılama sırasında birim zamanda harcanan gücü temsil etmektedir.

2.2.2 Değiştirme

SU'ların gönderim için en uygun frekansı seçmesi, enerji açısından verimli bir yaklaşımdır. Ancak bu çalışmada, en uygun frekansın seçilmesi yerine rastgele seçim yapılması tercih edilmiştir. Bu sayede, frekans değiştirme maliyetinin SU'lar için ne kadar önemli olduğu görülecektir. Mevcut frekanslar arasından rastgele bir seçim yapılarak gönderici ve alıcı SU'nun bu frekansa geçmesi sağlanmıştır.

SU'lar, algılama ve karar verme işlemini yaptıktan sonra uygun frekansa geçiş işlemini yaparlar. Bu geçiş işlemi belirli bir sürede gerçekleşir. t_{switch} ile ifade edilen algılanan frekansa geçiş süresi; t_{delay} ile ifade edilen 1 Mhz frekans değişimi için geçen süreye, f_{step} ile ifade edilen frekanslar arası Mhz cinsinden uzaklığa ve bulunulan frekans ile algılanan frekans arası uzaklığa bağlıdır. Bu durum, Denklem (2) ile modellenmiştir [39].

$$t_{switch} = |f - f'| \times t_{delay} \times f_{step} \qquad s \qquad (2)$$

Aynı zamanda SU'lar tarafında da frekansa geçiş için enerji tüketimi olacaktır ve bu da bu çalışmada incelenen konulardan biridir. Frekans geçişinde harcanan toplam enerji; algılanan frekansa geçiş süresine ve frekanslar arası geçişte birim zamanda tüketilen güce bağlıdır. Frekans geçiş işlemi, hem alıcı hem de verici CR'ler tarafından yapılacağı için bahsi geçen enerji hesabı her iki taraf içinde yapılmalıdır. Bu noktada, dikkat edilmesi gereken diğer bir husus ise gönderici ve alıcı arasındaki iletişimin başlaması için her iki tarafın da hazır durumda olması gerekliliğidir. Bu senaryoda harcanan enerji, E_{switch} Denklem (3)'deki gibi hesaplanmaktadır [39].

$$E_{switch} = P_{switch} \times t_{switch}$$
 Joule (3)

2.2.3 Veri iletimi

Bilişsel radyo alıcı ve verici kullanıcıları arasındaki hat kapasitesi, Denklem 4'te verilen Shannon formülü kullanılarak hesaplanır. Burada C_{ij}^{f} link kapasitesini, W_{ij}^{f} bant genişliğini, SNR_{ij}^{f} bilişsel alıcı için sinyal-gürültü oranını ve p_{ij}^{f} de *f* frekansının link üzerinde kapalı durumda olma olasılığını ifade eder.

$$C_{ij}^{f} = W_{ij}^{f} \times \left(1 + SNR_{ij}^{f}\right) \times p_{ij}^{f} \text{ bits/s}$$
⁽⁴⁾

Veri iletimi için harcanan enerjinin büyüklüğü iletim süresine bağlıdır. İletim süresi ise *L* paket boyutu ve C_{ij}^{f} link kapasitesine bağlıdır. Dolayısıyla, *f* frekansını kullanan l_{ij} linki üzerinde veri iletimi için geçen süre $t_{tx}^{ij,f}$, Denklem (5)'deki hesaplanabilir:

$$t_{tx}^{ij,f} = \frac{L}{c_{ij}^f} \quad s \tag{5}$$

CR düğümleri veri transferi için zamanlanmaları esnasında da enerji harcamaktadırlar. SU'da donanımsal olarak harcanan $P_{circuit}$ gücünün hesabında; β , SU'nun donanımından kaynaklı bir bileşeni, ŋ, amplifikatör verimliliğini ve P_{tx} veri iletiminde birim zamanda harcanan gücü ifade etmektedir [38].

$$P_{circuit} = \beta + (\frac{1}{n} - 1) \times P_{tx} \text{ Watt}$$
(6)

Nihayetinde, veri iletiminde harcanan enerji olan E_{tx} , iletimde birim zamanda harcanan güce, donanımsal kaynaklı harcanan güce ve iletimin toplam süresine bağlı olarak Denklem (7)'deki gibi hesaplanır [38].

$$E_{tx} = (P_{tx} + P_{circuit}) \times t_{tx}^{ij,f} \text{ Joule}$$
(7)

Hat üzerinde iletilen verinin paket boyutuna bağlı olarak toplam verinin alıcı tarafa ulaşma süresi de değişecektir. Bu da harcanacak toplam enerjiyi doğrudan etkiler. Büyük paket boyutu toplam verinin iletim süresini her ne kadar kısaltacak olsa da paket kaybı durumunda o paketin tekrar iletilmesi, harcanacak enerjiyi küçük paket boyutuna oranla arttıracaktır. Tersine, küçük paket boyutunun tercih edilmesi de toplam verinin iletim süresini arttıracak gibi görünse de paket kaybı durumunda tekrar iletimlerde harcanacak enerji, büyük paket boyutuna oranla daha düşük olacaktır. Dolayısıyla, paket boyutunun hattın kapasitesine ve verimlilik durumuna göre belirlenmesi daha doğru olacaktır.

2.2.4 Veri alımı

Kullanıcılar arasında veri alışverişi belirli bir zaman çerçevesi kapsamında gerçekleşir. Zaman çerçevesi tamamlandığında kullanıcıların o frekansı terk etmesi ve frekansın uygun olduğu süreçte ise veri alışverişini sürdürmesi gerekir. Bu çalışmada, frekansın SU'ların kullanımına uygun olduğu varsayılarak zaman kısıtları her döngüde yeniden başlatılmıştır. Ancak, paket boyutlarının zaman döngüsünde ne kadarlık bir çevrime etki ettiğini amacıyla, belirlenen verinin incelemek tamamen gönderiminin ihtiyac duyacağı döngü sayısı da kayıt altına alınmıştır. SU'ların veri alışverişi için tanımlanan döngü süresi; frekans algılama, frekansa geçiş, parametre ayarlamaları, gönderici ve alıcının aynı anda hazır olmaları ve gönderim/alım işlemlerini içermektedir [40].



Şekil 6. Bir frekans değiştirme örneği

Bilişsel gönderici tarafından hatta gönderilen paketler, bilişsel alıcı tarafından alınırken de enerji tüketimi yaşanacaktır. Bu tüketim E_{rx} ile ifade edilirse, Denklem (8)'e göre, 1 bitlik verinin alınması sırasında harcanan enerji olan $E_{rx/bit}$ 'in ve paket boyutu *L*'nin alıcı tarafta harcanacak enerjiyi etkilediği söylenebilir [34]:

$$E_{rr} = E_{rr/bit} \times L \text{ Joule}$$
(8)

2.2.5 Boş

Boş durumdaki alıcı, veri almaya hazırdır. Ancak, herhangi bir veri alımı yapmaz. Alıcının birçok parçası donanımsal olarak aktiftir. Gönderici, veri iletiminin ardından zaman dilimini bitene kadar boş durumda kalmaktadır. Boş durumdaki düğüm, P_{idle} ile ifade edilen gücü harcamaktadır. Boş durumda kalma süresi ise $(T - t_{sense} - t_{switch}^{ij,f} - t_{tx}^{ij,f})$ saniye formülü ile hesaplanmaktadır. Boş durumda bulunan düğümün harcadığı enerji E_{idle} Denklem (9)'daki gibi hesaplanmaktadır [34]:

$$E_{idle} = P_{idle} \times (T - t_{sense} - t_{switch}^{ij,f} - t_{tx}^{ij,f})$$
(9)
Joule

Bilişsel radyo kullanıcıları, veri gönderim ve alımını yaptıktan sonra zaman döngülerinden arta kalan vakit boyunca boş olarak beklemektedirler. Boş durumda bekleyen bilişsel kullanıcılar da yine birim zamanda harcanan güce bağlı olarak E_{idle} ile ifade edilen enerjiyi tüketmektedirler. Kullanıcılar için belirlenen zaman diliminden; algılama, frekans değişimi ve iletimden arta kalan süre boyunca boşta bekleme birim zamanda tüketilen gücü, P_{idle} ile değişen bir enerji harcanır [41].

2.2.6 Uyku

Uyku durumundaki düğümler tüm parçalarını donanımsal olarak OFF konumuna almaktadırlar. Eğer veri iletimi için algılanan frekans müsait değilse ilgili düğüm, bu zaman dilimi için uyku moduna geçmektedir. Uyku modunda geçirdiği süre $T - t_{sense}$ saniye ve harcadığı güç ise P_{sleep} kadardır. Uyku modunda tükettiği enerji E_{sleep} ise Denklem (10)'daki gibidir [34]:

$$E_{sleep} = P_{sleep} \times (T - t_{sense}) \text{ Joule}$$
(10)

Bahsi geçen süreçler dikkate alındığında, f frekansını ve l_{ij} linkini kullanan alıcı (*i*) ve verici (*j*) CR düğümlerinin harcadığı toplam enerji, E_{ij}^{f} , Denklem (11)'deki gibi ifade edilmektedir. Ayrıca, Şekil 6, bir frekans değiştirme örneğini göstermektedir [32].

$$E_{ij}^{f} = 2P_{sense}t_{sense} + (P_{switch}t_{switch}^{i} + (11))$$

$$P_{switch}t_{switch}^{j} + P_{idle}(\max(t_{switch}^{i}, t_{switch}^{j}) - \min(t_{switch}^{i}, t_{switch}^{j}))) + (P_{tx} + P_{circuit})t_{tx}^{ij,b} + E_{(\frac{rx}{bit})}L + 2P_{idle}(T - t_{sense} - t_{switch}^{ij,b} - t_{tx\,rx}^{ij,b})$$

$$E_{tx\,rx}^{ij,b}$$

İnternet ağlarında verinin %100 olasılıkla alıcı uca teslim edileceği garanti edilmez. Hat üzerinde paketin kaybolması olası durumlardan biridir. Dolayısıyla, bu ihtimal de göz önünde bulundurulmalıdır. Bu kapsamda, verinin alıcı uca ulaşmama ihtimali üzerinden tekrar gönderimlerin hesaplanması gerekmektedir. Alıcısına ulaşmayan paketlerin gönderici tarafından tekrar iletim hattına verilmesi ve hat üzerinden alıcısına ulaşması, ek enerji tüketimine sebep olacaktır. Bu da CRN'lerde en istenmeyen durumlardan birisidir. Bu calısmada, paketlerin başarılı sekilde alıcı tarafa ulasamama ihtimali ile ek enerji tüketimi hesabı da yapılmıştır. Değişik paket kaybı oranları ile paket kayıplarının toplam enerjiye nasıl etki ettiği bu çalışmada yapılan analizler arasında yer almaktadır.

CRN'lerde başarılı bir iletişim modeli yukarıda izah edilen süreçlerden geçmektedir. Frekans değiştirme maliyeti dikkate alınarak paket boyutu frekans değiştirme süresine ve harcanan enerjiye etkisi ile ilgili yapılan benzetim sonuçları bir sonraki bölümde yer almaktadır.

3 Bulgular ve tartışma

CRN'leri diğer ağlardan ayıran en önemli fark, gönderici ve alıcı birimlerin frekanslar arasında geçiş yapmasıdır. Bu

geçiş işlemi enerji açısından maliyetli olduğundan pil kapasitesi kısıtlı cihazlar için sorun oluşturabilecektir. Bu bölümde de özellikle pil kapasitesi kısıtlı cihazlara bir ön veri olabilmesi amacıyla, bu çalışmada elde edilen sayısal sonuçların analizi yer almaktadır. Bu sonuçların eldesinde kullanılan bazı temel parametreler ve değerleri Tablo 1'deki gibi kabul edilmiştir.

Tablo 1. Bu çalışmada kullanılan temel Sayısal değerler

Sembol	Parametre	Deger
isleme_suresi	Paket İşleme Süresi	5 <i>ms</i>
dosya_boyutu	İletilecek Toplam Veri Boyutu	200 byte
frekans_adimi	İki frekans Arası Uzaklık	20 Mhz
P_n	Alıcı Tarafın Gürültü Gücü	-115
P_ant_output	Anten Çıkış Gücü	-7
X_sigma	Standart Sapma	1.42 dB
d_0	Referans Mesafe	1 m
d_ij	Alıcı-Verici Birimler Arası Mesafe	5 m
n	Sinyalin Bozulma Hızı	3.69
Y_0	Referans Mesafedeki Yol Kaybı	31 <i>dB</i>
E_rx_bit	Alıcı Birimin 1 Bitlik Veri Alımı İçin Harçadığı Enerij	5 nj/bit
ŋ	Amplifikatör Verimliliği	0.9
B2	Düğümün Donanımdan Kaynaklı Komponenti	0.1 <i>ms/Mh</i>
SNR	Alıcı Birimin Sinyal-Gürültü Oranı	5
bant_genisligi	Hattın Bant Genişliği	5 Mhz
P_isleme	Paketi İşlerken Harcanan Birim Süredeki Güç	750 mW
P_uyku	Uyku Modunda Birim Sürede Tüketilen Güç	10 mW
P_link	Veri İletiminde Birim Sürede Harcanan Güç	750 mW
P_bos	Boş Durumda Birim Sürede Harcanan Güç	500 mW
P_degisim	Kanal Değişim İçin Birim Zamanda Harcanan Güç	750 mW
P_algilama	Algılama İçin Birim Zamanda Harcanan Güç	110 mW
t_algilama	Algılama Süresi	2.5 ms

Gönderici taraf, paketi hatta göndermeden önce ön işlemeden geçirir. Ön işlemede geçen süre ve birim işlemede tüketilen enerji, paketi işlemede harcanacak toplam enerjiye etki eder. Paket işleme süresi 5 ms olarak belirlenmiş ve birim sürede harcanan güç 750 mW olarak alınmıştır.

Bu çalışmada, paket boyutları 20, 24, 30, 40, 60, 120 ve 240 byte olacak şekilde alınmış ve her bir paket boyutunun çeşitli bilişsel radyo elementleri ile optimize değerlendirmesi yapılmıştır.

Bilişsel kullanıcılar kanal algılama işlemini yaptıktan sonra uygun frekansı bulur ve frekanslar arasında geçiş yaparak gönderim ve alım işlemini gerçekleştirirler. Frekanslar arası geçişin enerji maliyetini etkileyen en önemli noktalardan birisi de iki ardısık frekans arası geçis yapılırken harcanan birim güçtür. Bu birim güç değişiminin harcanan toplam enerjiye etkisi, paket boyutu farkındalıklı olarak Şekil 7'de yer alan grafik ile analiz edilmiştir. Grafikte birim güç üzerine beş farklı analiz bulunmaktadır. Buradan, birim kanal değişim gücünün artmasının aynı paket boyutu esas alındığında harcanan toplam gücün artmasına neden olduğu görülmektedir. Bu kapsamda, birim kanal değişim gücünün yüksek olduğu ortamlarda pil kapasitesi kısıtlı cihazlar için verimsizliğin doğabileceği açık olarak ifade edilebilir. Ancak, paket boyutu da değerlendirme kapsamına alındığında optimum sonuçlar değişebilmektedir. Birim kanal değişim gücünün 250mW olduğu ortamda paket boyutunun 20 byte olması ile harcanacak toplam enerjinin, birim kanal değişim gücünün 500 mW olduğu ortamda paket boyutunun 40 byte olması ile harcanacak toplam enerjiden fazla olması, birim kanal değişim gücünün her zaman küçük olması zorunluluğunu ortadan kaldırmaktadır. Bu da CRN'lerde paket boyutuna göre optimum sonucu yakalamanın önemini ortaya koymaktadır.



Şekil 7. Birim Kanal Değişim Gücünün Paket Boyutlarına Göre Toplam Enerjiye Etkisi

Frekanslar arası geçişte enerji maliyetini belirleyen en önemli faktörlerden birisi de iki frekans arası geçiş süresidir. Dolayısıyla, geçişteki birim sürenin toplam harcanan enerjiye etkisinin analiz edilmesi de bu noktada doğru olacaktır. Şekil 8'de birim kanal değişim süresinin ve paket boyutunun değişimlerinin toplam enerjiye nasıl etki ettiği sunulmuştur. Beş farklı kanal değişim süresi ile farklı paket boyutlarının incelenmesi, optimum verimliliği yakalama noktasında yardımcı olacaktır.



Şekil 8. Birim Kanal Değişim Süresinin Paket Boyutlarına Göre Toplam Enerjiye Etkisi

Birim kanal değişim süresinin mümkün olan en küçük değerde olması, grafikten de görüleceği üzere, harcanan toplam enerjiye olumlu yönde katkı sağlamaktadır. Ek olarak paket boyutlarının hattın taşıma kapasitesine göre olabildiğince büyük seçilmesi de, toplam enerjiyi yine birim kalan değişim süresi ile aynı yönde (olumlu) etkilemektedir. Ancak, bu iki değişkenin birlikte analiz edilerek optimum verimliliğin yakalanabileceği değerlerin tercih edilmesi gerekmektedir. Grafiği incelediğimizde, birim kanal değişim süresinin 0.1 ms ve paket boyutunun 40 byte olduğu ortamdaki toplam enerjinin, kanal değisim süresinin 0.7 ms ve paket boyutunun 60 byte olduğu ortama göre daha küçük olduğu gözlenmektedir. Yani, paket boyutu büyük iken birim kanal değişim süresinin de büyük olması, paket boyutu ve birim kanal değişim süresinin daha küçük olduğu durumlara göre her zaman avantajlı değildir. Bu durum da optimum sonuca ancak iki değişkenin birlikte göz önüne alınması ile ulaşılabileceğini gösterir.

Bilindiği üzere radyo ağlarında kullanıcılar, verilerini alıcı taraflara belirlenen zaman dilimi içerisinde gönderirler. Kullanıcılar, bu zaman dilimlerinin bir kısmında paketlerini işlerken bir kısmında da iletim hattına göndererek alıcı tarafa ulaştırırlar. Gönderim tamamlandıktan sonra belirlenen zaman dilimi bitmediyse kalan zaman süresince boş durumda beklerler. Bu durum CRN'lerde de hemen hemen aynı olmakla beraber bu ağlarda ufak farklılıklar bulunmaktadır. Bu farklılıkların başlıcaları boş frekansları algılama, karar verme ve frekanslar arası geçiş yapma olarak sıralanabilir. SU kendisine tanımlanan zaman dilimi içerisinde bu işlemleri yapar ve veri gönderimini tamamlamaya çalışır. Toplam verinin büyüklüğüne göre bu zaman dilimi bazı noktalarda yeterli olmayabilir. Bu durumda da kanalın durumuna göre yani PU'nun boşta olmasına göre yeni zaman diliminden faydalanabilir. Burada en önemli parametrenin toplam veri boyutu olduğu söylenebilir. Toplam verinin alıcı tarafa ne kadar sürede iletilebileceği paket boyutuna bağlıdır. Gönderim tamamlandıktan sonra SU'nun ne kadar süre boşta bekleyeceği de harcanacak toplam enerjiye etki etmektedir. Şekil 9'da paket boyutu ve zaman diliminin değişimine göre harcanan toplam enerjinin büyüklüğü gösterilmiştir.



Şekil 9. Farklı Zaman Dilimlerinin Paket Boyutlarına Göre Toplam Enerjiye Etkisi

Şekil 9'dan da görüldüğü üzere, zaman diliminin artması, harcanan toplam enerjinin de artmasına neden olmaktadır. Bu durum paket boyutlarına göre değerlendirildiğinde ise, paket boyunun artmasıyla verinin daha büyük boyutlar halinde gönderildiği ve bundan ötürü iletim süresinin kısalması ile de harcanan toplam enerjinin azaldığı sonucuna varılır. Paket boyutu ile zaman diliminin birlikte analiz edilmesiyle harcanan toplam enerjiyi optimize etmek mümkün olmaktadır. Birim kanal değişim gücü ve birim kanal değişim sürelerinde olduğu gibi, paket boyutu ve zaman diliminin mevcut hatta göre uyarlanması ile optimum verimlilik sağlanacaktır.

Şimdiye kadar incelenen üç farklı faktörün harcanan toplam enerjiye grafiksel olarak hemen hemen aynı şekilde etki ettiği gözlenmiştir. Paket boyutlarına göre optimum verimliliğin yakalanması da yaklaşık olarak aynı şekildedir. Ancak, frekans doluluk oranına göre toplam enerjinin grafiksel değişimi, diğer üç faktörde olduğu gibi aynı değişimi göstermemektedir. Şekil 10, paket boyutu ve frekans doluluk oranlarına göre harcanan toplam enerjinin grafiksel değişimini sunmaktadır.



Şekil 10. Frekans Doluluk Oranının Paket Boyutlarına Göre Toplam Enerjiye Etkisi

Frekans doluluk oranı, SU'ların gönderim ve alım yapabileceği ortamlardaki frekansların doluluk oranını belirtir. Bu oranın yüksek olması, SU'ların gönderim ve alım için uygun frekans bulmasını zorlaştırır. Bu da algılama esnasında fazla enerji tüketimine sebep olur. Tam tersi şekilde, oranın düşük olması da frekansların boşta ve SU'lar icin uygun durumda olduklarını belirtir. Bu da SU'ların zorlanmadan frekans bulmasını ve iletisime baslamasını sağlar. Şekil 10'da da görüleceği üzere, frekans doluluk oranı yüksek olduğu zaman SU'nun harcadığı toplam enerji de yüksek olmaktadır. Özellikle çok yüksek oranlar olan 0.9 ve 0.8 oranları, harcanacak toplam enerjiyi oldukça yüksek kılmaktadır. Bu seviyelerden daha düşük doluluk oranlarında hemen hemen aynı miktarda toplam enerji da tüketilmektedir. Paket boyutuna göre incelenecek olursa, harcanacak toplam enerjinin paket boyutunun artmasıyla düştüğü söylenebilir.

Bilgisayar ağlarında veri iletim ve alımı esnasında paketlerin kaybolması olası bir durumdur. Bu durumun tespiti ve yeniden gönderimler için çeşitli metotlar bulunmaktadır. Ama tahmin edileceği üzere bu tespit ve yeniden gönderimler, gönderici ve alıcı birimler için ek enerji yükleri olarak ortaya çıkmaktadır. Paket kaybı ne kadar düşük olursa harcanacak zaman ve enerji de o kadar düşük olacaktır. Bu durumun bir analizi amacıyla, Şekil 11'de paketlerin başarısız gönderim oranlarına göre paket boyutu dikkate alınarak toplam enerjinin değişimi incelenmiştir.



Şekil 11. Başarısız Gönderim Oranın Paket Boyutlarına Göre Toplam Enerjiye Etkisi

Görüldüğü üzere başarısız gönderim ihtimalinin fazla olması, aynı paket boyutlarında harcanacak toplam enerjiyi arttırmaktadır. Çünkü paket kaybı yaşanması halinde kaybedilen paketlerin tekrar gönderilmesi gerekmektedir. Bu da enerji açısından verimsizliğe neden olmaktadır. Dolayısıyla, iletişim anında paket kaybını azaltacak önlemler verimliliği arttıracaktır.

Gönderici ve alıcı arasında toplam gönderilebilecek paket boyutunun zamana oranı verimi (throughput) ifade eder. CRN'lerde verimin en önemli değişkeni toplam bilişsel süreç olarak ifade edilebilir. Bilişsel süreç için harcanan toplam süre ne kadar fazla ise paket gönderim/alımı için kalan süre o kadar azalır. Bu durumun bir analizi Şekil 12'de yer almaktadır.



Şekil 12. Toplam Bilişsel Sürenin Değişimine Göre Paket Gönderim/Alım Veriminin Değişimi

Bilişsel süreç daha önce de bahsedildiği gibi; frekans algılama, karar verme ve değişim gibi aşamalardan meydana gelmektedir. Bilişsel süreç için harcanan süre kullanıcıya tanımlanan zaman diliminden düşüldüğü takdirde, geriye paket gönderim/alım için kullanılabilecek zaman dilimi kalmaktadır. Şekil 12'deki grafik incelendiğinde bilişsel süreç için harcanan süre ve dolayısıyla enerji arttığı takdirde zaman diliminden geriye kalan sürenin azalacağı ve verimin de aynı oranda azalacağı görülmektedir.

4 Sonuçlar

CRN'ler literatürde, gelişen teknoloji ile yaşanacak frekans kıtlığı sorununa çözüm olacak etkili bir ağ iletişim yöntemi olarak yerini almaktadır. Hem frekans verimliliği hem de frekans kıtlığı sorunlarını azaltmaya yönelik olumlu katkı sağlayacak bu yöntemin enerji açısından verimli uygulanması gerekmektedir. Uygulamanın getireceği ek yüklerin doğru yönetilmesi, özellikle de pil kapasitesi kısıtlı cihazlar için oldukça önemli bir husustur. Bundan dolayı, CRN'lerin getirmiş olduğu ek maliyetlerin paket boyutu ile birlikte verimi maksimize edecek şekilde optimize edilmesi gerekmektedir.

Bu çalışmada, CRN'lerin çeşitli parametrelerinin paket boyutu dikkate alınarak optimize edilmesi ve CRN'lerde verimlilik konuları incelenmiştir. CRN'nin değişken parametrelerine göre kullanıcıların tüketeceği enerji hesaplanmış ve bu değişimler şekillerle ifade edilmiştir. Yapılan analizler ile de CRN parametrelerinin ağın enerji yapısına ne derece etki ettiği gözlenmiştir. Bu analizlere göre, paket boyutu farkındalıklı CRN'nin değişkenlerinin optimize edilmesinin ağın verimliliğini tek bir değerin etkisinden kurtaracağı ve bu optimizasyonun hem verimliliğe hem de enerji optimizasyonuna olumlu yönde katkı sağlayacağı söylenebilir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %9

Kaynaklar

- [1] I. F. Akyildiz, W.-Y. Lee, M. C. Vuran, and S. Mohanty, NeXt generation/dynamic spectrum access/cognitive radio wireless networks: A survey, Computer Networks, 50 (13), 2127-2159, 2006. https://doi.org/10.1016/j.comnet.2006.05.001.
- [2] O. B. Akan, O. B. Karli, and O. Ergul, Cognitive radio sensor networks, IEEE Network, 23 (4), 34-40, 2009. 10.1109/MNET.2009.5191144
- [3] M. Song, C. Xin, Y. Zhao, and X. Cheng, Dynamic spectrum access: from cognitive radio to network radio, IEEE Wireless Communications, 19 (1), 23-29, 2012. 10.1109/MWC.2012.6155873
- [4] J. Mitola and G. Q. Maguire, Cognitive radio: making software radios more personal, IEEE Personal Communications, 6, (4), 13-18, 1999. 10.1109/98.788210
- [5] S. Haykin, Cognitive radio: brain-empowered wireless communications, IEEE Journal on Selected Areas in Communications, 23 (2), 201-220, 2005.
 10.1109/JSAC.2004.839380
- [6] M. Zareei, A. M. Islam, S. Baharun, C. Vargas-Rosales, L. Azpilicueta, and N. Mansoor, Medium access control protocols for cognitive radio ad hoc networks: A survey, Sensors, 17 (9), 2136, 2017. https://doi.org/10.3390/s17092136
- [7] A. Jamal, C.-K. Tham, and W.-C. Wong, Dynamic packet size optimization and channel selection for cognitive radio sensor networks, IEEE Transactions on Cognitive Communications and Networking, 1 (4), 394-405, 2015. 10.1109/TCCN.2016.2531082
- [8] M. Awasthi, M. J. Nigam, and V. Kumar, Energy efficient sensing, transmitting time and transmission power for cognitive radio networks, in 2017 14th IEEE India Council International Conference (INDICON), pp. 1-5, Roorkee, India, 2017.
- [9] E. F. Orumwense, T. J. Afullo, and V. M. Srivastava, Secondary user energy consumption in cognitive radio networks, in AFRICON 2015, pp. 1-5, Addis Ababa, Ethiopia, 2015.
- [10] S. Agarwal and S. De, Impact of channel switching in energy constrained cognitive radio networks, IEEE Communications Letters, 19 (6), 977-980, 2015. 10.1109/LCOMM.2015.2416334
- [11] H. Ali, A. Khattab, and M. Fikri, Energy-efficient cooperative sensing for cognitive wireless sensor networks, in 5th International Conference on Energy Aware Computing Systems & Applications, pp. 1-4, Cairo, 2015.
- [12] T. Thanuja, K. A. Daman, and A. S. Patil, Optimized spectrum sensing techniques for enhanced throughput in cognitive radio network, in 2020 International Conference on Emerging Smart Computing and Informatics (ESCI), pp. 137-141, Pune, India, 2020.

- [13] M. Yigit, H. U. Yildiz, S. Kurt, B. Tavli, and V. C. Gungor, A survey on packet size optimization for terrestrial, underwater, underground, and body area sensor networks, International Journal of Communication Systems, 31 (11), e3572, 2018. https://doi.org/10.1002/dac.3572
- [14] A. D. Sezer and S. Gezici, Average capacity maximization via channel switching in the presence of additive white Gaussian noise channels and switching delays, IEEE Transactions on Wireless Communications, 15 (9), 6228-6243, 2016. 10.1109/TWC.2016.2582150
- [15] X. Li, D. Wang, J. McNair, and J. Chen, Dynamic spectrum access with packet size adaptation and residual energy balancing for energy-constrained cognitive radio sensor networks, Journal of Network and Computer Applications, 41, 157-166, 2014. https://doi.org/10.1016/j.jnca.2013.11.001
- [16] Cheng, G., Liu, W., Li, Y., and Cheng, W., Spectrum aware on-demand routing in cognitive radio networks, In 2007 2nd IEEE International Symposium on New Frontiers in Dynamic Spectrum Access Networks, pp. 571-574, IEEE, Dublin, Ireland, 2007.
- [17] Kim, H. and Shin, K.G., Efficient Discovery of Spectrum Opportunities with MAC-Layer Sensing in Cognitive Radio Networks, IEEE Transactions on Mobile Computing, 7(5), 533–545, 2010. 10.1109/TMC.2007.70751
- [18] Cheng, G., Liu, W., Li, Y., and Cheng, W., Joint ondemand routing and spectrum assignment in cognitive radio networks, In 2007 IEEE international conference on communications, pp. 6499-6503, IEEE, Glasgow, UK, 2007.
- [19] Namboodiri, V., Are cognitive radios energy efficient? A study of the wireless LAN scenario, In 2009 IEEE 28Th international performance computing and communications conference, pp. 437-442, IEEE, Scottsdale, AZ, USA, 2009.
- [20]Namboodiri, V. and Gao, L., Energy-Efficient VoIP over Wireless LANs, IEEE Transactions on Mobile Computing, 9(4), 566–581, 2010. 10.1109/TMC.2009.150
- [21] Bayhan, S., Zheng, L., Chen, J., Di Francesco, M., Kangasharju, J., and Chiang, M., Improving cellular capacity with white space offloading, In 2017 15th International Symposium on Modeling and Optimization in Mobile, Ad Hoc, and Wireless Networks (WiOpt), pp. 1-8, IEEE, Paris, France, 2017.
- [22] Krishnamurthy, S., Thoppian, M., Venkatesan, S., and Prakash, R., Control channel based MAC-layer configuration, routing and situation awareness for cognitive radio networks, In MILCOM 2005-2005 IEEE Military Communications Conference, pp. 455-460, IEEE, Atlantic City, NJ, 2005.
- [23] Ma, H., Zheng, L., and Ma, X, Spectrum aware routing for multi-hop cognitive radio networks with a single transceiver, In 2008 3rd International Conference on Cognitive Radio Oriented Wireless Networks and

Communications (CrownCom 2008), pp. 1-6. IEEE, Singapore, 2008.

- [24] Marougi, S. D., Frequency-switching speed and posttuning drift measurement of fast-switching microwavefrequency synthesisers, IET Science, Measurement & Technology, 1(2), 82-86, 2007. 10.1049/ietsmt:20060011
- [25] Gozupek, D., Buhari, S. and Alagoz, F., A spectrum switching delay-aware scheduling algorithm for centralized cognitive radio networks, IEEE Transactions on Mobile Computing, 12(7), 1270–1280, 2013. 10.1109/TMC.2012.101
- [26] Arkoulis, S., Anifantis, E., Karyotis, V., Papavassiliou, S., and Mitrou, N., On the optimal, fair and channelaware cognitive radio network reconfiguration, Computer Networks, 57(8), 1739-1757, 2013. https://doi.org/10.1016/j.comnet.2013.03.004
- [27]Chen, J., Li, H., Wu, J., and Zhang, R., Starp: a novel routing protocol for multi-hop dynamic spectrum access networks, In Proceedings of the 1st ACM workshop on Mobile internet through cellular networks, pp. 49-54, Beijing China, 2009
- [28] Chowdhury, K. R., and Felice, M. D., Search: A routing protocol for mobile cognitive radio ad-hoc networks, Computer Communications, 32(18), 1983-1997, 2009. https://doi.org/10.1016/j.comcom.2009.06.011
- [29] Filippini, I., Ekici, E., and Cesana, M., Minimum maintenance cost routing in cognitive radio networks, In 2009 IEEE 6th International Conference on Mobile Adhoc and Sensor Systems pp. 284-293, IEEE, Macau, China, 2009.
- [30] Guirguis, A., and ElNainay, M., Channel selection scheme for cooperative routing protocols in cognitive radio networks, In 2017 International Conference on Computing, Networking and Communications (ICNC), pp. 735-739, IEEE, Silicon Valley, CA, USA, 2017.
- [31] Demirci, S., and Gözüpek, D., Switching cost-aware joint frequency assignment and scheduling for industrial cognitive radio networks, IEEE Transactions on Industrial Informatics, 16(7), 4365-4377, 2019. 10.1109/TII.2019.2950563
- [32] Arat, F., and Demirci, S., Channel Switching Cost-Aware Energy Efficient Routing in Cognitive Radio-Enabled Internet of Things, Mobile Networks and Applications, 27(4), 1531-1550, 2022. https://doi.org/10.1007/s11036-022-02039-w

- [33] Agarwal, S., and De, S., Dynamic spectrum access for energy-constrained CR: single channel versus switched multichannel, IET Communications, 10(7), 761-769, 2016. https://doi.org/10.1049/iet-com.2015.0523
- [34] Bayhan, S., and Alagoz, F., Scheduling in centralized cognitive radio networks for energy efficiency, IEEE Transactions on Vehicular Technology, 62(2), 582-595, 2012. 10.1109/TVT.2012.2225650
- [35] Celik, A., and Kamal, A. E., Green cooperative spectrum sensing and scheduling in heterogeneous cognitive radio networks, IEEE Transactions on Cognitive Communications and Networking, 2(3), 238-248, 2016. 10.1109/TCCN.2016.2608337
- [36] Shami, N., and Rasti, M., A joint multi-channel assignment and power control scheme for energy efficiency in cognitive radio networks, In 2016 IEEE Wireless Communications and Networking Conference, pp. 1-6, IEEE, Doha, Qatar, 2016.
- [37] D. Gözüpek and F. Alagöz, An interference aware throughput maximizing scheduler for centralized cognitive radio networks, in 21st Annual IEEE International Symposium on Personal, Indoor and Mobile Radio Communications, pp. 1527-1532, Istanbul, Turkey, 2010.
- [38] Shu, T., Krunz, M., and Vrudhula, S., Joint optimization of transmit power-time and bit energy efficiency in CDMA wireless sensor networks, IEEE Transactions on Wireless Communications, 5(11), 3109-3118, 2006. 10.1109/TWC.2006.04738
- [39] C. Majumdar, D. Lee, A. A. Patel, S. Merchant, and U. B. Desai, Packet-size optimization for multiple-input multiple-output cognitive radio sensor networks-aided internet of things, IEEE Access, 5, 14419-14440, 2017. 10.1109/ACCESS.2017.2687083
- [40] Namdar M., Basgumus A., Outage Performance Analysis of Underlay Cognitive Radio Networks with Decode-and-Forward Relaying book chapter in Cognitive Radio (Editor: T. Trump), IntechOpen, ISBN: 978-953-51-3338-4, pp. 25-37, 2017.
- [41] Namdar M., Ilhan, H., Exact closed-form solution for detection probability in cognitive radio networks with switch-and-examine combining diversity, IEEE Transactions on Vehicular Technology, 67(9), 8215-8222, 2018. 10.1109/TVT.2018.2840227



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 656-662



Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



PAH, PCB ve PBDE'lerin iç/dış ortam toz konsantrasyon oranlarının karşılaştırılması

Comparison of indoor to outdoor concentration ratios of dust for PAHs, PCBs and PBDEs

Mihriban Civan^{1,*} 🝺

¹ Kocaeli Üniversitesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, 41001, Kocaeli Türkiye

Öz

Özellikle son 50 yılda insan nüfusunun kırsal kesimlerden şehirlere doğru kayması ile birlikte gerek sanayi gerekse yoğun yaşam mahallerinin neden olduğu hava kirliliği özelikle üst solunum ve buna bağlı diğer hastalıkların artmasına neden olmaktadır. Özellikle büyük şehirlerde yaşayanlar, zamanlarının büyük bir bölümünü iç mekanlarda geçirdikleri için son zamanlarda dış ortam havasının yanı sıra iç hava kalitesi de insan sağlığı için önemli olmaya başlamıştır. Bu çalışmada, 2016 yılı Şubat ve Mart aylarında Kocaeli'deki 80 evin iç ve dış mekan tozları es zamanlı olarak toplanmıştır. 16 Poliaromatik Hidrokarbon (PAH), 14 Polibromlu difenil eter (PBDE) ve 15 Poliklorlu bifenil (PCB) için toz örnekleri analiz edilmiştir. PAH için ölçülen İç ortam/Dış Ortam (I/O) oranları (1.1-3.2 arasında), PBDE (1.9 ila 7.2 arasında) ve PCB (1.8-7.9 arasında) I/O oranlarına göre düşüktür. PBDE ve PCB I/D oranları birbirine yakın değerler bulunmuştur. Sanayi ve trafik yoğun bir şehirde I/D oranlarının 1'den büyük olması ve PBDE ve PCB için bu değerlerin yaklaşık 8 kata kadar çıkması iç ortam hava kalitesinin önemini göstermektedir. Bu sebeple iç ortam hava kalitesinin düzenlenmesi için bazı önlemler alınmalıdır.

Anahtar kelimeler: İç ortam/dış ortam (I/D) oranı, Ev tozu, Sokak tozu, Poliaromatik Hidrokarbonlar (PAH), Polibromlu Difenil Eter (PBDE), Poliklorlu Bifeniller (PCB)

1 Giriş

Türkiye'de 1920'li yıllarda nüfusun %76'sı köy ve beldelerde yaşarken 2022 yılına geldiğimizde bu oran tersine dönmüş ve sanayinin de gelişmesi ile birlikte nüfusun %76'sı kentlerde yaşamaya başlamıştır [1]. Kentlerde yaşayan insanlar iç ve dış ortamda farklı türde kaynaklardan salınan kirleticilerden etkilenirler. Dış ortamda araç ve endüstri tesisleri baskın kaynak iken iç ortamda mobilyalar, bina malzemeleri, temizlik ve tüketim malzemeleri ve sigara dumanı ana kaynaktır [2]. Ayrıca havalandırma süresine bağlı olarak dış ortam kirlilikleri iç ortamda birikim yapar. Günümüzde insanlar pandeminin de etkisiyle evlerinde daha fazla vakit geçirmeye, belli sektörlerde çalışanlar ise işyerlerine gitmeden evlerinden çalışmaya başlamışlardır. Zaten modern yaşamın etkisiyle iç ortamlarda geçirilen süre

Abstract

In past 50 years, with migration of human population from rural to urban areas, both industrialization and urbanization bring with air pollutions problems and consequently cause to increase respiratory and other corresponding diseases. Since people, especially those living in urban areas, spend more than 90% of their time indoors, recently indoor air quality has been paid attention as well as ambient air quality. In the current study, the indoor and outdoor dusts of 80 houses in Kocaeli were simultaneously collected in February and March in 2016. The 16 Polyaromatic Hydrocarbons (PAHs), 14 Polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) and 15 Polychlorinated biphenyls (PCBs) were detected. Indoor to Outdoor (I/O) ratio for PAHs (ranging from 1.1 to 3.2) were not detected as high as PBDEs (range from 1.9 to 7.2) and PCBs (ranging from 1.8 to 7.9). The I/O ration for PBDEs and PCBs were comparable. Larger than one of I/O ratios in such a city with high loading of industrial and traffic and these ratios reached to 8 for PBDEs and PCBs indicated the importance of indoor air quality. Therefore certain precautions to regulate indoor air quality should be considered.

Keywords: Indoor/outdoor (I/O) ratio, House dust, Street dust, Polyaromatic Hydrocarbons (PAHs), Polybrominated Diphenyl Ethers (PBDEs) and Polychlorinated Biphenyls (PCBs)

fazla iken pandeminin de etkisiyle yeni yaşam tarzlarının şekillenmeye başlaması sonucu evlerde geçirilen süreler artmaya başlamıştır. Bu durum ev iç ortam hava kalitesinin daha da önem kazanmasına sebep olmuştur. İç ortam havası hem içeride bulunan malzeme salınımlarından, hem de dışarıdan gelen kirli havadan dolayı birikim yapmaktadır. İç ortamda yapılan çoğu çalışma, kirleticilerin sadece iç ortam seviyelerini belirlemeye yönelik olduğundan dış ölçüm yapılmamış dolayısıyla iç ortamın dış ortam kirliliğinden ne derece etkilendiği değerlendirilememiştir. Özellikle yoğun endüstrileşmiş kentlerde yapılan iç ortam çalışmalarında dış ortam katkısı ayrı bir öneme sahiptir.

Son zamanlarda iç ve dış ortamda bulunan kirleticilerin olumsuz sağlık etkilerinden dolayı en çok bahsi geçen kirletici grubu Kalıcı Organik Kirleticiler (KOK)'ler

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: mihriban.civan@kocaeli.edu.tr (M. Civan) Geliş / Recieved: 18.08.2022 Kabul / Accepted: 03.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1164032

olmuştur. KOK grubu kirleticiler, yarılanma süreleri uzun, lipofilik özelliklerinden dolayı yağ dokuda birikme eğiliminde ve bozulmaya karşı dirençli oldukları için bulundukları ortamda bozulmadan uzun yıllar kalabilmektedirler. Yağ dokuda biriktikleri için besin zincirine dahil olarak biyolojik birikime uğrayan ve bu yolla insan sağlığına ve çevre üzerinde zararlı etkilere yol açan kimyasallardır [2]. KOK grubu kirleticilerin bir kısmı ticari olarak üretilirken (PCB, PBDE gibi) bir kısmı da organik maddenin eksik yanması sonucu (PAH'lar) oluşmaktadır [3,4].

Ticari olarak sentezlenen ilk kimyasallardan olan Poliklorlu Bifeniller (PCB'ler) bozulmaya karşı dirençli olmaları, kanserojenik etkileri, bağışıklık, üreme, sinir sistemine olumsuz etkileri, endokrin bozucu özellikleri ve Hodgkin dışı lenfomaya (NHL) sebep olma ihtimallerinden dolayı Stokholm sözleşmesi ile 2001 yılında üretimi, satışı ve kullanımı yasaklanmıştır [5]. PCB'lerin, insan sağlığı üzerine olumsuz etkilerinden dolayı yasaklanması ile Polibromlu Difenil Eter (PBDE)'ler "yangın geciktirici" kimsayal olarak üretilerek ürünlere ilave edilmeye başlanmıştır. Ancak PBDE'lerin canlılar üzerinde "endokrin bozucu" etkisi olduğu kanıtlanmasıyla PBDE'lerin de üretimi ve kullanımı yasaklanmış veya sınırlandırılmıştır [6]. 179 ülkenin taraf olduğu Stockholm Sözleşmesi'ni ülkemiz 23.05.2001 tarihinde imzalamış ve 12.10.2010 itibari ile taraf olmuştur [7]. Ülkemizde hava, pencere filmi, anne sütü, biota iç ortam tozu ve havası gibi farklı matrislerde yapılan calısmalarda PBDE'lerin görülmesi, söz konusu kimyasalların ülkemizde çevresel ortamlarda mevcut olduğunu göstermektedir [6].

İç ve dış ortamlarda yüksek konsantrasyonda bulunan ve eksik yanma sonucu oluşan Poli Aromatik Hidrokarban (PAH)'lar olumsuz sağlık etkileri kanıtlanmış kirleticlerdir. PAH'lar yüksek miktarlarda endüstri tesislerinden, ısınma amaçlı yanma sonucu oluşan emisyonlardan ve araç egzoslarından kaynaklanmaktadır. İç ortamdaki PAH kirliliği hem dış ortamdan gelen birikim ile hem de iç ortamda sigara dumanı, yemek pişirme veya ısınma amaçlı soba, kuzine, şömine yanmasından kaynaklanmaktadır. Sigara dumanından kaynaklanan PAH kirleticileri az miktarda olmasına rağmen sağlık riski açısından en fazla tehdit oluşturan kaynaklar arasındadır [8].

İç ve dış ortamda bulunan bu kirleticilerin seviyeleri gaz fazı veya çöken tozdaki konsantrasyonları ölçülerek değerlendirilir. Son zamanlarda hem iç hem dış ortamdaki kirlilik seviyelerinin belirlenmesi toz ölçümleri ile yapılmaya başlanmıştır. Kirleticileri toz üzerinde tespit etmek, tozlara kolay ulaşılabilmesi, geniş yüzey alanlarına sahip olmaları, farklı kaynaklardan çıkan çok sayıda kirleticiyi barındırmaları ve bulunduğu ortam için kirlilik seviyesi göstergesi olmasından dolayı son zamanlarda iç veya dış ortamda tozda PAH, PCB, PBDE gibi kirleticilerin ölçümleri artmıştır [9,10]. Her ne kadar iç ve dış ortam toz kirletici seviyelerinin ölçüldüğü, olası sağlık risklerinin tahmin edildiği çalışmalar artmış olsa da ölçülen kirleticilerin iç ve dış ortamda konsantrasyon oranlarını hesaplayan çalışmalar son derece azdır. Iç ortam/Dış ortam (I/O) oranları insan maruziyeti açısından ve kirletici

kaynaklarını tahmin edebilmek için oldukça önemli bir göstergedir. Örneğin iç ortam kirliği dış ortamdan çok fazla etkileniyorsa iç ortam hava kalitesini artırmak için sadece iç ortam salınımlarını düşürmek yeterli olmayacaktır. Bu sebeple iç ortam kirliliklerinin hangi kaynaklardan salınım yaptığını araştırmak, etkili hava kalitesi planlaması vapabilmek için oldukça önemlidir. Bu çalışmada, aynı toz matriksinde bulunan 3 farklı KOK grubu kirletici olan PAH, PCB ve PBDE'lerin 80 farklı ev ve ev dışı tozundan alınan örneklerinde ic ortam ve dış ortam konsantrasyon oranlarını değerlendirmiştir. Bu sebeple özellikle pandemi ile birlikte evlerde geçirdiğimiz sürelerin arttığı bu günlede sağlık riski açısından önemli olan kirleticilerin iç ortam/ dış ortam seviyelerini bilmek, daha iyi iç ortam koşullarını oluşturmak için atılacak adımlardan etkin sonuçlar elde edebilmek için faydalı bir önbilgi olacaktır.

2 Materyal ve metot

2.1 Örnekleme

Kocaeli ilini temsil edecek 8 ilçe belirlenmiş ve bu 8 ilçe kent kirliliğini temsil eden (İzmit, Gölcük, Karamürsel), endüstri kirliliği yoğun olan (Gebze, Dilovası, Çayırova), nispeten temiz bölgeleri temsil eden (Kartepe ve Kandıra) ilçelerinde bulunan evlerde ölçümler yapılmıştır. Evlerin farklı dış ortam kirlilik seviyelerini temsil etmeleri için mümkün olduğunca farklı mahallelerden seçilmeye dikkat edilmiştir. Proje başlamadan önce evler ziyaret edilmiş, araştırma ile ilgili bilgi verilip izin yazısı onaylatılmıştır.

Örnekleme yapılan semtlerin kirlilik yönünden özellikleri ve örnek nokta sayıları Tablo 1'de, evlerin konumu Şekil 1.'de gösterilmiştir. İç ortam kirliğini temsil etmesi için örnekleme iç/dış hava akışının en az olduğu kış mevsiminde gerçekleştirilmiştir. Bir hafta boyunca süpürülmeyen evlerde toz örneklemesi proje ekibine ait Hepa 14 filtresi olan (> 0.3 µm çapındaki partülleri 99.5% verim ile toplayan) NILFISK Elite model süpürge ile yapılmıştır. Her örnekleme evi için yeni toz torbası kullanılmış, süpürge ucu ve borusu izooktan ile temizlenmiştir. Örneklerin toplanması ve taşınması sırasında herhangi bir kirlenme olup olmadığının kontrol edebilmek için 4 saat süreyle 450 °C'de şartlandırılmış susuz sodyum sülfat arazi şahidi olarak kullanılmıştır. Şartlandırılmış sodyum sülfat evde isooktan çözeltisi ile temizlenmiş bir alana (yaklaşık 1 m²) dökülüp, yeni bir toz torbası takılmış süpürge ile süpürülmüş daha sonra toz torbası diğer örneklerle birlikte laboratuvara götürülmüstür [11]. Arazi şahidine örneklere yapılan aynı işlemler uygulanmıştır. Dış örnekleme için ise isooktan ile temizlenmiş faraş ve firça kullanılmıştır. Evin/apartmanın giriş kapısının önünde çöken toz, faraş ile süpürülmüş ve yine isoktan ile temizlenip alüminyum folyo sarılmış cam kavanozda toplanmıştır. İç ve dış toz örnekleri ve varsa arazi şahidi aynı gün içinde Kocaeli Üniversitesi Çevre Mühendisliği bölümü GC-MS laboratuvarında bulunan derin dondurucuda muhafaza edilmiştir.

Laboratuvarda öncelikle örnekler 100 µm paslanmaz çelik elek ile elenmiş daha sonra toz örneklerden saç kılı, taş gibi yabancı maddeler temizlenmiştir. Tartımı yapılan toz örnekleri amber bir şişede ekstraksiyon işlemine kadar laboratuvarda bulunan derin dondurucuda muhafaza edilmiştir. Ekstraksiyon ve kolon temizleme işlemleri için Cetin [12] tarafından kullanılan yöntem küçük değişiklikler yapılarak uygulanmıştır. 2 gr örnek üzerine 1 µl geri kazanım standardı ve 15 ml acetone: hexane (1:1) çözeltisi eklenerek bir gece bekletilmiştir. Ardından 1 saat ultrasonik banyoda bekletilen çözeltinin üst kısmı alınarak dönel buharlaştırıcı ile ve azot altında hacmi düşürülmüştür.

Kolon temizleme işlemi için alumina (6% deaktive edilmiş), silika jel (5% deaktive edilmiş) kullanılmıştır. 1 cm çapındaki kolona sırasıyla sodyumm sulfat, alumina (2 g), slika jel (3 g) ve cam yünü (1 g) eklenmiştir. Öncelike kolon 30 ml petrolyum eter (PE) ve 20 ml dikolorometan (DCM) ile temizlenmiş ardından örnek eklenmiştir. Sonrasında kolondan geçirilen 60 ml PE ilk elut olmuş, daha sonra DCM ile ikinci elut alınmıştır. Elut hacimleri dönel buharlaştırıcı ile 5 ml'ye düşürülmüş daha sonra azot altında 1 ml düşürülerek analize hazır hale getirilmiştir. İlk elutda PCB ve PBDE, ikinci elutda ise PAH analizi yapılmıştır.

Tablo 1. Örnekleme yapılan semtler ve örnek sayıları

Semt	Kirlilik Türü	Örnekleme yapılan ev sayısı
İzmit	Kent	10
Gölcük	Kent	10
Karamürsel	Kent	10
Gebze	Sanayi	10
Dilovası	Sanayi	10
Çayırova	Sanayi	10
Kartepe	Kırsal	10
Kandıra	Kırsal	10
8 ilçe	3 farklı bölge	80



Şekil 1. Örnekleme yapılan evlerin konumları (maps.googleearth, 2016)

2.2 Analiz

Analizler hedef 16 PAH, 15 PCB ve 14 PBDE kirleticileri için kalibre edilmiş Agilant marka 7890B MS ve ECD dedektörlü 7890N Gaz Kromotografi cihazı ile yapılmıştır. PBDE analizi için firim programı, 100 C⁰'de 1 dakika bekleme, dakikada 8 C⁰ artışla 320 C⁰'ye çıkma ve burada 6 dakika beklemektedir. PCB analizi için firin programı: 80 C⁰'de 2 dakika bekleme daha sonra dakikada 30 C⁰ artışla 320 C⁰ ulaşma ve burada 10 dakika bekleme şeklindedir. PAH analizi için firim programı: 50 C⁰'de 1 dakika bekleme, dakikada 25 C⁰ artışla 200 C⁰'ye ve

dakikada 8 C⁰ artışla 300 C⁰'ye çıkma ve burada 8 dakika beklemektedir. Enjeksiyon bölgesi sıcaklığı 295 C⁰'dir. PBDE için 3 ul enjeksiyon PAH ve PCB için 1 ul splitless mod'da enjeksiyon yapılmıştır.

Geri kazanım standartlarından asenaften d10 ($65 \pm 14\%$), perlen d10 ($71 \pm 12\%$), krisen_d10 ($73 \pm 17\%$), fenantren_d10, ($76 \pm 19\%$), $13C^{12}$ BDE-47 (68.2 ± 11), $13C^{12}$ BDE 203 ($61.7 \pm 6\%$), PCB14 ($73 \pm 11\%$), PCB 65 ($77 \pm 10\%$) ve PCB 168 ($81 \pm 14\%$) için hesaplanmıştır. Arazi şahidinde ölçülen kirleticilerin sonucu örnek sonuçlarından çıkartılarak şahit düzeltmesi yapılmıştır. Şahitlerde ölçülen kirleticiler örnekte ölçülen konsantrasyonların %9'unu geçmemiştir.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 PBDE I/O orani

İç ortam tozunda toplam PBDE (Σ_{14} PBDE) konsantrasyonları 25.68 ng/g ile 5239 ng/g arasında değişirken ortalaması 817.5 ng/g olarak ölçülmüştür. PBDE'ler eklendikleri ürün ile kovalent bağ oluşturmadıkları için doğrudan veya aşınma ile ortama salınır [13]. PBDE'lerin iç ortama salınımları gaz fazında, üzerindeki cöken toza adsorblanması yoluyla ve malzemenin aşınması ile gerçekleşmektedir [14]. Abafe ve Martincigh [15] BDE 209 ile iç ortamdaki elektronik cihazlar arasında korelasyon tespit etmiştir. Bu sebeple evlerde bulunan elektronik ev aletlerinin ve mobilya sayılarındaki değişkenlik ve evlerin fiziksel koşullarının farklılığı en yüksek ve en düşük konsantrasyonlar arasında dikkate değer bir farka sebep olabilmektedir. Dış ortam tozu toplam PBDE (Σ_{14} PBDE) konsantrasyonları ise 4.82 ng/g ile 1643 ng/garasında değişirken 218.56 ng/g ortalama ile iç ortam tozlarına kıyasla daha düşük seviyelerde ölçülmüştür.

I/D (İç ortam/Dış Ortam) oranı kirleticinin iç ortam ya da dış ortam kaynaklı olduğunu anlayabilmek için faydalı bir değerlendirmedir. I/D oranının birden büyük olması bu kirletici için baskın kirletici kaynağının iç ortam olduğunu göstermektedir. Şekil 2'de her bir PBDE kirleticileri için ortalama I/D oranı gösterilmiştir. PBDE için I/D oranı 1,8 ila 3.1 arasında değişmektedir. Örnekleme noktalarını kaynak noktalarına yakınlığına göre gruplandırdığımızda Σ_{15} PBDE icin ortalama I/D oranları 3.8 (kent), 2.9 (endüstri) ve 3.1 (kırsal) olarak hesaplanmıştır. Partikül maddeler için Rojas-Bracho vd. [16] ve Bahadori vd. [17] tarafından yapılan bir çalışmada havalandırma süresinin artmasının I/D oranının azalmasına sebep olduğunu tespit etmişlerdir. Bu çalışmanın kış ayında yapıldığından I/D oranlarının bütün kirleticiler için yüksek olması beklenir. Ancak PBDE'ler iç ortamda kullanılan malzemelere eklenen kimyasallar olduğundan iç ortam seviyelerinin daha yüksek olması beklenmektedir. Her bir ev için I/D oranına bakıldığında ise bu değerler 1.9 (BDE-99) ila 7.2 (BDE-209) arasında değişmektedir. I/D oranlarının evler arasında bu kadar farklılık göstermesi, birincil/ikincil kaynağın etkisi, sosyo-ekonomik durum, iç ortamı temizleme sıklığı (toz yaşı), farklı atmosferik koşullar, farklı iç ortam koşulları, havalandırma süresi gibi çok sayıda parametreye bağlı olmaktadır [18, 19, 20]. Bu sebeple kent ve kırsal bölge I/D oranları arasında dikkate değer bir fark bulunmamıştır. Bütün evlerde ölçülen BDE-209 kirleticisi için I/D değerleri ise diğer PBDE'lere göre yüksek hesaplanmıştır. Penta ve okta PBDE karışımları Stokholm Sözleşmesinde öncelikli kirleticiler olarak listelenmiş olup ülkemiz dahil Amerika Birleşik Devletleri'nin çeşitli eyaletlerinde, Avrupa Birliği, Çin ve Japonya gibi coğu ülkede üretimi, kullanımı, ithalatı ve ihracatı vasaklanmıştır [21]. Ancak "Bromine Science Environmental Forum (BSEF)'in paylaştığı bilgiler doğrultusunda toplam PBDE üretiminin %83'ünü olusturan deka-BDE karışımları piyasada en yaygın olarak bulunmakta ve şu anda ülkemiz de dahil birçok ülkede ticari olarak kullanılmaktadır [22]. Bu sebeple kullanımı devam eden BDE-209'un iç ortam seviyeleri diğer PBDE'lere göre daha yüksektir.

3.2 PAH I/D orani

Ev tozu toplam PAH (Σ_{16} PAH) konsantrasyonları 253,81 ng/g ila 29999 ng/g arasında değişirken 6196 ng/g ortalama konsantrasyon ölçülmüştür. Kış mevsimi olmasına rağmen sokak tozu toplam PAH konsantrasyonları iç ortama göre daha düşük ölçülmüştür. Dış ortam Σ_{16} PAH konsantrasyonları 36.12 ng/g ila 11812 ng/g arasında değişirken 2648 ng/g ortalamaya sahip olduğu görülmüştür.

PAH kirleticileri için İç ortam/Dış ortam oranları çok değişkenlik göstermektedir. Her bir PAH kirleticisi için ortalama I/D değerleri Şekil 3'de verilmiştir. Bütün örnekleme noktalarının ortalama I/D PAH seviyeleri 1,1 (Flt+Pyr) ila 3.2 (Ind) arasında değişmektedir. Örnekleme dönemi boyunca ortalama atmosfer sıcaklığı Şubat ayında 6,7°C Mart ayında ise 8.7°C ölçülmüştür. Ayrıca sıcaklık gazların dağılımını ve atmosferik reaksiyon oranlarını da etkilemektedir [4]. Örnekleme yapılan 62 evde ısınma amaçlı doğalgaz, 16 evde soba, 12 evde doğalgaz+şömine ile ısıtılmıştır. Ayrıca bu evlerin 13'ünde sigara içilmektedir. I/D oranlarının birden büyük olmasının sebeplerinden biri de ısınma amaçlı yakılan yakıttan kaynaklanan PAH emisyonudur. Biyokütle yanması sonucu sobalı evlerde yüksek bulunan BaP konsantrasyonu I/D oranının ortalama 2.8 gibi yüksek bir değer çıkmasına sebep olmuştur. Benzer şekilde Cao vd [23] iç, ortam, dış ortam kişisel örnekleme ile yaptığı çalışmada sigara içilen evlerde BgP, BaP ve DahA oranlarının yüksek olduğunu ve tüm PAH maruziyetine %30 katkı sağladığını hesaplamıştır.

PAH kirliliğinin ana kaynağı ısınma amaçlı biyokütle yakılması ve egzos emisyonları olduğundan dış ortamda özellikle kış mevsiminde yapılan örneklemelerde yüksek oranlarda PAH konsantrasyonları ölçülmüştür [24, 25]. Kış mevsiminde yüksek konsantrasyonlar ölçülmesinin nedeni kaynakların artması yanında meteorolojik olaylar etkili olmaktadır. Kış mevsiminde karışım yüksekliğinin düşük olmasında dolayı seyrelmenin azalması, ısı ve güneşin etkisiyle bozulma oranlarının düşmesi dış ortam PAH seviyelerini etkilemektedir. Ana kaynağı dış ortam olan bu kirletici için I/D oranı 1'den düşük beklenebilir. Ancak iç ortam alanlarının dar olması, yalıtımdan dolayı binanın hava almasının engellenmesi, kış mevsiminden dolayı sınırlı havalandırma yapılması, biyolojik/kimyasal bozulmaların az olması iç ortamda bulunan PAH kirleticilerinin birikim yapmasına sebep olmuş olabilir [26].

3.3 PCB I/D orani

İç ortam ev tozu toplam PCB konsantrasyonu (Σ_{15} PCB) 1.71 ile 418.17 ng/g aralığında değişirken ortalama değeri 38.94 ng/g olarak ölçülmüştür. Dış ortam tozunda ise toplam PCB konsantrasyonu (Σ_{15} PCB) 0.34 ile 87.84 ng/g aralığında değişmektedir (ortalama: 6.05 ng/g).

Kocaeli endüstrileşmiş ve yoğun trafiğe sahip bir şehir olmasına rağmen dış ortamdan çok iç ortam seviyeleri oldukça yüksek ölçülmüş ve her PCB izomerinin I/D oranları birden büyük bulunmuştur (Şekil 4). Şekilde görüldüğü üzere PCB 194 kirleticisinin ortalama I/D oranları 7,9 ile en yüksek farka sahip izomerdir. Bunun yanında hem düşük hem de yüksek molekül ağırlığa sahip PCB'lerin (PCB 20, -44, 149+118,-153, -138) izomerlerin I/D oranları 6'dan yüksektir. Çevre ve Şehircilik Bakanlığı tarafından 2015 yılına kadar 5 milyon ton yasaklanmış PCB'li yağlar ve ekipmanlar imha edilmistir. Bu doğrultuda 2025 yılına kadar PCB içeren tüm ekipmanların kullanımdan kaldırılması planlanmaktadır. Ölçüm sonuçları değerlendirildiğinde Bakanlık tarafından alınan önlemlerin etkisiyle dış ortam PCB seviyeleri oldukça düştüğü ancak I/D oranlarının yüksek olduğu ve iç ortam PCB salınımlarının devam ettiğini göstermektedir [26]. Yine proje ekibi tarafından hazırlanan başka bir makalede bahsedilen faktör analiz sonuçlarına göre iç ortam PCB seviyeleri ticari PCB kullanımından etkilenmektedir. İç ortamda kaynağın iç ortamda sürekli bulunması iç ortam PCB salınımlarının devamlılığına sebep olmaktadır.



Şekil 2. PBDE kirleticilerin I/D oranları


Şekil 3. PAH kirleticilerin I/D oranları



Şekil 4. PCB kirleticilerin I/D oranları

Özellikle toz fazı kirletici konsantrasyonları tozun malzeme ile temas ettiği sürenin artması ile artmaktadır. Bi vd. [27] tozların doğrudan kaynağa temas süresinin tozda ölçülen kirletici konsantrasyonlarını arttırdığını ve sadece iki günlük kaynak-toz temasından sonra deney öncesi seviyeden 12 kat daha yüksek olduğu belirlemişlerdir. Bu sebeple bu çalışmada da iç ortam tozlarında hala dış ortama kıvasla yüksek seviyede PCB ölçülmüştür. Benzer şekilde Wang vd. [28] tarafından Çin/Pearl River Delta'da kent, endüstri ve kırsal bölgelerde iç ortam tozunda ölçülen PCB'lerin dış ortam oranlarının farkının 100 kata kadar çıktığını tespit etmişlerdir. Bu çalışmada ölçülen hem dış hem iç ortamda en yüksek katkı yapan kirleticiler PCB 31+28 (iç ortam ortalama: 4.82 ng/g; dış ortam ortalama: 0.546 ng/g) ve PCB 153 izomeridir (iç ortam ortalama: 4.89 ng/g; dış ortam ortalama: 0.511 ng/g). Bu kirleticiler dışında PCB 101 dış ortamda PCB 138 ise iç ortamda yüksek ölçülmüştür.

4 Sonuçlar

Kocaeli ili genelinde 80 evin iç ortamında ve evlerin hemen dışında toz örnekleri alınarak toplam 14 PBDE, 16 PAH ve 15 PCB izomerlerinin konsantrasyonlarının iç ortam/dış ortam oranları değerlendirilmiştir. PAH kirleticisi iç ortam toz PAH seviyeleri dış ortama göre 1.2 ila 3.2 kat daha yüksek çıkmıştır. Bu durum dış ortam kaynağı daha baskın olan PAH kirleticisinin bile iç ortam seviyelerinin yüksek olduğunu ve dış ortamda olduğu gibi iç ortam için de PAH'lar için sınırlandırmalar gerektiğini göstermektedir. PCB I/D oranları 1.8 ila 7.9 değişirken, PAH'larala kıyaslandığında çok daha yüksek seviyelerde ölçülmüştür. PCB hem iç hem dış kaynaklardan salınım yapmasına rağmen dış ortam PCB kullanımının 2001 yılında yasaklanması ve bertaraf edilme önlemlerinin olumlu etkileri olduğu görülmüş ancak iç ortamda bulunan PCB kaynaklarının iç ortam seviyelerini arttırdığı sonucuna varılmıştır. Ana kaynağı iç ortam olan PBDE'lerin I/D oranları ise PCB'lere benzer şekilde 1.9 ila 7.2 aralığında ölçülmüştür. PBDE kullanımının yeni yasaklanmış olması ve hala evlerde yasaklama öncesi üretilen çok fazla malzeme bulunduğundan PBDE için iç ortamda yüksek değerler bulunması beklenen bir durumdur. Ölçülen PAH, PCB ve PBDE kirleticileri için I/D oranlarının 1'den büyük bulunması kirleticiler için baskın kaynağın iç ortam olduğunu ve iç ortam seyrelme/bozulmanın dış ortam kadar etkin olmadığını göstermektedir.

Kocaeli gibi sanayi ve trafik yoğun bir şehirde I/D oranlarının 1'den büyük olması ve PBDE ve PCB için bu değerlerin yaklaşık 8 kata kadar çıkması iç ortam hava kalitesinin önemini göstermektedir. Kırsal alanlarda bile I/D oranları kentlere göre çok değişmediği tespit edilmiştir. Bu çalışma dış ortam hava emisyonlarına yönetmeliklerle kısıtlama getirildği gibi iç ortamlar içinde önlemler alınması gerektiğini göstermektedir.

Örnekleme iç/dış hava sirkülasyonunun en az olduğu kış mevsiminde yapılmıştır. Hava sürkülasyonunun uzun olduğu yaz mevsiminde de benzer çalışmaların yapılması ve mevsimsel kıyaslamanın yapılması önerilmektedir. Ayrıca çalışmada sadece toz fazı kirleticiler değerlendirilmiştir. Tam olarak iç ortam hava kalitesini değerlendirmek için partikül madde ve gaz fazı kalıcı organik kirletici konsantrasyonlarının iç ve dış ortamda paralel olarak ölçümlerinin yapılması faydalı olacaktır.

Teşekkür

Bu çalışmada elde edilen sonuçlar, Tübitak tarafından 115Y405 numaralı proje kapsamında desteklenmiş olup, örnekleme ve ekstraksiyon işlemlerinde desteklerinden dolayı Dr. Öğr. Üyesi Demet Arslanbaş'a, Bilgehan Başaran'a, Tuğba Ayaz'a ve Hepsen Bahar Akyıldız'a, ayrıca örnekleme yapmamıza izin veren ve bizlere yardımcı olan ev sahiplerine teşekkür ederiz.

Etik Onay: Ev sahiplerinin katılımcı olduğu çalışmalarda gerçekleştirilen tüm prosedürler, 24 Şubat 2015 tarihli Kocaeli Üniversitesi Klinik Araştırmalar Etik Kurulu etik standartlarına uygun olarak KOU KAEK 2015/40 onay referans numarası ile izin alınıp tamamlanmıştır.

Çıkar çatışması

Yazar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %11

Kaynaklar

- [1] TUIK (Türkiye İstatistik Kurumu) 2022, https://data.tuik.gov.tr/Kategori/GetKategori?p=nufusve-demografi-109&dil=1, Erişim Tarihi: 01 Nisan 2022.
- [2] X. Liu, Understanding semi-volatile organic compounds in indoor dust. Indoor and Built Environment, 31(2), 291-298, 2022. https://doi.org/10.1177/1420326X211070859.
- [3] Y.X. Yu, Y.P. Pang, C. Li, J.L. Li, X.Y. Zhang, Z.Q. Yu, J.L. Feng, M.H. Wu, G.Y. Sheng, J.M. Fu, Concentrations and seasonal variations of polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in in- and out-house dust and human daily intake via dust ingestion corrected with bioaccessibility of PBDEs. Environmental Internation, 42, 124–131, 2012. https://doi.org/10.1016/j.envint.2011.05.012.
- [4] W. Wang, M. Huang, Y. Kang, H. Wang, A.O.W Leung, K.C. Cheung, M.H. Wong MH, Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in urban surface dust of Guangzhou, China: status, sources and human health risk assessment. Science of Total Environment, 409, 4519–4527, 2011. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv. 2011.07.030.
- [5] O. Audy, L. M. M. Venier, S. Vojta, J. Becanova, K. Romanak, M. Vykoukalova, R. Prokes, P. Kukucka, M. L. Diamond, J. Klanova, PCBs and organochlorine pesticides in indoor environments - A comparison of indoor contamination in Canada and Czech Republic, Chemosphere, 622-631, 2018. https://doi.org/10.1016 /j.chemosphere.2018.05.016.
- [6] Ulusal Uygulama Planı, 2014, Kalıcı Organik Kirleticilere İlişkin Stockholm Sözleşmesi, T.C. Çevre Ve Şehircilik Bakanlığı, Erişim Tarihi: 15 Mart 2022
- [7] https://onceliklikimyasallar.csb.gov.tr/stockholmsozlesmesi-i-5175, Erişim Tarihi 12 Şubat 2022
- [8] N. Vardar, Y. Taşdemir, M. Odabaşı, K.E. Noll, Characterization of atmospheric concentrations and

partitioning of PAHs in the Chicago atmosphere, Science of Total Environment, 327, 163-174, 2004. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2003.05.002.

- [9] Y. Zhang, X. Li, H. Zhang, W. Liu, Y. Liu, C. Guo, J. Xu, F. Wu, Distribution, source apportionment and health risk assessment of phthalate esters in outdoor dust samples on Tibetan Plateau, China, Science of Total Environment, 834, 1-14, 2022. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.155103.
- [10] W. Wang, J. Zheng, C.Y. Chan, M.J. Huang, K.C. Cheung, M.H. Wong, Health risk assessment of exposure to polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) contained in residential air particulate and dust in Guangzhou and Hong Kong. Atmospheric Environment, 89,786–796, 2014. https://doi.org/ 10.1016/j.atmosenv.2014.01.030.
- [11] Y. Hassan, T. Shoeib, Levels of polybrominated diphenyl ethers and novel flame retardants in microenvironment dust from Egypt: an assessment of human exposure. Science of Total Environment 505,47–55, 2015. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv. 2014.09.080.
- [12] B. Cetin, M. Odabasi, A. Bayram, Wet deposition of persistent organic pollutants (POPs) in Izmir. Turkey, Environmental Science and Pollution Research, 6183– 6186, 2016. https://doi.org/10.1007/s11356-016-6183-6.
- [13] C.J. Weschler, W.W. Nazaroff, SVOC partitioning between the gas phase and settled dust indoors. Atmospheric Environment, 44(30), 3609-3620, 2010. https://doi.org/10.1016/j.atmosenv. 2010.06.029
- [14] A. Besis, C. Samara, Polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in the indoor and outdoor environments–a review on occurrence and human exposure. Environmental Pollution, 169, 217-229, 2012. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2012.04.009.
- [15] O.A. Abafe, B.S. Martincigh, Polybrominated diphenyl ethers and polychlorinated biphenyls in indoor dust in Durban, South Africa.Indoor Air I 25,547–556, 2015. https://doi.org/10.1111/ina.12168.
- [16] L. Rojas-Bracho, H. Suh, P. Koutrakis, Relationships among personal, indoor, and outdoor fine and coarse particle concentrations for individuals with COPD. J Expo Sci Environ Epidemiol, 10, 294–306, 2000. https://doi.org/10.1038/sj.jea.7500092.
- [17] T. Bahadori, H. Suh., P. Koutrakis P, Issues in Human Particulate Exposure Assessment: Relationship between Outdoor, Indoor, and Personal Exposures, Human and Ecological Risk Assessment, An International Journal, 5(3), 459-470, 1999. https://doi.org/10.1080/10807039.1999.10518871
- [18] H. Qi, W.L. Li, N.Z. Zhu, W. Ma, L.Y. Liu, F. Zhang, Y. Li, 2014 Concentrations and sources of polycyclic aromatic hydrocarbons in indoor dust in China. Science of Total Environment, 491–492,100–107, 2014. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2014.01.119.
- [19] J.G. Allen, M.D. McClean, H.M Stapleton, T.F. Webster, Critical factors in assessing exposure to

PBDEs via house dust. Environmental International, 34,1085–1091, 2008. https://doi.org/10.1016/j.envint. 2008.03.006.

- [20] Z.G. Cao, Y. Gang, Y.S. Chen, Q.M. Cao, H. Fiedler, S.B. Deng, J. Huang, B. Wang, Particle size: a missing factor in risk assessment of human exposure to toxic chemicals in settled indoor dust. Environmental International 49, 24–30, 2012. https://doi.org/ 10.1016/j.envint.2012.08.010.
- [21] N. Ali, S. Harrad, E. Goosey, H. Neels, A. Covacia, 'Novel'' Brominated Flame Retardants in Belgian and UK Indoor Dust: Implications for Human Exposure, Chemosphere, 83, 1360–1365, 2011. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2011.02.078.
- [22] BSEF, 2019. Our substances: Applications of Deca-BDE (www.bsef.coaralıkm/our-substances/decabde/applications) (Erişim Tarihi: 02 Aralık 2021)
- [23] Z. Cao, F Xu, A. Covaci, M. Wu, H. Wang, G.Yu, B.Wang, S. Deng,J. Huang, X. Wang, Distribution patterns of brominated, chlorinated, and phosphorus flame retardants with particle size in indoor and outdoor dust and implications for human exposure. Environmental Science and Technology, 48, 8839– 8846, 2014. https://doi.org/10.1021/es501224b.
- [24] P. Wang, A. Qi, Q. Huang, Y. Wang, X. Tuo, T. Zhao, S. Duan, H. Gao, W. Zhang, P. Xu, T. Zhang, X. Zhang, W. Wang, L. Yang, Spatial and temporal variation,

source identification, and toxicity evaluation of brominated/chlorinated/nitrated/oxygenated PAHs at a heavily industrialized area in eastern China. Science of Total Environment, 822, 153542, 2022. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153542.

- [25] R.M Maertens, J. Bailey, P.A. White, The Mutagenic Hazards of Settled House Dust: A Review, Mutation Research/Reviews in Mutation Research, 567, 401-425, 2004. https://doi.org/10.1016/j.mrrev. 2004.08.004.
- [26] J. Hetzel., Ö. Hallaç., J. Shideler, M. İpek, Türkiye'deki Poliklorlu Bifenillerin (PCBs) Çevreyle Uyumlu Yönetimi Için Rehber, Çevre ve Şehircilik Bakanlığı 2017
- [27] C. Bi, X. Wang, H. Li, X. Li, X., Y. Xu, Direct transfer of phthalate and alternative plasticizers from indoor source products to dust: Laboratory measurements and predictive modeling. Environmental Science & Technology, 55(1), 341-351, 2020. https://doi.org/ 10.1021/acs.est.0c05131.
- [28] W. Wang, M.J. Huang, J.S. Zheng, K.C. Cheung, M.H Wong, Exposure assessment and distribution of polychlorinated biphenyls (PCBs) contained in indoor and outdoor dusts and the impacts of particle size and bioaccessibility, Science of Total Environment, 463-464, 1201-1209. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv. 2013.04.059.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 663-671 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh

Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences



Mutfak atıklarının bahçe tipi kompostlaştırma sistemleri ile kaynağında yönetimi

Kitchen waste management at source by yard composting systems

Hüseyin Güven^{1,*}

¹İstanbul Teknik Üniversitesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, 34469, İstanbul Türkiye

Öz

Yapılan çalışmada yemek hazırlama aşamasında oluşan atıklarının bahçe tipi basit sistemlerle mutfak kompostlastırılması incelenmiştir. Bu kapsamda boyutları 0.7m x 0.7m x 1.1m (R1) ve 0.6m x 0.6m x 1.1m (R2) olan iki adet reaktör kurulmuş ve 7 hafta müddetince işletilmiştir. Çalışma sonunda, reaktörlerdeki sıcaklık profili incelendiğinde R1 reaktörü için ölçülen en yüksek sıcaklık 50°C olurken, R2 reaktöründe gözlemlenen azami sıcaklık 70°C civarında olmuştur. Nihai üründeki pH değeri her bir reaktör için ~8.85 olurken, elektriksel iletkenlik (Eİ) değerleri R1 ve R2 reaktörleri için sırasıyla 1.58 ve 2.17 dS/m olmuştur. Elde edilen kompostta, R1 ile R2 reaktörleri için karbon/azot (C/N) oranları sırasıyla 30 ve 25 olmuşken, (C/N)son/(C/N)başlangıç değerleri ise sırasıyla 0.70 ve 0.56 olarak bulunmuştur. Hesaplanan C/N oranları kararlı bir kompost için bir miktar yüksek olmakla beraber (>20), (C/N)son/(C/N)başlangıç değerleri elde edilen ürünün kararlı sayılabileceğini göstermiştir. Nihai su muhtevası oranı R1 reaktöründen elde edilen kompost için %65, R2 reaktöründen elde edilen kompost için ise %74 olmuştur. Son üründeki uçucu katı madde/toplam katı madde (UKM/TKM) oranı ise R1 ve R2 reaktörleri için sırasıyla %70 ve %73 olarak gerçekleşmiştir. Yapılan çalışmaya göre, bahce tipi kompostlastırma sistemlerinin genel bir özelliği sayılabilecek uzun bekletme sürelerinin de yardımıyla elde edilen kompostun patojenler açısından zararsız ve arazide uygulanabilir faydalı bir ürün olabileceği sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: Bahçe tipi kompostlaştırma, Karbon/azot oranı, Kompost, Mutfak atıkları, Sıcaklık profili

1 Giriş

Gelişmekte olan ülkelerdeki hızlı şehirleşme, yüksek nüfus artış hızı ve ekonomik kalkınma sonucu toplumsal refahtaki iyileşme birim atık oluşum hızını yukarı yönde değiştirerek toplam kentsel katı atık (KKA) oluşumunu artırmaktadır. Belirtilen bu başlıca sebeplerin yanı sıra toplumdaki sosyoekonomik profilin farklılaşması (hane başına nüfus, kadınların istihdam oranı vs.) ile tüketim alışkanlıklarındaki değişimler de KKA oluşumunu artış

Abstract

In the study, the composting of kitchen wastes generated during the meal preparation stage with vard-type simple systems was investigated. In this context, two reactors with dimensions of 0.7m x 0.7m x 1.1m (R1) and 0.6m x 0.6m x 1.1m (R2) were installed and operated for 7 weeks. At the end of the study, when the temperature profile in the reactors was examined, the highest temperature measured for the R1 reactor was 50°C, while the maximum temperature observed in the R2 reactor was around 70°C. While the pH value in the final product was ~8.85 for both reactors, the electrical conductivity values were 1.58 and 2.17 dS/m for the R1 and R2 reactors, respectively. In the compost obtained, the carbon/nitrogen (C/N) ratios for the R1 and R2 reactors were 30 and 25, respectively, while the $(C/N)_{\text{final}}/(C/N)_{\text{initial}}$ values were found to be 0.70 and 0.56, respectively. Although the calculated C/N ratios are somewhat elevated for a stable compost (>20), $(C/N)_{final}/(C/N)_{initial}$ values indicated that the obtained product can be considered stable. The final water content ratio was 65% for the compost obtained from the R1 reactor and 74% for the compost from the R2 reactor. The volatile solids/total solids (VS/TS) ratio in the final product was 70% and 73% for the R1 and R2 reactors, respectively. According to the study, it was concluded that the compost obtained with the help of long residence times, which can be considered a general characteristic of yard-type composting systems, can be a beneficial product that is harmless in terms of pathogens and can be applied in the field.

Keywords: Yard composting, Carbon/nitrogen ratio, Compost, Kitchen wastes, Temperature profile

yönünde etkilemektedir. Bu sebepten dolayı gelişmiş ülkelerdeki mahalli idareler, KKA yönetimini etkin ve verimli bir şekilde sürdürmek açısından birçok güçlükle karşılaşabilmektedir. KKA yönetiminde karşılaşılan güçlüklerin başında mali kısıtlar, planlamadaki yetersizlikler ve oluşturulan KKA yönetim planının yeni gereksinimlere cevap verebilecek esneklikte olmaması gelmektedir [1]. Evsel organik katı atıkların (EOKA) en önemli kısmını mutfak atıkları teşkil etmektedir [2]. Mutfak atıklarının KKA içindeki payı yaklaşık %25-70 oranında değişmektedir [3].

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: guvenhu@itu.edu.tr (H. Güven)

Geliş / Recieved: 07.02.2023 Kabul / Accepted: 12.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1248793

Mutfak atıkları yüksek oranda organik madde ve su muhtevası ile karakterize edilmektedir. Mutfak atıklarının bertarafında en sık kullanılan düzenli depolama yönteminde, atık bünyesindeki organik maddeler anaerobik ortamda ayrışarak sızıntı suyu ve gaz oluşumuna sebep olmaktadır. Sızıntı suyu yüksek konsantrasyonda kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) ve amonyum konsantrasyonuna sahip iken, olusan depo gazı ise önemli oranda metan (CH4) ihtiya etmektedir. Katı atık depolama sahalarından kaynaklanan sızıntı sularının KOİ konsantrasyonu 70 000 mg/L'ye kadar çıkabilmektedir [4]. Sızıntı suyu ile işletilen anaerobik akışkan yataklı bir reaktör kullanılarak yapılan çalışmada elde edilen birim biyogaz miktarının 0.50 ila 0.55 L/g KOİgiderilen olduğu dikkate alındığında özellikle kuvvetli karakterdeki sızıntı sularının yüksek miktarda metan oluşumu sağlama potansiyeli bulunmaktadır [5, 6]. Üretilen biyogazın metan içeriğini içten yanmalı motorlar veya gaz türbinleri ile enerjiye dönüştürmek mümkün olmakla beraber egzoz çıkışında önemli miktarda karbondioksit emisyonu oluşabilmektedir. Sızıntı suyunun anaerobik arıtılması sonucunda oluşan biyogazın yanı sıra sahada depolanan atık kütlesinden de ciddi miktarda depo gazı oluşmaktadır. Yukarıda ifade edildiği üzere, oluşan biyogazın/depo gazının enerjiye dönüştürülmesi mümkün olsa bile işletmeye bağlı olarak depolama sahalarındaki gaz toplama veriminin %50 gibi düşük seviyelerde olması halinde büyük oranda metan gazı toplanamadan atmosfere kaçmaktadır [7]. Dolayısıyla, düzenli depolama tesisleri (DDT), Dünya genelindeki antropojenik (insan) kavnaklı metan salımı acısından ücüncü sırada gelmektedir [8]. Gelismekte olan ülkelerde mutfak atıklarının kaynağında ayrı toplanması daha düsük seviyelerde olduğu için bu ülkelerde düzenli depolama daha yaygın (oluşan mutfak atığının >%90'ı için) uygulanan bir yöntemdir. Bu sebepten ötürü, DDT kaynaklı sera gazı emisyonları başta olmak üzere mutfak atıklarının neden olduğu çevresel sorunlar gelişmekte olan ülkelerde daha yüksek seviyededir [9]. Bununla birlikte hem Avrupa Birliği (AB)'deki hem de Türkiye'deki yönetmelikler ile atıkların depolanmasına bazı sınırlamalar geliştirilmiştir. AB 2018 senesinde Düzenli Depolama Direktifini [10] tadil ederek üye devletlerin 2035 senesi itibariyle oluşan KKA'nın ağırlıkça en fazla %10'unu DDT'lerde bertaraf edebileceğini belirtmiştir [11]. Buna benzer şekilde 2019 senesinde de ülkemizdeki ilgili mevzuat olan Atıkların Düzenli Depolanmasına Dair Yönetmelik'te [12] bir değişiklik yapılarak 2035 senesi itibariyle toplanan KKA'nın ağırlıkça %60'ının geri kazanılacağı ifade edilmiştir. Diğer bir ifadeyle, söz konusu tarihten gecerli olmak kaydıyla, toplanan KKA'nın en fazla %40'ı DDT'lere kabul edilebilecektir [13].

Mutfak atıklarının geri kazanımı için çeşitli uygulamalar mevcuttur. Kaynağında ayrı toplanan mutfak atıklarının önemli bir kısmı, Japonya, Güney Kore ve Tayvan gibi Uzakdoğu ülkelerinde hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. Ancak bu uygulamanın mutfak atıklarının ağırlıklı olarak diğer atıklarla karışık olarak toplandığı ülkelerde gerçekleştirilmesi mümkün değildir [9]. Enerji geri kazanımı amacıyla kütlesel yakmanın uygulanması atık hacmini %80-90 oranında azaltması açısından uygun bir proses olarak

gözükse de yüksek işletme maliyeti ile kül ve emisyon kontrolü gerektirmesi sebebiyle dezavantajları bulunan bir prosestir [14]. Mutfak atıklarının yüksek su muhtevası sebebiyle doğrudan yakılması da enerji geri kazanımı bakımından olumsuz bir durum oluşturmaktadır. Bundan dolayı yakma uygulanan durumlarda herhangi bir ikili ayırma yapılmadan KKA'nın genellikle karısık olarak vakılması tercih edilir [3]. Mutfak atıklarının vönetiminde uygulanabilecek diğer bir seçenek ise anaerobik (havasız) çürütmedir. Anaerobik çürütme ile biyogaz üretimi üzerinden enerji geri kazanımı sağlanabileceği gibi, toprak şartlandırıcısı, uçucu yağ asitleri ve diğer ara ürünlerin elde edilmesi de mümkündür [15]. Ancak anaerobik çürütme esnasında bitkilerin büyümesi için faydalı olan besi maddeleri de ayrıştığı için, mutfak atığının besleyici özelliğinde kayıp gerçekleşmektedir [14].

Mutfak atıklarının biyolojik olarak stabilize edilip kararlı bir son ürün elde edilmesinde kompostlaştırma prosesi de uygulanabilir. Kompostlaştırmada organik maddeler kontrollü bir şekilde biyolojik olarak ayrışarak proses sonunda faydalı bir toprak şartlandırıcısı elde edilmiş olur [16, 17]. Organik maddelerin ayrışmasında içerisinde bakteri, mantar ve diğer mikroorganizmaların yer aldığı geniş bir mikrobiyal topluluk görev alır. Prosesin gerçekleşebilmesi için ortamdaki su muhtevası ve oksijenin yeterli seviyede olması gerekirken belirli aralıklarla karıştırma yapılması ve prosesteki sıcaklığın takip edilmesi gerekmektedir [18].

Gelişmekte olan ülkelerde KKA'nın önemli bir kısmını organik atıklar oluşturduğu için bu ülkelerdeki atıkların %50'den fazlasının kolay bir sekilde kompostlaştırılabileceği söylenebilir. Türkiye genelinde oluşan KKA'nın en büyük kısmını organik atıklar teşkil ettiği için kompostlaştırmanın Türkiye için de oldukça uygun bir atık yönetim seçeneği olduğu görülmektedir [19]. Bunun yanı sıra, organik atık yönetim seçeneği olarak değerlendirildiğinde, kompostlaştırma diğer seçeneklere göre oldukça basit bir teknolojidir. Kompostlaştırmada, tabiatta kendiliğinden gerçekleşen proseslerden faydalanılarak atıkların hızlı bir şekilde stabilize edilmesi sağlanır. Düzenli depolama ve yakma gibi KKA yönetim seçenekleri ile kıyaslandığında hem oluşturduğu çevresel etkiler açısından (sera gazı emisyonları vs.) hem de düşük maliyetli olması bakımında kompostlaştırmanın avantajlı olduğu görülmektedir [20].

Bahçe veya ev tipi kompostlaştırma sistemleri, biyobozunur atıkların toplama veya taşıma yapılmaksızın kaynağında (oluştuğu yerde) yönetilmesine yönelik kurulan küçük ölçekli sistemlerdir. Bu tip sistemler, özel mülklerin bahçelerinde kurulabileceği için büyük ölçekli merkezi kompostlaştırma tesislerindeki gibi yüksek ilk yatırım (arazi ve ekipman temini) ile işletme maliyetine (enerji maliyeti vs.) ihtiyaç duyulmaz [21]. Hiç şüphesiz, bahçe tipi kompostlaştırmanın en önemli avantajı atık toplama ve taşımanın olmamasıdır [22]. Yerel şartlara bağlı olmakla birlikte, atık toplama ve taşıma, mahalli idarelerin atık yönetim hizmetleri için ayırdığı bütçenin %80 ila %95'ini oluşturduğu için oldukça yüksek maliyete sahiptir [1]. Dolayısıyla bahçe tipi kompostlaştırma ile atık yönetim maliyetlerinde önemli bir düşüş sağlanabileceği öngörülebilir. Merkezi kompostlaştırma tesislerine göre, bahçe tipi sistemlerin çevresel etkisi de daha düşük seviyelerdedir. Atık toplama ve taşımanın yanı sıra atık işleme esnasında oluşan emisyonlar sebebiyle merkezi kompostlaştırma tesislerinin daha yüksek çevresel etkiye sahip olduğu görülmektedir [23].

Kompostlastırma sonunda elde edilen nihai ürünün hastalık yapıcı (patojen) mikroorganizmalardan tamamen arınması için belli bir süre ile sağlanması gereken sıcaklık değerleri bulunmaktadır. Bu kapsamda kompost yığınında termofilik sıcaklıkların (>50°C) elde edilebilmesi önem taşımaktadır. Sıcaklık değerleri arttıkça ilgili sıcaklık değerlerinin sağlanması gereken asgari süre azalmaktadır (daha yüksek sıcaklık daha düşük süre) [24]. Bahçe tipi kompostlaştırma sistemlerinde termofilik sıcaklıklara ulaşılmasının her zaman mümkün olmaması, elde edilen nihai üründe yeteri kadar patojen giderimi sağlanamamasına sebep olabilmektedir. Ancak bununla birlikte bahce tipi kompostlaştırma sistemlerindeki bekletme sürelerinin büyük ölçekli kompostlaştırma tesislerine göre genellikle daha uzun olması, patojen mikroorganizmaların doğal süreçlerle inaktive hale gelmesini ve elde edilen nihai ürünün sağlık açısından güvenli olmasını sağlamaktadır [22].

Bu çalışmada İstanbul Teknik Üniversitesi (İTÜ) Ayazağa Kampüsü yemekhanesinde oluşan yemek hazırlama atıkları kaynağında ayrı toplandıktan sonra iki adet bahce tipi kompostlastırma sisteminde kompostlaştırılmıştır. Yapılan çalışmada basit ve maliyeti düsük reaktörler kullanılarak temel kompostlaştırma prosesi parametreleri üzerinden sistemin verimliliği incelenmiştir. Kompostlaştırmaya alınan atık kütlesi ile kompostlaştırma sonunda elde edilen nihai ürün (kompost) üzerinde analizler gerçekleştirilerek elde edilen ürünün kalitesi ile ilgili değerlendirmelerde bulunulmuştur. Bunun yanı sıra bazı deneysel parametreler çeşitli aralıklarla takip edilerek proses takip edilmiştir.

2 Materyal ve metot

2.1 Atık karakterizasyonu

Reaktörlere alınan atıklar İTÜ Ayazağa Kampüsü yemekhanesinden temin edilmiştir. Atık toplama ve çalışma kolaylığı göz önünde bulundurularak yemek hazırlama atıkları ile çalışılmıştır. Sisteme alınan atıklar esas olarak sebze kabukları ve artıklarından oluşmuştur. Temsil edici numune elde edebilmek için atık toplama süreci yaklasık 2 hafta sürdürülmüştür. Çalışmaya başlanana dek, toplanan atıklar +4°C sıcaklığa ayarlı bir soğuk odada muhafaza edilmiştir. 2 haftanın sonunda toplanan atıklar reaktörlerin yanındaki beton zemin üzerine boşaltılarak bir kürek aracılığıyla karıştırılmış ve homojen bir karışım elde edildikten sonra reaktörlere aktarılmıştır. Atıklar içinden çıkan plastik, kağıt, eldiven ve benzeri inert malzemeler el ile mutfak atıklarından ayrılarak reaktörlere eklenmemiştir. Reaktörlere atık beslemesi sadece çalışmanın başlangıcında yapılmıştır. Atık yığınındaki başlangıç karbon/azot (C/N) oranını ayarlamak için atıkların karıştırılması esnasında bir miktar budama artığı, ağaç yongası ve talaş ilavesi de

yapılmıştır. Tablo 1'de reaktörlere beslenen karışımların karakterizasyonu görülmektedir.

Tablo1.Reaktörlerebeslenenatıkkarışımlarınınkarakterizasyonu

Parametre	Değer*
pH	8.66±0.34
Elektriksel iletkenlik (dS/m)	2.62±0.13
Su muhtevası (%)	75.0±4.4
Uçucu katı madde (% toplam katı madde)	82.9±2.1
Toplam karbon (%)	39.5±2.5
Toplam kjeldahl azotu (mg/kg)	9445±410
C/N orani	43.9±1.2
Toplam fosfor (mg/kg)	1179±390

* Ortalama±standart sapma

Calısma başladıktan sonra, haftada bir kez olmak üzere bir kürek yardımıyla reaktörlerdeki içerik dışarı alınmış ve karıştırıldıktan sonra tekrar reaktörlere aktarılmıştır. Sistemin işletilmesi toplam 7 hafta (~50 gün) sürmüştür. Literatürde ev/bahçe tipi kompostlaştırma sistemleri için birbirinden farklı proses süreleri verilmekle beraber bu çalışmada olduğu gibi kesikli işletilen (atık beslemesinin sadece başlangıçta yapıldığı) sistemler için aktif kompostlaştırma süresinin genellikle 40 ila 60 gün arasında değiştiği görülmektedir [25]. Çalışma İstanbul'da, Eylül ile Aralık ayları arasında gerçekleştirilmiştir. Dolayısıyla çalışmanın devam ettiği esnada ağırlıklı olarak sonbahar mevsimine has hava şartlarının hüküm sürdüğü ifade edilebilir. Meteoroloji Genel Müdürlüğü verilerine göre İstanbul'daki ortalama hava sıcaklığı Eylül ayında 21.1°C iken Aralık ayında 8.9°C'dir [26].

2.2 Deneysel sistem

Çalışmada kullanılan reaktörler dikdörtgen kesite sahip olup ahşaptan imal edilmiştir. Reaktör boyutları ise sırasıyla 0.7m x 0.7m x 1.1m (R1=0.54 m³) ve 0.6m x 0.6m x 1.1m (R2=0.40 m³)'dir. Reaktör tabanı açık tutulmuş, böylelikle tabandan hava girişi temin edilerek doğal bir havalandırma sağlanmıştır. Reaktör tabanından gerekli miktarda hava girişi sağlanabilmesi için tabanda yeteri kadar boşluk bırakılmıştır. Bu amaçla her iki reaktörün tabanına boşluk artırıcı malzeme olarak ağaç yongası ve küçük dal parçaları konmuştur. Bahçe tipi kompostlastırma sistemlerinde daha donanımlı ve kontrollü reaktörler de kullanılabilmekle beraber bu çalışma kapsamında kullanılan reaktörler hem maliyeti düşük hem de basit olması (seri üretim ürünü olmadan evde yapılabilecek özellikte olması) bakımından birçok uygulamada kullanılabilme imkanına sahiptir. Reaktörler dış ortamda, güneş görmeyen beton bir zemin üzerine yerleştirilmiştir. Şiddetli yağış durumlarında reaktörlere aşırı miktarda su girişi gerçekleşmemesi için reaktörlerin üzeri kalın plastik poşetler ile kapatılmıştır. Örnek olarak, R2 reaktörünün atık karışımı ile doldurulmadan önceki ve sonraki görünümü Sekil 1'de gösterilmektedir.



Şekil 1. Kompostlaştırma reaktörünün (R2) atık ile doldurulmadan önceki (a) ve sonraki (b) görünümü

2.3 Analitik yöntemler

Kompostlaştırmaya alınan atık karışımında pH, elektriksel iletkenlik (Eİ), toplam katı madde (TKM), uçucu katı madde (UKM), toplam karbon (TC), toplam kjeldahl azotu (TKN) ve toplam fosfor (TP) ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Kompostlaştırma prosesi için önemli bir takip parametresi olan C/N oranı, TC ile TKN arasındaki oran üzerinden tespit edilmiştir [27]. Süreç boyunca çeşitli aralıklarla numune alınarak pH, Eİ, su muhtevası, organik madde miktarı ve C/N oranının değişimi incelenmiştir. Kompost yığınlarındaki sıcaklık profilinin takip edilmesi için her bir yığın içerisine Amerika Birleşik Devletleri (ABD) menşeli SpecWare marka veri toplayıcı piller yerleştirilmiştir. Deney başlangıcında piller faal hale getirilmiş ve saatte bir kez sıcaklık verisi toplanmıştır. pH, Eİ, TKM, UKM, TKN ve TP ölçümleri Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC)'a göre yapılmıştır [28]. TC ölçümleri ise Shimadzu Karbon Analizörü (Japonya) kullanılarak yürütülmüştür.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Sıcaklık profili

Kompostlaştırma esnasındaki biyolojik faaliyetler sebebiyle önemli miktarda ısı açığa çıkmaktadır. Dolayısıyla kompostlaştırma prosesinin ekzotermik bir proses olduğu belirtilebilir. Prosesin ilk günlerinde sıcaklığın 70°C'ye kadar çıkması mümkündür [29]. Çalışmadaki reaktörlerde elde edilen sıcaklık profili Şekil 2'de verilmektedir.

Elde edilen sonuçlara göre R1 reaktörü için ölçülen en yüksek sıcaklık 50°C olurken, R2 reaktöründe gözlemlenen azami sıcaklık 70°C civarına kadar yükselmiştir. Bahçe tipi kompostlaştırma sistemlerinin boyutundan dolayı açığa çıkan ısının hızlı bir şekilde kaybolması mümkün olmakla birlikte [21], özellikle R2 reaktöründe elde edilen maksimum sıcaklıklar birkaç gün boyunca hipertermofilik seviyelerde seyretmiştir. R1 reaktörünün R2 reaktörüne göre hacminin biraz daha yüksek olmasının, bu reaktörde oluşan ısı kaybının diğer reaktöre biraz daha fazla olmasına ve dolayısıyla elde edilen maksimum sıcaklığın biraz daha düşük olmasına sebebiyet verdiği ileri sürülebilir.



Şekil 2. Kompostlaştırma reaktörlerindeki sıcaklık profili (R1, üstte; R2, altta)

Buna ilave olarak, her ne kadar çalışmada kullanılan atık karışımı aynı olsa da R2 reaktöründeki başlangıç su muhtevası R1 reaktörüne göre bir miktar fazla olmuştur (~%80'e ~%70). Calismanin baslangicinda olusturulan atik vığının reaktörlere ilavesi esnasında bu sekilde bir farklılığın oluşmuş olabileceği düşünülmektedir. Storino vd. [30] atıktaki su muhtevasının kompostlaştırma için sınırlayıcı bir faktör olarak rol oynayabileceğini ve yığındaki su oranı azaldıkça mikroorganizma faaliyetinin yavaşlamasından dolayı yığın sıcaklığının azalabileceğini ifade etmiştir. Çalışmanın son safhasında ise her iki reaktördeki sıcaklıklar, ortam sıcaklığına (~10°C) yaklaşmıştır. Kompostlaştırma esnasındaki sıcaklık değişimi patojen giderimi açısından oldukça önem arz etmektedir. Tam patojen giderimi için kompost yığınındaki sıcaklığın en az üç gün boyunca 55°C'nin üzerinde olması tavsiye edilmektedir [31]. Bu bakımdan R2 reaktöründeki patojen mikroorganizma inaktivasyonunun R1 reaktörüne göre daha yüksek seviyede olduğu önerilebilir.

3.2 pH

Muhtevasındaki yüksek organik madde içeriği sebebiyle özellikle yemek atıklarının kompostlaştırılmasında düşük pH'ların gözlemlenmesi mümkün olmaktadır. 7'nin altındaki pH değerlerinde biyolojik faaliyetin sınırlandığı belirtilmektedir [24]. Bununla birlikte, nihai üründeki pH'ın 8 civarında olması uygun görülmektedir [22]. Yapılan çalışmada ise reaktörlerdeki pH değeri 8.3 ila 9.3 arasında değişiklik göstermiş (Şekil 3) ve son üründeki kompost değeri 8.85 civarında gerçekleşmiştir. Buna göre her iki reaktördeki nihai kompost değerinin uygun olduğu belirtilebilir.



Şekil 3. Kompostlaştırma reaktörlerindeki pH değişimi

3.3 Elektriksel iletkenlik (Eİ)

Kompostun tarımsal alanda kullanımı söz konusu olduğunda Eİ önemli bir kalite parametresi olarak ele alınmaktadır. Yüksek Eİ ve tuzluluk değerleri bitki büyümesi ve gelişmesi açısından toksik bir etki oluşturabilmektedir [32]. Şekil 4'te çalışma boyunca reaktörlerde görülen Eİ değişimi verilmektedir.



Şekil 4. Kompostlaştırma reaktörlerindeki elektriksel iletkenlik değişimi

Elde edilen sonuçlara göre Eİ değerleri çalışma zarfında genellikle stabil seyretmekle birlikte hafif bir azalma göstermistir. Lleó vd. [23] yürüttükleri ev tipi kompostlaştırma çalışmasında da Eİ değerlerinin benzer sekilde son haftalara doğru hafif bir azalma kaydettiğini tespit etmislerdir. Elde edilen sonuclara göre R1 ve R2 reaktörlerindeki Eİ değerleri nihai ürün için sırasıyla 1.58 ve 2.17 dS/m olarak gerçekleşmiştir. Kompostlaştırmanın ilk haftalarında organik madde ayrışması yoğun şekilde gerçekleştiği için ortama çözünmüş organik madde salınması yolu ile Eİ değerleri yüksek seyredebilmektedir. İlerleyen haftalarda ise hümik asit gibi stabil ürünlerin ortamda baskın hale gelmeye başlaması ile Eİ değerlerinde düşme görülmesi mümkündür [33]. Bu çalışmada ise ayrıntıları ilerleyen kısımlarda verileceği üzere organik madde giderimi R2 reaktöründe R1 reaktörüne göre daha yüksek olmuştur. Dolayısıyla R2 reaktöründe başlangıçta Eİ değerinde artış görülmüş ve bu durum proses sonundaki Eİ değerinin R2 reaktöründe daha yüksek olmasına sebebiyet vermiştir. Bununla birlikte elde edilen nihai Eİ değerleri Li vd. [24] tarafından verilen 2.87-12.4 dS/m aralığının altında kalmıştır.

3.4 Su muhtevası

Kompostlaştırmada görev alan mikroorganizmaların biyolojik faaliyetlerini sağlıklı bir şekilde sürdürebilmeleri için atık yığınında belli bir nem miktarının bulunması gerekmektedir. Kompostlaştırma için optimum su muhtevası oranı %25-80 gibi geniş bir aralıkta verilmektedir. Teorik olarak mikroorganizmaların bünyelerine maksimum miktarda besi maddesi alabileceği su muhtevası %100'dür (mutlak sıvı ortamı) ancak bu durumda ortamda yeterli porozite (boşluk hacmi) bulunmayacağından besi maddesi alımı gerçekleşememektedir [34]. Yapılan çalışmada, reaktörlerdeki su muhtevasının değişimi Şekil 5'te görülmektedir.



Şekil 5. Kompostlaştırma reaktörlerindeki su muhtevası değişimi

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde çalışma boyunca R2 reaktöründeki su muhtevasının R1 reaktörüne daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 5'ten görüleceği üzere R2 reaktöründeki su muhtevası çalışmanın başında %79 iken R1 reaktöründe ise %71'dir. Bununla birlikte başlangıçtaki su muhtevasının her iki reaktör için yukarıda verilen optimum aralık (%25-80) içinde ve bu aralığın üst sınır değerine yakın bir seviyede bulunduğu görülmektedir. Su muhtevasının zamanla değişimine bakıldığında başlangıçtaki su muhtevası düşüşünün nispeten daha fazla olduğu, zaman içerisinde ise su muhtevası oranının stabil kaldığı anlaşılmaktadır. Kompostlaştırma süresince su muhtevasının başlangıçta tedrici olarak azalması ve daha sonra sabit seviyelerde kalması yaygın olarak karşılaşılan bir durumdur [27]. Kompostlaştırmanın ilk safhalarında (aktif kompostlaştırma) yüksek sıcaklıklar görülmesi sebebiyle, su muhtevasındaki düşüşün bu esnada daha yüksek olması beklenen bir durumdur [35]. Sekil 2'de verilen kompost yığını sıcaklık profilleri dikkate alındığında, R2 reaktöründe ulaşılan azami sıcaklıkların daha yüksek olmasının, aktif kompostlaştırma aşamasında bu reaktördeki su muhtevası düşüşünün R1 reaktörüne göre nispeten daha fazla olmasına sebep olduğu söylenebilir. Çalışmanın başlangıcında R2 reaktöründe %79 olan su muhtevası çalışmanın sonunda %74'e gerilerken, R1 reaktöründe ise %71'den %65'e gerilemiştir.

3.5 Organik madde

Yapılan çalışmadaki organik madde değişimi UKM/TKM parametresi üzerinden takip edilmiştir (Şekil 6). Organik madde miktarındaki değişim, esas itibarıyla atıktaki organik maddenin biyobozunurluğuyla ilişkilidir. Yüksek biyobozunurluğa sahip atıkların kompostlaştırılmasında daha yüksek UKM giderimi sağlanmaktadır [36].



Şekil 6. Kompostlaştırma reaktörlerindeki organik madde değişimi

Reaktörlerdeki UKM/TKM oranının zamanla değişimi kıyaslandığında R2 reaktöründeki değişimin R1 reaktörüne nazaran biraz daha fazla olduğu ve R2 reaktöründeki oranın %85'ten %70'e düşerken, R1 reaktöründe ise %81'den %73'e gerilediği görülmüştür. R2 reaktöründe görülen yüksek sıcaklıkların aktif kompostlaştırma aşamasındaki su muhtevası değişiminde olduğu gibi organik madde muhtevası değişiminde de bu sonuca sebep olduğu belirtilebilir. Reaktörlere beslenen atık karışımı büyük oranda benzer özellikte olmasına rağmen UKM giderimi değerlerinde görülen farklılığın gerekçesi olarak reaktörlerde görülen farklı maksimum sıcaklıklar verilebilir. Daha önceden izah edildiği üzere, reaktör hacimleri (R1=0.54 m³, R2=0.40 m³) ile baslangıctaki su muhtevası oranlarındaki (R1=%71, R2=%79) farklılığın gözlemlenen maksimum sıcaklık değerlerinde farklılık oluşmasına sebebiyet verdiği ifade edilebilir.

3.6 C/N orani

Kompostlaştırmaya tabi tutulan atık yığının optimum C/N oranına sahip olması, proses sırasında karbon veya azot açısından herhangi bir sınırlayıcı faktörün mevcut olmaması bakımından önem taşımaktadır. Proses başlangıcındaki C/N oranının 30 civarında olması tavsiye edilmektedir [37]. C/N oranı aynı zamanda kompost stabilitesi ve olgunluğu açısından önemli indikatör bir olmakla beraber $(C/N)_{son}/(C/N)_{başlangıç}$ değeri de benzer amaçla kullanılabilecek bir parametre olarak önerilmektedir. Kararlı ürünün (C/N)_{son}/(C/N)_{baslangıc} değeri için literatürde farklı

aralıklar önerilmekle birlikte (0.45-0.89; 0.55-0.70; 0.45-0.60 vs.) verilen değerlerin ortalama olarak 0.60 civarında olduğu görülmektedir [38]. Yapılan çalışmadaki C/N oranı değerlerinin değişimi Şekil 7'de verilmektedir.



Şekil 7. Kompostlaştırma reaktörlerindeki C/N oranının değişimi

Yukarıda açıklandığı gibi, atık yığının başlangıçtaki C/N oranını ayarlamak için atık karışımına bir miktar ağaç yongası, talaş ve ufak dal parçaları ilave edilmiştir. Reaktörlerdeki başlangıç C/N oranının 40'ın üzerinde olmasının, ilave edilen bu katkı malzemelerinin miktarının olması gerekenden bir miktar fazla olduğunu göstermektedir. Talaş ve ağaç parçaları oldukça yüksek bir C/N oranına sahip olduğundan (~100-1000) [37] ham atıktaki C/N oranında önemli bir artışa sebep olduğu söylenebilir.

Şekil 7 dikkate alınarak reaktörlerdeki C/N oranının değişimi incelendiğinde, tipik bir kompostlaştırma prosesinde olduğu gibi başlangıçta nispeten hızlı bir düşüş ve sonrasında ise daha stabil bir trend gözlemlenmiştir. Sekil 7've göre, C/N oranındaki düsüsün R2 reaktöründe daha hızlı gerçekleştiği görülmektedir. Başlangıç ve sondaki C/N oranları kıyaslandığında, düşüş yüzdesinin R1 ve R2 reaktörlerinde sırasıyla %30 ve %44 olduğu hesaplanmıştır. C/N oranının R2 reaktöründe daha yüksek oranda düşüş göstermesi bu reaktördeki sıcaklık değerlerinin R1 reaktörüne göre daha yüksek olmasıyla ilişkilendirilebilir. Ekinci vd. [39] ve Sakarika vd. [40] da benzer atık türlerinin kompostlaştırılmasıyla ilgili çalışmalar yürütmüş ve C/N oranlarındaki düşüş yüzdelerini sırasıyla %31-44 ve %21-32 olarak bulmuştur. R1 reaktörü için verilen değer (%30) Sakarika vd. [40] tarafından verilen aralık arasında kalmıs iken, R2 reaktörü için verilen değer ise (%44) Ekinci vd. [39] tarafından verilen aralık ile uyumlu bulunmuştur.

Kompostlaştırma sonundaki C/N değerleri ise R1 ve R2 reaktörleri için sırasıyla 30 ve 25 olarak tespit edilmiştir. Bu değerler tipik bir kompost için beklenen maksimum C/N oranından (<20) yüksek olmakla beraber kompost stabilitesinin değerlendirilmesinde sadece bu parametrenin dikkate alınması yanıltıcı olabilmektedir [38]. Bu sebepten ötürü, nihai üründeki C/N oranının vanı sıra (C/N)son/(C/N)başlangıç göz değerinin de önünde bulundurulması tavsiye edilmektedir. Bu çerçevede R1 ve $(C/N)_{son}/(C/N)_{başlangıç}$ R2 reaktörlerindeki değerleri hesaplanmış ve sırasıyla 0.70 ve 0.56 olarak bulunmuştur.

Stabil kompost için yukarıda verilen tipik (C/N)_{son}/(C/N)_{başlangıç} değerleri ile kıyaslandığında her iki reaktördeki nihai ürünlerin kararlı bir yapıda olduğu görülmektedir.

4 Sonuçlar

Yapılan çalışma kapsamında mutfak atıklarının basit ve düşük maliyetli bir yöntem olan bahçe tipi kompostlaştırma sistemiyle yönetilmesi değerlendirilmiştir. Bu çerçevede iki adet basit bahçe tipi reaktör kurulmuş ve yaklaşık 7 hafta boyunca işletilmiştir. Çalışmada kullanılan atıklar ise İTÜ Ayazağa Kampüsü'nden toplanmıştır. Proses süresince atık yığınlarındaki sıcaklık saatte bir alınan verilerle takip edilmiş, yığınlardan belli aralıklarla alınan numunelerle çeşitli kalite parametreleri için ölçümler yapılmıştır.

Elde edilen sonuçlara göre nispeten diğerine göre daha büyük hacme sahip olan R1 reaktöründe ulaşılan azami sıcaklıklar (~50°C) daha düşük seviyede kalmıştır. Buna mukabil, daha küçük hacme sahip olan R2 reaktöründeki sıcaklıklar 70°C civarına kadar yükselmiştir. R1 reaktöründe elde edilen maksimum sıcaklıkların termofilik seviyelere fazla yaklaşamaması, bahçe tipi kompostlaştırma sistemlerinden elde edilen ürünün patojenler açısından kesin olarak zararsız hale gelmesinin sağlanması için bekletme sürelerinin büyük ölçekli sistemlere göre daha uzun olması gerekliliğini ortaya koymaktadır.

Her iki reaktörden elde edilen üründeki nihai pH değeri yaklaşık 8.85 olurken, Eİ değeri ise R1 ve R2 reaktörü için sırasıyla 1.58 ve 2.17 dS/m olmuştur. Buna göre her iki parametre için elde edilen değerler uygun seviyelerde gerçekleşmiştir. Buna karşın, nihai su muhtevası oranı için her iki reaktörde elde edilen değerler (R1 reaktörü için %65, R2 reaktörü için %74) olması gerekenden daha yüksek olmuştur. Dolayısıyla reaktörlerden elde edilen kompostun arazide uygulanabilmesi için su muhtevasının düşürülmesi gerekmektedir. Bunu sağlayabilmek için kurutma işlemi uygulanabileceği gibi yukarıda belirtildiği üzere reaktörlerdeki bekletme süresinin uzatılması ve komposttaki fazla su içeriğinin doğal havalanmayla azalmasını sağlamak da mümkündür.

Stabilite tahkiki amacıyla hesaplanan $(C/N)_{son}/(C/N)_{başlangıç}$ değerlerine göre R1 reaktörü için 0.70 değeri bulunurken, R2 reaktörü için ise 0.56 değeri bulunmuştur. Elde edilen sonuçlar uyarınca, her iki reaktörden elde edilen nihai ürün için $(C/N)_{son}/(C/N)_{başlangıç}$ değerinin uygun aralıkta olmakla birlikte, bekletme süresinin uzatılmasıyla su muhtevasında düşüş elde edilebileceği gibi C/N oranının da azalma sağlanabileceği söylenebilir.

Sonuç olarak, yapılan çalışma ile uygun koşullar altında bahçe tipi kompostlaştırma yönteminin mutfak atıklarının geri kazanımı ve kompost üretimi amacıyla kullanılabileceği görülmüştür. Elde edilen ürünün herhangi bir ilave son işlem (kurutma, pastörizasyon vs.) olmadan kullanılabilmesi için sıcaklık kontrolü ve bekletme süresi optimizasyonun önemli olduğu sonucuna varılmıştır. Gelecek çalışmalarda daha fazla benzer deneme yapılıp daha fazla sayıda proses parametresi incelenerek ev/bahçe tipi kompostlaştırma sistemlerinin verimliliği hakkında ayrıntılı bilgiler edinilmesinin mümkün olduğu düşünülmektedir. Bunun yanı sıra ev/bahçe tipi kompostlaştırma sistemlerinin, daha genel bir ifadeyle merkezi olmayan sistemlerin ekonomik ve çevresel açıdan değerlendirilerek merkezi (tam ölçekli) tesislerle karşılaştırma yapılması faydalı olacaktır. Ancak böyle bir durumda yapılacak analizin çalışmanın yürütüldüğü bölgedeki koşulları yansıtacağı unutulmamalıdır.

Çıkar çatışması

Yazar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %6

Kaynaklar

- L.A. Guerrero, G. Maas, W. Hogland. Solid waste management challenges for cities in developing countries. Waste Manag, 33, 220-32, 2013. http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2012.09.008.
- [2] W. Peng, A. Pivato. Sustainable Management of Digestate from the Organic Fraction of Municipal Solid Waste and Food Waste Under the Concepts of Back to Earth Alternatives and Circular Economy. Waste and Biomass Valorization, 10, 465-81, 2017. https://doi.org/10.1007/s12649-017-0071-2.
- [3] T.P. Pham, R. Kaushik, G.K. Parshetti, R. Mahmood, R. Balasubramanian. Food waste-to-energy conversion technologies: current status and future directions. Waste Manag, 38, 399-408, 2015. http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2014.12.004.
- [4] H. Gülşen, M. Turan. Katı atık depolama alanı sızıntı sularının Anaerobik Akışkan Yataklı Reaktör'de arıtılabilirliği. İTÜ Dergisi, 19, 74-84, 2009.
- [5] H. Gülşen, M. Turan. Anaerobic Treatability of Sanitary Landll Leachate in a Fluidized Bed Reactor. Turkish J Eng Env Sci, 28, 297 – 305, 2004.
- [6] H. Gulsen, M. Turan, B. Armagan. Anaerobic fluidized bed reactor for the treatment of landfill leachates. J Environ Sci Health A Tox Hazard Subst Environ Eng, 39, 2195-204, 2004. https://doi.org/10.1081/ESE-120039384.
- [7] M.A. Barlaz, J.P. Chanton, R.B. Green. Controls on Landfill Gas Collection Efficiency: Instantaneous and Lifetime Performance. Journal of the Air & Waste Management Association, 59, 1399-404, 2012. https://doi.org/10.3155/1047-3289.59.12.1399.
- [8] H. Fisgativa, A. Tremier, P. Dabert. Characterizing the variability of food waste quality: A need for efficient valorisation through anaerobic digestion. Waste Manag, 50, 264-74, 2016. http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2016.01.041.
- [9] N.B. Thi, G. Kumar, C.Y. Lin. An overview of food waste management in developing countries: Current status and future perspective. J Environ Manage, 157, 220-9, 2015. http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.04.022.

[10] Council Directive 1999/31/EC of 26 April 1999 on the Landfill of Waste. Official Journal of the European Communities, L, 182, 0001-0019, 1999.

[11] Directive (EU) 2018/850 of the European Parliament and of the Council of 30 May 2018 Amending Directive 1999/31/EC on the Landfill of Waste. Official Journal of the European Union, L, 150, 100-108 (14.06.2018), 2018.

- [12] Atıkların Düzenli Depolanmasına Dair Yönetmelik. Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı, 27533 sayılı Resmi Gazete, 2010.
- [13] Atıkların Düzenli Depolanmasına Dair Yönetmelikte Değişiklik Yapılmasına Dair Yönetmelik. Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı, 30990 sayılı Resmi Gazete, 2019.
- [14] Y. Ma, Y. Yin, Y. Liu. A holistic approach for food waste management towards zero-solid disposal and energy/resource recovery. Bioresour Technol, 228, 56-61, 2017. http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2016. 12.090.
- [15] L. Li, X. Peng, X. Wang, D. Wu. Anaerobic digestion of food waste: A review focusing on process stability. Bioresour Technol, 248, 20-8, 2018. http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2017.07.012.
- [16] P.K. Pandey, V. Vaddella, W. Cao, S. Biswas, C. Chiu, S. Hunter. In-vessel composting system for converting food and green wastes into pathogen free soil amendment for sustainable agriculture. Journal of Cleaner Production, 139, 407-15, 2016. http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.08.034.
- [17] Y. Wei, Y. Zhao, B. Xi, Z. Wei, X. Li, Z. Cao. Changes in phosphorus fractions during organic wastes composting from different sources. Bioresour Technol, 189, 349-56, 2015. http://dx.doi.org/10.1016/ j.jenvman.2015.04.022.
- [18] D. Karadag, B. Özkaya, E. Ölmez, M.E. Nissilä, M. Çakmakçı, Ş. Yıldız, et al. Profiling of bacterial community in a full-scale aerobic composting plant. International Biodeterioration & Biodegradation, 77, 85-90, 2013. http://dx.doi.org/10.1016/j.ibiod. 2012.10.011.
- [19] G. Kanat, A. Demir, B. Ozkaya, M. Sinan Bilgili. Addressing the operational problems in a composting and recycling plant. Waste Manag, 26, 1384-91, 2006. https://doi.org/10.1016/j.wasman.2005.12.010.
- [20] Y.-T. Chen. A Cost Analysis of Food Waste Composting in Taiwan. Sustainability, 8, 2016. https://doi.org/10.3390/su8111210.
- [21] J. Faverial, J. Sierra. Home composting of household biodegradable wastes under the tropical conditions of Guadeloupe (French Antilles). Journal of Cleaner Production, 83, 238-44, 2014. http://dx.doi.org/ 10.1016/j.jclepro.2014.07.068.
- [22] R. Barrena, X. Font, X. Gabarrell, A. Sanchez. Home composting versus industrial composting: influence of composting system on compost quality with focus on compost stability. Waste Manag, 34, 1109-16, 2014. http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2014.02.008.
- [23] T. Lleó, E. Albacete, R. Barrena, X. Font, A. Artola, A. Sánchez. Home and vermicomposting as sustainable options for biowaste management. Journal of Cleaner Production, 47, 70-6, 2013. http://dx.doi.org/10.1016/ j.jclepro.2012.08.011.

- [24] Z. Li, H. Lu, L. Ren, L. He. Experimental and modeling approaches for food waste composting: a review. Chemosphere, 93, 1247-57, 2013. http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.06.064.
- [25] M.K. Manu, R. Kumar, A. Garg. Decentralized composting of household wet biodegradable waste in plastic drums: Effect of waste turning, microbial inoculum and bulking agent on product quality. Journal of Cleaner Production, 226, 233-41, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.03.350.
- [26] Meteoroloji Genel Müdürlüğü İllerimize Ait Genel İstatistik Verileri. (2023). Erişim Tarihi: 20.04.2023. https://www.mgm.gov.tr/veridegerlendirme/il-veilceleristatistik.aspx?k=A&m=%C4%B0STANBUL/FLOR YA.
- [27] S. Hemidat, M. Jaar, A. Nassour, M. Nelles. Monitoring of Composting Process Parameters: A Case Study in Jordan. Waste and Biomass Valorization, 9, 2257-74, 2018. https://doi.org/10.1007/s12649-018-0197-x.
- [28] Test Methods for the Examination of Composting and Composts (TMECC). Wayne Thompson, the US Composting Council, US Government Printing Office 2002.
- [29] B. Hellmann, L. Zelles, A. Palojarvi, Q. Bai. Emission of Climate-Relevant Trace Gases and Suc-cession of Microbial Communities during Open-Windrow Composting. Applied and Environmental Microbiology, 63(3), 1011-8, 1997. https://doi.org/10.1128/aem.63.3.1011-1018.1997.
- [30] F. Storino, J.S. Arizmendiarrieta, I. Irigoyen, J. Muro, P.M. Aparicio-Tejo. Meat waste as feedstock for home composting: Effects on the process and quality of compost. Waste Manag, 56, 53-62, 2016. http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2016.07.004.
- [31] K.M. Wichuk, D. McCartney. A review of the effectiveness of current time-temperature regulations on pathogen inactivation during composting. Journal of Environmental Engineering and Science, 6, 573-86, 2007. https://doi.org/10.1139/S07-011.
- [32] F. Abbasi, M. Mokhtari, M. Jalili. The impact of agricultural and green waste treatments on compost quality of dewatered sludge. Environ Sci Pollut Res Int, 26, 35757-66, 2019. https://doi.org/10.1007/s11356-019-06618-5.
- [33] C. Sun, Y. Wei, J. Kou, Z. Han, Q. Shi, L. Liu, et al. Improve spent mushroom substrate decomposition, bacterial community and mature compost quality by adding cellulase during composting. Journal of Cleaner Production, 299, 2021. https://doi.org/ 10.1016/j.jclepro.2021.126928.
- [34] E. Madejon, M. Jesus Diaz, R. Lopez, F. Cabrera. New approaches to establish optimum moisture content for compostable materials. Bioresour Technol, 85, 73-8, 2002. https://doi.org/10.1016/S0960-8524(02)00030-5.
- [35] E.I. Arslan, U. İpek, E. Öbek, M. Topal. In-Vessel Composting: II. Grass Clippings. Uludağ Üniversitesi

Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 14, 47-56, 2009.

- [36] W. Namkoong, E.-Y. Hwang, J.-G. Cheong, J.-Y. Choi. A Comparative Evaluation of Maturity Parameters for Food Waste Composting. Compost Science & Utilization, 7, 55-62, 1999. https://doi.org/10.1080/ 1065657X.1999.10701964.
- [37] İ. Özturk, İ. Demir, M. Altınbaş, O.A. Arıkan. Kompost El Kitabı. İSTAÇ Teknik Kitaplar Serisi, İstanbul 2015.
- [38] O.A. Arıkan, İ. Öztürk. Arıtma çamuru kompostlaştırılmasında organik evsel katı atık ilavesinin etkisi. İTÜ Dergisi, 4, 15-24, 2005.
- [39] K. Ekinci, C. Soyöz, B. Kumbul, R. Yildirim, Ş. Yazici, H. Rüzgar. Nar Kabuklarının Döner Tambur Kompostlama Sisteminde Biyoaktivatör İle Kompostlanması. European Journal of Science and Technology, 2021. https://doi.org/10.31590/ejosat. 908927.
- [40] M. Sakarika, M. Spiller, R. Baetens, G. Donies, J. Vanderstuyf, K. Vinck, et al. Proof of concept of highrate decentralized pre-composting of kitchen waste: Optimizing design and operation of a novel drum reactor. Waste Management, 91, 20-32, 2019. https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.04.049.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 672-681 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences Araştırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Determination of some trace elements in various lichens as biomonitors of pollution and assessment of pollution status

Kirliliğin biyomonitörleri olarak çeşitli likenlerdeki bazı eser elementlerin belirlenmesi ve kirlilik durumunun değerlendirilmesi

Murat Topal^{1,*} , Emine Işıl Arslan Topal², Erdal Öbek³, Ali Aslan⁴

¹ Munzur University, Chemistry and Chemical Processing Technologies Department, 62000, Tunceli, Türkiye
 ² Firat University, Environmental Engineering Department, 23000, Elazığ, Türkiye
 ³ Firat University, Bioengineering Department, 23000, Elazığ, Türkiye
 ⁴ Kyrgyz-Turkish Manas University, Biology Department, Bishkek, Kyrgyzstan

Abstract

Some trace elements in various lichens as biomonitors of pollution were investigated. Also, the pollution status was assessed by enrichment factor, contamination factor, and pollution load index. Investigated elements were Ta, Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, Ce, and Sr. The lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca, Umbilicaria vellea, Aspicilia calcarea, Pseudevernia furfuracea, and Cetraria islandica. According to the results, lichen species accumulate Sr element well. The highest trace element accumulated by Pseudevernia furfuracea (21.7±1.0 mg/kg; 75%). Rhizoplaca chrysoleuca (31.9±1.6 mg/kg; 61%), Umbilicaria vellea (16.3±0.8 mg/kg; 59%), Aspicilia calcarea (77.9±3.8 mg/kg; 88%), and Cetraria islandica (22.7±1.1 mg/kg; 75%) was determined as Sr. The highest CFs in lichens investigated were calculated for Sr, Ta, and Li. PLI values for Cetraria islandica, Aspicilia calcarea, and Umbilicaria vellea were greater than 1. As a result, it has been proven that these lichen species can be used as good biomonitors of pollution.

Keywords: Accumulation, biomonitor, lichen, pollution

1 Introduction

Some elements are globally important and have various usage areas. The demand for metals is increasing and the primary metallic resources are simultaneously running out. This is one of the important social and environmental challenges today. As a result of the increasing demand for critical metals, many metals are at the edge of supply risk. Also, the problems resulting from waste generation are increasing globally [1]. The consumption of raw materials required to produce technological goods causes the release of pollutants into the environment [2].

The globally used elements investigated in this study are described as follows. Bismuth (Bi) has been used medicinally for centuries [3]. It is required in various sectors (e.g. energy storage, and electrochemical sensing, forming liquid alloys) [4]. There is increased use of Bi in the manufacturing of various materials [3]. Cerium finds

Öz

Çeşitli likenlerde kirliliğin biyomonitörleri olarak bazı eser elementler incelenmiştir. Ayrıca, kirlilik durumu zenginleştirme faktörü, kirlilik faktörü ve kirlilik yükleme indeksi ile değerlendirildi. Araştırılan elementler Ta, Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, Ce ve Sr'dur. Liken türleri Rhizoplaca chrysoleuca, Umbilicaria vellea, Aspicilia calcarea. Pseudevernia furfuracea ve Cetraria Islandica'dır. Elde edilen sonuçlara göre liken türleri Sr elementini iyi akümüle ettiği belirlendi. Pseudevernia furfuracea $(21, 7\pm 1, 0)$ mg/kg; %75), Rhizoplaca chrysoleuca (31,9±1,6 mg/kg; %61), Umbilicaria vellea (16,3±0,8 mg/kg; %59), Aspicilia calcarean (77,9±3,8 mg/kg; 88%) ve Cetraria islandica (22,7±1,1 mg/kg; 75%) tarafından akümüle edilen en yüksek eser element Sr olarak belirlendi. İncelenen likenlerde en yüksek CF'ler Sr, Ta ve Li için hesaplanmıştır. Cetraria islandica, Aspicilia calcarea ve Umbilicaria vellea için PLI değerleri 1'den büyüktü. Sonuç olarak, bu liken türlerinin kirlilik için iyi bir biyomonitör olarak kullanılabileceği kanıtlanmıştır.

Anahtar kelimeler: Akümülasyon, biyomonitör, liken, kirlilik

applications in different fields (e.g. alloys, catalysts, and light-emitting diodes) [5]. Gallium (Ga) increases the solubility of rare earth elements in chalcogenide glasses [6]. Ga and its compounds of it lead to human health problems [7]. Scandium is required in various applications (e.g. electronic, and automotive industries). Therefore, scandium demand grows [8, 9]. Scandium-reinforced alloys are used in military weapons [9]. Yttrium is utilized in various fields (e.g. metallurgical industries, astronavigation, ceramics, and fields) [10-12]. It has adverse health effects. Because, it causes diseases of the lung and liver [12, 13]. Hafnium (Hf) is important to produce highly resistant materials. Dust that contains Hf is toxic via dietary and respiratory [14]. Niobium (Nb) and tantalum (Ta) are refractory metals having unchallenged technological importance for modern society. They have growing importance as strategic metals because of the intrinsic properties of them [15]. Lithium (Li) has electrochemical activity and high redox potential [16, 17].

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: murattopal@munzur.edu.tr (M. Topal) Geliş / Recieved: 27.01.2023 Kabul / Accepted: 16.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1243269

Nonradioactive strontium (Sr) accounts for 0.02–0.03% of the Earth's crust [18]. It and its derivates of it are required in various applications (e.g. fireworks, ceramics, medicines, and electronics) [19-21].

As reported by WHO [22], atmospheric pollution is a major source of pollution exposure to humans [22, 23]. International Agency for Research on Cancer classifies outdoor air pollution as carcinogenic to humans [22-24]. The development of methods using various living (e.g. lichens, algae, and plants) as biomonitors result in high interest because of their easy of operation, rapidity, and inexpensiveness [25]. The lichens are among the oldest colonist on the earth particularly terrestrial habitats, with records dating back to about 400-600 million years ago [26-28]. The lichens are required as biomonitors of airborne trace elements. They are undoubtedly the most versatile biomonitors [29, 30]. Contrary to vascular plants, they lack roots, waxy, multi-layered cuticles, and stomata, relying on dry and wet atmospheric deposition for the uptake of nutrients and water [30-34]. Lichens are capable of accumulating atmospheric metals over time [23]. Therefore, the elemental content of lichens has been frequently used as a dependable representative of air pollution [30, 35, 36].

This study focuses on the accumulation of trace elements (Ta, Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, Ce, and Sr) in different lichen species (Pseudevernia furfuracea, Cetraria islandica, Rhizoplaca chrysoleuca, Aspicilia calcerea, and Umbilicaria vellea). There are very few studies on the composition of some of that trace elements in lichens. Carreras et al. [37] reported Sr concentration in the lichen U. amblyoclada. Bubach et al. [38] reported Cs, Hf, Sr, Sc, and Ta concentrations in Usnea sp. Koroleva and Revunkov [39] reported Sr concentration in epiphytic lichen Hypogymnia physodes. Landis et al. [40] reported that Bi, Ce, Li, Nb and Ta concentrations in H. physodes. Parviainen et al. [23] reported Sr concentration in Xanthoria parietina. The following points are aimed in our study; (i) determination of the accumulation amounts and percentages of the trace elements in lichen species (ii) assessment of the element pollution by calculating enrichment factors, contamination factors, and pollution load indexes (iii) determination of whether that lichens are biomonitors of pollution. In this context, this study is quite new, original, and a study that will make a sound in the literature.

2 Material and methods

Pseudevernia furfuracea, Cetraria islandica, Rhizoplaca chrysoleuca, Aspicilia calcerea, and Umbilicaria vellea lichens investigated were collected from Oltu-İnci village (Erzurum, Turkey). The lattitude and longitude of the study area are as follows: Lattitude: 40°35'30", Longitude: 41°50'00". There was not any agricultural and industrial activities etc. at the study region. These lichens were selected because of their common dispersion in that area. Identification of lichen species is done by Prof. Dr. Ali Aslan. The collected lichens are dried at 25°C at room temperature and powdered by a grinder. Analysis procedure for lichens are as following: samples are cold-leached with HNO₃. After cooling a modified Aqua Regia solution of equal parts concentrated HCl, HNO₃ and DI H₂O are added to samples for leaching in heating block of hot water bath. Samples are made up to volume with dilute HCl before filtration. Lichens are analyzed by ICP/MS (ICP/MS-Perkin-Elmer ELAN 9000) for evaluation of trace elements (Hf, Ta, Nb, Li, Sr, Bi, Y, Sc, Ce, and Ga). Terrigenous or anthropogenic origin of elements in samples were evaluated by the calculated enrichment factor (EF) [23]. Enrichment factors for different lichen species were calculated by:

$$EF = \frac{[E_{lichen}/Al_{lichen}]}{[E_{crust}/Al_{crust}]}$$
(1)

where EF: enrichment factor, Elichen: element value in lichen (mg/kg), Allichen: Al value in lichen (mg/kg), Ecrust: element value in the Earth's crust (mg/kg) Alcrust: Al value in the Earth's crust (mg/kg).

Degree of contamination in Erzurum (Oltu, İnci, Turkey) region were evaluated by the calculated contamination factor (CF) [39]. Contamination factors were calculated by:

$$CF = C_i / C_b \tag{2}$$

where CF: contamination factor, Ci: element value in lichen (mg/kg), Cb: element value in control area (mg/kg). In this study, eastern Alps and northern Apennines were chosen as control [41] (for all elements, except elements Ta and Ga which do not exist in their study). Ta and Ga values were taken from Markert [42].

Pollution load index (PLI) indicating how much the sample exceeds metal concentrations of natural environments and also giving indication of overall toxicity status for the sample is defined as the nth root of multiplication of CFs [43]. PLI was calculated by:

$$PLI = (CF_1 x CF_2 x CF_3 x \dots x CF_n)^{1/n}$$
(3)

where, CF_1 is the CF of the first element, CF_2 is the CF of the second element value, CF_3 is the CF of the third element value, CF_n is the CF of the nth element in the lichens species.

3 Results and discussion

Trace elements accumulated by *Pseudevernia furfuracea* are given in Figure 1.

According to Figure 1, the highest element concentration was 21.7 ± 1.0 mg/kg for Sr (Figure 1(a)). In the literature, Parviainen et al. [23] reported Sr concentrations between 5.6 and 377 mg/kg in lichen Xanthoria parietina from Spain. Bubach et al. [38] reported Sr concentrations in lichen Usnea sp. between 29.05 and 50.8 mg/kg. The lowest element concentration was 0.008±0.002 mg/kg for Ta in our study. The Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, and Ce concentrations in Pseudevernia furfuracea were 0.02±0.01, 0.044±0.002, 0.16±0.008, 0.5±0.02, 0.9±0.04, 1.15±0.05, 1.158±0.06, and 3.2±0.16 mg/kg, respectively (Figure 1(a)). The trace in Pseudevernia furfuracea elements were Ta<Bi<Hf<Nb<Ga<Sc<Li<Y<Ce<Sr. Considering these

values, it can be said that the best accumulation by *Pseudevernia furfuracea* is for Sr. The distribution percentages of the trace elements accumulated by *Pseudevernia furfuracea* are given in Figure 1(b). According to Figure 1(b), the highest element value was 75% for Sr, while the lowest element value was 0.027% for Ta. Also, Bi and Hf values in *Pseudevernia furfuracea* were below 1%. Ce, Y, Li, Sc, Ga, and Nb values were 11%, 4%, 4%, 3%, 2%, and 1%, respectively.



Figure 1. Trace elements accumulated by P.furfuracea

Trace elements accumulated by *Cetraria islandica* are given in Figure 2.

Maximum element concentration was $22.7\pm\pm1.1$ mg/kg for Sr, while minimum element concentration was 0.008 ± 0.002 mg/kg for Ta (Figure 2). Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Y, Li, and Ce concentrations in *Cetraria islandica* were 0.02 ± 0.01 , 0.043 ± 0.002 , 0.16 ± 0.008 , 0.4 ± 0.02 , 0.8 ± 0.04 , 1.183 ± 0.05 , 1.65 ± 0.08 , and 3.5 ± 0.17 mg/kg respectively. Different concentrations were reported in the literature. Landis et al. [40] reported that Bi concentrations in lichen H. physodes between 0.002 and 0.149 µg/g while Ce concentrations were between 0.803 and 16.815 µg/g. Bubach et al. [38] reported Sc concentrations in lichen Usnea sp. between 0.18 and 1.75 mg/kg.

The trace elements in *Cetraria islandica* were Ta<Bi<Hf<Nb<Ga<Sc<Y<Li<Ce<Sr. Given these values, similar to *Pseudevernia furfuracea*, it can be said that the best accumulation by *Cetraria islandica* is for Sr. The distribution percentages of the trace elements accumulated by *Cetraria islandica* are shown in Figure 2(b). According to Figure 2(b), the highest element value was 75% for Sr, while the lowest element value 0.027% for Ta. Also, Bi and

Hf values in *Cetraria islandica* were below 1%. Ce, Li, Y, Sc, Ga, and Nb values were 11%, 5%, 4%, 3%, 1%, and 1%, respectively.



Figure 2. Trace elements accumulated by C. islandica

The trace elements accumulated by *Rhizoplaca chrysoleuca* are given in Figure 3.

According to Figure 3(a), the highest element concentration was 31.9±1.6 mg/kg for Sr, while minimum element concentration was 0.008±0.002 mg/kg for Ta. Landis et al. [40] reported Ta concentrations in lichen H. physodes between 0.004±0.001 and 0.099 µg/g. Bubach et al. [38] reported Ta concentrations in lichen Usnea sp. between 0.0051 and 0.14 mg/kg. In our study, Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, and Ce concentrations in Rhizoplaca chrysoleuca were 0.03±0.01, 0.193±0.01, 0.49±0.02, $1.1{\pm}0.05,\ 1.3{\pm}0.06,\ 2.07{\pm}0.1,\ 4.489{\pm}0.22,\ and\ 11.1{\pm}0.5$ mg/kg respectively. The trace elements in Rhizoplaca chrysoleuca were Ta<Bi<Hf<Nb<Ga<Sc<Li<Y<Ce<Sr. Given these values, similar to Cetraria islandica and Pseudevernia furfuracea, it can be said that the best accumulation by Rhizoplaca chrysoleuca is for Sr. The distribution percentages of the trace elements accumulated by *Rhizoplaca chrysoleuca* are given in Figure 3(b). According to Figure 3(b), the highest element value was 61% for Sr, while the lowest element value was 0.027% for Ta. Also, Bi and Hf values in Rhizoplaca chrysoleuca were below 1%. Ce, Y, Li, Sc, Ga, and Nb values were 21%, 9%, 4%, 2%, 2%, and 1%, respectively.



Figure 3. Trace elements accumulated by *R. chrysoleuca*

The trace elements accumulated by *Aspicilia calcarea* are given in Figure 4.



Figure 4. Trace elements accumulated by A.calcarea

According to Figure 4(a), the highest element concentration was 77.9 ± 3.8 mg/kg for Sr, while the

minimum element concentration was 0.008±0.002 mg/kg for Ta. Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, and Ce concentrations in Aspicilia calcarea were 0.03±0.01, 0.095±0.004, 0.22±0.01, 0.7 ± 0.03 , 1.0 ± 0.05 , 1.65 ± 0.08 , 2.365 ± 0.11 , and 4.7 ± 0.23 mg/kg respectively. Different concentrations were reported in the literature. Landis et al. [40] reported Nb concentrations in lichen H. physodes between 0.066 and 1.296 µg/g. Bubach et al. [38] reported Cs concentrations in lichen Usnea sp. between 0.0170 and 0.1100 mg/kg. The trace elements in Aspicilia calcarea were Ta<Bi<Hf<Nb<Ga<Sc<Li< Y-Ce-Sr. It can be said that the best accumulation by Aspicilia calcarea is for Sr. The distribution percentages of the trace elements accumulated by Aspicilia calcarea are given in Figure 4(b). According to Figure 4(b), the highest element value was 88% for Sr, while the lowest element value 0.027% for Ta. Also, Bi, Hf, and Nb values in Aspicilia calcarea were below 1%. Ce, Y, Li, Sc, and Ga values were 5%, 3%, 2%, 1%, and 1%, respectively.

The trace elements accumulated by *Umbilicaria vellea* are given in Figure 5.



Figure 5. Trace elements accumulated by U. vellea

According to Figure 5(a), the highest element concentration was 16.3 ± 0.8 mg/kg for Sr, while minimum element concentration was 0.004 ± 0.001 mg/kg for Ta. Bi, Hf, Nb, Ga, Sc, Li, Y, and Ce concentrations in *Umbilicaria vellea* were 0.02 ± 0.01 , 0.1 ± 0.05 , 0.4 ± 0.02 , 0.6 ± 0.03 , 0.9 ± 0.04 , 1.43 ± 0.07 , 3.15 ± 0.15 , and 5.0 ± 0.25 mg/kg respectively. Different concentrations were reported in the literature. Landis et al. [40] reported Li concentrations in lichen H. physodes between 0.235 and 7.185 µg/g. Bubach et al. [38] reported Hf concentrations in lichen Usnea sp. between 0.018 and 0.046 mg/kg. The trace elements in *Umbilicaria vellea* were Ta<Bi<Hf<Nb<Ga<Sc<Li

<Y<Ce<Sr. It can be said that the best accumulation by *Umbilicaria vellea* is for Sr. The distribution percentages of the trace elements accumulated by *Umbilicaria vellea* are given in Figure 5(b). According to Figure 5(b), the highest element value was 59% for Sr, while the lowest element value was 0.014% for Ta. Also, Bi and Nb values in *Umbilicaria vellea* were below 1%. Ce, Y, Li, Sc, Nb, and Ga values were 18%, 11%, 5%, 3%, 2% and 2%, respectively.

A comparison of trace elements accumulated by Pseudevernia furfuracea, Cetraria islandica, Rhizoplaca chrysoleuca, Aspicilia calcarea, and Umbilicaria vellea are given in Figure 6. According to Figure 6(a), the highest Hf concentration was 0.193±0.01 mg/kg for Rhizoplaca chrysoleuca, while the minimum Hf concentration was 0.043±0.002 mg/kg for Cetraria islandica. The Hf concentrations for Aspicilia calcarea, Pseudevernia furfuracea and Umbilicaria vellea were 0.095±0.004, 0.044±0.002, and 0.1±0.05 mg/kg, respectively. Hf values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca> Umbilicaria vellea> Aspicilia calcarea> Pseudevernia furfuracea> Cetraria islandica. It was determined that Hf, one of the trace elements, was well accumulated by Rhizoplaca chrysoleuca. According to Figure 6(b), maximum Ta concentration was 0.008±0.002 mg/kg for Cetraria islandica, Rhizoplaca chrysoleuca, Aspicilia calcarea and Pseudevernia furfuracea, while minimum Ta concentration was 0.004±0.001 mg/kg for Umbilicaria vellea. Ta values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca =Aspicilia calcarea=Pseudevernia furfuracea=Cetraria islandica> Umbilicaria vellea. The best Ta accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca, Aspicilia calcarea, and Pseudevernia furfuracea. The highest Nb concentration was 0.49±0.02 mg/kg for Rhizoplaca chrysoleuca, while the lowest Nb concentration was 0.16±0.008 mg/kg for Cetraria islandica and Pseudevernia furfuracea. Nb concentrations for Aspicilia calcarea and Umbilicaria vellea were 0.22±0.01 and 0.40±0.02 mg/kg, respectively. The Nb values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca> Umbilicaria vellea> Aspicilia calcarea> Pseudevernia furfuracea=Cetraria islandica. Similarly to Hf, the best Nb accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca (Figure 6(c)). Maximum Li concentration was 2.07±0.1 mg/kg for Rhizoplaca chrysoleuca, while minimum Li concentration was 1.15±0.05 mg/kg for Pseudevernia furfuracea. The Li concentrations for Cetraria islandica, Aspicilia calcarea and Umbilicaria vellea were 1.65±0.08, 1.65±0.08, and 1.43±0.07 mg/kg, respectively. The Li values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca> Cetraria islandica= Aspicilia calcarea> Umbilicaria vellea>Pseudevernia furfuracea. Similarly to Hf and Nb, the best Li accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca (Figure 6(d)). According to Figure 6(e), the maximum Sr concentration was 77.9±3.8 mg/kg for Aspicilia calcarea, while the lowest Sr concentration was 16.3 ± 0.8 mg/kg for Umbilicaria vellea. The Sr concentrations for Cetraria islandica, Rhizoplaca chrysoleuca, and Pseudevernia furfuracea were 22.7±1.1, 31.9±1.6, and 21.7±1.0 mg/kg, respectively. The Sr values of lichen

species were Aspicilia calcarea> Rhizoplaca chrysoleuca> Cetraria islandica> Aspicilia calcarea> Pseudevernia furfuracea> Umbilicaria vellea. Contrary to Hf, Nb, and Li, the best Sr accumulation was determined as Aspicilia calcarea. According to Figure 6(f), the highest Bi concentration was 0.03±0.01 mg/kg for, Rhizoplaca chrysoleuca and Aspicilia calcarea, while the minimum Bi concentration was 0.02±0.01 mg/kg for *Cetraria islandica*. Pseudevernia furfuracea and Umbilicaria vellea. The Bi values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca=Aspicilia calcarea> Cetraria islandica= Pseu devernia furfuracea= Umbilicaria vellea. The best Bi accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca and Aspicilia calcarea. Maximum Y concentration was 4.489±0.22 mg/kg for Rhizoplaca chrysoleuca, while minimum Y concentration was 1.158±0.06 mg/kg for Pseudevernia furfuracea. The Y concentrations for Cetraria islandica, Aspicilia calcarea, and Umbilicaria vellea were 1.183±0.05, 2.365±0.11, and 3.15±0.15 mg/kg, respectively.

The Y values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca> Umbilicaria vellea> Aspicilia calcarea>Cetraria islandica> Pseudevernia furfuracea. The best Y accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca (Figure 6(g)). Te highest Sc concentration was 1.3±0.06 mg/kg for *Rhizoplaca chrysoleuca*, while minimum Sc concentration was 0.8±0.04 mg/kg for *Cetraria islandica*. The Sc concentrations for Aspicilia calcarea, Pseudevernia furfuracea, and Umbilicaria vellea were 1.0±0.05, 0.9±0.04, and 0.9±0.04 mg/kg, respectively. Sc values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca> Aspicilia calcarea> Pseudevernia furfuracea=Umbilicaria vellea>Cetraria islandica. The best Sc accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca (Figure 6(h)). According to Figure 6(i), the maximum Ce concentration was 11.1 ± 0.5 mg/kg for Rhizoplaca chrysoleuca, while the minimum Ce concentration was 3.2±0.16 mg/kg for Pseudevernia furfuracea. Ce concentrations for Cetraria islandica, Aspicilia calcarea, and Umbilicaria vellea were 3.5±0.17, 4.7 ± 0.23 , and 5.0 ± 0.25 mg/kg, respectively. The Ce values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca> Umbilicaria vellea >Aspicilia calcarea> Cetraria islandica>Pseudevernia furfuracea. The best Ce accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca. According to Figure 6(j), the maximum Ga concentration was 1.1±0.05 mg/kg for Rhizoplaca chrysoleuca, while minimum Ga concentration was 0.4±0.02 mg/kg for Cetraria islandica. The Ga concentrations for Aspicilia calcarea, Pseudevernia furfuracea, and Umbilicaria vellea were 0.7±0.03, 0.5±0.02, and 0.6±0.03 mg/kg, respectively. Ga values of lichen species were Rhizoplaca chrysoleuca>Aspicilia calcarea>Umbilicaria vellea >Aspicilia calcarea> Pseudevernia furfuracea> Cetraria islandica. The best Ga accumulation was determined as Rhizoplaca chrysoleuca.

Accumulation values of trace elements in different lichen species were determined. From the results it was observed that Sr concentration was higher while Ta concentration was lower in all species.



Figure 6. Comparison of trace elements accumulated by lichen species

The possible reason of this can be described by the accumulation characteristics of the elements as well as the trace element uptake preference by lichens. In the present study, the he pollution status values were calculated. The enrichment factors calculated for different lichen species are given in Table 1.

When Table 1 was examined, the highest EF value in *Cetraria islandica* was 7.91 for Bi, while the minimum value was 0.37 for Hf. The maximum EF value in *Rhizoplaca*

chrysoleuca was 11.87 for Bi, while minimum value was 0.40 for Ta. The maximum EF value in *Aspicilia calcarea* was 11.87 for Bi, while the minimum value was 0.40 for Ta. The maximum EF value in *Pseudevernia furfuracea* was 7.91 for Bi, while the minimum value was 0.38 for Hf. The maximum EF value in *Umbilicaria vellea* was 7.91 for Bi, while the lowest value was 0.20 for Ta. EF values < 10 are considered as terrigenous, whereas EF values > 10 are considered to be impacted by anthropogenic activity [23].

According to Table 1, EF values for *Rhizoplaca chrysoleuca* (Bi: 11.87 and Y:10.25) and *Aspicilia calcarea* (Sr:11.18 and Bi:11.87) were greater than 10. EF values for *Cetraria islandica*, *Pseudevernia furfuracea* and *Umbilicaria vellea* were <10.

 Table 1. Enrichment factors

		Lichens			
Trace elemen ts	Cetrari a islandi ca	Rhizoplac a chrysoleu ca	Aspicil ia calcare a	Pseudever nia furfuracea	Umbilicar ia vellea
Hf	0.37	1.67	0.82	0.38	0.87
Та	0.40	0.40	0.40	0.40	0.20
Nb	0.67	2.05	0.92	0.67	1.68
Li	4.15	5.20	4.15	2.89	3.59
Sr	3.26	4.58	11.18	3.12	2.34
Bi	7.91	11.87	11.87	7.91	7.91
Y	2.70	10.25	5.40	2.64	7.19
Sc	2.96	4.80	3.69	3.33	3.33
Ce	2.75	8.72	3.69	2.51	3.93
Ga	1.18	3.25	2.07	1.48	1.77

The contamination factors are given in Table 2.

Table 2. Contamination factors

			Lichens		
Trace	C.islandi	R.chrysole	A.calcar	P.furfurac	U.vell
elemen	ca	иса	еа	ea	ea
ts					
Hf	1.19	0.16	0.59	0.07	1.34
Та	8.00	0.00	8.00	0.00	4.00
Nb	6.15	0.08	2.76	0.06	6.91
Li	7.67	0.27	6.12	0.19	7.61
Sr	1.63	19.53	3.99	5.44	3.00
Bi	0.63	0.05	0.63	0.03	0.63
Y	3.26	1.38	1.72	0.67	4.67
Sc	2.47	0.53	1.90	0.47	1.90
Ce	5.22	2.12	2.21	1.45	3.46
Ga	4.00	0.28	2.55	0.20	3.05

There are six categories corresponding to CF values [45]: Category 1 (C1) CF < 1 no contamination; Category 2 (C2) 1 < CF < 2 suspected contamination; Category 3 (C3) 2 < CF < 3.5 slight contamination; Category 4 (C4) 3.5 < CF < 8 moderate contamination; Category 5 (C5) 8 < CF < 27 severe contamination; Category 6 (C6) CF > 27 extreme contamination. The highest CF value (8.00) was determined for Ta (C5) in Cetraria islandica. Li (C4) > Nb (C4) > Ce (C4) > Ga (C4) > Y (C3) > Sc (C3) > Sr (C2) > Hf (C2) > Bi(C1), followed it. CFs were calculated at the C4 category for four elements, C3 category for two elements, C2 category for two elements, and C1 category for one element. The highest CF value (19.53) was determined for Sr (C5) in Rhizoplaca chrysoleuca. Ce (C3) > Y (C2) > Sc (C1) > Ga (C1) > Li (C1) > Hf (C1) > Nb (C1) > Bi (C1) > Ta (C1), followed it. CFs were calculated at the C3 and C2 categories for one element, and C1 category for seven elements. The highest CF value (8.00) was determined for Ta (C5) in Aspicilia calcarea. Li (C4) > Sr (C4) > Nb (C3) > Ga (C3) > Ce (C3) > Sc (C2) > Y (C2) > Bi (C1) > Hf (C1), followed it. CFs were calculated at the C4 category for two elements, C3 category for three elements, C2 category for two elements,

and C1 category for two elements. The highest CF value (8.00) was determined for Sr (C4) in Pseudevernia furfuracea. Ce (C2) > Y (C1) > Sc (C1) > Ga (C1) > Li (C1) > Hf (C1) > Nb (C1) > Bi (C1) > Ta (C1), followed it. CFs were calculated at the C2 category for one elements, and C1 category for eight elements. The highest CF value (7.61) was determined for Li (C4) in Umbilicaria vellea. Nb (C4) > Y (C4) > Ta (C4) > Ce (C3) > Ga (C3) > Sr (C3) > Sc (C2) >Hf (C2) > Bi (C1), followed it. CFs were calculated at the C4 category for three elements, C3 category for three elements, C2 category for two elements, and C1 category for one element. As a result, the highest CF values in lichens investigated were determined for Sr, Ta and Li. Carreras et al. [37] investigated the lichen U. amblyoclada. They reported CF values of Sr in city center, university campus and residential area in Cordoba city as 0.828, 1.055 and 0.817, respectively. These CF values are lower than the ones obtained in our study for Sr. Koroleva and Revunkov [39] investigated epiphytic lichen Hypogymnia physodes. They reported CF values of Sr in the Kaliningrad region and Sambian peninsula region as 1.9 and 2.3 that classified as C3 and C2, respectively. These CF are lower than the ones obtained in our study for Sr, except Cetraria islandica.

The coal burning may result in important problems in environment. During spontaneous combustion of coal volatization of coal and mineral matter may result in atmospheric pollution. High tantalum concentrations were reported in coal samples [46]. Therefore, the combustion of coal may have caused Ta emissions in the air resulting in high CF for Ta.

During last years, anomalous accumulations of lithium were discovered in coal samples [47-50]. Lithium has an affinity to inorganic fractions in coals; however, it is also related to organic fractions. Primary Li carriers in coals are thought to be lithium bearing clay minerals, and partially mica and tourmaline [49, 50]. Lithium is one of the semivolatile elements according to enrichment behaviour in coal ash. Li in coals are probably to be enriched in ash fraction of coal. Lithium was found to be enriched in a range of 27% to 73% more in fly ash than in bottom ash [50, 51]. Therefore, in the studied area, the combustion of coal causing fly ashes may have resulted in Li emissions in the air and in high CF for Li. Lichens are sensitive to air pollution, resistant and able to live where pollution is present. Lichens are bioindicators of air pollution by absorbing air pollutants. They react differently to different levels of pollutants. Since they do not have an advanced root system, they exchange water and mineral matter with all their surfaces. Thus, they accumulate air pollutants in their bodies [52]. Therefore, climate and weather conditions effect the element accumulations by lichens. Moreover, habitat of lichens, the substrate they are on, metal-containing rock and soil affects the amount of metal accumulated in the lichen thallus [53-55].

In this study, pollution load index (PLI) values were calculated within the scope of this study. PLI below 1 indicates that elemental loads are near the background level, and above 1 indicates the extent of pollution. PLI indicates how much a sample exceeds the metal concentrations of natural environments and give an indication of the overall toxicity status of a sample [43]. According to obtained data, the highest PLI value was determined as 3.08 for *Cetraria islandica*, while the lowest PLI value was determined as 0.16 for *Pseudevernia furfuracea*. PLI values were *Cetraria islandica*> Umbilicaria vellea> Aspicilia calcarea> Rhizoplaca chrysoleuca> Pseudevernia furfuracea. PLI values for *Cetraria islandica*, Aspicilia calcarea, and Umbilicaria vellea were greater than 1.

4 Conclusion

The important results were obtained in the study. The highest trace element accumulated by Pseudevernia furfuracea (21.7±1.0 mg/kg; 75%), Rhizoplaca chrysoleuca (31.9±1.6 mg/kg; 61%), Umbilicaria vellea (16.3±0.8 mg/kg; 59%), Aspicilia calcarea (77.9±3.8 mg/kg; 88%), and Cetraria islandica (22.7±1.1 mg/kg; 75%) was determined as Sr. The best Sr accumulation was 77.9±3.8 mg/kg for Aspicilia calcarea. Aspicilia calcarea is good biomonitor of Sr. The lowest trace element accumulated by lichen species was determined as Ta. The lowest Ta accumulation was calculated as 0.004±0.001 mg/kg for Umbilicaria vellea. Bi and Hf elements accumulated by Rhizoplaca Pseudevernia furfuracea, chrysoleuca, Umbilicaria vellea, and Cetraria islandica and the Bi, Hf and Nb elements determined in Aspicilia calcarea had values below 1%. Rhizoplaca chrysoleuca is a good biomonitor of Ce, Ga, Sc, Y, Bi, Li, Nb, Hf. EF values for Rhizoplaca chrysoleuca (Bi: 11.87 and Y:10.25) and Aspicilia calcarea (Sr:11.18 and Bi:11.87) were greater than 10. EF values for Cetraria islandica, Pseudevernia furfuracea and Umbilicaria vellea were lower than 10. According to CF values, the highest CF values in lichens were considered for Sr (19.53), Ta (8.00), and Li (7.67). According to obtained data, the highest PLI value was determined as 3.08 for Cetraria islandica. PLI values were Cetraria islandica> Umbilicaria vellea> Aspicilia calcarea> Rhizoplaca chrysoleuca> Pseudevernia furfuracea. PLI values for Cetraria islandica, Aspicilia calcarea, and Umbilicaria vellea were greater than 1. In this context, it has been proven that these lichen species can be used as a good biomonitor of pollution.

Conflict of interest

The author declares that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): %18

References

- M. Sethurajan and S. Gaydardzhiev, Bioprocessing of spent lithium ion batteries for critical metals recovery – A review. Resources, Conservation and Recycling, 165, 105225, 2021. https://doi.org/10.1016/j.resconrec. 2020.105225.
- [2] S. V. Thakkar and L. Malfatti, Silica-graphene porous nanocomposites for environmental remediation: A critical review. Journal of Environmental Management, 278, 111519, 2021. https://doi.org/ 10.1016/j. jenvman. 2020.111519.

- [3] D. Poddalgoda, S. M. Hays and A. Nong, Derivation of biomonitoring equivalents (BE values) for bismuth. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 114, 104672, 2020. https://doi.org10.1016/j.yrtph.2020.10 4672.
- [4] M. Jia and J. T. Newberg, Surface chemistry of liquid bismuth under oxygen and water vapor studied by ambient pressure X-ray photoelectron spectroscopy. Applied Surface Science, 539, 148219, 2021. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.148219.
- [5] E. Allahkarami and B. Rezai, A literature review of cerium recovery from different aqueous solutions. Journal of Environmental Chemical Engineering, 9 (1), 104956, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104 956.
- [6] P. Velmuzhov, M. V. Sukhanov, E. A. Tyurina, A. D. Plekhovic, D. A. Fadeeva, L. A. Ketkova, M. F. Churbanov and V. S. Shiryaev, Physicochemical, optical properties and stability against crystallization of GaxGey-xS100-y (x=0-8; y = 40-42) glasses. Journal of Non-Crystalline Solids, 554, 120615, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2020.120615.
- M. Maarefvand, S. Sheibani and F. Rashchi, Recovery of gallium from waste LEDs by oxidation and subsequent leaching. Hydrometallurgy, 191, 105230, 2020. https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.10523 0.
- [8] J. B. Hedrick, Mineral commodity summaries 2010: scandium, US Geological Survey, 2010. https://doi.org/10.3133/mineral2010.
- [9] S. C. Li, S. C. Kim and C. S. Kang, Recovery of scandium from KOH sub-molten salt leaching cake of fergusonite. Minerals Engineering, 137, 200-206, 2019. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.11.052.
- [10] L. I. Deqian, A review on yttrium solvent extraction chemistry and separation process. Journal of Rare Earths, 35, 107-119, 2017. https://doi.org/10.1016/S 100 2-0721(17)60888-3.
- [11] Q. Liao, D. Zou, W. Pan, W. Linghu, R. Shen, X. Li, A. M. Asiri, K. A. Alamry, G. Sheng, L. Zhan and X. Wu, Highly efficient capture of Eu(III), La(III), Nd(III), Th(IV) from aqueous solutions using g-C3N4 nanosheets. Journal of Molecular Liquids, 252, 351-361, 2018. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017. 12.145.
- [12] M. E. Mahmoud and A. K. Mohamed, Removal of yttrium (III) from aqueous solution using surface metal sequestration methodology by 3-azo-phenolate salicylic acid. Journal of Molecular Liquids, 274, 25-32,2019. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.10.065.
- [13] G. Pagano, M. Guida, F. Tommasi and R. Oral, Health effects and toxicity mechanisms of rare earth elementsknowledge gaps and research prospects. Ecotoxicology Environment Safety, 115, 40-48, 2015. https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2015.01.030.
- [14] A. Hulanicki, J. Surgiewicz and I. Jaron, Determination of hafnium in air dust filters by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Talanta, 44(7),

1159-1162, 1997. https://doi.org/10.1016/S0039-9140(96)02152-2.

- [15] A. Shikika, M. Sethurajan, M. Muvundja, M. C. Mugumaoderha and St. Gaydardzhiev, A review on extractive metallurgy of tantalum and niobium, Hydrometallurgy, 198, 105496, 2020. https://doi.or g/10.101 6/j.hydromet.2020.105496.
- [16] M. Wiśniewska, G. Fijałkowska, I. Ostolska, W. Franus, A. Nosal-Wiercińska, B. Tomaszewska, J. Goscianska and G. Wójcik, Investigations of the possibility of lithium acquisition from geothermal water using natural and synthetic zeolites applying poly(acrylic acid). Journal of Cleaner Production, 195, 821-830, 2018.

https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.05.287.

- [17] Y. Zhang, W. Sun, R. Xu, L. Wang and H. Tang, Lithium extraction from water lithium resources through green electrochemical-battery approaches: A comprehensive review. Journal of Cleaner Production, 285, 124905, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jclepro .2020.12490
- [18] Y. Miao, L. Liu, C. Liu, Y. L. Deng, P. P. Chen, Q. Luo, F. P. Cui, M. Zhang, W. Q. Lu and Q. Zeng, Urinary biomarker of strontium exposure is positively associated with semen quality among men from an infertility clinic. Ecotoxicology and Environmental Safety, 208, 111694, 2021. https://doi.org/10.1016 /j.ecoe nv.2020.111694.
- [19] X. Liu, Z. Ren, T. Yang, Y. Hao, Q. Wang and J. Zhou, Tunable dielectric metamaterial based on strontium titanate artificial atoms. Scripta Materialia, 184, 30-33, 2020. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.03.04 1.
- [20] Y. Li, S. Le, Z. Wang, Y. Hong, K. Li and Q. Pu, Preparation and characterization of the Sr2+-doped gamma-Ce2S3@c-SiO2 red pigments exhibiting improved temperature and acid stability. Applied Surface Science, 508, 2020. https://doi.org/10.1016/j .apsusc.2020.145266.
- [21] C. Liu, X. Yu, C. Ma, Y. Guo and T. Deng, Selective recovery of strontium from oilfield water by ionimprinted alginate microspheres modified with thioglycollic acid. Chemical Engineering Journal, 410, 128267, 2021. https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.128 267
- [22] WHO (World Health Organization), Press Release: 9 Out of 10 People Worldwide Breathe Polluted Air, but More Countries Are Taking Action, https://www.who.int/news-room/detail/02-05-2018-9out-of-10-people-worldwide-breathe-polluted-air-butmore-countries-are-taking-action, Accessed 2th Feb 2021.
- [23] A. Parviainen, E. M. Papaslioti, M. Casares-Porcel and C. J. Garrido, Antimony as a tracer of non-exhaust traffic emissions in air pollution in Granada (S Spain) using lichen bioindicators. Environmental Pollution, 263, 114482, 2020. https://doi.org/10.1016/j.envpol.20 20.114482.

- [24] IARC, (International Agency for Research on Cancer), 2013. Outdoor air pollution a leading environmental cause of cancer deaths. The International Agency for Research on Cancer, Press release N 221, https://www.iarc.fr/wp-content/uploads/2018/07/pr221 _E.pdf, Accessed 2 Feb 2021.
- [25] L. Massimi, F. Castellani, C. Protano, M. E. Conti, A. Antonucci, M. A. Frezzini, M. Galletti, G. Mele, A. Pilerie, M. Ristorini, M. Vitali and S. Canepari, Lichen transplants for high spatial resolution biomonitoring of Persistent Organic Pollutants (POPs) in a multi-source polluted area of Central Italy. Ecological Indicators, 120, 106921, 2021. https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2 020.106921.
- [26] T. Taylor, H. Hass, W. Remy and H. Kerp, The oldest fossil lichen. Nature, 378, 244-244, 1995. https://doi.org/10.1038/378244a0.
- [27] X. Yuan, S. Xiao and T. N. Taylor, Lichen-like symbiosis 600 million years ago. Science, 308, 1017-1020, 2005. https://doi.org/10.1126/science.1111347.
- [28] M. Goel, R. Kalra, P. Ponnan, J. A. A. S. Jayaweera and W. W. Kumbukgolla, Inhibition of penicillin-binding 2a (PBP2a) in methicillin resistant protein Staphylococcus aureus (MRSA) by combination of oxacillin and а bioactive compound from Ramalinaroesleri. Microbial Pathogenesis, 150, 104676, 2021. https://doi.org/10.1016/j.micpath.2020. 104676.
- [29] R. Bargagli, Moss and lichen biomonitoring of atmospheric mercury: a review. Science of the Total Environment, 572, 216-231, 2016. https://doi.org/10.1 016/j.scitotenv.2016.07.202.
- [30] L. Fortuna, A. G. González, M. Tretiach and O. S. Pokrovsky, Influence of secondary metabolites on surface chemistry and metal adsorption of a devitalized lichen biomonitor. Environmental Pollution, 273, 116500, 2021. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021. 116500.
- [31] J. M. H. Knops, T. N. Iii, V. L. Boucher and W. H. Schlesinger, Mineral cycling and epiphytic lichens: implications at the ecosystem level. Lichenologist, 23, 309-321, 1991.
- [32] T. Hájek and L. Adamec, Mineral nutrient economy in competing species of Sphagnum mosses. Ecological Research, 24, 291-302, 2009. https://doi.org/10.1007 /s11284-008-0506-0.
- [33] Y. Tao and Y. M. Zhang, Effects of leaf hair points of a desert moss on water retention and dew formation: implications for desiccation tolerance. Journal of Plant Research, 125, 351-360, 2012. https://doi.org/10.1007 /s10265-011-0449-3.
- [34] F. Petruzzellis, T. Savi, S. Bertuzzi, A. Montagner, M. Tretiach and A. Nardini, Relationships between water status and photosystem functionality in a chlorolichen and its isolated photobiont. Planta, 247, 705-714, 2018. https://doi.org/10.1007/s00425-017-2814-5.
- [35] H. F. Van Dobben, H. T. Wolterbeek, G. W. W. Wamelink and C. J. F. Ter Braak, Relationship between epiphytic lichens, trace elements and gaseous

atmospheric pollutants. Environmental Pollution, 112, 163-169, 2001. https://doi.org/10.1016/S0269-7491(00) 00121-4.

- [36] A. Ares, J. Aboal, A. Carballeira and J. A. Fernández, Do moss bags containing devitalized Sphagnum denticulatum reflect heavy metal concentrations in bulk deposition?. Ecological Indicators, 50, 90-98, 2015. https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2014.10.030
- [37] H. A. Carreras, J. H. Rodriguez, C. M. González, E. D. Wannaz, F. Garcia Ferreyra, C. A. Perez and M. L. Pignata, Assessment of the relationship between total suspended particles and the response of two biological indicators transplanted to an urban area in central Argentina. Atmospheric Environment, 43(18), 2944-2949, 2009. https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2009. 02.060.
- [38] D. Bubach, S. P. Catán, C. D. Fonzo, L. Dopchiz, M. Arribére and M. Ansaldo, Elemental composition of Usnea sp lichen from Potter Peninsula, 25 de Mayo (King George) Island, Antarctica. Environmental Pollution, 210, 238-245, 2016. https://doi.org/10.101 6/j.envpol.2015.11.045.
- [39] Y. Koroleva and V. Revunkov, Air Pollution Monitoring in the South-East Baltic Using the Epiphytic Lichen Hypogymnia physodes, Atmosphere, 8 (7), 119, 2007. https://doi.org/10.3390/atmos807 0119.
- [40] M. S. Landis, W. B. Studabaker, J. P. Pancras, J. R. Graney, K. Puckett, E. M. White and E. S. Edgerton, Source apportionment of an epiphytic lichen biomonitor to elucidate the sources and spatial distribution of polycyclic aromatic hydrocarbons in the Athabasca Oil Sands Region, Alberta, Canada. Science of The Total Environment, 654, 1241-1257, 2019. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.11.131
- [41] E. Cecconi, G. Incerti, F. Capozzi, P. Adamo, R. Bargagli, R. Benesperi, F. Candotto Carniel, S. E. Favero-Longo, S. Giordano, D. Puntillo, S. Ravera, V. Spagnuolo and M. Tretiach, Background element content of the lichen *Pseudevernia furfuracea*: a supranational state of art implemented by novel field data from Italy. Science of the Total Environment, 622, 282–292, 2018. https://doi.org/10.1007/s10661-019-7405-4.
- [42] B. Markert, Establishing of Reference Plant for Inorganic Characterization of Different Plant Species By Chemical Fingerprinting. Water Air Soil Pollution, 64:533-538, 1992. https://doi.org/10.1007/BF00483363.
- [43] H. Salo, M. S. Bu'cko, E. Vaahtovuo, J. Limo, J. Mäkinen, and L. J. Pesonen, Biomonitoring of air pollution in SW Finland by magnetic and chemical measurements of moss bags and lichens. Journal of Geochemical Exploration, 115, 69–81, 2012. https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2012.02.009.

- [45] A. Stojanowska, J. Rybak, M. Bożym, T. Olszowski, J. S. Bihałowicz, Spider Webs and Lichens as Bioindicators of Heavy Metals: A Comparison Study in the Vicinity of a Copper Smelter (Poland). Sustainability, 12 (19), 8066, 2020. https://doi.org/10.3390/su12198066.
- [46] G. Gürdal, H. Hoşgörmez, D. Özcan, X. Li, H. Liu and W. Song, The properties of Çan Basin coals (Çanakkale—Turkey): Spontaneous combustion and combustion by-products. International Journal of Coal Geology, 138, 1-15, 2015. https://doi.org/10.1016/j. coal.2014.12.004.
- [47] Y. Z. Sun, Y. H. Li, C. L. Zhao, M. Y. Lin, J. X. Wang and S. J. Qin, Concentrations of lithium in Chinese coals. Energy Exploration and Exploitation, 28 (2), 97– 104, 2010. https://doi.org/10.1260/0144-5987.28.2.97.
- [48] Y. Z. Sun, J. J. Yang and C. L. Zhao, Minimum mining grade of associated Li deposits in coal seams. Energy Exploration and Exploitation, 30 (2), 167–170, 2012. https://doi.org/10.1260/0144-5987.30.2.167.
- [49] S. F. Dai, Y. F. Jiang, C. R. Ward, L. D. Gu, V. V. Seredin, H. D. Liu, D. Zhou, X. B. Wang, Y. Z. Sun, J. H. Zou and D. Y. Ren, Mineralogical and geochemical compositions of the coal in the Guanbanwusu Mine, Inner Mongolia, China: Further evidence for the existence of an Al (Ga and REE) ore deposit in the Jungar Coalfield. International Journal of Coal Geology, 98, 10–40, 2012. https://doi.org/10.126 0/1708-5284.12.6.551.
- [50] S. Qin, C. Zhao, Y. Li and Y. Zhang, Review of coal as a promising source of lithium. International Journal of Oil Gas and Coal Technology, 9 (2):215–229, 2015. https://doi.org/10.1504/IJOGCT.2015.067490.
- [51] R. C. Bhangare, P. Y. Ajmal, S. K. Sahu, G. G. Pandit, and V. D. Puranik, Distribution of trace elements in coal and combustion residues from five thermal power plants in India. International Journal of Coal Geology, 86 (4), 349–356, 2011. https://doi.org/10.10 16 /j.coal.2011.03.008.
- [52] Ö. Tufan Çetin and H. Sümbül, Hava kirliliğinin belirlenmesinde likenlerin kullanımı. Mehmet Akif Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2, 73-85, 2010. https://dergipark.org.tr/tr/pub/makufebed/issue/ 19425/206572.
- [53] J. Garty, Biomonitoring atmospheric heavy metals with lichens: Theory and Application. Critical Reviews in Plant Sciences, 20, 309-371, 2001. https://doi.org/10.1080/20013591099254.
- [54] G. Çobanoğlu, The use of lichens for biomonitoring of atmospheric pollution, Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences, 33, 591-613, 2015.
- [55] V. Işık, Xanthoria Parietina (L.) Th. Fr. likeni kullanılarak Ankara İli'nde yapılan ağır metal biyoizleme (=biyomonitoring) çalışması, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Türkiye, 2021.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 682-691 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Demir dışı metal üretimi sektöründe faaliyet gösteren tesislerin EKÖK uyum durumunun değerlendirilmesi

Assessment of IPPC compliance status of facilities operating in the non-ferrous metal production sector

Mehmet Kazım Yetik^{1,} ⁽¹⁾, Rahman Çalhan^{2*} ⁽¹⁾,

^{1,2} Karabük Üniversitesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, 78050, Karabük Türkiye

Öz

Gerçekleştirilen çalışmanın amacı, ülkemizde demir dışı üretim faaliyeti gerçekleştiren firmaların, yeni düzenlenecek olan Entegre Kirlilik Önleme ve Kontrol (EKÖK) mevzuatına uyum durumlarının belirlenmesi ve uyumsuz olan tesislerin tam uyum sağlayabilmesi için gerekli olan sürenin belirlenebilmesidir. Bu amaçla, Avrupa Birliği (AB) tarafından hazırlanmış olan mevcut en iyi teknikler (MET) referans dokümanında belirtilen kapsam içerisine giren tesisler için bir anket düzenlenmiş ve sonuçlar analiz edilerek demir dışı metal sektöründe faaliyet gösteren tesislerin EKÖK uyum durumu ve uyumsuz olan tesislerin uyum sağlayabilmesi için gerekli olan süreler belirlenmiştir. Analiz sonuçlarına göre, bakır sektöründeki firmaların %33'ünün, alüminyum %47'sinin, sektöründeki firmaların kurşun-kalay sektöründeki firmaların %86,5'i ve kıymetli metal sektöründeki firmaların %60'ının MET'leri uyguladıkları ve EKÖK ile tam uyumlu oldukları tespit edilmiştir. Demir dışı metal sektörü bir bütün olarak değerlendirildiğinde, sektördeki firmaların %27'sinin MET'leri uyguladıkları ve EKÖK ile tam uyumlu oldukları, bunun yanında uyumlu olmayan tesislerin gerekli yatırım ve iyileştirmeleri yapabilmeleri için 24 aylık sürenin yeterli olacağı belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Entegre kirlilik önleme ve kontrol (EKÖK), Çevre, Hava kirliliği, Demir dışı metaller

1 Giriş

Demir dışı metal endüstrisi, ülkelerin ekonomik, teknolojik bilim ve mühendislik alanında stratejik öneme ve küresel ticarette oldukça büyük paya sahip olan bir endüstri dalıdır [1,2]. Demir dışı metallerin çıkarılması ve üretimi sırasında ortaya çıkan cüruf, kül, atıksu, havaya salınan emisyonlar hava, su ve toprak ortamlarında birikerek çevre ve insan sağlığını tehdit etmektedir [3,4]. Demir dışı metallerin işlendiği proseslerde, ergitme ve rafinasyon fırınları ve bunların bağlı oldukları diğer ekstraksiyon sistemlerinde, ergitilmiş metalin taşınması da dahil olmak üzere bütün nakliye işlemlerinde, döküm alma ve buna bağlı proseslerde, toz içeren veya tozlu hammaddelerin taşınması ve depolanması sırasında, ortaya çıkan dumanların arıtımı sırasında, pota ısıtma işlemleri sırasında ve ürünlerin araçlara

Abstract

The study aims to determine the compliance status of the companies carrying out non-ferrous production activities in our country with the Integrated Pollution Prevention and Control (IPPC) legislation to be regulated and to determine the time required for incompatible facilities to comply fully. For this purpose, a survey was conducted for the facilities within the scope of the best available techniques (BAT) reference document prepared by the EU, the results were analyzed, and the IPPC compliance status of the facilities operating in the non-ferrous metal sector and the periods required for the non-compliant facilities to adapt were determined. According to the results of the analysis, 33% of the companies in the copper sector, 47% of the companies in the aluminum sector, 86.5% of the companies in the lead-tin sector, and 60% of the companies in the precious metals sector have implemented BAT and are in full compliance with IPPC were detected. When the nonferrous metal sector is evaluated as a whole, it has been determined that 27% of the companies in the sector have implemented BAT and are fully compliant with IPPC, and 24 months will be sufficient for non-compliant facilities to make the necessary investments and improvements.

Keywords: Integrated pollution prevention and control (IPPC), Environment, Air pollution, Non-ferrous metals

yüklenmesi veya boşaltılması sırasında çevresel etkiye neden olabilecek kirleticiler ortaya çıkmaktadır [5]. Özellikle metalurjik işlemler doğası gereği, işlem sırasında atmosfere karbondioksit, azot oksitler, hidrojen florür, rahatsız edici ve zararlı duman, buhar ve diğer toksinlerin yayılmasına neden olabilmektedir. Bunların yanında kurşun, arsenik, krom, kadmiyum, nikel, bakır ve çinko gibi ağır metaller de prosesin farklı aşamalarında ortaya çıkabilmektedir [6]. Ortaya çıkan bu ağır metaller baca yoluyla veya kaçak emisyonlar olarak ince partiküller veya uçucu bileşikler şeklinde atmosfere salınabilmektedir [7]. İkincil hammaddelerin ergitilmesi, kavurma işlemleri ve ısıtma işleminde kullanılan yakıtın yanması sırasında ortaya çıkan organik buharlar ve kükürt oksitler, duman, ince partiküller, azot oksitler, kükürt dioksit ve karbon monoksit gibi emisyonların ortaya çıkmasına

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: rahmancalhan@karabuk.edu.tr (R. Çalhan) Geliş / Recieved: 23.03.2023 Kabul / Accepted: 19.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1269688

neden olabilmektedir [8]. Havaya salınan bu toz ve kirletici emisyonlar, rüzgar ve hava akımları sayesinde oldukça uzak mesafelere kadar ulaşarak toprak ve su kirliliğine de neden olabilmektedir [9]. Bu kirliliğin etki alanında yaşayan insanlar ve diğer canlılar soluma veya temas yoluyla atmosferdeki kirleticilere maruz kalmaktadırlar. Yüksek düzeyde ağır metal maruziyeti öğrenme güçlükleri, davranış bozuklukları, işitme kaybı, dikkat kaybı, görsel ve motor becerilerin gelişimde güçlük çekilmesi gibi zihinsel ve gelişimsel engellere neden olabilmektedir [10–12]. Bütün bunların yanında demir dışı metal üretim endüstrisinde çalışan kişiler bu kirleticiler ile doğrudan temas halinde oldukları için daha büyük sağlık riskleri ile karşı karşıya kalmaktadır [13].

Oldukça karmaşık olan bu çevresel problemlerin hızlı ve etkili bir şekilde çözülebilmesi için acilen aksiyon alınması gerekmektedir. Ekonomik ve sürdürülebilir bir üretim sağlanabilmesi için sektörün de içerisinde yer aldığı çözüm önerilerinin, yönetim otoriteleri tarafından tartışılması gerekmektedir. Giderek artan tüketim ve buna bağlı olarak artan üretim sonucunda çevresel kirlilik geri dönülemez noktalara gelmeden önce önlem alınması gerekliliği küresel ölçekte tartışılmaya başlanmıştır. Bu amaçla AB'de ilk çalışmalar 1996 yılında ortaya konmuş ve üye devletlerdeki endüstriyel faaliyetler sonucunda ortaya çıkan çevresel kirliliğin önlenebilmesi veya azaltılabilmesi için Entegre Kirlilik Önleme ve Kontrol (EKÖK) direktifi uygulamaya konmustur [14]. EKÖK direktifi 2010 yılına gelindiğinde yerini Endüstriyel Emisyonlar Direktifine bırakmıştır. Bu kapsamda sektör özelinde, endüstrivel faaliyetler sırasında ve sonrasında ortaya çıkan kirleticilerin önlenebilmesi veya önlenemiyorsa azaltılması için bazı tekniklerin de içerisinde bulunduğu referans dokümanlar oluşturulmuştur. Referans dokümanlar içerisinde, sektördeki üretim prosesleri hakkında ve üretim hazırlığı, üretim sırası ve sonrasında ortaya çıkabilecek kirleticiler hakkında bilgiler bulunmaktadır. Ayrıca ortaya çıkan kirleticilerin önlenebilmesi veya azaltılabilmesi için belirli teknikler önerilmektedir. Referans dokümanda, kullanılabilecek olan tekniklerin açıklamaları, tekniğin uygulanması ile elde edilebilecek çevresel faydalar, uygulanabilirlik, teknikleri daha önce uygulamış olan tesislerdeki azaltım oranları, maliyetler, tekniğin kullanılması sonrasında düşülebilecek olan emisyon seviyeleri ve tekniğin kullanılması ile ortaya çıkabilecek çapraz ortam etkileri ile ilgili bilgiler de verilmektedir. Ayrıca önerilen teknikler, referans doküman içerisinde "Mevcut En İyi Teknikler (MET) Sonuçları" başlığı altında toplanmıştır. Referans doküman içerisinde verilen teknikler sadece öneri niteliğinde olup, kanunen uyulması gereken kurallar değildir. Eşdeğer düzeyde kirlilik azaltımı veya önleme sağlayabilecek olan diğer teknikler de kullanılabilmektedir [15].

Ülkemizde de son yıllarda, Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı'nın (ÇŞİDB) yürütücülüğünde benzer çalışmalar gerçekleştirilmektedir. Sektör bazında değerlendirilmelerin yapıldığı projeler gerçekleştirilerek, ilgili sektörün mevcut durumunun belirlenmesi, referans dokümanlarda verilen tekniklerin uygulanma durumu ve teknikleri uygulamayan tesislerde geçiş süreci için yol haritasının çıkarılması ile ilgili çalışmalar gerçekleştirilmektedir. Gerçekleştirilen çalışmada, demir dışı metal endüstrisinde faaliyet gösteren firmaların EKÖK uyum durumunun belirlenmesi ve uyumlu olmadığı tespit edilen tesislerin uyum sağlayabilmesi için gerekli sürelerin tespit edilebilmesi için değerlendirmeler yapılmıştır. Bu amaçla ÇŞİDB ile birlikte çalışmalar gerçekleştirilmiş ve bir anket formu hazırlanarak firmaların anket sorularını cevaplandırması sağlanmıştır. Anket cevaplarına göre analizler gerceklestirilerek sektör değerlendirmesi yapılmıştır. Yapılan literatür araştırmasında ülkemizde, demir dışı metal sektöründe benzer bir çalışma bulunmadığından çalışma sonuçlarının hem sektörde faaliyet gösteren firmalara hem de literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

2 Materyal ve metot

"Demir Dışı Metal Endüstrileri" başlıklı MET referans belgesi (Bref), 2010/75/EU sayılı konsey direktifinin 13 (1) maddesi uyarınca hazırlanmıştır. Bu direktife göre kapsam içerisine dahil edilecek faaliyetler ilgili direktif ekindeki 2.1, 2.5 ve 6.8 nolu başlıklarda belirtilmiştir. Buna göre kapsama dahil olan faaliyetler;

2.1: Metal cevheri, (sülfit cevheri dahil) kavurma ve sinterleme,

2.5: Demir dışı metallerin işlenmesi

(a) cevher, konsantre veya ikincil hammaddelerden metalürjik, kimyasal veya elektrolitik işlemlerle demir-dışı ham metal üretimi;

(b) kurşun ve kadmiyum için günde 4 tonu aşan veya diğer tüm metaller için günde 20 tonu aşan eritme kapasitesi olan, demir-dışı metallerin ve geri kazanılmış ürünlerin eritilmesi (alaşımlama dahil) faaliyeti gerçekleştiren kuruluşlar ve demir-dışı metal dökümhaneleri;

6.8: Yakma veya grafitleme yoluyla karbon veya elektrografit üretimi [15].

"Demir Dışı Metal Endüstrileri" başlıklı MET referans belgesinde "Endüstriyel Emisyonlar Direktifine uyum zorunluluğu bulunan ülkelere 42 farklı demir dışı metal ve bunların demirli alaşımlarının üretildiği belirtilmiştir. Referans dokümanının her üretim prosesini kapsayacak şekilde oluşturulabilmesi için bu üretim faaliyetlerinin tümünü kapsayacak şekilde, benzer üretim faaliyetlerinin tümünü kapsayacak şekilde, benzer üretim faaliyeti gösteren sekiz metal grubu tanımlanmış ve belirlenen üretim faaliyetleri için MET'ler belirlenmiştir. Belirlenen sekiz metal grubu, alüminyum, alüminyum alaşımları ve tuz cüruflarından tuz ve alüminyum geri dönüşümü, bakır ve bakır alaşımları, kurşun/kalay, çinko/kadmiyum, demirli alaşımlar (FeB, FeTi, FeV, FeMo, FeSi, FeCr, FeMn, SiMn,), değerli metaller, nikel ve kobalt, karbon ve grafit elektrotlarını kapsamaktadır [15].

Çalışmada Türkiye genelinde yukarıda belirtilen faaliyetleri gerçekleştiren tesislerin envanteri çıkarılmıştır. Tesislerin mevcut çalışma koşulları ile EKÖK uyum durumunun ve EKÖK kapsamında belirtilen iyileştirmeleri yapabilmesi için gerekli olan sürenin belirlenebilmesi amacıyla bir anket düzenlenmiştir. Direktifin 3(12) maddesinde tanımlandığı şekilde "Demir Dışı Metal Endüstrileri Bref" dokümanının 11. bölümünde MET sonuçları verilmektedir. MET sonuçlarında ilgili üretim prosesinden ortaya çıkacak olan kirleticilerin önlenmesi veya miktarının azaltılmasına yönelik

tekniklerden bahsedilmektedir. kullanılabilecek Bref dokümanı Bölüm 11'de 184 adet MET bulunmakta olup, anket içeriği tamamen bu MET'lere göre hazırlanmıştır. Hazırlanan anket soruları online ortama aktarılarak Entegre Çevre Bilgi Sistemine (EÇBS) entegre edilmiştir. Anketin güvenilirliğini sağlamak için anket sorularını cevaplamak üzere sadece tesis sorumlularına yetki verilmiştir. Anket soruları hazırlanırken kodlamalarda likert aralıkları göz önünde bulundurulmuştur. Bunun yanında bazı kodlamalarda ek (acık uclu) acıklamalar istenmiştir. Anketi dolduran tesis sorumlularından anketlerdeki MET uygulama sorularına cevap olarak Tablo 1'de belirtilen cevaplardan birisini seçmeleri istenmiştir. Eğer ilgili MET uygulanmıyorsa ve MET'in uygulanabilmesi için bir süre talep ediliyorsa bunu cevaplamak için de 0-120 ay aralığında yatırım süresi seçmeleri istenmiştir.

 Tablo 1. Anketlerdeki uygulama sorularına verilebilecek

 cevap seçenekleri

Kod	Tanım
А	Uygulanıyor
В	Uygulanabilir, iyileştirme gerekli
С	Uygulanabilir, yeni yatırım gerekli
D	Uygulanabilir, "Fayda/Maliyet" düşük
Е	Uygulanabilir, yapısal değişim gerekli

Anketi dolduracak olan firma yetkililerin anketi doldurmaları için belirli bir süre tanınmış ve süre bitiminde anket erişimi kapatılmıştır. Anket verilerinin güvenilirliğini artırabilmek için anket sorularına verilen cevaplar online olarak sürekli kontrol edilmiş ve yanlış veya hatalı doldurulan anket cevaplarını düzeltmek için tesis sorumlusu ile iletişime geçilerek cevapların düzeltilmesi sağlanmıştır. Ayrıca ÇŞİDB uzmanları ile birlikte belirli bölgelerdeki tesisler gelişigüzel seçilerek tesis ziyaretleri gerçekleştirilmiştir. Tesis ziyaretlerinde hem üretim prosesi gezilerek üretimde uygulanan yöntemler yerinde incelenmiş hem de anket sorularına verilen cevaplar tesis sorumlusu ile tekrar kontrol edilerek hatalar düzeltilmiştir. Tesis ziyaretleri sonucunda tüm tesislerde meydana gelebilecek sistematik hatalar tespit edilerek diğer tesislerin cevapları tekrar kontrol edilmiş ve cevapların düzeltilmesi sağlanmıştır. yanlış Anket cevaplamaları sonlandırıldıktan sonra tüm cevaplar toplanarak, sonuclar MATLAB ve Microsoft Excel programlarında analiz edilmiştir. Elde edilen veriler Tablo 1'de verilen cevaplara göre il bazında değerlendirme yapılarak Türkiye'de demir dışı metal üretim sektörünün EKÖK uyum durumu incelenmiştir. Gerçekleştirilen çalışmada anket sorularına en fazla cevap verilen 5 başlık (genel MET'ler, bakır üretimi, alüminyum üretimi, kurşunkalay üretimi ve kıymetli metal üretimi) incelenmiş, analiz edilmiş ve değerlendirilmiştir.

3 Bulgular ve tartışma

Gerçekleştirilen çalışmada "Demir Dışı Metal Endüstrileri" başlıklı MET Referans Belgesi'nde MET Sonuçları başlığında verilen 184 adet MET için anket soruları hazırlanarak tesislerin anketlere verdikleri cevaplar incelenmiş ve analiz edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre 2010/75/EU sayılı konsey direktifinin 13 (1) maddesine göre hazırlanan ve ilgili direktif ekindeki 2.1, 2.5 ve 6.8 nolu başlıklarda belirtilen faaliyetleri gerçekleştirerek kapsama dahil olan 136 adet tesis bulunmaktadır. Kapsam dahilindeki tesislerin cevapları çevrimiçi sistem üzerinden çekilerek analiz edilmiş olup kapsam dışındaki tesislerin cevapları analize dahil edilmemiştir. Kapsam dahilindeki tesislerin illere göre dağılımı Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Kapsam dahilindeki tesislerin illere göre dağılımı

Türkiye'de demir dışı üretim faaliyeti gerçekleştiren ve kapsam dahilinde değerlendirilen tesislerden 36 tanesi alüminyum üretimi, 30 tanesi bakır üretimi, 13 tanesi kurşunkalay üretimi, 10 tanesi kıymetli metal üretimi ve geriye kalan 47 tanesi ise çinko-kadmiyum, demirli alaşım, nikel-kobalt ve karbon-grafit üretimi yapmaktadır. Referans dokümanda yer alan "Genel MET'ler" başlıklı MET'ler tüm sektörler için geçerlidir. Genel MET'ler tüm sektörler için ortak değerlendirilirken, sektör özelinde verilen MET'ler her sektör için ayrı ayrı değerlendirilmiştir.

3.1 Genel MET sonuçları

Referans dokümanda yer alan Genel MET'ler (MET 1-MET 19) tüm sektörleri kapsayan ve tüm sektörlerin çevresel performansını artırabilecek, enerji kullanımını ve ortaya çıkacak olan atık miktarını azaltabilecek ortak uygulamaları içermektedir. Genel MET'ler çevre yönetim sistemi, enerji yönetimi, proses kontrolü, havaya salınan emisyonların kontrolü, cıva emisyonları, kükürt dioksit emisyonları, azot dioksit emisyonları, suya verilen emisyonları, gürültü ve koku başlıklarından oluşmaktadır. Kapsam dahilindeki tüm tesislerin anket doldururken öncelikli olarak Genel MET'ler ile ilgili anket sorularını cevaplandırması ve daha sonra kendi üretim prosesleri ile ilgili anket sorularını cevaplandırması sağlanmıştır. Anket cevaplarına göre tesislerin Genel MET'lere verdikleri cevaplar incelendiğinde. uygulanabilirlik koduna göre en fazla cevap verilen MET'ler Tablo 2'de verilmiştir. Buna göre halihazırda tesislerde en fazla uygulandığı belirtilen MET'ler, MET3 ve MET1'de verilen tekniklerdir. MET3 kapsamında üretim prosesinin kararlı bir şekilde yürütülebilmesi için birtakım teknikler önerilmektedir. Bu teknikler arasından MET3a'da belirtilen, tesiste kullanılan hammaddelerin üretim prosesine ve uvgulanan kirlilik azaltma yöntemine göre kontrol edilmesi ve seçilmesi tekniği tesisler tarafından halihazırda en fazla uygulanan teknik olarak belirlenmiştir. En fazla uygulanan ikinci teknik ise MET3c'de belirtilen, üretim prosesine beslenen malzemelerin kontrollü bir şekilde tartılması, beslenmesi ve bunun için uygun ölçüm yöntemlerinin kullanılmasıdır. Tesislerde uygulanabilmesi için iyileştirme yapılması gereken MET'ler incelendiğinde en fazla cevap verilen MET'ler, sırasıyla MET1 ve MET2 olarak tespit edilmiştir. MET 1'de tesiste üretim proseslerinin tümünü kapsayan bir çevre yönetim sistemi kurulması ve tüm prosedürlerin hayata geçirilmesi önerilmektedir.

Tablo 2. Genel MET'ler kapsamında tesisler tarafından enfazla cevap verilen MET'ler

	Ana MET	Alt MET
En Fazla Uygulanan MET	MET3. Çevresel performansın genel olarak iyileştirilebilmesi için MET, önerilen tekniklerin bazılarının birlikte kullanılmasına ilaveten bir proses kontrol sistemi kullanılarak prosesin stabil bir şekilde işletilmesini sağlamaktır.	MET3a. Giren malzemelerin, prosese ve uygulanan azaltım tekniğine uygun şekilde kontrol edilmesi ve seçilmesi
En fazla iyileştirme yapılmasını gerektiren MET	MET1. Çevresel performansın genel olarak iyileştirilebilmesi için MET, aşağıdaki tüm özellikleri içeren bir çevre yönetim sistemi kullanılması ve çevre yönetim sistemine bağlı kalınmasıdır.	MET1d. Aşağıdaki prosedürlerin hayata geçirilmesi; i. Yapı ve sorumluluk, ii. İşe alım, eğitim, farkındalık ve yeterlilik, iii. İletişim, iv. İşçi katılımı, v. Dokümantasyon, vi. Etkili proses kontrolü, vii. Bakım programları viii. Acil durum hazırlığı ve müdahalesi, ix. Çevre mevzuatına uygunluğun korunması;
En fazla yatırım yapılmasını gerektiren MET		MET2a. Enerji verimliliği yönetim sistemi (örn. ISO 50001) kullanmak.
Fayda/Maliyet oranı düşük olan MET	MET2. Enerjinin verimli kullanılabilmesi için MET, verilen tekniklerden bazılarının birlikte kullanılmasıdır.	MET2n. Fan gibi ekipmanlar için sürücülü, değişken frekanslı, yüksek verime sahip elektrik motorları kullanmak.
Yapısal değişim gerektiren MET		MET2j. Düşük sıcaklıklarda kuru konsantreler ve ıslak hammaddeler kullanmak.

Tablo 2'den de görülebileceği gibi en fazla cevap verilen MET, MET 1d olup çevre yönetim sistemi kapsamında çalışanların işe alımı, eğitimi, çalışanlar ile etkili iletişim kurulması, işçilerin katılımının sağlanması, dokümantasyon, etkili süreç kontrolü, bakım programları, acil durumlar ve cevre mevzuatına uyumluluğun sürekli olarak kontrol edilmesi ile ilgili prosedürlerin havata gecirilmesi önerilmektedir. Bazı MET'lerin uygulanabilmesi için tesis içerisinde yeni yatırımların yapılması gerekmektedir. Tesislerin, uygulanabilmesi için yatırım gerektiğini belirttikleri ilk beş MET arasında MET1, MET2 ve MET3 kapsamındaki teknikler bulunmaktadır. Bunlar arasında en fazla cevap alınan teknik MET 2a olarak tespit edilmiştir. MET2a kapsamında tesislerin ISO 50001 gibi bir enerji yönetim sistemi kurmaları önerilmektedir. Tesislerin verdikleri cevaplara göre fayda/maliyet oranı oldukça düşük olduğu için tercih edilmeyen teknik MET2n olarak belirlenmiştir. MET2n, elektrik motoru gibi ekipmanlar için değisken frekanslı sürücülerin kullanılmasını önermektedir. Referans dokümanda verilen bazı tekniklerin uygulanabilmesi için de tesis içerisinde yapısal değişikliklerin yapılması gerekmektedir. Bu kapsamda en fazla yapısal değişiklik gerektiren teknikler MET1, MET2 ve MET3'te belirtilen tekniklerdir. Bunlar arasında en fazla cevap alan teknik MET2j'de belirtilen, "Metallerin uzaklaştırılmasından sonra, bir elektrik veya şaft/yüksek firinda ortava cıkan egzoz gazını yakıt olarak kullanarak, karbon monoksitin kimyasal enerji içeriğinin diğer üretim proseslerinde buhar/sıcak su veya elektrik üretmek üzere kullanılması" tekniği olmuştur. Tesislerin Genel MET'lere verdikleri cevaplar genel olarak değerlendirildiğinde, ağırlıklı olarak MET3 kapsamında belirtilen teknikleri uyguladıkları ve MET1-MET2 kapsamındaki teknikleri uygulayabilmek için ek süreye ihtiyaç duydukları belirlenmiştir.

3.2 Bakır üretimi MET sonuçları

Demir Dışı Metal Sektörleri referans dokümanında bakır sektörü için önerilen MET'ler altı alt başlıkta gruplandırılmıştır. Bunlar:

- İkincil malzemeler
- Enerji
- Havaya verilen emisyonlar
- Toprak ve yeraltı suyu
- Atıksu üretimi
- Atık

Referans dokümanda, MET20-54 arasındaki MET'ler, birincil ve ikincil hammaddelerden bakır üretimi ile ilgili verilen teknikleri göstermektedir. Ülkemizde bakır üretimi gerçekleştiren ve kapsam içerisine giren tesis sayısı 20'dir. Kapsam içerisindeki tesislerin illere göre dağılımı Şekil 2'de verilmiştir. Bu tesislerin anketlere verdikleri cevaplara ve yapılan analiz sonucuna göre ülkemizde bakır üretimi gerçekleştiren tesislerin %33'ü (7 tesis) EKÖK ile tam uyumludur. Geri kalan 13 tesisin, gerekli düzenlemeleri ve iyileştirmeleri yaptıktan sonra EKÖK'e uyumlu hale gelebilecekleri belirlenmiştir. Tesisler tarafından anketlerde en fazla cevaplanan sorular Tablo 3'te verilmiştir. Tesislerin anketlere verdikleri cevapların analizi sonucunda bakır üretimi tesislerinde en fazla uygulanan teknik MET20a olarak tespit edilmiştir. MET20a kapsamında ikincil malzemelerin hurdadan geri kazanılması sırasında verimi artırabilmek için gözle görünen parçacıkların el ile ayrılması önerilmektedir. Bahsedilen teknik, insan gücü kullanılarak uygulanabilecek, herhangi bir yatırım gerektirmeyen bir tekniktir. Önerilen teknik ile üretilen ürün kalitesini bozabilecek yabancı maddelerin avrılması sağlanmaktadır. İvilestirme vapıldıktan sonra uygulanabilecek olan ve tesisler tarafından en fazla cevap verilen teknik, MET26h olarak tespit edilmistir. Birincil ve ikincil hammaddelerden bakır üretimi sırasında. hammaddenin beslenmesi, ergitilmesi ve döküm alınması işlemleri sırasında atmosfere oldukça fazla miktarda yayılı emisyonlar salınabilmektedir. MET26h kapsamında bu yayılı emisyonların çalışma ortamından toplanarak uzaklaştırılmasını sağlamak için gücü artırılmış emiş sistemlerinin kullanılması önerilmektedir. Halihazırda üretim yapılan tesislerde, ortaya çıkan yayılı emisyonları toplamak için emiş sistemleri kullanılıyor olsa da eski teknoloji ve düşük emiş gücüne sahip olan sistemler yayılı emisyonların kısmını toplayarak çok az bir ortamdan uzaklaştırabilmektedir. Bu nedenle tesislerin büyük çoğunluğu MET26h'de belirtilen tekniği uygulamak için iyileştirme yapılması gerektiğini belirtmişlerdir. Yatırım yapıldıktan sonra EKÖK uyumu sağlanabileceği belirtilen ve en fazla cevap verilen teknik MET26f olarak tespit edilmiştir. Teknik, yine MET26 kapsamındaki yayılı emisyonların önlenmesi veya azaltılması için fırının sızdırmazlığının sağlanmasını önermektedir. Belirtilen teknik ile vavılı emisyonların önlenmesi için besleme, ergitme ve döküm alma sırasında açılan ve kapandıktan sonra bile emisyonların yayılmasına neden olan fırın kapaklarının sızdırmaz kapaklar değiştirilerek yayılı emisyonların azaltılması ile amaçlanmaktadır. Yine eski teknoloji kullanılan tesislerde yayılı emisyonların önlenebilmesi için yatırım yapılması gerektiği görülmektedir. Tesislerin fayda/maliyet oranı düşük olduğu için kullanmadıklarını belirttikleri teknikler arasında en fazla cevap MET54a için verilmiştir. MET54 kapsamında, birincil ve ikincil bakır üretiminde, üretim sırasında ortaya çıkan ve bertaraf edilmek üzere gönderilen atıkların azaltılmasını önlemek üzere teknikler önerilmektedir. MET54a'da ise atık miktarını azaltmak üzere, toz azaltım sistemlerinde toplanan tozun içerisinde bulunan metallerin geri kazanılması tekniğinden bahsedilmektedir. Ülkemizde faaliyet gösteren tesislerde genellikle toz toplama sistemlerinde toplanan tozlar geri kazanılmak üzere lisanslı firmalara gönderilmektedir. Anket sonuçlarından da görülebileceği gibi atık tozların icerisindeki metallerin geri kazanılması yatırım gerektiren ve tesisler tarafından favda/malivet oranı düsük olan bir teknik olarak görülmektedir. MET21d yapısal değişim gerektiği için uygulanmadığı belirtilen ve en fazla cevap verilen tekniktir. MET21d'de enerjinin verimli kullanılabilmesi için birincil bakır üretimi sırasında ortaya çıkan atık ısının ikincil malzemelerin ergitilmesi için kullanılması önerilmektedir.



Şekil 2. Kapsam dahilinde bakır üretimi gerçekleştiren tesislerin illere göre dağılımı

Tablo 3. Bakır üretimi sektöründe faaliyet gö	steren tesisler
tarafından en fazla cevap verilen MET'ler	

	Ana MET	Alt MET
En Fazla Uygulanan MET	MET20. Hurdadan, ikincil malzemelerin geri kazanım verimini artırmak için MET, verilen tekniklerin birisini ya da birkaçını birlikte kullanarak bakır haricindeki matalıve matal dag	MET20a. İri, gözle görünen bileşenleri el ile ayırmak.
En fazla iyileştirme yapılmasını gerektiren MET	bileşenleri ayırmaktır. MET26. Birincil veya ikincil ergitme fırınlarında besleme, döküm alma ve ergitme işlemlerinden ve bekletme ve eritme	MET26h. Gücü artırılmış emiş sistemleri kullanmak.
En fazla yatırım yapılmasını gerektiren MET	firinlarından ortaya çıkan yayılı emisyonları azaltmak için MET, belirtilen tekniklerin bir kombinasyonunun kullanılmasıdır.	MET26f. Fırının sızdırmaz olmasını sağlamak.
Fayda/Maliyet oranı düşük olan MET	MET54. Birincil ve ikincil bakır üretiminden ortaya çıkan ve bertaraf etmek için gönderilen atık miktarının azaltılması için MET, verilen tekniklerden birisini ve bir kombinasyonunu kullanarak, atıkların yeniden kullanılmasını sağlamaktır; ya da yeniden kullanılamıyorsa proses atıklarının geri dönüştürülmesidir.	MET54a. Toz azaltma sisteminde toplanan toz ve balçıktaki metalleri geri kazanmak.
Yapısal değişim gerektiren MET	MET21. Birincil bakır üretiminde, enerjiyi daha verimli bir şekilde kullanabilmek için MET, verilen tekniklerden birisini ya da bir kombinasyonunu kullanmaktır.	MET21d. Bakır içeren ikincil malzemelerin ergitilmesinde, birincil ergitme veya dönüştürme aşamalarında ortaya çıkan fazla ışıyı kullanmak

3.3 Alüminyum üretimi MET sonuçları

Demir Dışı Metal Sektörleri referans dokümanında alüminyum sektörü için önerilen MET'ler beş alt başlıkta gruplandırılmıştır. Bunlar:

- Alümina üretimi
- Anot üretimi
- Birincil alüminyum üretimi
- İkincil alüminyum üretimi
- Tuz cürufunun geri dönüştürülmesi

Referans dokümanda, MET55-89 arasındaki MET'ler, birincil ve ikincil hammaddelerden alüminyum üretimi ile ilgili verilen teknikleri göstermektedir. Tesislerin anketlere verdikleri cevapların analizi bu alt başlıklara göre alüminyum değerlendirilmiştir. Türkiye'de üretimi gerçekleştiren ve kapsam içerisine giren 36 adet tesis bulunmaktadır. Faaliyet gösteren tesislerin illere göre dağılımı Sekil 3'te verilmistir. Tesislerin uvgulanabilirlik koduna göre anketlere verdikleri cevaplar incelendiğinde Türkiye genelindeki EKÖK uyum durumunun %47 (17 tesis) olduğu tespit edilmiştir. Tesisler tarafından anketlerde en fazla cevaplanan sorular Tablo 4'te verilmiştir. Anket analizi sonuçlarına göre tesislerde üretim sırasında en fazla uygulandığı belirtilen teknik MET82b olarak tespit edilmiştir. MET82b'de ikincil alüminyum üretimi gerçekleştiren tesislerde, ergitme sırasında ortaya çıkan metal ve toz emisyonlarının en aza indirilebilmesi için yanma şartlarının optimize edilmesi önerilmektedir. Türkiye'de cevherden alüminyum üretimi yapan tesis sayısının az olması ve alüminyum üretiminin ağırlıklı olarak ikincil alüminyum üretiminden yapılması nedeniyle ikincil alüminyum üretimi ile ilgili anket sorularına verilen cevap sayısı daha fazladır. Bu nedenle ikincil alüminyum üretimi gerçekleştiren tesislerin büyük çoğunluğunda MET82b'de belirtilen tekniğin uygulandığı görülmektedir. Tesislerin ikincil alüminyum üretiminde en fazla iyileştirme yapıldıktan sonra uygulanabileceğini belirttikleri teknik, MET86 kapsamındaki, tuzlu cüruf miktarını azaltmak için metal pompalama veva karıstırma tekniğidir. Yeni vatırım vapıldıktan sonra uygulanabileceği belirtilen MET'ler arasında en fazla cevap MET81'e verilmiştir. MET81 İkincil alüminyum üretim prosesinde, hammaddelerin şarj edilmesi, eritilmesi, döküm alınması ve erimiş metalin işlenmesi gibi işlemlerden ortaya çıkan metal ve toz emisyonlarını en aza indirmek için, torba filtre kullanılmasını önermektedir. Toz ve metal tozlarının tutulabilmesi için ve toz emisyonlarının 2-5 mg/Nm3 seviyesine indirilebilmesi için torba filtrelerin kullanılması gerekmektedir. Fayda/maliyet oranı düşük olduğu için en fazla uygulanmadığı belirtilen teknik MET75a olarak tespit edilmiştir. Bu teknikte enerji verimliliğini artırabilmek için fırına beslenen malzemelerin egzoz gazı kullanılarak ön ısıtılması önerilmektedir. Bu yöntem yalnızca döner olmayan fırınlarda uygulanabildiği için kapsam dahilindeki tesisler tarafından fayda/maliyet oranı düşük olduğu için kullanılmadığı tespit edilmiştir. Referans dokümanlarda belirtilen bazı MET'lerin uygulanabilmesi için tesiste yapısal değişikliklerin yapılması gerekebilmektedir. Ancak bazı tesislerde yeterli alan bulunmaması veya kullanılacak olan tekniğin mevcutta kullanılan teknolojiye uyum göstermemesi gibi nedenlerle referans dokümanda belirtilen teknikler uvgulanamamaktadır. Alüminvum üretiminde yapısal değişiklik yapılması gerektiği belirtilen teknik MET78c olarak tespit edilmiştir. MET78c'de sızdırmaz fırın kapağı kullanılması önerilmektedir. Tesislerde kullanılan mevcut teknik ile uyumlu olmadığı için MET78c en fazla yapısal değişiklik gerektiren teknik olarak karşımıza çıkmaktadır.

Gerçekleştirilen anket kapsamında, tesislerin halihazırda uygulamadıkları teknikleri uygulayabilmeleri için gerekli

olan süreler ile ilgili olarak da cevap vermeleri istenmiştir. Süre ile ilgili anket sorularına verilen cevaplar analiz edildiğinde, EKÖK belgesi alabilmek için uyumlu olmadığı tespit edilen tesislerin (%53), tam uyum sağlayabilmesi için ortalama olarak 24 aylık bir hazırlık süresine ihtiyaç duydukları tespit edilmiştir. Gerçekleştirilen analiz sonucuna göre alüminyum üretiminde Türkiye'de ağırlıklı olarak ikincil hammaddeler kullanılarak alüminyum üretimi gerçekleştirildiği ve bu nedenle anketlere verilen cevapların çoğunlukla ikincil alüminyum üretimi kapsamındaki sorularda yoğunlaştığı tespit edilmiştir.



Şekil 3. Kapsam dahilinde alüminyum üretimi gerçekleştiren tesislerin illere göre dağılımı

Tablo 4.	Alüminyum	üretimi	sektöründe	faaliyet	gösteren
tesisler tar	afından en fa	azla ceva	p verilen M	ET'ler	

	Ana MET	Alt MET
	MET82. İkincil alüminyum üretiminde yeniden	
En Fazla Uygulanan MET	eritmeden kaynaklanarak havaya verilen toz ve metal emisyonlarını azaltmak için MET, verilen tekniklerin birinin ya da bir kombinasyonunun kullanılmasıdır	MET82b. Toz emisyonlarını azaltmak için yanma koşullarını optimize etmek.
En fazla iyileştirme yapılmasını gerektiren MET	MET86. İkincil alüminyum üretiminde üretilen tuzlu cüruf miktarını azaltmak için MET, verilen tekniklerin birinin veya bir kombinasyonunun	MET86c. Metal pompalamak veya karıştırmak.
En fazla yatırım yapılmasını gerektiren MET	kullanılmasıdır. MET81. İkincil alüminyum üretiminde şarj, eritme, döküm alma ve erimiş metalin işlenmesi gibi firin proseslerinden kaynaklanan toz ve metal emisyonlarını azaltmak için MET, torba filtre kullanılmasıdır.	-
Fayda/Maliyet oranı düşük olan MET	MET75. Enerjiyi verimli kullanmak için MET, verilen tekniklerin birini veya bir kombinasyonunun kullanılmasıdır.	MET75a. Fırına beslenen malzemenin egsoz gazı ile ön ısıtmasını yapmak.
Yapısal değişim gerektiren MET	doldurma ve boşaltılma/döküm alınma sırasında açığa çıkan Yayılı emisyonları önlemek veya azaltmak için MET, verilen tekniklerin birinin veya bir kombinasyonunun kullanılmasıdır	MET78c. Sızdırmaz fırın kapağı kullanmak.

3.4 Kurşun-kalay üretimi MET sonuçları

Demir dışı metal sektörleri ile ilgili MET referans dokümanında kurşun-kalay sektörü için önerilen MET'ler, 4 alt başlıkta gruplandırılmıştır. Bunlar;

- Hava emisyonları
- Toprak ve yeraltı suyu korunması
- Atıksu üretimi ve arıtılması
- Atık

Referans dokümanda, MET90-107 arasındaki MET'ler, kurşun ve kalay üretimi ile ilgili verilen teknikleri göstermektedir. Ülkemizde Kurşun-Kalay üretimi gerçekleştiren ve kapsam dahilinde olan tesis sayısı 13'tür. Kapsama dahil olan tesislerin illere göre dağılımı Şekil 4'te verilmiştir.



Şekil 4. Kapsam dahilinde kurşun/kalay üretimi gerçekleştiren tesislerin illere göre dağılımı

Tesislerin anket sorularına verdikleri cevaplara göre yapılan analiz sonucu, ülkemizde kursun-kalay üretimi gerçekleştiren tesislerin %86,5 (11 tesis) oranında EKÖK belgesi almak için uyumlu olduklarını göstermektedir. Geriye kalan tesislerin de çok küçük düzeltmeler yapıldıktan sonra EKÖK için tam uyumlu hale gelebilecekleri düşünülmektedir. Tesislerin anket sorularına verdikleri cevaplara göre en fazla cevap alınan sorular Tablo 5'te verilmiştir. Buna göre tesisler tarafından en fazla uygulanan teknik MET96 olarak tespit edilmistir. MET96'da birincil veva ikincil kursun-kalav üretiminde besleme, ergitme ve döküm alma islemleri ve bekletme fırınlarından ortaya çıkan yayılı emisyonların önlenebilmesi torba filtrelerin kullanılması için önerilmektedir. Verilen cevaplar incelendiğinde tesislerin büvük çoğunluğunda önerilen tekniğin kullanıldığı görülmektedir. İyileştirme yapıldıktan sonra uygulanabilecek teknikler arasında, tesisler tarafından en fazla cevap verilen teknik MET92k olarak belirlenmiştir. MET92'de kurşun veya kalay üretiminde hammaddelerin beslenmesi, ergitilmesi ve döküm alınması işlemleri ve birincil bakır üretiminde ön bakırsızlaştırma işlemlerinden kaynaklanan yayılı emisyonların önlenmesi ve azaltılması için bazı teknikler önerilmektedir. MET92k'da ise yayılı emisyonları önleyebilmek için döküm sırasında potaların üzerini muhafazalı teçhizat kullanılması kapatacak, bir önerilmektedir. Kurşun-kalay üretimi yapan tesislerde en fazla yatırım yapılmasını gerektiren teknik, MET93e olarak karsımıza çıkmaktadır. MET93'te kursun ve kalay üretimi prosesinde yeniden ergitme, rafinasyon ve döküm işlemlerinden kaynaklanan yayılı emisyonların azaltılması

için 5 adet teknikten bahsedilmektedir. Bu tekniklerden MET93e'de tozlu cüruf/kül atıklarının uzaklaştırılması için çevresi kapalı, mekanik sıyırıcıların kullanılması önerilmektedir.

Tablo 5. Kurşun/Kalay üretimi sektöründe faaliyet gösteren tesisler tarafından en fazla cevap verilen MET'ler

	Ana MET	Alt MET
En Fazla Uygulanan MET	MET96. Birincil ve ikincil kurşun ve/veya kalay üretiminde şarj, ergitme ve döküm alma sırasında ortaya çıkıp havaya verilen toz ve metal emisyonlarının (sülfürik asit veya sıvı SO ₂ tesisine sevk edilenler hariç) azaltılması için MET, torba filtre kullanılmasıdır.	-
En fazla iyileştirme yapılmasını gerektiren MET	MET92. Kurşun ve/veya kalay üretiminde şarj, ergitme ve döküm alma işlemlerinden ve birincil kurşun üretiminde ön bakırsızlaştırma işlemlerinden kaynaklanan Yayılı emisyonlarını önlemek ve azaltmak için MET, verilen tekniklerin uygun bir kombinasyonunun kullanılmasıdır.	MET92k. Döküm sırasında potalarını örtmek için bir kafes kullanmak.
En fazla yatırım yapılmasını gerektiren MET	MET93. Birincil ve ikincil kurşun ve/veya kalay üretiminde yeniden eritmesi, rafinasyon ve döküm işlemlerinden kaynaklanan yayılı emisyonları önlemek veya azaltmak için MET, verilen tekniklerin bir kombinasyonunun kullanılmasıdır.	MET93e. Tozlu cüruf/kül atıklarının giderilmesi için etrafi kapalı mekanik sıyırıcılar kullanmak.
Fayda/Maliyet oranı düşük olan MET	MET90. Birincil ve ikincil malzemelerin (bataryalar/aküler hariç) hazırlanması işlemlerinden (ölçüm, karıştırma, karıştırma, ezme, kesme, eleme gibi) kaynaklanan Yayılı emisyonları önlemek veya azaltmak için MET, verilen tekniklerin birinin veya bir kombinasyonunun kullanılmasıdır.	MET90a. Tozlu malzemeler için etrafı kapalı konveyörler veya pnömatik transfer sistemleri kullanmak.
Yapısal değişim gerektiren MET	ME I 106. Batarya geri kazanım prosesinde toplanan sülfürik asidin tekrar kullanılması veya geri kazanılması için MET, verilen tekniklerin birni veya birkaçının bir kombinasyonunu kullanarak tesisteki işlemlerin düzenlenip tesis içinde ya da dışında toplanan asidin tekrar kullanılmasının ya da geri dönüştürülmesinin	MET106e. Sodyum sülfat üretmek.

genellikle uygulanmayan Tesislerde bu tekniğin uygulanabilmesi için tesislerde yatırım yapılması gerektiği görülmektedir. Tesislerin anketlere verdikleri cevaplara göre fayda/maliyet oranı en düşük olan teknik MET90a olarak tespit edilmiştir. MET90'da birincil ve ikincil malzemelerin (bataryalar/aküler hariç) hazırlanması işlemlerinden (ölçüm, karıştırma, karıştırma, ezme, kesme, eleme gibi) ortaya çıkan vavılı emisvonları önlemek veva azaltmak icin 5 adet teknik önerilmektedir. Bunlardan ilki olan MET90a'da tozlu malzemelerin tasınması için üzeri kapalı konveyörler veya pnömatik transfer sistemlerinin kullanılması tavsive edilmektedir. Genellikle uygulanabilecek olan bu tekniğin fayda/maliyet oranı düşük olduğu için tesislerde tercih edilmediği görülmektedir. Kurşun-kalay üretimi yapan tesislerde yapısal değişim gerektirdiği için en fazla tercih edilmeyen teknik MET106e olarak karşımıza çıkmaktadır. MET106e'de batarya geri kazanım prosesinde toplanan sülfürik asidin tekrar kullanılması veya geri kazanılması için sodyum sülfat üretimi yapılması önerilmektedir. Üretim prosesinde kullanılan asitler çoğu zaman lisanslı firmalara gönderilerek bertaraf ettirildiği için tesisler tarafından bu işlem için alan ayrılmamaktadır. Bu tekniğin uygulanabilmesi için fazladan alan ihtiyacı ortaya çıkacağından tesislerin MET106e'yi gerçekleştirebilmek için yapısal değişim gerektiğini belirttikleri düşünülmektedir. Gerçekleştirilen analiz sonucunda ülkemizde faaliyet gösteren ve kapsama giren tesislerin büyük çoğunluğunun EKÖK belgesi alabilmek için uyumlu oldukları görülürken geriye kalan az sayıda tesisin gerekli uyumu sağlayabilmeleri için 24 aylık bir sürenin yeterli olacağı öngörülmektedir.

3.5 Kıymetli metal üretimi MET sonuçları

Demir dışı metal sektörleri ile ilgili MET referans dokümanında kıymetli metal üretimi sektörü için önerilen MET'ler, 4 alt başlıkta gruplandırılmıştır. Bunlar;

- Havaya salınan emisyonlar
- Toprak ve yeraltı suyunun korunması
- Atıksu oluşumu
- Atık

Referans dokümanda, MET134-149 arasındaki MET'ler, kıymetli metal üretimi ile ilgili verilen teknikleri göstermektedir. Ülkemizde kıymetli metal üretimi yapan ve kapsama dahil olan 10 adet tesis bulunmaktadır. Tesislerin illere göre dağılımı Şekil 5'te verilmiştir. Tesislerin anket sorularına verdikleri cevaplar (Tablo 6) analiz edildiğinde ülkemizde kıymetli metal üretimi gerçekleştiren tesislerin EKÖK uyumunun %60 (6 tesis) olduğu tespit edilmiştir. Kıymetli metal üretimi gerçekleştiren tesislerin anket cevaplarına göre en fazla uyguladıkları teknik MET137a olarak tespit edilmiştir. MET137'de hidrometalurjik işlem sırasında ortaya çıkan yayılı emisyonları azaltmak için 2 farklı teknik önerilmektedir. MET137a'da ise sızdırmaz veya kapalı reaksiyon kapları, depolama tankları, çözelti ekstraksiyon ekipmanları, seviye kontrollü filtreler, kaplar ve tanklar, kapalı borular, sızdırmaz drenaj sistemleri ve planlanmış bakım programları gibi koruma önlemlerinin kullanılmasından bahsedilmektedir. Tesislerin büyük çoğunluğunun MET137a'yı halihazırda uyguladıkları

görülmektedir. MET134a, kıymetli metal üretilen tesisler tarafından iyileştirme yapılmasını gerektiren teknikler arasında en fazla cevap verilen seçenek olmuştur. MET134a'da hammaddelerin ön işlenmesi aşamalarından (ezme, eleme ve karıştırma gibi) ortaya çıkan ve havaya salınan yayılı emisyonları azaltmak için malzemelere ön islemlerin yapıldığı alanların ve tasıma sistemlerinin tamamen kapalı olması önerilmektedir. Tesislerin birçoğunda, işletme sırasında ortaya çıkan yayılı emisyonları önlemek amacıyla kapalı sistemler kullanılmaktadır ancak teknikte belirtilen tüm noktalarda kapalı sistemler için tesislerde kullanılmadığı iyileştirme yapılması gerekmektedir. MET140a, en fazla yatırım yapılmasını gerektiren teknik olarak en fazla cevap verilen seçenek olmuştur. MET140a'da eleme, kırma, karıştırma, ergitme, eritme, yakma, kalsinasyon, kurutma ve rafinasyon gibi tüm tozlu işlemlerden kaynaklanan, toz ve metal emisyonlarının azaltılması için torba filtre kullanılması önerilmektedir. Tesislerde kanalize toz emisyonlarını önleyebilmek için torba filtre dışında farklı uygulamalar kullanılabilmektedir. Bu nedenle tesislerin anket sorularına torba filtrelerin kullanılabilmesi için yatırım yapılması gerektiği cevabını verdikleri düşünülmektedir. Tesislerin fayda/maliyet oranı düşük olduğu için uygulamadıklarını belirttikleri teknik MET134c olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu teknikte yayılı emisyonların azaltılabilmesi için toz toplayıcı ve filtreleme sistemi çalışmadığı sürece, tüm ekipmanların çalıştırılmasını önlemek için toz toplayıcı veya aspiratör ile ön işleme ve tasıma ekipmanlarının elektriksel olarak kilitlenmesi önerilmektedir. Tesislerde meydana gelen duruslar, prosesin sonraki aşamalarının çalışmasını da etkilediği için bu tekniğin fayda/maliyet oranının düşük olduğu düşünülmektedir. Gerçekleştirilen analiz sonucunda ülkemizde faaliyet gösteren ve kapsama giren tesislerin büyük çoğunluğunun EKÖK belgesi alabilmek için uyumlu oldukları görülürken geriye kalan az sayıda tesisin gerekli uyumu sağlayabilmeleri için 60 aylık bir sürenin yeterli olacağı öngörülmektedir.



Şekil 5. Kapsam dahilinde kıymetli metal üretimi gerçekleştiren tesislerin illere göre dağılımı

AB üye ülkelerinde, EKÖK yasaları yürürlüğe girmeden önce ve girdikten sonraki çevresel performansın değerlendirilmesi üzerinde oldukça fazla çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların bazılarında MET'lerin proseslerde uygulanması ve çevresel performans üzerine etkileri incelenirken bazılarında ise EKÖK yasalarının sektör üzerindeki etkileri incelenmiştir. Silvo ve ark. Yaptıkları çalışmada EKÖK yasalarının Finlandiya'da uygulanabilirliğini incelemişlerdir [16].

	Ana MET	Alt MET
En Fazla Uygulanan MET	MET137. Bir hidrometalurjik işlemden kaynaklanan ve havaya salınan Yayılı emisyonların azaltılması için kullanılan MET, verilen tekniklerin tümünün kullanılmasıdır.	MET137a. Sızdırmaz veya kapalı reaksiyon kapları, depolama tankları, çözelti ekstraksiyon ekipmanları, seviye kontrollü filtreler, kaplar ve tanklar, kapalı borular, sızdırmaz drenaj sistemleri ve planlanmış bakım programları gibi koruma önlemleri almak
En fazla iyileştirme yapılmasını gerektiren MET	MET134. Ön işleme aşamalarından (ezme, eleme ve karıştırma gibi) kaynaklanan ve havaya salınan Yayılı emisyonları azaltmak için kullanılan MET, verilen tekniklerden birinin veya bunların bir kombinasyonun kullanılmasıdır. MET140. Eleme,	MET134a. Tozlu yapıdaki malzemeler için tamamen kapalı ön işleme alanları ve taşıma sistemleri kullanmak.
En fazla yatırım yapılmasını gerektiren MET	kırma, karıştırma, ergitme, izabe işlemi, yakma, kalsinasyon, kurutma ve rafinasyon gibi tüm tozlu işlemlerden ortaya çıkan toz ve metal emisyonlarının azaltılması için kullanılan MET, verilen tekniklerden birisinin kullanılmasıdır.	MET140a. Torba filtre kullanmak.
Fayda/Maliyet oranı düşük olan MET	MET134. Ön işleme aşamalarından (ezme, eleme ve karıştırma gibi) kaynaklanan ve havaya salınan Yayılı emisyonları azaltmak için kullanılan MET, verilen tekniklerden birinin veya bunların bir kombinasyonun kullanılmasıdır.	MET134c. Toz toplayıcı ve filtreleme sistemi çalışmadığı sürece hiçbir ekipmanın çalıştırılmamasını sağlamak için toz toplayıcı veya aspiratör ile ön işleme ve taşıma ekipmanlarını elektriksel olarak
Yapısal değişim gerektiren MET	-	-

Tablo 6. Kıymetli metal üretimi sektöründe faaliyet gösteren tesisler tarafından en fazla cevap verilen MET'ler

Testa ve ark. EKÖK yasalarının tesis performansı Çalışmalarında, üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. uygulanan yeni yasalara göre düzenlenecek olan limitlerin, tesislerin uyum sağlayabileceği şekilde tasarlanması durumunda eko-inovasyonu çevresel performansa bağlamanın, yatırımlar üzerinde etkili olacağını belirtmislerdir [17]. Styles ve ark. İrlanda ilaç imalat sektöründe EKÖK yasalarının uygulanmasının 2001-2007 yılları arasında %40 kirlilik azaltımı sağladığını bildirmişlerdir [14]. Barros ve ark. İspanya'nın Galiçya bölgesinde ağır seramik üretim sektöründe EKÖK uyum

durumunun belirlenmesi için yürüttükleri çalışmada 300 adet tesisten sadece 10'unun izin alabilmek için yeterli olduğunu, 46 tesisin ise başvuru sürecinin devam ettiğini belirtmişlerdir [18]. Benzer çalışmalar ülkemizde de farklı sektörler için yürütülmüştür. Baki ve Yakan, yaptıkları çalışmada EKÖK direktifinin Türkiye'nin mevcut durumu ile uvumlastırılabilirliğini değerlendirmişlerdir [19]. Kocabaş ve ark, vaptıkları calısmada ülkemizde tekstil üretimi sektöründe MET'lerin uygulanması durumunda, su tüketiminde %29,5, enerji tüketiminde ise %9 bir azaltım sağlanabileceğini belirtmişlerdir [20]. Yine tekstil sektöründe gerçekleştirilen bir çalışmada, orta büyüklükteki bir tesiste uygulanabilecek MET'ler belirlenmiş ve uygulama sonrasında elde edilebilecek tasarruf imkanları değerlendirilmiştir [21]. Gerçekleştirilen bu çalışmada ise diğer çalışmalardan farklı olarak ülkemizde demir dışı metal sektöründe faaliyet gösteren firmalar, kapsamlı bir şekilde incelenmiş ve sektörün uyum durumu değerlendirilmiştir. Bu inceleme için sektörde faaliyet gösteren firmalara anketler uygulanmış ve anketlere verilen cevaplar analiz edilerek, sektörün ülkemizdeki genel durumu değerlendirilmiştir.

4 Sonuçlar

Gerçekleştirilen çalışma kapsamında, ülkemizde demir dışı metal endüstrisinde faaliyet gösteren ve Avrupa Konseyi tarafından hazırlanan 2010/75/EU sayılı konsey direktifinin 13 (1) maddesine göre belirlenmiş kapsam sınırlarına dahil olan tesislerin EKÖK uyum durumunun belirlenmesi için uygulanmış olan anket sonuçları analiz edilmiş ve değerlendirilmiştir. Bu amaçla demir dışı metal endüstrisinde faaliyet gösteren tüm tesislere anketler gönderilmiş ve cevaplamaları sağlanmıştır. Anketlere verilen cevaplara göre ülkemizde demir dışı metal endüstrisinde faaliyet gösteren ve kapsama dahil olan 136 adet tesis olduğu tespit edilmiştir. Analiz edilen ve değerlendirilen anket sonuçlarına göre tüm sektörün (çinko-kadmiyum üretimi, demir alaşımları üretimi, nikel-kobalt üretimi, karbon-grafit üretimi dahil olmak üzere) EKÖK uyum durumu %27 olarak tespit edilmistir. Yine sektör genelinde değerlendirildiğinde demir dışı metal üretimi alanında faaliyet gösteren tesislerin EKÖK'e tam uyumlu hale gelebilmeleri için 24 aylık geçiş süresinin gerekli olduğu tespit edilmiştir. Ülkemizde demir dışı metal endüstrisinde ağırlıklı olarak ikincil hammaddeler kullanılarak üretim yapıldığı için anketlere verilen cevaplarda ikincil üretim ile ilgili daha fazla anket sorusuna cevap verildiği görülmektedir. Sektör bazında en problemli kirleticiler, hammaddelerin ergitilmesi, fırına beslenmesi ve döküm alma işlemleri sırasında havaya salınan emisyonlardır. Bu durum üretim yapılan tesislerde özellikle yayılı emisyonların azaltılabilmesi için çalışma yapılmasını gerektirmiştir. Bu nedenle anketlere verilen cevaplar sektör genelinde değerlendirildiğinde tesislerin en fazla uyguladıkları belirlenen teknikler, havaya verilen emisyonların azaltımı ile ilgili tekniklerdir. Bunun yanında uygulanabilmesi için iyileştirme, yatırım ve yapısal değişiklik gerektirdiği belirlenen teknikler havaya verilen emisyonlar, atıklar ve enerji ile ilgili teknikleri kapsamaktadır. Halihazırda faaliyet gösteren ve EKÖK uyumu için gerekli çalışmaları yapacak olan tesisler için MET referans dokümanı bir el kitabı niteliği taşımakta olup yol gösterici olarak kullanılması gerekmektedir. Aynı zamanda yeni kurulacak modern tesislerin tasarımında da rehber niteliği taşımaktadır. Referans dokümanda önerilen tekniklerin kullanılması ile çevre ve insan sağlığı korunurken aynı zamanda sektörde faaliyet gösteren firmalar için tasarruf imkanları ile birlikte ekonomik getiri sağlanabilecektir. Bu durum firmaların ulusal ve uluslararası pazarda daha rekabetçi olmasına katkı sağlayacaktır.

Teşekkür

Gerçekleştirilen çalışma Çevre Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı tarafından desteklenmiştir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı: %11

Kaynaklar

- M. Li, J. Yao, G. Sunahara, J. Hawari, R. Duran, J. Liu, B. Liu, Y. Cao, W. Pang, H. Li, Y. Li, Z. Ruan, Novel microbial consortia facilitate metalliferous immobilization in non-ferrous metal(loid)s contaminated smelter soil: Efficiency and mechanisms, Environmental Pollution. 313, 120042, 1-11, 2022. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022. 120042.
- [2] B. Liu, J. Yao, B. Ma, Z. Chen, X. Zhu, C. Zhao, M. Li, Y. Cao, W. Pang, H. Li, V.G. Mihucz, R. Duran, Metal(loid)s diffusion pathway triggers distinct microbiota responses in key regions of typical karst non-ferrous smelting assembly, J Hazard Mater. 423, 127164, 1-12, 2022. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat. 2021.127164.
- [3] H. Ran, Z. Guo, L. Yi, X. Xiao, L. Zhang, Z. Hu, C. Li, Y. Zhang, Pollution characteristics and source identification of soil metal(loid)s at an abandoned arsenic-containing mine, China, J Hazard Mater. 413, 125382 ,1-12, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat. 2021.125382.
- [4] X. Sun, R. Xu, Y. Dong, F. Li, W. Tao, T. Kong, M. Zhang, L. Qiu, X. Wang, W. Sun, Investigation of the Ecological Roles of Putative Keystone Taxa during Tailing Revegetation, Environ Sci Technol. 54, 11258–11270, 2020. https://doi.org/10.1021/acs.est.0c03031.
- [5] Environmental Agency, Pollution inventory reporting ferrous and non-ferrous metals guidance note., 2012. http://publications.environment-agency.gov.uk.
- [6] M. Ghosh, P.S. Banerjee, H.S. Ray, Environmental pollution due to gaseous emissions during non-ferrous extraction processes, Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 55, 263–269, 2014. https://doi.org/10.3103 /S1067821214030055.
- [7] K. Fan, My Country's Non-Ferrous Metal Industry Based on Third-Party Supervision Evolutionary Game Analysis of Environmental Supervision Mechanism, 10, 83–92, 2022.
- [8] Q. Wu, X. Sun, Y. Su, M. Wen, G. Li, L. Xu, Z. Li, Y. Ren, J. Zou, H. Zheng, Y. Tang, L. Duan, S. Wang, Q. Zhang, Behavior of Sulfur Oxides in Nonferrous Metal Smelters and Implications on Future Control and Emission

Estimation, Environ Sci Technol. 53, 8796–8804, 2019. https://doi.org/10.1021/ acs.est.9b01600.

- [9] N.P. Cheremisinof, Handbook of Air Pollution Prevention and Control, Butterworth Heinemann, 2002.
- [10] Z. Jiang, Z. Guo, C. Peng, X. Liu, Z. Zhou, X. Xiao, Heavy metals in soils around non-ferrous smelteries in China: Status, health risks and control measures, Environmental Pollution. 282, 117038, 1-9, 2021. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.117038.
- [11] Y. Li, Y. Bin Wang, X. Gou, Y.B. Su, G. Wang, Risk assessment of heavy metals in soils and vegetables around non-ferrous metals mining and smelting sites, Baiyin, China, J Environ Sci, 18, 1124–1134, 2006. https://doi.org/10.1016/S1001-0742(06)60050-8.
- [12] B. Sarkar, Heavy Metals In The Environment (1st ed.). CRC Press, 2002. https://doi.org/ 10.1201/9780203 909300
- [13] H. Hu, Q. Jin, P. Kavan, A study of heavy metal pollution in China: Current status, pollution-control policies and countermeasures, Sustainability (Switzerland). 6, 5820– 5838, 2014. https://doi.org/10.3390/su6095820.
- [14] D. Styles, K. O'Brien, M.B. Jones, A quantitative integrated assessment of pollution prevention achieved by Integrated Pollution Prevention Control licensing, Environ Int. 35, 1177–1187, 2009.

https://doi.org/10.1016/j.envint.2009.07.013.

- [15] A. Cikankowitz, V. Laforest, Using BAT performance as an evaluation method of techniques, J Clean Prod. 42, 141– 158, 2013. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2 012.10.005.
- [16] K. Silvo, T. Jouttijärvi, M. Melanen, Implications of regulation based on the IPPC directive - A review on the Finnish pulp and paper industry, J Clean Prod. 17 713–723, 2009. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.20 08.11.011.
- [17] F. Testa, T. Daddi, M.R. De Giacomo, F. Iraldo, M. Frey, The effect of Integrated Pollution Prevention and Control regulation on facility performance, J Clean Prod. 64, 91–97, 2014. https://doi.org/10.1016/j.jclep ro.2013.08.003.
- [18] M.C. Barros, M.T. Torres, P.M. Bello, E. Roca, J.J. Casares, Integrated pollution prevention and control in the surface treatment industries in Galicia (NW Spain), Clean Technol Environ Policy. 10, 175–188, 2008. https://doi.org/10.1007/s10098-007-0138-z.
- [19] O. Gökkurt, M. Yakan, Integrated Pollution Prevention and Control (IPPC) Directive a nd Turkey 's Compliance Entegre Kirlilik Önleme ve Kontrol Direktifi ve Türkiye ' nin Uyumu, 1, 16-22, 2016.
- [20] A.M. Kocabas, H. Yukseler, F.B. Dilek, U. Yetis, Adoption of European Union's IPPC Directive to a textile mill: Analysis of water and energy consumption, J Environ Manage. 91, 102–113, 2009. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2009.07.012.
- [21] M. Gülveren, Assessing The Potential Benefits from The Application of Best Available Techniques in The Textile Industry. Master of Science in Environmental Engineering, Middle East Technical University, Turkey, 2021.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 692-698 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi

Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences



Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Farklı çözünürlükteki sayısal imge ve videolar için PRNU tabanlı kaynak kamera tespiti üzerine bir çalışma

A study on PRNU-based source device identification for digital images and videos of different resolutions

Saffet Vatansever^{1,*} ⁽¹⁾, Ahmet Emir Dirik²

¹ Bursa Teknik Üniversitesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü, 16310, Bursa, Türkiye
 ² Bursa Uludağ Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 16059, Bursa, Türkiye

Öz

Her bir kamera sensörüne has benzersiz bir gürültü bileşeni olan PRNU (Photo Response Non-Uniformity), sayısal imge ve videoların adli analizi kapsamında ihtiyaç duyulan önemli araçlardandır. PRNU'nun en yaygın uygulama alanı olan kaynak kamera tespiti, aynı marka ve model kameraların bile PRNU karakteristiğinin birbirinden farklı oluşu ve bu örüntünün çekilen her bir resim karesi üzerine bir kamera parmak izi gibi istemsiz eklenmesi esasına dayanmaktadır. Bir test dosyasından (imge ya da video) kestirimi sağlanan PRNU sensör gürültüsü ile dosyanın kaynağı olduğu düşünülen kameraya ait referans PRNU (sabit içerikli düz duvar ya da gökyüzü görüntülerinden yüksek doğrulukta elde edilen PRNU örüntüsü) arasındaki benzerliğe göre bu kameranın test videosunun kaynağı olup olamayacağı belirlenebilir. Sayısal video çerçevelerinin imgelere göre düşük kalitede kodlanması, videolardan kestirilen PRNU sensör gürültüsünün doğruluğunu, dolayısıyla da benzerlik analizini etkilemektedir. Bu bağlamda, videolarda PRNU tabanlı kaynak kamera tespitinde, referans PRNU'nun videolardansa imgelerden elde edilmesi performans etkinliği için önemli bir hamledir. Ancak, imge ve videolar aynı kaynak kamera ile çekilmiş olsalar dahi farklı en boy oranında ve/veya çözünürlükte kaydedilmektedirler. Bu sebeple, imgelerden elde edilen PRNU izinin, sorgu videosuna ait PRNU sensör gürültüsü ile aynı foto-alıcı hücrelere karşılık gelecek forma dönüstürülmesi gerekmektedir. Bu çalışmada, bu dönüşümü sağlayan ölçekleme ve kırpma parametrelerini hassas bir şekilde hesaplayabilen bir yöntem önerilmiştir.

Anahtar kelimeler: PRNU, Kaynak kamera tespiti, İmge ve videoların adli analizi.

1 Giriş

Sayısal imge ve videoların kaynağının tanınmasında ya da doğrulanmasında son yıllarda geliştirilmiş en önemli yöntemlerden biri PRNU (Photo Response Non-Uniformity) tabanlı yaklaşımdır [1]–[4]. PRNU, her bir foto-alıcı hücreye has emsalsiz bir gürültü bileşenidir. Kamera sensörü (CCD/CMOS) yapımında kullanılan yarıiletken malzemenin (silikon levha) homojen olmayan yapısı ile sensör üretim

Abstract

PRNU (Photo Response Non-Uniformity), a noise pattern unique to each camera sensor, is one of the critical tools exploited for the forensic analysis of digital images and videos. Source camera attribution, the most widespread application of PRNU, is based on distinctive PRNU characteristics even of the same brand and model cameras and the inherent integration of this pattern into each exposed image or video frame as a camera fingerprint. It can be discovered whether a suspected camera may be the source of a query image or video based on a similarity test between the PRNU noise estimated from the query image/video and the reference PRNU of the camera that can be obtained accurately from a set of still-scene, e.g., wall or sky, images. In contrast to the images, low-quality encoding of digital video frames affects the accuracy of the estimated PRNU noise from video and hence of the similarity analysis. In this context, it may be wise to obtain the reference PRNU from images rather than videos for performance efficiency when working with source camera attribution for videos. However, images and videos are recorded in different aspect ratios and/or resolutions even though they are shot with the same source camera. Therefore, the reference PRNU obtained through images should be converted to the form corresponding to the same photosensitive cells as the query video PRNU noise. This paper proposes a technique to precisely estimate the scaling and cropping parameters leading to this geometric conversion.

Keywords: PRNU, Source camera identification, Image, and video forensics.

sürecindeki fiziksel farklılıklar, sensöre ait her bir foto-alıcı hücrenin ışık hassasiyetinin birbirinden farklı olmasına neden olmaktadır. Bunun sonucu olarak, aynı marka ve modele sahip kamera sensörlerinin bile PRNU karakteristiği birbirinden farklıdır [1–4]. PRNU izinin sayısal imge ve videoların kaynağının tespitinde kullanılabilmesi, cihaza özel ve zamanla değişmeyen bu örüntünün, çekilen her bir resim karesi üzerine istemsiz olarak eklenmesi ve bu sebeple

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: saffet.vatansever@btu.edu.tr (S. Vatansever) Geliş / Recieved: 19.02.2023 Kabul / Accepted: 10.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1253242

de bir sensör parmak izi gibi değerlendirilmesi esasına dayanmaktadır. Bir resim ya da video kaydından kestirimi sağlanan PRNU sensör gürültüsü ile bu kaydın kaynağı olabileceği düşünülen kameraya ait düz duvar ya da gökyüzü görüntülerinden hesaplanan yüksek doğruluktaki referans PRNU arasındaki benzerlik analiz edilerek, sorgulanan kaydın bu kamera ile alınmış olup olamayacağı sonucuna ulaşılabilir.

Literatürde, sayısal imgelerde kaynak kamera tanıma üzerine yapılan çalışmalarda oldukça etkin sonuçlar elde edilmiştir [3], [5–12]. Videolarda ise, yüksek sıkıştırma oranları, sosyal medya uygulamalarının kullandığı kamuya açık olmayan kodlama türleri ve hareket dengeleme algoritmaları s kaynak kamera tanıma etkinliği imgelere göre daha düşüktür [2], [13-19].

Sayısal videolarda PRNU tabanlı kaynak tanımanın doğru çalışabilmesi için bir video çerçevesine ait piksellerin karşılık geldiği foto alıcı hücreler diğer çerçevelerdeki piksellerin karşılık geldiği foto alıcı hücreler ile aynı olmasını gerektirir. Diğer bir deyişle, belirli bir satır ve sütun numarasına sahip bir piksel tüm video çerçeveleri için aynı foto alıcı hücre ile eşleşmelidir. Ancak, kameralardaki donanımsal ya da yazılımsal hareket dengeleme algoritmaları, resim çerçeveleri nin senkronizasyonunu bozmakta ve ardışık çerçeveler arası piksel kaymalarına neden olabilmektedir.

Bir sayısal imge ve videonun aynı kaynak kamera ile çekilmiş olup olmadıklarının tespiti, PRNU tabanlı kaynak kamera tanılamada önemli bir problemdir. Ancak aynı kamera ile çekilen bir imge ve video genelde aynı en boy oranında (aspect ratio) ve/veya çözünürlükte (resolution) kaydedilmemektedir. Bu sebeple video çerçeveleri ve imge pikselleri farklı foto-alıcı hücrelere karşılık gelmekte ve birbirleri ile doğrudan eşleşememektedir. Dolayısıyla, imgelerden elde edilen PRNU izine belirli bir geometrik dönüşüm uygulanarak test videosuna ait PRNU sensör gürültüsü ile aynı forma getirilmesi gerekmektedir.

Goljan ve Fridrich [20], kırpılmış ve/veya ölçeklenmiş imgelerin kaynağını tanımada, dönüşüm parametrelerini (kırpma ve ölçekleme) tespit etmeye yönelik kaba kuvvet aramaya (brute-force search) dayalı bir yöntem önermiştir. Shullani ve arkadaşları [21] ile Iuliani ve arkadaşları [22], benzer bir yaklaşımla imgelerden elde edilen referans PRNU'yu, bir test videosuna ait PRNU sensör gürültüsü ile karşılaştırılabilir forma dönüştürerek (aynı foto-alıcı hücrelere karşılık gelecek şekilde) videoların kaynağını tespit etmeye çalışmışlardır. [21] ve [22]'de, imgelerden elde edilen referans PRNU izine önce merkezi bir kırpma islemi uvgulanmıs, ardından da ölcekleme oranı aranmıştır. Ancak, video kaydedilirken uygulanan kırpma işlemi her kamerada merkezden olmayabilir. Dahası, önce ölçekleme, sonra kırpma işlemi uygulanıyor da olabilir. Bu sebeple, [21] ve [22]'de uygulanan yöntem, bazı durumlarda, istenen sonuçları vermeyebilir.

Bu çalışmada, [21] ve [22]'de uygulanan geometrik dönüşüm yönteminin bir uyarlaması olarak, videolara (videoların oluşturulması aşamasında) önce ölçekleme, sonra kırpma işlemi uygulandığı varsayımına dayalı hassas arama yapabilen bir dönüşüm tekniği önerilmiştir. Önerilen yöntem ile VISION [21] veri tabanına ait 5 farklı kamera ile çekilen tüm sabit içerikli (düz duvar ve/veya gökyüzü) imge ve videolar kullanılarak ölçekleme ve kırpma parametreleri hesaplanmış ve [21]'de elde edilen sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Ardından, yine bu veri tabanına ait aynı kameralar ile iç ve dış ortamlarda çekilmiş değişken içerikli tüm orijinal videolar ve bu videoların YouTube sıkıştırması uygulanmış formları kaynak kamera tanılamada test edilmiştir.

2 Kuramsal temeller

2.1 Sayısal bir imgeden PRNU sensör gürültüsü kestirimi

Sayısal bir kamera tarafından oluşturulan ham imge şu şekilde ifade edilebilir [23]:

$$I_x = I_0 + \left(I_0 F_x + \Phi\right) \tag{1}$$

Burada F_x , bir X kamerasına ait PRNU izini; I_0 , herhangi bir gürültü bileşeni eklenmemiş gerçek optik görüntüyü; Φ , I_0 imgesi üzerine eklenen PRNU dışındaki diğer gürültülerin toplamını; I_x , kameradaki işlemler sonucu üzerine çeşitli gürültü bileşenleri eklenerek kaydedilen ham imgeyi sembolize eder. I_x 'e ait PRNU sensör gürültüsü N_x şu şekilde kestirilebilir:

$$N_{x} = I_{x} - \text{WDF}(I_{x})$$
⁽²⁾

Burada WDF, dalgacık (wavelet) tabanlı gürültü giderici filtredir.

2.2 Sayısal imgelerden referans PRNU izi kestirimi

Bir X kamerasına ait PRNU izi F_x , bu kamera ile çekilmiş M adet imgeden (tercihen sabit içerikli düz duvar ya da gökyüzü resimleri) Denklem (2) yardımıyla ayrı ayrı kestirimi sağlanan M adet PRNU sensör gürültüsü kullanılarak en büyük olabilirlik kestirimi (maximum likelihood estimator) algoritması ile aşağıdaki şekilde hesaplanabilir:

$$F_{x} = \frac{\sum_{i=1}^{M} N_{x}^{(i)} I_{x}^{(i)}}{\sum_{i=1}^{M} \left(I_{x}^{(i)} \right)^{2}}$$
(3)

Denklem (3)'te kestirimi yapılan F_x , tüm imgelerde mevcut olan periyodik ve yüksek benzerlikli bazı gürültü kalıntılarını (non-unique artifacts) içermektedir. Renk süzgeci dizisi (CFA - Color Filter Array) tarafından uygulanan renk enterpolasyonu (Color Interpolation), sensör ya da imge işleme devrelerindeki satır-sütun bazlı işlemler ve JPEG sıkıştırmanın yol açtığı blok izleri (blockiness artifacts), bu kalıntıların başlıca kaynaklarıdır [3]. F_x 'teki yüksek benzerlikli bu kalıntıların kaldırılarak farklı kameraların PRNU izleri arasındaki benzerliklerin minimuma indirilmesi gerekmektedir. Bu amaçla, önce F_x 'teki her bir sütun için sütun ortalaması alınıp aynı sütuna ait bütün piksellerden çıkartılır (her renk kanalı için ayrı ayrı). Benzer şekilde, her bir satır için satır ortalaması alınıp satıra ait bütün piksellerden çıkartılır. ZM ile ifade edilebilen bu satır-sütun işlemleri sonucunda doğrusal örüntü (linear pattern) kaldırılmış ve F_x 'teki her bir satır ve sütun sıfır ortalamaya sahip olmuş olur [3]. Ardından, Wiener filtre de uygulanarak renk rekonstrüksiyonu (demosaicking) kaynaklı periyodik örüntüler PRNU izinden kaldırılmış olur:

$$\widetilde{F}_{x} = WF(ZM(F_{x}))$$

$$= \mathfrak{I}^{-1}\left\{\mathfrak{I}(ZM(F_{x})) - W(\mathfrak{I}(ZM(F_{x})))\right\}$$
(4)

Burada W; varyansı, $ZM(F_x)$ ifadesinin Fourier dönüşümünün genliğinin örneklem varyansı olarak belirlenmiş 3x3 boyutlu Wiener filtredir.

Bir X kamerasına ait referans PRNU, bu kamera ile çekilmiş sabit içerikli bir gökyüzü ya da duvar videosuna ait resim çerçeveleri (frame) kullanılarak da aynı yöntemle elde edilebilir. Ancak düşük çerçeve kalitesinden dolayı bir videodan elde edilen referans PRNU izi imgelerden elde edilene göre daha düşük doğruluktadır.

2.3 Sayısal bir videodan PRNU sensör gürültüsü kestirimi

Sayısal bir test videosuna ait PRNU sensör gürültüsü (N_{ν}) aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$N_{\nu} = \frac{\sum_{i=1}^{L} N_t^{(i)}}{L} \tag{5}$$

Burada N_i , test videosunun herhangi bir resim çerçevesinden Denklem (2) yardımıyla kestirimi yapılan tahmini sensör gürültüsü; L ise, N_ν 'nin hesaplanmasında kullanılan video çerçevelerinin sayısıdır. Bu işlemin ardından, N_ν 'deki yüksek benzerlikli kalıntılar Denklem (4)'te olduğu gibi filtrelenir:

$$\tilde{N}_{\nu} = WF(ZM(N_{\nu}))$$

= $\Im^{-1} \left\{ \Im(ZM(N_{\nu})) - W(\Im(ZM(N_{\nu}))) \right\}$ (6)

Bir test videosundan PRNU sensör gürültüsü kestirimi, videonun I, P ve B çerçevelerinin tamamı kullanılarak yapılabileceği gibi, yalnızca belirli sayıda ve tipte çerçeveler seçilerek de yapılabilir [18], [19], [24]. P çerçeveleri kendinden önce gelen I ya da P çerçevesine bağlı olarak, B çerçeveleri ise kendinden önce ve sonra gelen P çerçevelerine bağlı olarak kodlanır. I çerçeveleri ise P ve B çerçevelerinden bağımsız olarak kodlanır ve sıkıştırma oranı P ve B çerçevelerine göre düşüktür. Dolayısıyla, yalnız I cerceveleri kullanılarak kestirimi yapılan PRNU izinin, aynı sayıda P ve B cercevelerinden elde edilen PRNU izine göre göre doğruluğu daha yüksektir. Ancak I çerçeveleri videolarda genellikle saniyede 1 defa ya da 2 defa kodlandığından kısa videolarda yalnızca I çerçevelerini kullanmak referans PRNU'nun yüksek doğrulukla kestiriminde yetersiz kalabilir. Tüm çerçeveleri kullanmanın olumsuz tarafı ise çok daha uzun süren bir işlem yükü gerektirmesidir.

2.4 Sayısal imge ve videolarda kaynak kamera tanıma

Bir test imgesinin belirli bir kamera ile çekilmiş olabilirliğinin tespiti için, imgeden kestirimi yapılan PRNU sensör gürültüsünün kameraya ait referans PRNU izi ile olan benzerliklerinin karşılaştırılması gerekmektedir. Bu bağlamda maksimum korelasyon enerjisi (PCE – Peak to Correlation Energy) karar eşik değerinin tayininde en güvenilir yöntem olarak göze çarpmaktadır [20]:

$$PCE(N_x, \tilde{F}_x) = \frac{\rho_m^2}{\frac{1}{|s| - |\varepsilon|} \sum_{s \notin \varepsilon} \rho_s^2}$$
(7)

Burada ρ_m , N_x 'in F_x ile normalize çapraz korelasyon işlemi sonucu elde edilen maksimum korelasyon katsayısını ifade etmektedir. ε , ρ_m 'nin her iki yanındaki küçük bir bölgeyi; *s*, tüm korelasyon değerleri indisini; $|s| - |\varepsilon|$ ise ε dışındaki toplam korelasyon değerleri sayısını sembolize etmektedir.

Bir test videosu için de kaynak kamera tanılama işlemi benzer şekilde yapılır. Ancak, referans PRNU izinin imgelerden elde edilmesi durumunda, referans PRNU'nun doğru şekilde ölçeklenip kırpılarak videonun karşılık geldiği foto alıcı hücrelerle eşleşir hale getirilmesi gerekmektedir (aynı kamera ile çekilmiş imge ve videolar genelde farklı en boy oranında ve/veya çözünürlükte kaydedilir).

3 İmgeye ait PRNU izinin geometrik dönüşümü

Bu bölümde, videoların kaynağını tespit etmeye ya da doğrulamaya yönelik; imgelerden elde edilen yüksek doğruluktaki referans PRNU izini, video sensör gürültüsü ile avnı foto alıcı hücrelere karşılık gelecek forma dönüştürmede kullanılan ölçekleme ve kırpma parametrelerini hassas bir sekilde arayıp hesaplayabilen bir yöntem sunulmuştur. Şekil 1'de görüleceği üzere, önerilen yöntem temel olarak imgelerden elde edilen referans PRNU izinin önce ölçekleme oranının tespitine ardından da kırpma bölgesinin tayinine dayanır. Yöntem detayları Tablo 1'de sunulmuştur. Buna göre, öncelikle bir test videosundan PRNU sensör gürültüsü (\tilde{N}_{v}); test videosu ile aynı kaynağa sahip olduğu bilinen (ya da düşünülen) imgelerden de referans PRNU izi (\tilde{F}_x) hesaplanır. Ardından, video ve imgeye ait satır ve sütun sayıları oranlanarak \tilde{F}_x 'e uygulanmış olabilecek maksimum ölçekleme oranı (rm) bulunur. \tilde{F}_{x} ; r_{m} ile 1 arasında 1/1000 artım hassasiyetiyle (i) belirlenmiş $S = \{r_m : i : 1\}$ kümesine ait her bir *s* ölçekleme oranıyla sırayla ölçeklenir ve ölçeklenmiş her yeni \tilde{F}_x örüntüsü (\check{F}_x^s) ile \widetilde{N}_v arasındaki tepe korelasyon katsayısı (ρ_p^s) bulunur. En yüksek ρ_p^s değerini veren ölçekleme değeri (s_m) kaydedilir. \tilde{F}_x ; bu kez, s_m 'nin sağından ve solundan ±1/1000 kadarlık ölçekleme aralığında 1/10000 birimlik artımlarla (*i*) oluşturulan **S** = { $s_m - (i \times 10) : i : s_m + (i \times 10)$ } kümesine ait her bir ölçekleme oranıyla sırayla ölçeklenir ve ölçeklenmiş her yeni \check{F}_x^s ile \tilde{N}_v arasındaki tepe korelasyon katsayısı (ρ_n^s) ayrı ayrı bulunur.



Şekil 1. Geometrik dönüşümde varsayılan yaklaşım: önce ölçekleme, ardından da kırpma işleminin uygulanması.

Lucio Li millo i di loco di l	Tablo	1: İ	İmgeye	ait refera	ans PRNU	izinin	dönüsüm	parametrelerinin	tespit edilmes
--	-------	------	--------	------------	----------	--------	---------	------------------	----------------

Adım	İşlem
1	Test videosundan PRNU sensör gürültüsü \widetilde{N}_{ν} hesaplanır
2	Test videosu ile aynı kaynağa sahip olduğu bilinen (ya da düşünülen) imgelerden referans PRNU izi $ ilde{F}_x$ hesaplanır
3	\widetilde{F}_x 'in satır ve sütun sayısı sırasıyla H_i , W_i ; \widetilde{N}_p 'nin satır ve sütun sayısı ise sırasıyla H_ν , W_ν olsun.
4	\tilde{F}_x 'e uygulanmış olabilecek maksimum ölçekleme oranı r_m , max $([H_v/H_i \ W_v/W_i])$ ile bulunur $(r_m \in (0, 1))$.
5	Ölçekleme hassasiyeti (<i>i</i>) = 1/1000 olmak üzere; \tilde{F}_x , $\mathbf{S} = \{r_m : i : 1\}$ kümesine ait her ölçekleme oranı ile ayrı ayrı ölçeklenir.
6	$s \in \mathbf{S}$ olmak üzere her bir s değeri için ölçeklenmiş yeni referans PRNU \check{F}_x^s olsun.
7	Çapraz korelasyon işlemi yardımıyla \widetilde{N}_v ile \check{F}_x^s arasındaki tepe korelasyon katsayısı ($ ho_p^s$) her bir s için ayrı ayrı bulunur.
8	$ \rho_p^s$ değerlerinin en büyüğünü veren ölçekleme oranı s_m kaydedilir.
9	i=1/10000 ise adım 11'e atlanır.
10	$i = 1/10000$ olmak üzere \tilde{F}_x , S = { $s_m - (i \times 10) : i : s_m + (i \times 10)$ } kümesine ait her oranla ölçeklenir ve işlem 6'ya dönülür.
11	s_m 'ye göre ölçeklenmiş $\check{F}_x^{s_m}$ ile \tilde{N}_v arasındaki maksimum korelasyon katsayısına karşılık gelen satır (j) ve sütun (k) numarası kaydedilir.
12	(j, k) noktasından başlamak üzere $\check{F}_x^{s_m}$, ten $H_v \times W_v$ piksellik bölüm kırpılarak $\hat{F}_x = \check{F}_x^{s_m}(j: j + Hv - 1, k: k + W_v - 1)$ elde edilir.
13	\widehat{F}_X ile \widetilde{N}_v arasındaki PCE değeri hesaplanır.
14	PCE değeri, τ eşik değerinden büyükse ölçekleme oranı (sm) ve kırpma parametrelerinin (j, k) doğru bir şekilde hesaplandığı sonucuna varılır.

Ardından, ρ_p^s değerlerinin en büyüğünü veren yeni s_m ölçekleme oranı ve bu orana göre ölçekli $\check{F}_x^{s_m}$ ile \tilde{N}_v arasında hesaplanmış maksimum korelasyon katsayısına karşılık gelen satır (j) ve sütun (k) numarası kaydedilir. $\check{F}_x^{s_m}$ 'in (j, k) noktasından başlamak üzere test videosunun çözünürlüğü kadarlık bölümü kırpılarak \hat{F}_x elde edilir. Sonrasında \hat{F}_x ile \tilde{N}_v arasındaki PCE değeri hesaplanır. Hesaplanan PCE değeri, önceden belirlenmiş bir τ eşik değerinden (genelde 50) büyükse ölçekleme (s_m) ve kırpma parametrelerinin (j, k) doğru bir şekilde bulunduğu sonucuna varılır.

4 Deneysel çalışmalar ve bulgular

Bu bölümde, Shullani ve arkadaşlarının literatüre kazandırmış olduğu VISION [21] veri tabanına ait beş farklı kamera (Huawei P9 EVA-L9, Lenovo P70-A, Apple iphone 4, Samsung Galaxy S3 GT-19300, Samsung Galaxy S3 Mini GT-8190) ile farklı iç ve dış ortamlarda çekilmiş ve herhangi bir hareket dengeleme işlemi uygulanmamış videolar kaynak kamera doğrulama kapsamında analiz edilmiştir. Referans PRNU için, yüksek doğrulukta PRNU izi kestirimine olanak vermesi sebebiyle video yerine imgelerin kullanımı tercih edilmiştir. Ancak, önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi imgeler, videolardan farklı en boy oranında ve çözünürlükte (genelde videolardan çok daha büyük çözünürlükte) kaydedildiklerinden imgelerden elde edilen referans PRNU ile videoya ait PRNU sensör gürültüsü arasında benzerlik testi doğrudan yapılamaz. Bu sebeple öncelikli olarak, Bölüm 3'te sunulan yöntemle imgeden videoya geometrik dönüşümü sağlayan ölçekleme ve kırpma parametreleri tespit edilmiştir. Bu bağlamda VISION veri tabanına ait yukarıda bahsi geçen kameralarla çekilmiş tüm sabit içerikli (duvar veya gökyüzü görüntüleri) imge ve videolar kullanılmıştır.

Tablo 2'de, her bir kamera için referans PRNU kestiriminde kullanılan imge sayısı ve çözünürlüğüne ve ayrıca geometrik dönüşüm parametrelerinin hesabında ve doğrulanmasında kullanılan video sayısı, çözünürlüğü, süresi ve video çerçeveleri örnekleme hızına ulaşılabilir. Videolardan PRNU sensör gürültüsü kestiriminde işlem süresini kısaltabilmek amacıyla P ve B çerçevelerine göre daha az sıkıştırılıp daha fazla bilgi içeren ve diğer çerçevelerden bağımsız olarak kodlanan I çerçeveler tercih edilmiştir. Bu videolarda saniyede ortalama 1 adet I çerçeve
kodlanmış olup her bir videodaki I çerçeve sayısı video süresi (65-75 sn.) ile bire bir orantılı olarak 65 ile 75 adet dolaylarındadır. Her bir videoya ait PRNU gürültüsü kestiriminde videodaki I çerçevelerin tamamı kullanılmıştır. Geometrik dönüşüm parametreleri hesaplamada, kameralara göre kullanılan imge ve video sayılarındaki farklılık, VISION veri tabanının bu kameralar için sağlamış olduğu sabit içerikli imge ve videoların sayısının Tablo 2'de sunulduğu kadar olmasından kaynaklanmaktadır.

Yukarıdaki bilgiler ışığında, öncelikle, Bölüm 3'te önerilen yönteme göre her kamera için geometrik dönüşüm parametreleri hesaplanmış ve doğrulukları analiz edilmiştir. Şekil 2'de, hesaplanan geometrik dönüşüm parametrelerine göre imgelerden elde edilen referans PRNU'nun ölçeklenip kırpılması sonucu video ile aynı çözünürlüğe getirilmiş referans PRNU ile videolardan elde edilen her bir video PRNU sensör gürültüsü arasında hesaplanan PCE değerleri ölçekleme hassasiyetine göre kutu grafikleri (box plot) halinde verilmiştir. Şekilden görüleceği üzere tüm PCE değerleri, literatürde yaygın olarak kabul görmüş eşik değeri olan 50'nin oldukça üzerindedir. Bu da dönüşüm parametrelerinin doğru hesaplandığının bir göstergesidir. Diğer bir deyişle, hesaplanan geometrik dönüşüm parametreleri, her bir kameraya ait tüm sabit içerikli videolar için doğrulanabilmiştir. Şekil 2'de ayrıca ölçekleme hassasiyetini i = 1/10000 (Tablo 1, Adım 9-10) yapmanın etkisi görülmektedir. Buna göre, bazı kameralarda (örneğin C2) bu etki çok yüksekken, bazı kameralarda ise (örneğin C1) önemli bir değişikliğe sebep olmamıştır. Şekil 2 'deki PCE değerlerine göre doğru hesaplandığı sonucuna varılan geometrik dönüsüm parametreleri (ölcekleme ve kırpma) Tablo 3'te açıkça verilmiştir. Tablo 3'te ayrıca [21]'de uygulanan yönteme göre elde edilen dönüsüm parametreleri sunulmuştur. Buna göre, bu çalışmada önerilen yöntem ile hesaplanmış ölçekleme parametreleri [21] ile uyumludur. Kırpma parametreleri için ise ilk bakışta paralel sonuçlar elde edilmediği düşünülebilir. Ancak, dikkat edilirse kırpma parametreleri arasındaki oran ölçekleme oranı ile uyumludur. Hatırlanacağı üzere, bu çalışmada önerilen yöntem, [21]'dekinin aksine video oluşturulurken önce ölçekleme işleminin uygulandığı varsayımına dayanır. Tablo 3 ile ilgili vurgulanması gereken bir diğer nokta ise C5 için dönüsüm parametrelerinin [21] ile hesaplanamamış (doğrulanamamış) olmasıdır. Bu çalışmada önerilen C5 yöntemle ise için dönüşüm parametreleri hesaplanabilmiştir.

Tablo 2: Geometrik dönüşümde kullanılan imge ve video özellikleri (sabit içerikli duvar ya da gökyüzü)

Kamera No	Marka/Model	İmge Çözünürlüğü	İmge Sayısı (duvar ya da gökyüzü)	Video Çözünürlüğü	Video Sayısı (duvar ya da gökyüzü)	Video Süresi / Örnekleme hızı
C1	Huawei P9 EVA-L9	2976 x 3968	118	1080 x 1920	7	65-75 sn./30 fps
C2	Lenovo P70-A	2704 x 4784	158	720 x 1280	7	65-75 sn./30 fps
C3	Apple iphone 4	1936 x 2592	109	720 x 1280	7	65-75 sn./30 fps
C4	Samsung Galaxy S3 GT-19300	2248 x 3264	102	1080 x 1920	7	65-75 sn./30 fps
C5	Samsung Galaxy S3 Mini GT-8190	1920 x 2560	60	720 x 1280	4	65-75 sn./30 fps



Şekil 2. Ölçekleme hassasiyetine göre hesaplanan PCE değerleri için elde edilen kutu grafikleri (box plot).

Kamera	Ölçekleme Oranı Kırpma l		Başlangıç Satırı	Kırpma Ba	Kırpma Başlangıç Sütunu	
No	[21]	Önerilen	[21]	Önerilen	[21]	Önerilen
C1	0.4800	0.4840	372	180	0	0
C2	0.2700	0.2676	7	2	0	0
C3	0.6100	0.6146	411	253	227	140
C4	0.5900	0.5882	307	180	0	0
C5	-	0.4999	-	114	-	0

Tablo 3: Kameralara göre imgelerin ölçekleme ve kırpma parametreleri

Tablo 4: Kaynak	kamera	doğrulamada	başarım	oranları
-----------------	--------	-------------	---------	----------

Kamera	Orijinal (sabit olmay	videolar yan içerikli)	YouTube videoları (sabit olmayan içerikli)		
No	Video sayısı	Doğru tespit	Video sayısı	Doğru tespit	
C1	12	12	12	5	
C2	12	12	12	0	
C3	12	12	12	6	
C4	12	12	12	5	
C5	12	12	12	3	

Her bir kamera için imgeden videoya geometrik dönüşüm parametrelerinin bulunmasının ardından, yarısı iç mekân, diğer yarısı da dış mekânda olmak üzere her bir kameraya ait 12'şer video (sabit olmayan içeriklerde ve farklı ortamlarda çekilmiş) ve bu videoların YouTube sıkıştırması uygulanmış formları, kaynak kamera doğrulama kapsamında test edilmiştir. Her bir test videosundan kestirimi yapılan PRNU sensör gürültüsü ile aynı kameraya ait imgelerden hesaplanıp ölçeklenen ve kırpılan PRNU izi arasındaki PCE değeri ayrı ayrı hesaplanmış ve 50 eşik değerinden büyük olup olmadığı kontrol edilerek doğru tespit oranları belirlenmistir. Tablo 4'te her bir kamera icin elde edilen doğru tespit sayıları görülmektedir. Buna göre, her bir kameraya ait orijinal videoların tamamında kaynak kamera doğrulanabilmiştir. YouTube videolarında ise başarım genel olarak tüm kameralarda düşük olmakla birlikte C2 kamerasına ait videolarda tek bir doğrulama dahi yapılamamıştır. Ancak, Şekil 2'den hatırlanacağı üzere, sabit içerikli videolarda yapılan testlerde en düşük PCE değerleri C2 kamerası ile elde edilmişti. Dolayısıyla, bu kameraya ait YouTube videolarında, uygulanan sıkıştırmanın etkisiyle eşik değeri geçemeyen PCE değerleri elde edilmesi durumunun aslında doğal olduğu sonucuna varılabilir.

5 Sonuç ve değerlendirme

Bu çalışmada, videolarda kaynak kamera tespiti ya da doğrulaması kapsamında, imgeler kullanılarak elde edilen referans PRNU'yu, videoya ait PRNU sensör gürültüsü ile karşılaştırılabilir forma dönüştürebilen bir yöntem önerilmiştir. Önerilen yöntem, [21], [22]'den farklı olarak önce ölçekleme, sonra kırpma parametrelerinin kestirimi üzerine kurulmuştur. Önerilen yöntem ile, VISION [21] veri tabanına ait 5 farklı kamera ile çekilmiş sabit içerikli düz duvar ve/veya gökyüzü imge ve videoları kullanılarak bu kameralara ait ölçekleme ve kırpma parametreleri tespit edilmiştir. Kameraların dördü için [21]'deki yöntemle uyumlu sonuçlar bulunmuştur. Bir kamera için ise [21]'de tespit edilemeyen parametreler, bu çalışmada önerilen yöntemle hesaplanabilmiştir. Hesaplanan dönüşüm parametreleri kullanılarak, sabit içerikli olmayan farklı iç ve dış mekânlarda kaydedilmiş orijinal videolar ve bu videoların YouTube sıkıştırması uygulanmış formları, kaynak kamera doğrulama kapsamında test edilmiştir. Orijinal videoların tamamının kaynağı doğrulanarak %100 başarım elde edilmiştir. Yüksek sıkıştırma uygulanmış YouTube videolarında ise daha düşük performans elde edilmiştir.

Bu çalışmada uygulanan geometrik dönüşüm, özellikle dönüşüm parametreleri önceden belirlenmiş, ancak kaynağına erişimin mümkün olmadığı farklı çözünürlükteki imgeler ve videoların aynı kamera ile çekilmiş olabilirliğinin tespiti için kritik önem taşımaktadır.

Teşekkür

Bu çalışma ASELSAN işbirliğinde "Sayısal Video Dosyalarında PRNU Sensor Gürültüsü Tabanlı Kaynak Cihaz Tanıma" isimli SAYP projesi kapsamında Savunma Sanayii Müsteşarlığı (SSM) tarafından desteklenmiştir.

ASELSAN Araştırma Merkezi Eski Program Müdürü Dr. Aykut Koç' teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %9

Kaynaklar

- J. Lukáš, J. Fridrich, and M. Goljan, Digital camera identification from sensor pattern noise. IEEE Trans. Inf. Forensics Secur., 1 (2), 205–214, 2006. https://doi.org/10.1109/TIFS.2006.873602.
- [2] M. Chen, J. Fridrich, M. Goljan, and J. Lukas, Source digital camcorder identification using sensor photo response non-uniformity. Security, steganography, and watermarking of multimedia contents IX, 6505, 517-

528, 2007. https://doi.org/10.1117/12.696519.

- [3] M. Chen, J. Fridrich, M. Goljan, and J. Lukás, Determining image origin and integrity using sensor noise. IEEE Trans. Inf. Forensics Secur., 3 (1), 74–90, 2008. https://doi.org/10.1109/TIFS.2 007.916285.
- [4] T. Filler, J. Fridrich, and M. Goljan, Using sensor pattern noise for camera model identification. IEEE International Conference on Image Processing, pp. 1296–1299, San Diego, CA, USA, 2008.
- [5] J. Lukáš, J. Fridrich, and M. Goljan, Detecting digital image forgeries using sensor pattern noise. Proc. SPIE 6072, Security, Steganography, and Watermarking of Multimedia Contents VIII, pp. 362–372, San Jose, California, United States, 2006. https://doi.org/10.1117/12.640109.
- [6] X. Kang, Y. Li, Z. Qu, and J. Huang, Enhancing source camera identification performance with a camera reference phase sensor pattern noise. IEEE Trans. Inf. Forensics Secur., 7 (2), 393–402, 2012. https://doi.org/10.1109/TIFS.2011.21682 14.
- [7] A. Lawgaly, F. Khelifi, and A. Bouridane, Weighted averaging-based sensor pattern noise estimation for source camera identification. IEEE International Conference on Image Processing (ICIP), pp. 5357– 5361, Paris, France, 2014.
- [8] A. Karaküçük, A. E. Dirik, H. T. Sencar, and N. D. Memon, Recent advances in counter PRNU based source attribution and beyond. Media Watermarking, Security, and Forensics, 9409, 201-211, 2015. https://doi.org/10.1117/12.21824 58.
- [9] A. Lawgaly and F. Khelifi, Sensor pattern noise estimation based on improved locally adaptive DCT filtering and weighted averaging for source camera identification and verification. IEEE Trans. Inf. Forensics Secur., 12 (2), 392–404, 2017. https://doi.org/10.1109/TIFS.2016.2620280.
- [10] F. Ahmed, F. Khelifi, A. Lawgaly, and A. Bouridane, Comparative analysis of a deep convolutional neural network for source camera identification. IEEE 12th International Conference on Global Security, Safety and Sustainability (ICGS3), pp. 1–6, London, UK, 2019.
- [11] A. Karaküçük and A. E. Dirik, PRNU based source camera attribution for image sets anonymized with patch-match algorithm. Digit. Investig., 30, 43–51, 2019. https://doi.org/10.1016/j.diin.2019.06.001.
- [12] Y. Akbari, S. Al-maadeed, O. Elharrouss, F. Khelifi, A. Lawgaly, and A. Bouridane, Digital forensic analysis for source video identification: A survey. Forensic Sci. Int. Digit. Investig., 41, 1-13, 2022. https://doi.org/10.1016/j.fsidi.2022.301390.
- [13] N. Mondaini, R. Caldelli, a. Piva, M. Barni, and V. Cappellini, Detection of malevolent changes in digital video for forensic applications. Security, steganography, and watermarking of multimedia

contents IX, 6505, 300-311, 2007. https://doi.org/10.1117/12.704924.

- [14] W. H. Chuang, H. Su, and M. Wu, Exploring compression effects for improved source camera identification using strongly compressed video. IEEE International Conference on Image Processing, pp. 1953–1956, Brussels, Belgium, 2011.
- [15] T. Höglund, P. Brolund, and K. Norell, Identifying camcorders using noise patterns from video clips recorded with image stabilisation. 7th International Symposium on Image and Signal Processing and Analysis, pp. 668–671, Dubrovnik, Croatia, 2011.
- [16] D.-K. Hyun, C.-H. Choi, and H.-K. Lee, Camcorder identification for heavily compressed low resolution videos. Comput. Sci. Converg. Lect. Notes Electr. Eng., 114, 695–791, 2012. https://doi.org/10.1007/978-94-007-2792-2_68.
- [17] A. Lawgaly, F. Khelifi, A. Bouridane, and S. Al-Maaddeed, Sensor pattern noise estimation using nontextured video frames for efficient source smartphone identification and verification. International Conference on Computing, Electronics & Communications Engineering (iCCECE), pp. 19–24, Southend, United Kingdom, 2021.
- [18] W.-C. Yang, J. Jiang, and C.-H. Chen, A fast source camera identification and verification method based on PRNU analysis for use in video forensic investigations. Multimed. Tools Appl., 80 (5), 6617–6638, 2021. https://doi.org/10.1007/s 11042-020-09763-z.
- P. Ferrara, M. Iuliani, and A. Piva, PRNU-Based Video Source Attribution: Which Frames Are You Using?. Journal of Imaging, 8 (3), 1-14, 2022. https://doi.org/10.3390/jimaging8030057.
- [20] M. Goljan and J. Fridrich, Camera identification from cropped and scaled images. Security, Forensics, Steganography, and Watermarking of Multimedia Contents X, 6819, 154-166, 2008. https://doi.org/10.1117/12.766732.
- [21] D. Shullani, M. Fontani, M. Iuliani, O. Al Shaya, and A. Piva, VISION: a video and image dataset for source identification. EURASIP Journal on Information Security, 15, 1-16, 2017. https://doi.org/10.1186/s13635-017-0067-2.
- [22] M. Iuliani, M. Fontani, D. Shullani, and A. Piva, Hybrid reference-based Video Source Identification. Sensors, 19 (3), 1-19, 2019. https://doi.org/10.33 90/s19030649.
- [23] A. E. Dirik and A. Karaküçük, Forensic use of photo response non-uniformity of imaging sensors and a counter method. Opt. Express, 22 (1), 470–482, 2014. https://doi.org/10.1364/OE.22.000 470.
- [24] P. Ferrara and L. Beslay, Robust video source recognition in presence of motion stabilization. 8th International Workshop on Biometrics and Forensics (IWBF), pp. 1–6, Porto, Portugal, 2020.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 699-703 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi

Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences



Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



RIS destekli iki atlamalı DF kablosuz haberleşme sistemlerinin α-λ-η-µ/Rayleigh sönümlenmesi durumunda performans analizi

Performance analysis of RIS assisted two-hop DF wireless communication systems over α-λ-η-μ/Rayleigh fading

Melike Yılankırkan¹, Mehmet Bilim^{2,*}

^{1,2} Nuh Naci Yazgan Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 38090, Kayseri Türkiye

Öz

Bu çalışmada, yeniden uyarlanabilir akıllı yüzey (reconfigurable intelligence surface, RIS) destekli sistemlerin α - λ - η - μ /Rayleigh sönümlenmesi altında servisdışı kalma olasılığı (outage probability, OP) ve hata olasılığı (error probability, Pe) analizleri sunulmuştur. Ele alınan sistemde bir adet RIS'a sahip röle düğümü, bir adet verici ve bir adet alıcı bulunmaktadır. Burada verici ile RIS düğümü arasındaki kanal ortamının α-λ-η-μ sönümlenmeli olduğu kabul edilirken, RIS düğümü ile hedef arasındaki kanalın ise Rayleigh sönümlenmesine sahip olduğu varsayılmıştır. İlgili sönümlü kanallara ait olasılık yoğunluk fonksiyonlarından yararlanarak sisteme ait birikimli dağılım fonksiyonu tabanlı analizler ve türetimler gerçekleştirilmiştir. Yapılan analizler sonucunda elde edilen OP ve Pe ifadelerinin doğruluğu çeşitli senaryolarla gösterilmiş ve tam nümerik simülasyonlarla kıyaslanarak verilmistir.

Anahtar kelimeler: Uyarlanabilir akıllı yüzey, Servis-dışı kalma olasılığı, Hata olasılığı.

1 Giriş

Yeni nesil kablosuz haberleşme sistemleri için farklı teknikler ve iletişim metotları kullanılarak daha az hata yapan, daha hızlı iletişim sağlayan, kapsama alanı daha geniş sistemler geliştirilmeye çalışılmaktadır. Bu yüzden, yeni nesil kablosuz haberleşme sistemleri için literatürde sürekli yeni çalışmalar araştırmacılar tarafından ortaya atılmaktadır. Son zamanlarda literatürdeki yeni nesil kablosuz haberleşme için yapılan çalışmalar sistemleri incelendiğinde, uyarlanabilir akıllı yüzeyleri (reconfigurable intelligence surfaces, RIS) içeren çalışmalar dikkat çekmektedir. RIS sistemlerinde boyut sınırlaması avantajı ve akıllı yüzey sayesinde birden fazla röle görevi üstlenen bir yapının oluşturulabilmesi söz konusudur. Bu yüzden son zamanlarda literatürdeki çalışmalara bakıldığında RIS destekli haberleşme sistemlerinin oldukça popüler hale geldiği görülmektedir [1, 2, 6, 8-15]. [1] ve [2]'deki çalışmalarda genel RIS destekli haberleşme sistemlerinin özellikleri ve temel bilgileri verilmiştir. [6]'da enerji hattı iletişim sistemleri ile karma bir RIS haberleşme sistemi analiz edilmiştir. [8]'de ise serbest uzay optik ile RIS yapılarının karma bir düzende kullanılmasıyla oluşturulan bir

Abstract

In this study, outage probability (OP) and error probability (EP) analyzes of reconfigurable intelligence surface (RIS) assisted systems over α - λ - η - μ /Rayleigh fading are presented. In the considered system, there is one relay node with RIS, one transmitter and one receiver. Here, it is assumed that the channel between the transmitter and the RIS node has α - λ - η - μ fading, while the channel between the RIS node and the destination has Rayleigh fading. By using the probability density functions of the fading channels in the system, analyzes and derivations based on the cumulative distribution function of the system were carried out. The accuracy of the OP and EP expressions obtained as a result of the analyzes are shown with various scenarios and compared with the exact numerical simulations.

Keywords: Reconfigurable intelligence surface, Outage probability, Error probability.

haberleşme sistemi ele alınmıştır. [9]'daki çalışmada vazarlar RIS destekli haberlesme sistemlerinde kanal kestirimi problemini incelerken, [10]'daki çalışmada yazarlar RIS yapılarının haberleşme sisteminde aktif veya pasif olarak islem görmesini tartışmışlardır. [11]'de derin öğrenme metodlarının RIS destekli yapılara uygulanması araştırılmıştır. [12]'de ise, RIS destekli bir haberleşme ağında bir arada oluma durumunun analizi sunulmuştur. Genelleştirilmiş eklenebilir beyaz Gauss gürültüsünün etkisi ise sırasıyla [13] ve [14]'deki çalışmalarda RIS yapıları kullanan haberleşme sistemleri için analiz edilmiştir. [15]'deki çalışmada ise RIS yapılarının kullanılmasıyla kapsama alanı genişletilmesi durumu detaylıca izah edilmiştir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde, çöz ve aktar (decode and forward, DF) atlamalı α - λ - η - μ /Rayleigh sönümlü kanallarda RIS sisteminin servis-dışı kalma olasılığı (outage probability, OP) ve hata olasılığı (error probability, Pe) analizlerinin yapılmadığı dikkati çekmiştir. α - λ - η - μ sönümlü kanal yapısının kullanılmasıyla farklı sönümlenme durumlarının ele alınması ve gerçek hayat durumlarındaki sönümlü kanal yapılarının temsil edilebilmesi hedeflenmiştir. Böylelikle RIS yapıları gibi

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: mbilim@nny.edu.tr (M. Bilim) Geliş / Recieved: 22.03.2023 Kabul / Accepted: 25.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1268618

popüler bir konunun α-λ-η-μ sönümlü durumlarda analiz edilmesi, yazarların bildiği kadarıyla, ilk kez bu çalışmada sunulmaktadır. Bütün bu sebeplerden dolayı bu çalışma kapsamında, α-λ-η-μ/Rayleigh sönümlü kanallarda RIS destekli DF atlamalı bir sistemin OP ve P_e analizlerinin yapılması amaçlanmıştır. Yapılan analizlerde ele alınan sistemin birikimli dağılım fonksiyonu (cumulative distribution function, CDF) türetilmiş ve CDF tabanlı P_e ifadesi elde edilmiştir. Yapılan analizler sonucunda elde edilen OP ve P_e ifadelerini kullanarak farklı parametre değerleri ile çeşitli senaryolar oluşturulmuştur. Elde edilen sonuç grafiklerine göre, türetilen OP ve P_e ifadelerinin analitik sonuçları ile tam nümerik simülasyon sonuçlarının birbiri ile uyumlu olduğu görülmüştür.

2 Sistem modeli

Bu çalışmada RIS destekli iki atlamalı DF sistemlerinin α - λ - η - μ /Rayleigh sönümlenmesi durumunda hata analizleri sunulmuştur. Ele alınan sistemde verici ile RIS düğümü arasındaki kanal α - λ - η - μ sönümlenmeli iken, RIS düğümü ile alıcı arasındaki kanal Rayleigh sönümlenmesine sahiptir. RIS düğümünde DF iletim protokolü kullanılmaktadır. Çalışmadaki sistem modeli Şekil 1'deki gibidir.



Şekil 1. Ele alınan sistem modeli.

Sistemde verici ile alıcı arasında herhangi bir iletim olmadığı kabul edilmekte, sistemde düğümler arasında herhangi bir yol kaybı bulunmadığı varsayılmaktadır. Ayrıca sistemdeki kanal katsayılarının ve kanallarının faz bilgilerinin RIS tarafından mükemmel bir şekilde bilindiği varsayılmaktadır [1, 2]. Anlık SNR'ye bağlı olarak α - η - η - μ sönümlenmeli kanalın olasılık yoğunluk fonksiyonu (probability density function, PDF) şu şekildedir [3, 4]:

$$f_{\gamma_1}(\gamma) = \vartheta \gamma^{\phi-1} e^{-\rho \gamma^{\frac{\alpha}{2}}} I_{\mu-\frac{1}{2}}\left(\varpi \gamma^{\frac{\alpha}{2}}\right)$$
(1)

$$9 = \frac{\sqrt{\pi}\alpha \left(\mu \left(1+\eta^{-1}\right)\right)^{\mu+\frac{1}{2}}}{\Gamma(\mu)a^{\mu-\frac{1}{2}}\overline{\gamma}_{1}^{\frac{\alpha}{2}\left(\mu+\frac{1}{2}\right)}} \left(\frac{\eta}{1-\lambda^{2}}\right)^{\mu}$$
(2)

$$a = \frac{\sqrt{\left(\eta - 1\right)^2 + 4\eta\lambda^2}}{1 - \lambda^2} \tag{3}$$

$$\phi = \frac{\alpha}{2} \left(\mu + \frac{1}{2} \right) \tag{4}$$

$$\rho = \frac{\mu \left(1+\eta\right)^2}{2\eta \left(1-\lambda^2\right) \overline{\gamma}_1^{\frac{\alpha}{2}}} \tag{5}$$

$$\varpi = \frac{\alpha \mu (1+\eta)}{2\eta \overline{\gamma_1^{\frac{\alpha}{2}}}} \tag{6}$$

Burada $I(\cdot)$ ve $\Gamma(\cdot)$ ifadeleri sırasıyla Bessel ve Gama fonksiyonlarını temsil etmektedir [5]. Ayrıca (1)-(6)'daki denklemlerde bulunan α doğrusal olmayan parametreyi temsil ederken, λ , kareleme bileşenleri ile faz içi saçılmış dalgalar arasındaki korelasyon katsayısını belirtmektedir. Buna ilaveten, η ise karelemenin gücü ile faz içi saçılmış bileşenler arasındaki oranı gösterirken, μ çok yollu kümelerin gerçek uzantısını ifade etmektedir. $\overline{\gamma}_1$ ise bu kanala ait ortalama SNR ifadesini belirtmektedir. Öte yandan Rayleigh sönümlü bir kanal üzerinden iletişim gerçekleştiren RIS destekli röle düğümü ile alıcı arasındaki hat için anlık SNR'ye ait PDF ise [2]

$$f_{\gamma_2}(\gamma) = \frac{\gamma^{N-1} e^{-\frac{\gamma}{B\overline{\gamma_2}}}}{\left(B \,\overline{\gamma_2}\right)^N \left(N-1\right)!} \tag{7}$$

olarak tanımlanmaktadır. Burada *N*, RIS üzerindeki yansıtıcı eleman sayısını, $B = 1 + (N-1)(\Gamma(3/2))^2$, $\overline{\gamma}_2$ ise bu hatta ait ortalama SNR ifadesini belirtmektedir.

3 Analizler

Ele alınan sistemde CDF tabanlı analiz yöntemi kullanılmış olup, iki atlamalı DF tekniği için bütün sisteme ait CDF ifadesi [6]

$$F_{\gamma_{toplam}}\left(\gamma\right) = F_{\gamma_{1}}\left(\gamma\right) + F_{\gamma_{2}}\left(\gamma\right) - F_{\gamma_{1}}\left(\gamma\right)F_{\gamma_{2}}\left(\gamma\right)$$
(8)

şeklinde tanımlanmaktadır. Burada $F_{\gamma_1}(\gamma)$ ifadesi, Denklem (1)'deki PDF $\int_{0}^{\gamma} f_{\gamma}(\gamma) d\gamma$ dönüşümünde yerine konulup [5, Denklem (8.455)] ve [5, Denklem (3.381.8)]'deki ifadelerin yardımıyla aşağıdaki gibi elde edilir:

$$F_{\gamma_{i}}(\gamma) = \vartheta \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{\varpi}{2}\right)^{\mu+2k+0.5}}{k!\Gamma(\mu+k+0.5)}$$

$$\times \frac{\gamma\left(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5,\rho\gamma^{\alpha/2}\right)}{\frac{\alpha}{2}\rho^{(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5)}}$$
(9)

Burada $\gamma(\cdot, \cdot)$ alt tamamlanmamış Gama fonksiyonudur. Benzer şekilde, Denklem (7) ve [5, Denklem (3.381.1)] kullanılarak $F_{\gamma_2}(\gamma)$ ifadesi şu şekildedir:

$$F_{\gamma_2}(\gamma) = \frac{\gamma \left(N, \frac{1}{B\overline{\gamma}_2}\gamma\right)}{(N-1)!}$$
(10)

Denklem (9) ve (10)'da türetilmiş olan ifadeler Denklem (8)'de yerine yazıldığında ele alınan sisteme ait toplam CDF ifadesi şu şekilde türetilmiştir:

$$F_{\gamma_{toplam}}(\gamma) = \left[\vartheta \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{\overline{\sigma}}{2}\right)^{\mu+2k+0.5} \gamma \left(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5, \rho \gamma^{\alpha/2}\right)}{k! \Gamma(\mu+k+0.5) \frac{\alpha}{2} \rho^{(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5)}} \right] \\ + \left[\frac{\gamma \left(N, \frac{1}{B\overline{\gamma_2}} \gamma\right)}{(N-1)!} \right] - \left[\vartheta \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{\overline{\sigma}}{2}\right)^{\mu+2k+0.5}}{k! \Gamma(\mu+k+0.5)} \right]$$
(11)
$$\times \frac{\gamma \left(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5, \rho \gamma^{\alpha/2}\right) \gamma \left(N, \frac{1}{B\overline{\gamma_2}} \gamma\right)}{\frac{\alpha}{2} \rho^{(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5)} (N-1)!} \right]$$

Denklem (11) ile elde edilen toplam CDF ifadesinde, γ yerine γ_{th} , SNR eşik değeri konulursa sisteme ait OP ifadesi elde edilmiş olunur. Sisteme ait P_e ifadesi için [7] eşitliği kullanılmıştır.

$$P_{e} = \frac{r^{p}}{2\Gamma(p)} \int_{0}^{\infty} \gamma^{p-1} e^{-r\gamma} F_{\gamma_{noplam}}(\gamma) d\gamma$$
(12)

Buradaki ifadede r ve p modülasyon parametreleridir ve ikili faz kaydırmalı anahtarlama (binary phase shift keying, BPSK) modülasyonu için sırasıyla r=1, p=0.5 olarak alınmaktadır. Denklem (11)'de türetilen toplam CDF ifadesi (12)'de yerine yazılır ve matematiksel olarak düzenlemeler yapılırsa

$$P_{e} = \frac{r^{p}}{2\Gamma(p)} \left\{ W_{1} \underbrace{\int_{0}^{\infty} \gamma^{p-1} e^{-r\gamma} \gamma\left(\mu + 2k + \frac{2\phi}{\alpha} - 0.5, \rho \gamma^{\alpha/2}\right) d\gamma}_{I_{1}} + \frac{1}{(N-1)!} \underbrace{\int_{0}^{\infty} \gamma^{p-1} e^{-r\gamma} \gamma\left(N, \frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}\gamma\right) d\gamma}_{I_{2}} \right\}$$
(13)

$$-W_{2}\underbrace{\int_{0}^{\infty}\gamma^{p-1}e^{-r\gamma}\gamma\left(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5,\rho\gamma^{\alpha/2}\right)\gamma\left(N,\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}\gamma\right)d\gamma}_{I_{3}}\right\}$$

elde edilir. Burada

$$W_{1} = \vartheta \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{\varpi}{2}\right)^{\mu+2k+0.5}}{k! \Gamma(\mu+k+0.5)\frac{\alpha}{2}\rho^{(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5)}}$$
(14)

$$W_{2} = \vartheta \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{\varpi}{2}\right)^{\mu+2k+0.5}}{k! \Gamma(\mu+k+0.5) \frac{\alpha}{2} \rho^{(\mu+2k+\frac{2\phi}{\alpha}-0.5)} (N-1)!}$$
(15)

şeklindedir. Denklem (13)'teki I_1 integrali için sırasıyla [5, Denklem (8.354.1)] ve [5, Denklem (3.381.4)] kullanıldığında

$$I_{1} = W_{1} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\left(-1\right)^{n} \rho^{u+n}}{n! (u+n)} r^{-\left(\frac{\alpha}{2}(u+n)+p\right)} \Gamma\left(\frac{\alpha}{2}(u+n)+p\right)$$
(16)

olarak türetilir. Burada $u = \mu + 2k + \frac{2\phi}{\alpha} - 0.5$ olarak tanımlanmaktadır. Denklem (13)'teki I_2 integrali için [5, Denklem (6.455.2)] yardımıyla

$$I_{2} = \frac{1}{(N-1)!} \frac{\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}\right)^{N} \Gamma(p+N)}{p\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}+r\right)^{N+p}}$$

$$\times {}_{2}F_{1}\left(1, p+N; N+1; \frac{\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}\right)}{\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}+r\right)}\right)$$
(17)

elde edilir. Burada ${}_{2}F_{1}(\cdot, \cdot; \cdot)$ hipergeometrik fonksiyondur [5]. Son olarak, Denklem (13)'teki I_{3} integrali için I_{1} integrali için izlenen çözüm yolu takip edilerek

$$I_{3} = W_{2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\left(-1\right)^{n} \rho^{u+n}}{n!(u+n)} \frac{\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}\right)^{N} \Gamma\left(p + \frac{\alpha}{2}(u+n) + N\right)}{N\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}} + r\right)^{\left(p + \frac{\alpha}{2}(u+n) + N\right)}}$$

$$\times_{2} F_{1} \left(1, p + \frac{\alpha}{2}(u+n) + N; N + 1; \frac{\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}}\right)}{\left(\frac{1}{B\overline{\gamma}_{2}} + r\right)}\right)$$

$$(18)$$

ifadesi türetilir. Denklem (16)-(18)'de türetilen $I_1 - I_3$ çözümleri Denklem (13)'te yerine yazılarak ele alınan sisteme ait P_e ifadesi türetilmiş olunur.

4 Nümerik sonuçlar

Bu alt başlıkta ikinci bölümde detayları verilen sistem modeli için farklı sistem parametreleri ile çeşitli nümerik sonuçlar sunulmuştur. Bunlardan ilki, sistem yapısındaki N yansıtıcı eleman sayısının değişimine karşılık sistemin OP performansının değişimini göstermektedir. Şekil 2'de $\gamma_{th} = 5$ dB iken $\alpha = 2$, $\mu = 1$, $\lambda = 1$ ve $\eta = 1$ olarak belirlenmiştir. Beklenildiği gibi, N sayısı arttıkça OP performansı belirgin bir şekilde artmaktadır. RIS üzerindeki yansıtıcı eleman sayısının artması daha fazla sinyal gönderimi ve daha iyi bir haberleşmenin sağlanması demektir. Şekil 3'te ise γ_{th} değişiminin sistemin OP performansına olan etkisi incelenmiştir. Burada N = 4, $\alpha = 2$, $\mu = 1$, $\lambda = 2$ ve $\eta = 1$ 'dir. γ_{th} değeri ise sırasıyla 5 dB ve 10 dB olarak değerlendirilmiştir. Şekilden de görüldüğü üzere, γ_{th} değeri arttıkça OP performansı beklenildiği gibi azalmaktadır. Çünkü, eşik değerin artması ile haberleşme sisteminin performansı düşmektedir. Şekil 4'te ise sistemdeki α - λ - η - μ sönümlenmeli kanal yapısına ait μ değişimi ile ilgili nümerik sonuçlar verilmiştir. Burada incelenen sitem parametreleri sırasıyla şu şekildedir: N = 4, $\alpha = 2$, $\lambda = 2$, $\eta = 1$, $\gamma_{th} = 5$ dB'dir. μ parametresi ise 1 ve 2 olarak değiştirilmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi, µ parametresindeki değer artışının sistemin OP performansına etkisi minör bir şekildedir. Değiştirilen parametrenin sönümlü kanalın yıkıcılığını çok fazla değiştirmediği söylenebilir.



Şekil 2. Ele alınan sistem modeli için farklı *N* sayılarına ait OP kıyaslaması

Oysaki, Şekil 2 ve 3'deki OP sonuçlarında sırasıyla *N* ve γ_{th} değişimlerinin OP performansına etkisi çok daha fazla olmaktaydı. Şekil 2-4'te verilen bütün sonuçlarda, analitik sonuçlarla tam nümerik simülasyon sonuçları birbiri ile çok iyi bir uyum içerisindedir. Bu çalışmada ele alınan son grafik ise Şekil 5'teki P_e eğrileridir. Burada N = 2, $\alpha = 2$, $\mu = 1$, $\lambda = 2$ ve $\eta = 1$ 'dir. Ele alınan modülasyonlar ise farksal faz

kaydırmalı anahtarlama (differential phase shift keying, DPSK) (r=1, p=1 durumu) ve BPSK (r=1, p=0.5 durumu) şeklindedir. Şekil 5'ten de görüldüğü üzere, sistemin BPSK ile olan P_e performansı, DPSK ile olan P_e performansından daha üstündür. Bilindiği gibi, BPSK modülasyonu en az hata yapan modülasyon çeşitlerinden birisidir. Burada da analitik sonuçlar ile simülasyon sonuçlarının uyumlu olduğu görülmektedir. Bu durum, yapılan analizlerin doğruluğunu göstermektedir.



Şekil 3. Ele alınan sistem modeli için farklı γ_{th} değerlerine ait OP kıyaslaması



Şekil 4. Ele alınan sistem modeli için farklı μ değerlerine ait OP kıyaslaması.



Şekil 5. Ele alınan sistem modeli için farklı modülasyon teknikleri için P_e kıyaslaması.

5 Sonuç

Bu çalışmada, RIS destekli DF iki atlamalı bir kablosuz haberleşme sisteminin α - λ - η - μ /Rayleigh sönümlenmeli kanallarda hata analizleri sunulmuştur. Gerçekleştirilen hata analizi CDF tabanlı olup, tam nümerik sonuçlarla uyumlu sonuçlar elde edilmiştir. Ele alınan sisteme ait farklı parametre değerleri ile çeşitli senaryolar sunularak sistemin hata analizlerinin detaylı incelemesi yapılmaya çalışılmıştır. Buna göre, sistemdeki parametre değişimlerinin sistemin OP ve P_e performansları üzerindeki etkileri detaylıca açıklanmıştır.

Teşekkür

Bu çalışma 1919B012104835-2209-A kodlu TÜBİTAK projesi ile desteklenmektedir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %18

Kaynaklar

- E. Basar, M. Di Renzo, J. De Rosny, M. Debbah, M.-S. Alouini, and R. Zhang, "Wireless communications through reconfigurable intelligent surfaces," IEEE Access, 7, 116753–116773, 2019. doi: 10.1109/ACCE SS.2019.2935192.
- [2] L. Yang, F. Meng, Q. Wu, D. B. da Costa and M. -S. Alouini, "Accurate closed-form approximations to channel distributions of RIS-aided wireless systems," IEEE Wireless Communications Letters, 9(11), 1985-1989, 2020. doi: 10.1109/LWC.2020.3010512.
- [3] H, Al-Hmood, H. Al-Raweshid "Ratio of products of mixture gamma variates with applications to wireless communications systems." IET Communications, 15, 1963–1981, 2021. doi.org/10.1049/cmu2.12228.
- [4] N. C. Beaulieu and X. Jiandong, A novel fading model for channels with multiple dominant specular components," IEEE Wireless Communications Letters, 4(1), 54-57, 2015. doi: 10.1109/LWC.2014.2367501.
- [5] I. S. Gradshteyn, and I. M. Ryzhik, Table of Integrals, Series and Products, 7th edition. Academic Press Inc., 2007.
- [6] A. K. Padhan, H. K. Sahu, P. R. Sahu and S. R. Samantaray, "RIS Assisted Dual-Hop Mixed PLC/RF for Smart Grid Applications," IEEE Communications

Letters, 25(11), 3523-3527, 2021. doi: 10.1109/LCOM M.2021.3104630.

- [7] I. S. Ansari et al., "A new formula for the BER of binary modulations with dual-branch selection over generalized-K composite fading channels," IEEE Transactions on Communications, 59(10), 2654-2658, 2011, doi: 10.1109/TCOMM.2011.063011.100303A.
- [8] A. M. Salhab and L. Yang, "Mixed RF/FSO Relay Networks: RIS-Equipped RF Source vs RIS-Aided RF Source," IEEE Wireless Communications Letters, 10(8), 1712-1716, 2021, doi: 10.1109/LWC.2021.307 7960.
- [9] S. Sun and H. Yan, "Channel Estimation for Reconfigurable Intelligent Surface-Assisted Wireless Communications Considering Doppler Effect," IEEE Wireless Communications Letters, 10(4), 790-794, 2021. doi: 10.1109/LWC.2020.3044004.
- [10] W. Lv, J. Bai, Q. Yan and H. M. Wang, "RIS-Assisted Green Secure Communications: Active RIS or Passive RIS?," IEEE Wireless Communications Letters, 12(2), 237-241, 2023. doi: 10.1109/LWC.2022.3221609.
- [11] A. Faisal, I. Al-Nahhal, O. A. Dobre and T. M. N. Ngatched, "Deep Reinforcement Learning for RIS-Assisted FD Systems: Single or Distributed RIS?," IEEE Communications Letters, 26(7), 1563-1567, 2022. doi: 10.1109/LCOMM.2022.3170061.
- [12] Y. Zhao and X. Lv, "Network Coexistence Analysis of RIS-Assisted Wireless Communications," IEEE Access, 10, 63442-63454, 2022. doi: 10.1109/ACCES S.2022.3183139.
- [13] D. Gümüş and M. Bilim, "Analysis of a RIS-Assisted Wireless Communication System with AWGGN," 2022 30th Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU), Safranbolu, Turkey, 2022, 1-4, doi: 10.1109/SIU55565.2022.9864807.
- [14] D. Gümüş and M. Bilim, "İki Kollu Seçme Birleştirme Tekniğini Kullanan RIS Verici Sistemlerin AWGGN Analizi," Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi. (Yayınlanmak Üzere Kabul edildi.)
- [15] S. Zeng, H. Zhang, B. Di, Z. Han and L. Song, "Reconfigurable Intelligent Surface (RIS) Assisted Wireless Coverage Extension: RIS Orientation and Location Optimization," IEEE Communications Letters, 25(1), 269-273, 2021. doi: 10.1109/LCOMM. 2020.3025345.





Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Balistokardiyografi sinyalleri ile derin öğrenme tabanlı hipertansiyon tespiti

Deep learning based hypertension detection with ballistocardiography signals

Salih Taha Alperen Özçelik^{1,*} (D, Hakan Uyanık² (D, Abdulkadir Şengür³ (D)

¹ Bingöl Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 12000, Bingöl Türkiye
² Tunceli Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 62000, Tunceli Türkiye
³ Fırat Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 23000, Tunceli Türkiye

Öz

Kan basıncı, damarlardaki kanın damar duvarlarına uyguladığı basınçtır. Bu basınç değerinin normal kabul edilen seviyelerin üzerinde seyir etmesi yüksek tansiyon (YT) veya hipertansiyon (HPT) olarak bilinir. Hayat kalitesini negatif yönde etkileyen, çoğu zaman organlarda çeşitli tahribatlara sebep olan ve ölümlere yol açabilen bu sağlık probleminin teşhisi oldukça önemlidir. Bu çalışmada, balistokardiyografi (BKG) sinvalleri kullanılarak HPT'nin otomatik teşhisine yönelik bir yöntem önerilmistir. Bunun için BKG sinyalleri, sürekli dalgacık dönüşümü filtre bankası (SDDFB) yöntemi kullanılarak zaman-frekans domenine taşınmıştır. Bu işlemler yapılırken kullanılan dönüşüm yönteminde bazı parametre ayarları gerçekleştirilerek dönüşümün kalitesi arttırılmıştır. Daha sonra elde edilen görüntüler ResNet18, ResNet50, VGG16 ve AlexNet evrişimsel sinir ağlarıyla sınıflandırılmış ve elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır. Önerilen yöntem ile ResNet18, ResNet50, VGG16 ve AlexNet mimarileri için sırasıyla %98,92, %99,34 ve %99,22 ve %98,07 sınıflandırma doğruluğu elde etmiştir. Elde edilen bu yüksek sınıflandırma sonuçları önerilen yöntemin hipertansiyon teşhisi için kullanılabileceğini ispatlar niteliktedir.

Anahtar kelimeler: Hipertansiyon, BKG sinyali, Derin öğrenme, Sürekli dalgacık dönüşümü filtre bankası

1 Giriş

Hipertansiyon, kan basıncının kalp hastalığı gibi sağlık sorunlarına yol açacak kadar yüksek olması durumuna verilen isimdir [1]. Kalpten geçen kanın vücutta dolaşımını sağlamak için kullanılan bir ölçüm olan kan basıncının normal olarak 120/80 mmHg olması gerekmektedir. 140/90 mmHg üzeri bir değerde olursa hipertansiyon tanısı koyulabilir. Özellikle son on yılda hipertansiyonun dünya çapında yaygınlaştığı görülmektedir [2]. Dünya Sağlık Örgütü verilerine göre hipertansiyon 1990'dan 2021'e kadar ikiye katlanmıştır [3]. Hipertansiyon kontrol altına alınmazsa artan basıncın kalp kasına zarar vermesiyle kalp hastalıklarına yol açabilir. Bunun dışında böbrek hastalıkları, felç gibi ciddi sağlık sorunlarına yol açabilir [4]. Kendini göstermeden gizli bir şekilde ilerleyen bir hastalık olduğundan erkenden tanı koyulabilmesi oldukça önemlidir.

Abstract

Blood pressure is the pressure exerted by the blood in the vessels against the vessel walls. If this pressure value is above normal levels, it is known as high blood pressure (HBP) or hypertension (HPT). The diagnosis of this health problem, which negatively affects the quality of life, often causes various damage to organs and can lead to death, is very important. In this study, a method for automatic diagnosis of HPT using ballistocardiography (BCG) signals is proposed. For this, BCG signals are transferred to the time-frequency domain using the continuous wavelet transform filter bank (CWTFB) method. The quality of the conversion has been increased by making some parameter settings in the conversion method used while performing these operations. Then, the obtained images were classified with ResNet18, ResNet50, VGG16 and AlexNet convolutional neural networks and the obtained results were compared. With the proposed method, classification accuracy of 98.92%, 99.34%, 99.22% and 98.07% was obtained for ResNet18, ResNet50, VGG16 and AlexNet architectures, respectively. These high classification results obtained prove that the proposed method can be used for the diagnosis of hypertension.

Keywords: Hypertension, BCG signals, Deep learning, Continuous wavelet transform filter bank

Bu sebeple kalp hızı değişkenliğinin analizinin yapılması ve kardiyak anomalilerin araştırılmasını kolaylaştırmak için hipertansiyon ölçüm yöntemleri geliştirilmiştir. Elektrokardiyografi (EKG), sismokardiyografi (SKG), forcekardiyografi (FKG), girokardiyografi (GKP) ve balistokardiyografi (BKG) gibi fizyolojik sinyaller hipertansiyonun teşhisi için kullanılan bazı biyolojik sinyallerdir. EKG bunlardan en popüler olanıdır. EKG elektriksel aktiviteyi ölçerken BKG kalp hareketine dayalı mekanik titreşimleri kaydeder [5]. Bu sinyalleden BKG, sensörlü yatak üzerinden hastanın vücuduna elektrot yerleştirmeye ihtiyaç duymadan uyku esnasında kayıt edilebildiği için EKG'ye kıyasla daha uygundur [6]. Bu durum hastanın uyku boyunca kalp atış düzensizliklerinin tespit edilip hastalıklarına teşhis koyulabilmesine olanak sağlar. Uyku esnasında atriyal fibrilasyon ve sinüs ritmi

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: sozcelik@bingol.edu.tr (S. T. A. Özçelik) Geliş / Recieved: 27.02.2023 Kabul / Accepted: 04.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1257145

ataklarının analizi için BKG sinyallerinin kullanabilmesi EKG'ye karşı bir diğer avantajdır [7].

Parmar vd. [8] çalışmalarında kullandıkları EKG sinyallerini Fourier dönüşümü yardımıyla 8 adet içsel alt bant fonksiyonuna ayırdı. Bunun için Fourier ayrıştırma yöntemi ve tek tip kosinüs modülasyonu filtre bankasını kullanan araştırmacılar, Log enerji özelliklerini çıkardı. Çalışmalarında SHAREE [9] ve MIT-BIH [10] veri setlerini kullanan araştırmacılar en k en yakın komşu (kEYK) algoritmasını kullanarak 10 katlı çapraz doğrulama ile sınıflandırma gerçekleştirerek Fourier ayrıştırma yöntemi için %99.91, kosinüs modülasyonu filtre bankası için %99.99 başarı elde etti.

Soh vd. [11], yine MIT-BIH ve SHAARE veri setlerini kullandıkları çalışmalarında hipertansiyonu otomatik olarak teşhis eden bir model önerdi. Araştırmacılar EKG sinyallerini ayrık dalgacık dönüşümü (ADD) kullanarak parçalara ayırıp alçak ve yüksek geçiren filtreler kullanarak sinyalleri gürültülerden arındırdı. Evrişimsel sinir ağında 10 katlı çapraz doğrulama ile sınıflandırma gerçekleştiren araştırmacılar %99.99 sınıflandırma başarısı elde etti.

Yine SHAREE veri setini kullanan Rajput vd. [12] EKG sinyallerinden sinyal fraktal boyutundan log entropi özelliklerini çıkararak yeni bir hipertansiyon tanı endeksi geliştirdi. Geliştirdikleri yöntem SHAREE veri setinden derin öğrenme tabanlı bir sınıflandırma ile %99.68 başarı oranına ulaştı.

EKG sinyalinde olduğu gibi EEG ve EMG gibi fizyolojik sinyallerin işlenmesinde kullanılan dalgacık dönüşmü yöntemleri yüksek sınıflandırma başarılarının elde edilmesi açısından oldukça efektif olmuştur [13-17].

Song vd. [18], 8 kadın 10 erkeğin katılımıyla kendileri tarafından oluşturulan veri setinde uyku esnasında mikro harekete duyarlı şilte (MHDŞ) ile sürekli BKG sinyallerini kaydetti. Topluluk mod ayrıştırma (TMA) dayalı bir yöntem kullanan araştırmacılar BKG sinyallerinin doğrusal olmayan analizi, zaman alanı analizi ve frekans alanı analizinden kalp atış hızı değişkenliği (KAHD) ve kalp atışı aralıkları (KAA) özelliklerini çıkararak Naive Bayes sınıflandırıcı kullanarak %92.3 sınıflandırma başarısı elde etti.

Bu çalışmada kullanılan veri setini oluşturan Liu vd. [19], 61 hipertansiyon ve 67 normal tansiyonlu deneğin katılımıyla gerçekleştirdikleri bir çalışmada gece uykusu boyunca BKG sinyallerini sürekli bir şekilde kaydetti. Araştırmacılar ilk adımda BKG sinyallerinden örnek entropi, yaklaşık entropi, KAA, zaman ve frekans alanı ve BKG dalgalanma özelliklerini çıkardı. Sınıflandırma ve birliktelik kuralı madenciliğini birleştirerek hipertansiyonu tanımlamak için yeni bir yöntem geliştirdi. Uyguladıkları yöntem doğruluk için %84.4, kesinlik değeri için %82.5 ve geri çağırma oranı için %85.3 başarı oranı elde etmiştir. Bu veri setini kullanan diğer araştırmacılardan olan Rajput vd. [20], sürekli dalgacık dönüşümü (SDD) kullanarak BKG sinyallerini skalogram görüntülerine çevirdi. İki boyutlu modeliyle sınıflandırma evrişimsel sinir ağı (ESA) gerçekleştiren araştırmacılar %86.14'lük bir sınıflandırma başarısı elde etti. [19]'te oluşturulan veri setini kullanan bir diğer araştırmacı grubu Gupta vd. [21], çoklu evren optimizasyonu (CEO) algoritmasıyla birleştirilmiş

ayarlanabilir Q faktörü dalgacık dönüşümünü kullandı. BKG sinyallerini alt bantlara ayıran araştırmacılar her bant için Shannon entropisi, log enerjisi, Hjorth karmaşıklığı, standart türev, çarpıklık, ortalama kare değeri, basıklık, çarpıklık, ortalama değer, maksimum değer ve minimum değer olmak üzere toplamda 11 istatistiki özellik çıkardı. Kruskal-Wallis vöntemiyle özellik azaltan arastırmacılar en önemli 7 özelliği sınıflandırıcısına vererek %92.21'lik **kEYK** bir sınıflandırma başarısı elde etti. Gupta vd. [22] yaptıkları başka bir çalışmada, [19]'te üretilen veri setini kullanarak BKG sinvallerini görüntüleri zaman-frekans (Z-F) spektral görüntülere dönüştürerek hipertansiyonu otomatik olarak tanıyacak bir sistem geliştirdi. Z-F görüntülerini elde etmek için Gabor dönüşümünü (GD), düzleştirilmiş Pseudo-Wigner Ville dağılımı (DPWVD) ve kısa zamanlı Fourier dönüşümü(KZFD) kullandılar. Hyp-Net adını verdikleri ESA mimarisinde 10 kat capraz doğrulama(KCD) ile %97.65'lik bir sınıflandırma başarısı elde ettiler. Seok vd. [23], BKG sinvallerini ölcen bir sandalye aracılığıyla 30 katılımcıdan oluşan bir veri seti oluşturdu. İki bölümden oluşan deneyin ilk bölümünde iki kanallı BKG sinyallerini ve tansiyon değerlerini kaydettiler. İkinci bölümde denek koşu bandında koştuktan sonra aynı ölçümleri tekrar yaptılar. Giriş sinyallerindeki gürültüyü ortadan kaldırmak ve model eğitimi için anlık bir aşama oluşturmak için EMD yöntemiyle Hilbert dönüşümünü kullandılar. Yazarlar, iki kanallı BKG fazından sistolik ve diyastolik kan basınçlarını (SKB ve DKB) tahmin eden bir ESA regresyon modelini calıstırdıktan sonra ilk seansın (dinlenme) ve ikinci seansın (ivilesme) sonuclarını karşılaştırdı. Yine başka bir çalışmada Rajput vd. [24], normotansif ve hipertansif denekleri tespit edebilmek için BKG sinyallerini kullandı. Araştırmacılar [19]'te oluşturulan veri setini kullanarak BKG sinyallerini ampirik mod ayrıştırma (AMA) ve dalgacık dönüşümü (DD) kullanarak 30 saniyelik bölümlere ayırdı. DD ve AMA kullanılarak, BKG sinyali beş alt banda ve beş içsel mod fonksiyonlarına (IMF'ler) böldüler. Alınan özellikleri sınıflandırmak için toplu yumuşak sınıflandırıcı (TYS) sınıflandırıcısını kullandılar. Arastırmacılar, DD için 10 kat çapraz doğrulama kullanarak %89'luk bir sınıflandırma doğruluğu elde etti. Yine kendi yaptığımız bir önceki çalışmada Özçelik vd. [25], [19]'te oluşturulan veri setindeki BKG sinyallerini 30 saniyelik parçalara bölerek spektrogram görüntülerine dönüştürdük. Sınıflandırmak için Convmixer mimarisini kullandık. Convmixer ile %97.69'luk bir sınıflandırma doğruluğu elde ettik.

Bu çalışmada, BKG sinyallerinden hipertansiyonu otomatik olarak teşhis etmek için SDDFB yöntemine dayanan bir evrişimsel sinir ağı(ESA) modeli geliştirildi. Başlangıçta giriş BKG sinyallerini medyan mutlak sapma (MMS) yaklaşımını kullanarak normalleştirildi. Ardından, giriş BKG sinyallerini birden çok BKG sinyaline bölmek için çakışmayan bir sinyal bölme yöntemi uygulandı. Her parçanın uzunluğu 30 saniye seçildi. Her bir sinyal parçası daha sonra SDDFB yaklaşımı kullanılarak zaman frekans domeninde görselleştirilerek görüntü haline dönüştürüldü. BKG 1sı haritası görüntüleri elde edildikten sonra özellik çıkarma ve sınıflandırma işlemleri AlexNet, ResNet50, Vgg16, ResNet18 mimarileri üzerinden gerçekleştirildi. Çalışmada kullanılan BKG veri setinde 128 kişi bulunmaktadır. 128 kişiden 61'i hipertansiyon, geri kalan 67 kişi normal tansiyon olarak etiketlenmiştir. Deneysel çalışmalar sırasında, önerilen yöntemin performansını değerlendirmek için çeşitli istatistiksel değerlendirme ölçütleri kullanıldı. Elde edilen sonuçlar mevcut yaklaşımlarla da karşılaştırılmıştır. Bu çalışmanın başlıca katkıları;

- [19]'te oluşturulan veri seti için en yüksek başarım oranı elde edildi.
- Mimariler kıyaslanarak hız ve performans açısından karşılaştırıldı.

2 Veri seti

Bu çalışmada Liu vd. [19] tarafından oluşturulan veri seti kullanılmıştır. Araştırmacılar bu veri setini oluştururken RS-611 adını verdikleri bir sinyal toplama sistemi kullanmışlardır. Kullandıkları sinyal toplama sisteminde kalp hareketlerinin neden olduğu BKG sinyalleri 100 Hz örnekleme frekansıyla 16 bitlik analog-dijital dönüştürücü yardımıyla kaydedilmiştir. Veri seti, kriterleri karşılayan hipertansiyonu olan 61 kişi ve normal tansiyona sahip 67 kişi ile oluşturulmuştur. Veri setinin istatistiksel bilgileri Tablo 1'de verildiği gibidir.

Tablo 1. Kullanılan veri setinin istatistiksel özellikleri

Kişi Bilgileri	Hipertansiyon	Normal Tansiyon
Kişi Sayısı	61	67
Cinsiyet (E/K)	33/38	35/32
Yaş	55.6 ± 7.9	53.2 ± 9.2
Kalp Atışı (BPM)	77.1 ± 9.2	73.6 ± 8.3
Vücut Kitle İndeksi (kg/m ²)	24.3 ± 3.6	23.7 ± 3.4
Sistolik Kan Basıncı (mmHg)	155.6 ± 11.2	112.1 ± 15.7
Dialostik Kan Basıncı (mmHg)	103.6 ± 8.2	74.4 ± 6.3

3 Metodoloji

Bu çalışmada uygulanan yöntemin akış şeması Şekil 1'de gösterilmektedir. Sınıflandırılacak BKG sinyalleri görüntülere dönüstürülmeden önce bir takım önislemlerden geçirilir. Bu amaçla, ilk adımda ham BKG sinyallerinin genliğinin ortalandığı ve z-skoru normalizasyonu ile 0 medyan ve medyan mutlak sapmanın 1 olacağı şekilde ölçeklendiği bir normalleştirme prosedürü uygulanır. Ham BKG sinvallerinin normalizasyonu zorunludur, çünkü bu sinyaller toplanırken deneklerin vücut ağırlıkları doğrudan BKG sinvallerini etkiler [26]. Önişlemden geçirilen BKG sinyalleri daha sonra, sinyal işleme alanında sıklıkla uvgulanan bir vöntem olan örtüsmesiz segmentasyon işleminden geçirilerek parçalara ayrılır. Bir sonraki adımda, parçalara ayrılan sinyaller tasarlanan bir bant geçiren filtre ile filtrelenerek görüntüye dönüştürülmek üzere sonraki adıma aktarılır. Bu süreçte bazı parametre tercihleri (dalgacık tipi, ölçek, sınırlayıcı tipi ve zaman bant genişliği) ile en uygun görüntünün elde edilmesi amaçlanmaktadır. Çünkü daha önceki çalışmalarda [27-34] gösterildiği gibi, 1s1

haritası görüntü elde etme yöntemlerinde zaman-frekans çözünürlüğü dengesi sonuçlar üzerinde oldukça etkili olmaktadır. Uyku halindeki deneklerden elde edilen BKG sinyalleri, 30 saniyelik parçalara bölünmüş ve toplamda hipertansiyon sınıfından 3000 sinyal parçası normal tansiyondan 3000 sinyal parçası olmak üzere toplamda 6000 sinyal parçası rastgele olarak seçilmiş ve bu sinyal parçaları SDDFB yöntemiyle ısı haritası görüntülerine dönüştürülmüştür. Elde edilen görüntüler ResNet18, ResNet50, VGG16 ve AlexNet evrişimsel sinir ağları yardımıyla sınıflandırılır.

3.1 Normalizasyon

Normalizasyon işlemi yukarıdada belirtildiği üzere deneklerin vücut ağırlıklarındaki farklılıkların BKG sinvallerine olan yansımasının elimine edilmesi için uygulanmaktadır. Bunun için medyan mutlak sapma (MMS) kullanılarak z-skoru normalizasvon tekniği kullanılmıştır. vöntemi. normalleştirilecek verilerde MMS değer dağılımında yüksek farklılıklar olduğunda tercih edilen bir yöntemdir. Verilerdeki değerin dağılmasındaki farklılıkların fazla olması standart sapma hesabında bozucu bir etkiye sahiptir. Medyan mutlak sapma içinse bu durum böyle değildir. Bir veri kümesinin medyan mutlak sapması aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanır[35].

$$MMS = median(|x - \tilde{X}|)$$
(1)

3.1 Sürekli dalgacık dönüşümü filtre bankası

Filtre bankasında dalgacık tipi olarak analitik Morse dalgacık tipi seçilmiştir. Analitik dalgacık olarak isimlendirilen karmaşık değerli dalgacıklar, sadece pozitif gerçek eksenini destekleyen Fourier dönüşümlerine sahiptir. Zaman içinde genlik ve frekans değişimleri olan ayarlanmış sinyallerin incelenmesi için faydalıdırlar. Morse dalgacıkları da analitik dalgacık ailesinin bir üyesidir. Genelleştirilmiş Mors dalgasının Fourier dönüşümü (2) nolu eşitlikte verilmiştir [36].

$$\Psi_{\beta,\gamma}(\omega) = U(\omega)a_{P,\gamma}\omega^{\frac{P^2}{\gamma}}e^{-\omega^{\gamma}}$$
(2)

 $U(\omega):$ Birim adımı, a_(P,\gamma): Normalleştirme sabiti, P^2: Zaman-bant genişliği, $\gamma:$ Morse dalgacığının simetrisini karakterize eden parametre

Bu çalışmada simetri parametresi gamma (γ) 3 seçilmiştir. Bu simetri parametresi değeri için zaman bant genişliği parametresini azaltmak dalgacığın simetrikliğini azaltacağından zaman bant genişliği varsayılan değer olan 30' dan 60' a yükseltilmiştir. Bu sayede dalgacık zamanda daha yavaş salınarak hem simetri hem de zaman bant genişliği arttıkça daha dar bir frekansa sahip olarak daha iyi ısı haritası görüntüleri oluşturacaktır. Şekilde bu parametrenin ayarlanmasının zaman ve frekansı nasıl etkilendiği görülmektedir.

Sürekli dalgacık dönüşümü filtre bankasında oktav başına ses katsayısı sinyalin hangi ölçeklere ayrılacağını belirten parametredir. Oktav başına ses katsayısı bu çalışma için 10 olarak seçilmiştir.



Şekil 1. Geliştirilen yönteme ilişkin işlem adımları



normalizasyon sonraki durumu



Şekil 3. Zaman-Bant genişliği parametresinin arttırılmasının salınıma etkisi

Verilerin sınırda nasıl ele alınacağını belirleyen parametre olan sinyal sınır uzantısı "Yansıma" seçilmiştir. Bu parametrelere göre SDDFB frekans cevabı Şekil 4'teki gibi olacaktır.



Görüntülerin elde edilmesi ise şu şekilde gerçekleşir. SDDFB yardımıyla BKG sinyali her satırın bir ölçeğe karşılık geldiği 2 boyutlu matrise dönüştürülür. Bu matriste negatif değerler de bulunabileceği için mutlak değeri alınır. Daha sonra logaritması alınıp kendi belirlediğimiz 10

katsayısı ile çarpılarak normalleştirilir. Her 30 saniyelik segmentten bir görüntü elde edilecek şekilde algoritma çalıştırılır. Elde ettiğimiz ısı haritası görüntüsünden sırasıyla NT ve HT bireylerden birer örnek Şekil 5'te verilmiştir.

3.2 ResNet18

7x7'lik bir evrişim ResNet18'in 18 katmanının ilk katmanıdır. Birbiriyle aynı 4 evrişim katmanından oluşur. Her katman 2 artık bloktan oluşur [37-38].



Şekil 5. Veri setindeki bir deneğin BKG sinyalinden oluşturulan SDDFB 1sı haritası görüntüleri (a) normal tansiyon (b) hipertansiyon

Her bloğun 2 ağırlık katmanı ve bir ReLu tarafından ikinci ağırlık katmanının çıktısıyla birleşen bir atlama bağlantısı vardır. Çıktı evrişim katmanının girdisiyle eşleşiyorsa aynılık bağlantısı kullanılır. Bununla birlikte giriş ve çıkış karşılaştırılabilir değilse atlama bağlantısında bir havuzlama gerçekleştirilir. ResNet18 mimarisinin giriş boyu 224x224x3 olduğundan ResNet18'e verilecek SDDFB ısı görüntüleri bu boyuta ayarlanmıştır.

3.3 ResNet50

ResNet50, 50 katmanlı bir derin öğrenme ağ mimarisi olup 3 katmandan oluşur [37]. Giriş katmanı 224x224x3 olan görüntüler için 3x3x3'lük evrişim filtreleri kullanır. Çekirdek katmanlarda ise 6 ayrı blok bulunur. Her blok 2x2'lik evrişim blokları ve arttırılmış bloklardan oluşur. Her evrişim bloğu 1x1 ve 3x3'lük evrişim filtreleri kullanarak 4x4 boyutunda bir alan için özellik çıkarır. Çıkış katmanı ise varsayılan olarak 1000 sınıf etiketi için 1000 nöronlu bir tam bağlantılı katmandır. Bu çalışmada 2 sınıf olduğu için çıkış katmanı 2 nöronlu bir tam bağlantılı katman ile değiştirilmiştir.

3.4 VGG16

VGG16 16 katmandan oluşan çok katmanlı bir sinir ağıdır [39]. 13 adet evrişim katmanı, 3 tam bağlantılı katman, 5 havuzlama katmanından oluşur. Bu 13 evrişim katmanında bulunan evrişim blokları 3x3 boyutunda 1 adım hareketine sahiptir. Evrişim çekirdeği ilk katmanda kademeli olarak 128'den 256'ya sonra 512'ye yükseltilir. Havuzlama katmanındaki evrişim blokları 2x2 ve adım boyutu 2 'dir. Yine giriş görüntüleri 224x224x3 olarak verilir. Yine çıkış boyutu 1000 sınıfa uygun 1000 nörondan oluşturulduğundan transfer öğrenme metoduyla son katmanları 2 nöronlu tam bağlantı katmanı ile değiştirilip Softmax aktivasyon fonksiyonu kullanılmıştır.

3.5 AlexNet

AlexNet mimarisi 8 katmandan oluşmaktadır; bunlar 11 x 11 çözünürlüklü birçoklu filtreli evrişim katman, 5 x 5 boyutunda bir evrişim bloğu, 3 x 3 boyutunda üç tane çoklu filtreli evrişim bloğu ve üç tane tam bağlantılı katmandır. Evrişimsel katmanlar, değişen filtre boyutları ve adım değerleri ile 13 x 13 çıkış boyutuna sahipken, tam bağlantılı katmanların çıkış boyutu 4096'dır. Son olarak, son fully

connected katmanın çıkış boyutu 1000 olacak şekilde ayarlanmıştır, böylece ImageNet veri kümesindeki 1000 farklı sınıfı temsil eder. Giriş ise 227x227x3'tür. SDDFB ısı haritası görüntüleri bu mimariye verilmek için bu boyuta uygun tekrar boyutlandırılmış ve çıkış katmanları da transfer öğrenme yöntemiyle 2 sınıf için tam bağlantılı katman oluşturarak ayarlanmıştır.

4 Bulgular ve tartışma

deneysel çalışmalar, MATLAB Tüm programi aracılığıyla gerçekleştirilmiştir. Deneylerde kullanılan bilgisayar Intel Core i5-12400F işlemci, 16 GB RAM ve Nvidia RTX 2080 Ti ekran kartı barındırmaktadır. Oluşturulan ısı haritası görüntüleri 224x224x3 (AlexNet için 227x227x3) olarak yeniden boyutlandırılmıştır. Görüntüler; ResNet18, ResNet50, VGG16 ve AlexNet mimarilerine verilmiştir. Tüm mimariler için optimizasyon olarak 'sgdm' kullanılmıştır. Minibatch boyutu 10 olarak ayarlanmış maksimum epoch 20 olarak seçilmiştir. Başlangıç öğrenme oranı ise 0.001 olarak ayarlanmıştır. Doğrulama frekansı 3 olarak seçilmiştir. Bu parametreler her ESA modeli için aynı seçilmiştir. Bu sayede birbirleriyle başarım oranı ve süre açısından kıyaslanabilir olacaktır. Deneysel çalışmalarda tüm veri seti 30 saniyelik parçalara bölünmüştür. 30 saniyelik parçalara ayırmaktaki amaç literatürde önceden yapılmış 30 saniyelik parçalarla yapılan sınıflandırma çalışmalarıyla kendi yöntemimizi kıyaslayabilmektir. Hipertansiyon için toplamda 61525 SDDFB ısı haritası görüntüleri elde edilirken normal tansiyon için 71413 SDDFB 1s1 haritas1 görüntü elde edilmiştir. Toplamda elde edilen 132938 görüntüden 3000 hipertansiyon sınıfından 3000 normal tansiyon sınıfından rastgele seçilerek ResNet18, ResNet50, AlexNet ve VGG16 ağlarının eğitiminde kullanılmış ve sonuçlar değerlendirilmiştir. Sınıflandırmalar gerçekleşirken veri setinin %90'ı eğitim %10'u test için kullanılmıştır.

4.1 ResNet50 için sonuçlar

İlk deneme ResNet50 mimarisiyle gerçekleştirilmiştir. Eğitim süreci Şekil 6'daki gibidir. Şekilde görüldüğü gibi 20 epoch yaklaşık 117 dakika 30 saniyede tamamlanmıştır. Üçüncü epoch esnasında ezberleme durumu gözlenmiştir. Dördüncü epoch sonrasında daha stabil hale gelen eğitim %99.67'lık bir başarı oranıyla tamamlanmıştır. Eğitim %99.34 nihai başarım ile tamamlanmıştır.

ResNet50 ile gerçekleştirilen denemenin karmaşıklık matrisi ise Şekil 7'de verilmiştir. Şekilde görülen ilk iki çapraz yeşil renkli olan hücreler yapılan doğru sınıflandırmaların her iki sınıf için sayısını ve yüzdesini gösterir. Görüldüğü gibi tüm verinin 299'unu hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu 600'ün %49.8'ine tekabül etmektedir. 299 tanesi de normal tansiyon olarak %49.8'idir. sınıflandırmıştır. Bu tüm verinin Hipertansiyonların yanlışlıkla 1 tanesini normal tansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu tüm verilerin %0.2'sine tekabül eder. Normal tansiyonların da yanlışlıkla 1 tanesini hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu da tüm verinin %0.2'sidir. 300 hipertansiyon %99.7'sini doğru, %0.3'ünü ise yanlış tahmin etmiştir.



Şekil 6. 10 katlı çapraz doğrulamadaki bir deneme için ResNet50 eğitim sonucu.

300 normal tansiyonun %99.7'sini doğru, %0.3'ünü yanlış tahmin etmiştir. 300 hipertansiyonun %99.7'sini doğru bir şekilde tahmin etmiş ve %0.3'ünü de normal tansiyon olarak yanlış tahmin etmiştir. 300 normal tansiyon vakanın %99.7'sini doğru bir şekilde normal tansiyon ve %0.3'ünü ise hipertansiyon olarak yanlış sınıflandırılmıştır. Genel olarak tahminlerin %99.7'si doğru olup %0.3'ü yanlıştır.



Şekil 7. 10 KÇD'deki bir deneme için ResNet50 karmaşıklık matrisi

4.2 ResNet18 için sonuçlar

ResNet18 için eğitim süreci Şekil 8'deki gibidir. Şekilde görüldüğü gibi 20 epoch yaklaşık 50 dakika 47 saniyede tamamlanmıştır. Dördüncü ve beşinci epochlar esnasında aşırı uyum gözlenmiştir. Onuncu epoch sonrasında daha stabil hale gelen eğitim %99.00'lık bir başarı oranıyla tamamlanmıştır. Eğitim %98.92'lik nihai başarım ile tamamlanmıştır.

ResNet18 ile gerçekleştirilen denemenin karmaşıklık matrisi ise Şekil 9'da verilmiştir. Şekilde görülen ilk iki çarpraz yeşil renkli olan hücreler yapılan doğru sınıflandırmaların her iki sınıf için sayısını ve yüzdesini gösterir. Görüldüğü gibi tüm verinin 299'unu hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu verinin tamamının %49.8'ine tekabül etmektedir. 295 tanesi de normal tansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu ise tüm verinin %49.2'sidir. Hipertansiyonların yanlışlıkla 5 tanesini normal tansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu tüm verilerin %0.8'ine tekabül eder. Normal tansiyonların da yanlışlıkla 1 tanesini hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu da tüm verinin %0.2'sidir. 304 hipertansiyon %98,4'ünü doğru, %1.6'sını ise yanlış tahmin etmiştir. 296 normal tansiyonun %99.7'sini doğru, %0.3'ünü yanlış tahmin etmiştir. 300 hipertansiyonun %99.7'sini doğru bir şekilde tahmin etmiş ve %2.6'sını da normal tansiyon olarak yanlış tahmin etmiştir. 300 normal tansiyon vakanın %98.3'ünü doğru bir şekilde normal tansiyon ve %2.1'i ise hipertansiyon olarak yanlış sınıflandırılmıştır. Genel olarak tahminlerin %99.0'ı doğru olup %1 i yanlıştır.

4.1 VGG16 için sonuçlar

VGG16 için eğitim süreci Şekil 11'deki gibidir. Şekilde görüldüğü gibi 20 epoch yaklaşık 207 dakika 22 saniyede tamamlanmıştır. Dördüncü, beşinci, sekizinci ve on beşinci epochların sonlarında aşırı uyum gözlenmiştir. On beşinci epoch sonrasında daha stabil hale gelen eğitim %99.50'lık bir başarı oranıyla tamamlanmıştır. Eğitim %99.22'lik nihai başarım ile tamamlanmıştır.



Şekil 8. 10 katlı çapraz doğrulamadaki bir deneme için ResNet18 eğitim sonucu



Şekil 9. 10 KÇD'deki bir deneme için ResNet18 karmaşıklık matrisi

VGG16 ile gerçekleştirilen denemenin karmaşıklık matrisi ise Şekil 12'de verilmiştir. Şekilde görülen ilk iki çapraz yeşil renkli olan hücreler yapılan doğru sınıflandırmaların her iki sınıf için sayısını ve yüzdesini gösterir. Görüldüğü üzere tüm verinin 300'ünu hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu 600'ün %50'sine tekabül etmektedir. 297 tanesi de normal tansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu tüm verinin %49.5'idir. Hipertansivonların vanlıslıkla 3 tanesini normal tansivon olarak sınıflandırmıştır. Bu tüm verilerin %0.5'ine tekabül eder. Normal tansiyonların da hiçbiri hipertansiyon olarak sınıflandırılmamıştır. 303 hipertansiyon %99'ını doğru, %1'ini ise yanlış tahmin etmiştir. 297 normal tansiyonun %100'ünü doğru tahmin etmiştir. 300 hipertansiyonun %100'ünü doğru bir şekilde tahmin etmiştir. 297 normal tansiyon vakasının %100'ünü doğru bir şekilde normal tansiyon olarak doğru sınıflandırmıştır. Genel olarak tahminlerin %99.5'i doğru olup %0.5'i yanlıştır.

4.2 AlexNet için sonuçlar

AlexNet için eğitim süreci Şekil 13'deki gibidir. Şekilde görüldüğü gibi 10 KÇD'deki 1 denemedeki 20 epoch yaklaşık 40 dakika 58 saniyede tamamlanmıştır. Eğitimdeki bir deneme %98.17'lik bir başarı oranıyla tamamlanmıştır. Eğitim %98.03'lük nihai başarım ile tamamlanmıştır.

AlexNet ile gerçekleştirilen denemenin karmaşıklık matrisi ise Şekil 15'te verilmiştir. Şekilde görülen ilk iki çapraz yeşil renkli olan hücreler yapılan doğru sınıflandırmaların her iki sınıf için sayısını ve yüzdesini gösterir. Görüldüğü gibi tüm verinin 299'unu hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu 600'ün %49.8'ine tekabül etmektedir. 290 tanesi de normal tansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu tüm verinin %48.3'üdür. Hipertansiyonların yanlıslıkla 10 tanesini normal tansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu tüm verilerin %1.7'sine tekabül eder. Normal tansiyonların da yanlışlıkla 1 tanesini hipertansiyon olarak sınıflandırmıştır. Bu da tüm verinin %0.2'sidir. 310 hipertansiyon %96.8'ini doğru, %3.2'sini ise yanlış tahmin etmiştir. 291 normal tansiyonun %99.7'sini doğru, %0.3'ünü yanlış tahmin etmiştir. 300 hipertansiyonun %99.7'sini doğru bir şekilde tahmin etmiş ve %0,3'ünü de normal tansiyon olarak yanlış tahmin etmiştir. 300 normal tansiyon vakanın %96.7'sini doğru bir şekilde normal tansiyon ve %1.7'isini ise hipertansiyon olarak yanlış sınıflandırılmıştır. Genel olarak tahminlerin %98.2'si doğru olup %1.8'i yanlıştır.



Şekil 10. 10 katlı çapraz doğrulamadaki bir deneme için VGG16 eğitim sonucu



Şekil 12. 10 KÇD'deki bir deneme için VGG16 karmaşıklık matrisi

Tablo 2'de görüldüğü üzere en iyi sınıflandırma sonucunu %99.34 ile ResNet50 modeli ortaya koymuştur. VGG16 modeli de %99.22 ile %98.92 başarı oranı yakalayan ResNet18 e göre daha iyi sınıflandırma sonucu vermiştir. Süre olarak en kısa sürede eğitim gerçekleştiren mimari AlexNet mimarisidir. Fakat en düşük sınıflandırma başarısını AlexNet vermiştir. ResNet18 mimarisi ise ResNet50'ye göre daha hızlıdır.

Tablo 2 Ortalama sınıflandırma başarıları ve süreleri

ESA Modeli	Sınıflandırma Başarısı (%)	Süre (Saniye)
ResNet 18	98.92	3047
ResNet 50	99.34	7050
VGG16	99.22	12442
AlexNet	98.07	2458

5 Bulgular ve tartışma

çalışmada, BKG sinyallerine dayalı olarak Bu hipertansiyonu otomatik olarak tanımak için yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Bir dizi ön işleme uygulanmıştır. Uygulanan ön işleme teknikleri metodoloji kısmında anlatılmıştır. BKG sinyalleri, SDDFB tekniğine dayalı olarak zaman-frekans ısı haritaları görüntülerine dönüştürüldü. Çalışmanın sınıflandırma aşamasında ResNet18, ResNet50, VGG16 ve AlexNet mimarileri kullanılmıştır. Geliştirilen modelin sonuçları karmaşıklık matrisi ile değerlendirilmiştir. 10 KÇD kullanılarak gerçekleştirilen çalışma ResNet50 modeli için %99.34 sınıflandırma başarısı elde etti. Tablo 3'de aynı veri kümesi kullanılarak yapılan çalışmalar ile yaptığımız çalışmayı kıyasladık. Tabloda görüldüğü üzere birçok araştırmacı da hipertansiyonu otomatik olarak tanımak için makine öğrenmesi ve derin öğrenme yöntemlerini kullanmıştır. Şimdiye kadar ki en iyi doğruluk oranı %97.69 ile kendi yaptığımız bir önceki çalışmadır [25]. Yine [21] 'de %97.65 ile yüksek bir doğruluk oranı elde etmiştir.



Şekil 13. 10 katlı çapraz doğrulamadaki bir deneme için AlexNet için eğitim sonucu

Tablo 3. Önerilen çalışmanın performans karşılaştırması, benzer BKG veri seti kullanılarak yapılan son teknoloji çalışmalarla yapılmıştır

Yazarlar	Özellik/Yöntem	Sınıflandırıcı	Veri Seti	Performans (%)
Song vd. [18]	KAHD zamanı / KAA,Trendsiz dalgalanma analizi	Naïve Bayes	Kendi veri setleri (18 katılımcı)	92.3
Liu vd. [19]	KAHD zamanı, Frekans alanı özellikleri, Örnek entropi, BKG dalgalanma özellikleri	Lib Destek Vektör Makineleri, Karar ağacı, Naïve Bayes	Kendi veri setleri (128 katılımcı)	84.4 Doğruluk 82.5 Kesinlik 85.3 Hatırlama
Rajput vd. [20]	Kosinüs dalgacık dönüşüm skalogram	2-B ESA	[19]'daki veri seti	86.14
Gupta vd. [21]	Ayarlanabilir Q faktörü dalgacık dönüşümü (AQFD); Shannon Entropi, log enerji, Hjorth karmaşıklığı; standart sapma, kök ortalama kare değeri; kurtosis; çarpıklık; ortalama, maksimum ve minimum değer; Kruskall-Wallis	k-EYK	[19]'daki veri seti	92.21
Gupta vd. [22]	Gabor dönüşümü, Düzeltilmiş sahte wigner wille dağılımı, Kısa zamanlı Fourier dönüşümü	Hyp-Net (ESA)	[19]'daki veri seti	97.65
Seok vd. [23]	AMA ile Hilbert dönüşümü	ESA-Regresyon	Kendi veri setleri (30 katılımcı)	sistolik kan basıncı için 6.24 standart sapma, diastolik kan basıncı için 5.42 standart sapma
Rajput vd. [24]	AMA, DD	Grup yumuşak artırıcı sınıflandırıcı, destek vektör makineleri (DVM), EYK, karar ağacı	[19]'daki veri seti	89
Ozcelik vd.[25]	İnce ayarlı spektrogram görüntüleri ve ConvMixer mimarisi	ConvMixer (ESA)	[19]'daki veri seti	97.69
Önerilen Yöntem	SDDFB 1s1 haritası görüntüleri ve ESA mimarileri	ESA	[19]'daki veri seti	99.34

_



Şekil 14. 10 KÇD'deki bir deneme için AlexNet karmaşıklık matrisi

[20] ve [24]'te çalışmamızdaki gibi çeşitli dalgacık dönüşümü tabanlı öznitelikleri kullandılar ve sırasıyla %86.14 ve %89 doğruluk puanları elde ettiler. Biz bu çalışmada %99.34 ile en yüksek sınıflandırma başarısı elde ettik.

Bu çalışmanın sağladığı bazı avantajlar aşağıdaki gibidir:

- BKG sinyalleri kullanılarak hipertansiyon tespiti için basit, doğru ve verimli bir model geliştirildi.
- SDDFB yönteminin etkinliği ortaya koyulmuş. Diğer dalgacık yöntemlerine göre etkinliği ortaya koyulmuştur.
- ResNet18, ResNet50, AlexNet ve VGG16 mimarileri hız ve performans açısından karşılaştırılmıştır.

6 Sonuçlar

Bu çalışmada BKG sinyalleri kullanılarak otomatik hipertansiyon tespiti için başarılı ve hesaplama açısından daha az karmaşık bir yaklaşım geliştirilmiştir. Önerilen yaklaşımda, giriş BKG sinyalleri başlangıçta segmentlere ayrılmış ve filtrelenmiştir. Ardından, sinyalleri ısı haritası görüntülerine dönüştürmek için SDDFB yaklaşımı kullanılmıştır. Sınıflandırma amacıyla ResNet50, ResNet18, AlexNet ve VGG16 kullanılmıştır. Bu çalışmanın kısıtlılığı, sadece 128 (61 HPT ve 67 normal) kişilik bir veri seti kullanmış olmamızdır. Gelecekteki çalışmalarda daha fazla kişiden oluşan bir veri seti kullanmayı ve modelimizi doğrulamayı planlıyoruz.

Ayrıca, SDDFB yöntemi için elektroensefalogram (EEG), elektromiyogram (EMG) vb. fizyolojik sinyalleri kullanan çeşitli sağlık uygulamalarında kullanılabilir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %10

Burada makalenin benzerlik oranı beyan edilmelidir.

Kaynaklar

- [1] A. N. Desai, High Blood Pressure. JAMA. 324(12):1254–1255, 2020. https://doi.org/10.1001/jam a.2020.11289
- [2] M. Vaduganathan, G. Mensah and J. Turco, The Global Burden of Cardiovascular Diseases and Risk. J Am Coll Cardiol. 80(25), 2361–2371, 2022. https://doi.org/10.1 016/j.jacc.2022.11.005
- [3] B. Zhou, R. M. Carrillo-Larco, G. Danaei, L. M. Riley, C. J. Paciorek, G. A. Stevens and J. Breckenkamp, Worldwide trends in hypertension prevalence and progress in treatment and control from 1990 to 2019: a pooled analysis of 1201 population-representative studies with 104 million participants. The Lancet, 398(10304), 957-980, 2021. https://doi.org/10.1016/S 0140-6736(21)01330-1
- [4] R. M. Carey and P. K. Whelton, 2017 ACC/AHA Hypertension Guideline Writing Committee*. Prevention, detection, evaluation, and management of high blood pressure in adults: synopsis of the 2017 American College of Cardiology/American Heart Association Hypertension Guideline. Annals of internal medicine, 168(5), 351-358,2018. https://doi.org/10.73 26/M17-3203
- [5] M. D. Zink, C. Brüser, B. O Stüben, A. Napp, R. Stöhr, S. Leonhardt and J. Schiefer, Unobtrusive nocturnal heartbeat monitoring by a ballistocardiographic sensor in patients with sleep disordered breathing. Scientific reports, 7(1), 1-13, 2017. https://doi.org/10.1038/s415 98-017-13138-0
- [6] O. T. Inan, P. F. Migeotte, K. S. Park, M. Etemadi, K. Tavakolian, R. Casanella, and M. Di Rienzo, Ballistocardiography and seismocardiography: A review of recent advances. IEEE journal of biomedical and health informatics, 19(4), 1414-1427,2014. https:// doi.org/10.1109/JBHI.2014.2361732.
- [7] M. D. Zink, C. Brüser, P. Winnersbach, A. Napp, S. Leonhardt, N. Marx and K. Mischke, Heartbeat cycle length detection by a ballistocardiographic sensor in atrial fibrillation and sinus rhythm. BioMed research international,2015.https://doi.org/10.1155/2015/84035 6
- [8] K. S. Parmar, A. Kumar and U. Kalita, ECG signal based automated hypertension detection using fourier decomposition method and cosine modulated filter banks. Biomedical Signal Processing and Control, 76, 103629, 2022. https://doi.org/10.1016/j.bspc.2022. 103 629
- [9] A. L. Goldberger, L. A. Amaral, L. Glass, J. M. Hausdorff, P. C. Ivanov, R. G. Mark and H. E. Stanley, PhysioBank, PhysioToolkit, and PhysioNet: components of a new research resource for complex physiologic signals. Circulation, 101(23), 215-220, 2000. https://doi.org/10.1161/01.CIR.101.23.e215
- [10] G. B. Moody, R. G. Mark and A. L. Goldberger, PhysioNet: Physiologic signals, time series and related open source software for basic, clinical, and applied

research. In 2011 Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society 8327-8330,2011. https://doi.org/10.1109/IEMBS. 2011. 6092053

- [11] D. C. K. Soh, E. Y. K. Ng, V. Jahmunah, S. L. Oh, San R. Tan and U. R. Acharya, Automated diagnostic tool for hypertension using convolutional neural network. Computers in Biology and Medicine, 126, 103999,2020. https://doi.org/10.1016/j.compbiomed. 2 020.103999.
- [12] J. S. Rajput, M. Sharma and U. R. Acharya. Hypertension diagnosis index for discrimination of high-risk hypertension ECG signals using optimal orthogonal wavelet filter bank. International journal of environmental research and public health, 16(21), 4068, 2019. https://doi.org/10.3390/ijerph16214068.
- [13] A. Ari, F. Ayaz ve D. Hanbay. EMG sinyallerinin kısa zamanlı fourier dönüşüm özellikleri kullanılarak yapay sinir ağları ile sınıflandırılması. Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 31(2), 443-451, 2019. https://doi.org/10.35234/fumbd.545161
- [14] Ari, A. (2020). Analysis of EEG signal for seizure detection based on WPT. Electronics Letters, 56(25), 1381-1383. https://doi.org/10.1049/el.2020.2701
- [15] M. Turkoglu, M. Aslan, A. Ari, Z. M. Alçin & D. Hanbay. A multi-division convolutional neural network-based plant identification system. PeerJ Computer Science, 7, e572, 2021. https://doi.org/10.7717/peerj-cs. 572
- [16] Donuk, K., Ari, A., & Hanbay, D. A CNN based realtime eye tracker for web mining applications. Multimedia Tools and Applications, 81(27), 39103-39120, 2022. https://doi.org/10.1007/s11042-022-1308 5-7
- [17] A. Ari, Multipath feature fusion for hyperspectral image classification based on hybrid 3D/2D CNN and squeeze-excitation network. Earth Science Informatics, 1-17,2023, https://doi.org/10.55525/tjst.1261887.
- [18] Y. Song , H. Ni, X. Zhou, W. Zhao and T. Wang, Extracting features for cardiovascular disease classification based on ballistocardiography. In 2015 IEEE 12th Intl Conf on Ubiquitous Intelligence and Computing and 2015 IEEE 12th Intl Conf on Autonomic and Trusted Computing and 2015 IEEE 15th Intl Conf on Scalable Computing and Communications and Its Associated Workshops (UIC-ATC-ScalCom), pp. 1230-1235, Beijing, China, August 2015.
- [19] F. Liu, X. Zhou, , Z. Wang, J. Cao, H. Wang and Y. Zhang, Unobtrusive mattress-based identification of hypertension by integrating classification and association rule mining. Sensors, 19(7), 1489, 2019. https://doi.org/10.3390/s19071489
- [20] J. S. Rajput, M. Sharma, T. S. Kumar and U. R. Acharya. Automated detection of hypertension using continuous wavelet transform and a deep neural network with Ballistocardiography signals. International Journal of Environmental Research and

 Public
 Health, 19(7),
 4014,
 2022.

 https://doi.org/10.3390/ijerph19074014.
 2022.
 2022.

- [21] K. Gupta, V. Bajaj and I. A Ansari, A support system for automatic classification of hypertension using BCG signals. Expert Systems with Applications, 214, 119058, 2023. https://doi.org/10.1016/j.eswa.2022.119058.
- [22] K. Gupta, V. Bajaj, I. A. Ansari and U. R. Acharya, Hyp-Net: Automated detection of hypertension using deep convolutional neural network and Gabor transform techniques with ballistocardiogram signals. Biocybernetics and Biomedical Engineering, 42(3), 784-796,2022. https://doi.org/10.1016/j.bbe.2022.06.0 01.
- [23] W. Seok, K. J. Lee, D. Cho, J. Roh and S. Kim, Blood pressure monitoring system using a two-channel ballistocardiogram and convolutional neural networks. Sensors, 21(7), 2303, 2021. https://doi.org/10.3390/s21 072303
- [24] J. S. Rajput, M. Sharma, D. Kumbhani and U. R. Acharya, Automated detection of hypertension using wavelet transform and nonlinear techniques with ballistocardiogram signals. Informatics in Medicine Unlocked, 26, 100736, 2021. https://doi.org/10.3390/ s21072303.
- [25] S. T. Ozcelik, H. Uyanık, E. Deniz and A. Sengur, Automated Hypertension Detection Using ConvMixer and Spectrogram Techniques with Ballistocardiograph Signals. Diagnostics, 13(2), 182, 2023. https://doi.org /10.3390/diagnostics13020182.
- [26] I. S. Chang, J. Boger, S. Mak, S. L. Grace, A. Arcelus, C. Chessex and A. Mihailidis, Load Distribution Analysis for Weight and Ballistocardiogram Measurements of Heart Failure Patients using a Bed Scale. In 2021 43rd Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine & Biology Society (EMBC) pp. 7369-7372, Mexico, November 2021.
- [27] M. Köseoğlu and H. Uyanık, Effect of Spectrogram Parameters and Noise Types on The Performance of Spectro-temporal Peaks Based Audio Search Method. Gazi University Journal of Science, 2022. https:// doi.org/10.35378/gujs.1000594
- [28] M. Köseoğlu, & H. Uyanık, The Effect of Different Noise Levels on The Performance of The Audio Search Algorithm. In 2020 International Congress on Human-Computer Interaction, Optimization and Robotic Applications (HORA) pp. 1-7, Ankara, Turkey, June 2020.
- [29] H. Uyanık, & M. Köseoğlu, Performance Evaluation of Different Window Functions for Audio Fingerprint Based Audio Search Algorithm. In 2020 4th International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies (ISMSIT), pp. 1-4, Ankara, Turkey, October 2020.
- [30] D. Şengür, & S. Siuly, Efficient approach for EEGbased emotion recognition. Electronics Letters, 56(25), 1361-1364, 2020. https://doi.org/10.1049/el.2020.2685.

- [31] H. Uyanık, S. T. A. Ozcelik, Z. B. Duranay, A. Sengur, & U. R. Acharya, Use of Differential Entropy for Automated Emotion Recognition in a Virtual Reality Environment with EEG Signals. Diagnostics, 12(10), 2508,2022.https://doi.org/10.3390/diagnostics1210250 8.
- [32] Ari, B., Sobahi, N., Alçin, Ö. F., Sengur, A., & Acharya, U. R. (2022). Accurate detection of autism using Douglas-Peucker algorithm, sparse coding based feature mapping and convolutional neural network techniques with EEG signals. Computers in Biology and Medicine, 143, 105311 https://doi.org/10.1016/j.compbiomed.202 2.105311.
- [33] Sobahi, N., Ari, B., Cakar, H., Alcin, O. F., & Sengur, A. (2022). A new signal to image mapping procedure and convolutional neural networks for efficient schizophrenia detection in eeg recordings. IEEE Sensors Journal, 22(8), 7913-7919 https://doi.org/10.1109/JSEN .2022.3151465.
- [34] Ari, B., Siddique, K., Alçin, Ö. F., Aslan, M., Şengür, A., & Mehmood, R. M. (2022). Wavelet ELM-AE Based Data Augmentation and Deep Learning for Efficient Emotion Recognition Using EEG Recordings.

IEEE Access, 10, 72171-72181 https://doi.org/10.1109 /ACCESS.2022.3181887.

- [35] https://www.mathworks.com/help/matlab/ref/double.n ormalize.html#mw_dcfb89d2-e230-4be0-bb16d672f91b8e91
- [36] J. M. Lilly, & S. C. Olhede. Higher-order properties of analytic wavelets. IEEE Transactions on Signal Processing, 57(1), 146-160, 2008. https://doi.org/10.110 9/TSP.2008.2007607.
- [37] K. He, X. Zhang, S. Ren and J. Sun, Deep residual learning for image recognition. In Proceedings of the IEEE conference on computer vision and pattern recognition, pp. 770-778,Las Vegas, USA, June 2016.
- [38] K. He, X. Zhang, S. Ren and J. Sun, Identity mappings in deep residual networks. In European conference on computer vision, pp. 630-645, Amsterdam, Netherlands, October, 2016.
- [39] K. Simonyan and A. Zisserman. Very deep convolutional networks for large-scale image recognition. arXiv preprint arXiv:1409.1556, 2014. http s://doi.org/10.48550/arXiv.1409.1556



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 716-725



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Neutrosophic valued PID controller for closed loop V/f speed control of permanent magnet synchronous motor

Sabit mıknatıslı senkron motorun kapalı çevrim V/f hız kontrolü için nötrosofik değerli PID denetleyicisi

Gülnur Haçat^{1,*} , Yücel Çetinceviz²

¹ Graduate School of Natural and Applied Sciences, Gazi University, 06560, Ankara, Türkiye
 ² Department of Electrical and Electronics Engineering, 37150, Kastamonu, Türkiye

Abstract

In this article, a neutrophic logic-based closed loop V/f control system has been established by creating a fuzzy inference system and a neutrophic fuzzy logic controller (NFLC) in Matlab. Although NFLC can control by taking uncertainty and imprecise data into account, it can sometimes fall short in applications that require fast and accurate responses. Therefore, the NFLC-PID block diagram has been established to test in a Simulink environment with permanent magnet synchronous motor (PMSM). The NFLC-PID takes into account the imprecise data provided by the NFLC and provides a more accurate feedback. Thus, the control performance of the system is further improved. The simulation results demonstrate that the NFLC-PID managed the PMSM efficiently and successfully.

Keywords: Permanent magnet synchronous motor, Fuzzy logic controller, Neutrosophic fuzzy logic controller

1 Introduction

In conventional set theory, the inclusion or exclusion of an element in a set is indicated by the numbers 0 (not included) and 1 (included). But we also employ intermediate (fuzzy) values when calculating value. Fuzzy logic was first suggested by Zadeh [1]. A degree of membership serves to represent an event, usually with a value in the range [0,1]. The level of affiliation is determined using membership functions (MF). By determining MF's in fuzzy set theory, the relationship between cognitive and stimulating expressions can be modeled. The problem is solved by the computed MF, and the procedure can be seen as a transition from object behavior to function.

Fuzzy set theory is widely employed in many industries, including robotics, finance, health, and signal processing [2, 3, 4]. It is also widely used in the field of automatic control [5]. A controller derived from the design procedure of a fuzzy logic-based controller is called a fuzzy controller (FC) or fuzzy logic controller (FLC). FLC is especially used in uncertainty and nonlinear systems [6]. The type of MFs used in an FLC design must be carefully considered.

Öz

Bu makalede, Matlab'da bir bulanık çıkarım sistemi ve bir nötrosofik bulanık mantık denetlevici (NFLC) oluşturularak nötrosofik mantık tabanlı kapalı döngü V/f kontrol sistemi kurulmuştur. NFLC, belirsizlik ve kesin olmayan verileri hesaba katarak kontrol yapabilmesine rağmen, bazen hızlı ve doğru yanıtlar gerektiren uygulamalarda yetersiz kalabilir. Bu nedenle sabit mıknatıslı senkron motor (PMSM) ile bir Simulink ortamında test etmek için NFLC-PID blok diyagramı oluşturulmuştur. NFLC-PID, NFLC'nin sağladığı kesin olmayan verileri de dikkate alarak daha doğru bir geri bildirim yapar. Böylece, sistemin kontrol performansı daha da geliştirilmiştir. Simülasyon sonuçları, NFLC-PID'in PMSM'yi verimli ve başarılı bir şekilde yönettiğini göstermektedir.

Anahtar kelimeler: Sabit mıknatıslı senkron motor, Bulanık mantık denetleyicisi, Nötrosofik bulanık mantık denetleyicisi

Numerous studies have found that the kind of membership and different locations have an effect on the results of the control process [7, 8]. In particular, in [9], an FLC-based PI controller has been proposed and successfully applied to the speed control of a PMSM.

Neutrosophy has been suggested by Smarandache [10]. It is an advanced use of fuzzy logic. In addition to being a fuzzy logic declaration of membership, it describes the ambiguity and falsity of information obtained by various observers, either by insufficient information or accumulation errors, or by a lack of borders. In order to portray an event in neutrosophy, three MFs are used: truth (τ) , uncertainty (β) , and falsehood (φ) . According to neutrosophic set theory, if an element x from the set A is given, this is expressed by the formula $A(x) = \langle \tau, \beta, \varphi \rangle$. There are no restrictions on τ , β , or φ . When data are combined from several sensors in multiple applications, the neutrosophic cluster is essential for usability and consistency. For a better classification process, an innovative classification process is proposed by creating an optimal rule in the neutrophic cluster in [11]. A study was conducted on parking airplanes without human intervention

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: gulnur.hacat@gazi.edu.t (G. Haçat) Geliş / Recieved: 01.03.2023 Kabul / Accepted: 02.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1258587

by taking the membership values of the FLC as a neutrophic number in [12]. Studies have been conducted in the literature on the use of neutrophic logic in control applications [13,14].

PID controllers, or variations of such acronyms (P, PI, and PD), are frequently used in automatic controls and industrial uses because they provide advantages including simple construction and durability [15]. The error K_p (proportional), the total system error K_i (integral), and the K_d (differential) coefficients are multiplied by the variance of the error per unit of time. As a result, the PID controller's control signal is obtained. Despite having a very straightforward design process, the typical PID controller does not produce the greatest results when it comes to regulating unstable systems and resonant structural vibration systems [16]. The PID controller's integral time constant and continuous proportional gain make them sensitive to changes in parameters, load disturbances, and speed. In the literature, researchers have combined traditional PID and fuzzy set theory (fuzzy-PID) to achieve greater efficiency in control results [17].

A permanent magnet provides the field excitation in permanent magnet synchronous motors (PMSM), an AC synchronous motor. Due to their advantages including high efficiency, high power factor, high power density, and maintenance-free operation, PMSM are favoured in a number of applications. The power density is greater than that of induction motors with the same values because there is no stator power used to generate the magnetic field. A digitally controlled inverter is necessary for operation of a PMSM with permanent magnets in order to generate torque at zero speed. High-performance motor control is indicated by a motor that spins smoothly over its whole speed range, has full torque control at zero speed, and accelerates and decelerates quickly. The motor controller ensures that the motor characteristics match the characteristics of the load. The vector based PID control design is widely used in AC electric motor drives and is easy to implement. This conventional PID controller is generally preferred for PMSM control [18].

PMSM systems are constantly subject to various degradation in industrial applications. These distortions may be PMSM's parameter uncertainties and other nonlinear factors, as well as external charge decays [19]. As long as the conditions don't change, the PI controller system can achieve good speed performance [20]. However, linear control methods, such as the PID control method, are unable to provide the PMSM control system with sufficiently high performance due to the nonlinearity of the PMSM's dynamic characteristics, parameter uncertainties, and load distortions [21]. Speed monitoring performance can be dangerous in the use of PID controllers as parameter variations and load distortions are common in PMSM drives. Therefore, more complex control methods are required since PMSM has nonlinear mathematical dynamics and the parameters change over time, as well as systems with distortions such as unmeasurable load torque. A sensorless speed-controlled PV system powered PMSM driver system based on fuzzy logic controller is reported in one of the studies on topic [22]. In another study [23], a speed control system of brushless direct current motor (BLDC) based on neutrosophic logic is carried out. Vector based control called as field-oriented control (FOC) is used to control speed of BLDC in this study [23]. V/f control, vector control, and direct torque control are the most often employed control strategies for PMSMs. The V/f control method proposed in this study does not require vector control or direct torque control, which both include complicated algorithms that require more work to compute and have worse accuracy for PMSM. This is a crucial practical benefit of the suggested plan. In comparison to control with nearly identical steady-state vector performance, V/f control is incredibly straightforward and offers a number of significant advantages.

In this research, closed loop V/f speed control of surface-mounted permanent magnet synchronous motor (PMSM) based on neutrosophic valued PID controller is carried out. Hence, an innovative design has been obtained by adding neutrophic MFs to the traditional PID system for speed control of PMSM. The neutrophic MFs τ , β , φ are utilized for fuzzy inference systems (FIS), which we take at specific intervals for blurring reasons. This is different from the standard fuzzy logic design. Therefore, τ , β , φ MFs are situated at various positions (by grouping). A more thorough investigation of the issue is provided by the examination of e and ce in two FISs utilizing neutrosophic MFs. Because grouping the antecedent factors using τ, β, φ MFs and evaluating "e" and "ce" individually results in a more effective regional control. In this design, the two FIS outputs are summed after multiplying with the K_p, K_i and K_d coefficients and the NFLC structure is obtained.

When it comes to stability and robustness, NFLC outperforms classical PID control. Due to this, two comparisons between NFLC and traditional PID control were made in this work. Also, when combined with the NFLC, the PID controller provides a more accurate feedback, taking into account the imprecise data provided by the NFLC. Thus, the control performance of the system is further improved. When NFLC and PID controller are combined, they have advantages such as providing more precise control by taking into account imprecise data, managing range values and variable speeds, easily controlling multiple inputs and outputs, increasing product quality and reducing costs by providing faster and more accurate control. Since it does not require expertise in a specific field, it can be used in many different application areas. In addition, it also has disadvantages such as being a complex control system and responding slower than other control systems.

There are six sections in this article. General explanations have been made in the first part of the study to make it easier to understand. A brief introduction to neutrosophic clusters and neutrosophic logic is given in the second chapter. In the third chapter, a mathematical model of PMSM is given. NFLC is introduced in the fourth chapter. In the fifth chapter, two applications have been carried out in Matlab / Simulink for speed control of PMSM and the projected NFLC and PID have been contrasted. Finally, a discussion of the simulation's findings is presented.

2 Neutrosophic logic and neutrosophic set

Neutrosophy offers a new concept called representing uncertainty and it can resolve a few issues that fuzzy logic cannot [24]. For instance, two referees receive an article to review and both of them determine the acceptance of the article as 90%. The two referees can, however, come from different backgrounds. Let one of them be an authority in this field, and the other a novice. Although they have the same acceptance rate, the effects of the two reviewers on the final decision of the article must be different. Similar issues that fuzzy logic struggles with include forecasting weather under ambiguous conditions, predicting stock prices, and making political decisions.

In comparison to other theories, neurosophy is closer to the human mind because it captures the ambiguity of the information or linguistic error it receives from many observers. Uncertainty may result from inaccurate data collection, randomness, or inadequate information [25]. Here are a few characteristics of neutrosophic sets.

- A universal set is *X* and a component of *X* is *x*. A neutrosophic subset of X is *A*. The functions for subset *A* are listed here: $\varphi_A(x)$, $\beta_A(x)$ and $\tau_A(x)$ are falsity, indeterminacy, and truth membership function, respectively. $\tau_A(x)$, $\beta_A(x)$ and $\varphi_A(x)$ functions are subsets of $]0^-$, $1^+[$ [26].There is no restriction on the sum of $\tau_A(x)$, $\beta_A(x)$ and $\varphi_A(x)$, and $0^- \leq sup\tau_A(x) + sup\beta_A(x) + sup\varphi_A(x) \leq 3^+$.
- One-valued neutrosophic set (SVNS) in X is $A (A = \{ < x, \tau_A(x), \beta_A(x), \varphi_A(x) >: x \in X \} \}$ [26].

 $\tau_A(x), \ \beta_A(x), \ \varphi_A(x): X \to [0,1], \text{ and}$ $0 \le \tau_A(x) + \beta_A(x) + \varphi_A(x) \le 3 \text{ for all } x \in X.$

- *A* and *B* are SVNS and can be written as A = B, if and only if $A \subseteq B$ and $B \subseteq A$ [25].
- *A*, *B*, and *C* are neutrosophic sets and for all $x \in X$ [27]. The equations for these sets are as follows. $\tau_A(x) \cap \tau_B(x) = \tau_C(x) = min(\tau_A(x), \tau_B(x)),$ $\beta_A(x) \cap \beta_B(x) = \beta_C(x) = min(\beta_A(x), \beta_B(x)),$ $v_A(x) \cap v_B(x) = v_C(x) = max(\tau_A(x), \tau_B(x)),$ $\tau_A(x) \cup \tau_B(x) = \tau_C(x) = max(\tau_A(x), \tau_B(x)),$ $\beta_A(x) \cup \beta_B(x) = \beta_C(x) = max(\beta_A(x), \beta_B(x)),$ $v_A(x) \cup v_B(x) = v_C(x) = min(\tau_A(x), \tau_B(x)).$

3 Mathematical modelling of PMSM motor

To analyze and control a PMSM, it is first necessary to know its mathematical model. The stator structures of the PMSM and conventional wound rotor synchronous motor (SM) are comparable. The opposing electromotive force (EMF) generated by permanent magnets (PM) and the opposite EMF generated by an excited coil are identical. As a result, the PMSM's mathematical model is comparable to that of the traditional rotor-wound SM.

The electrical and mechanical equivalent circuit of an 8pole, 3-phase PMSM is shown in Figure 1. An equivalent electrical circuit is shown on the left and a mechanical section connected to a load on the right. Permanent magnets are placed in the rotor of the PMSM. In synchronous motors, the energy conversion process is performed by generating an lectromagnetic torque by the interaction of a magnetic field generated in the motor air gap and changing over time with the permanent magnetic field generated by permanent magnets placed on the rotor [28].

To achieve a desired operating speed, the 3-phase stator voltages must vary as a function of the rotor position (θ_r) . The synchronous motor's angular velocity (ω_r) is frequency-dependent and depends on the voltage provided to the stator windings [28]. In the traditional PMSM, the motor operates at synchronous speed by changing the working speed dynamics with the frequency control of the 3-phase source voltage.

In order to be able to compare the experimental results with the simulation method and to determine the points obtained in the simulation, a simulation study was performed for the system used in the application. The magnetic synchronous motor mathematical model was developed with this objective in mind. The following equations, which form the mathematical model in the a, b, c phase system of a magnetic synchronous motor, can be obtained.

$$\begin{bmatrix} V_a \\ V_b \\ V_c \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} R_s & 0 & 0 \\ 0 & R_s & 0 \\ 0 & 0 & R_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} I_a \\ I_b \\ I_c \end{bmatrix} + \frac{d}{dt} \left\{ \begin{bmatrix} L_{aa} & L_{ab} & L_{ac} \\ L_{ba} & L_{bb} & L_{bc} \\ L_{ca} & L_{cb} & L_{cc} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} I_a \\ I_b \\ I_c \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \lambda_{ma} \\ \lambda_{mb} \\ \lambda_{mc} \end{bmatrix} \right\}$$
(1)

where V_a , V_b , V_c are phase-neutral voltages, λ_{ma} , λ_{mb} , λ_{mc} are the permanent magnet fluxes linking the stator windings, R_s is stator winding resistance.

$$T_{e} = p \left\{ \frac{1}{2} \begin{bmatrix} I_{a} \\ I_{b} \\ I_{c} \end{bmatrix}^{T} \begin{bmatrix} \frac{\partial L_{aa}}{\partial \theta_{r}} & \frac{\partial L_{ab}}{\partial \theta_{r}} & \frac{\partial L_{ac}}{\partial \theta_{r}} \\ \frac{\partial L_{ba}}{\partial \theta_{r}} & \frac{\partial L_{bb}}{\partial \theta_{r}} & \frac{\partial L_{bc}}{\partial \theta_{r}} \\ \frac{\partial L_{ca}}{\partial \theta_{r}} & \frac{\partial L_{cb}}{\partial \theta_{r}} & \frac{\partial L_{cc}}{\partial \theta_{r}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} I_{a} \\ I_{b} \\ I_{c} \end{bmatrix}^{T} \begin{bmatrix} \frac{\partial \lambda_{ma}}{\partial \theta_{r}} \\ \frac{\partial \lambda_{mb}}{\partial \theta_{r}} \\ \frac{\partial \lambda_{mc}}{\partial \theta_{r}} \end{bmatrix} \right\}$$
(2)

can be represented as in mechanical equations that contain the machine's mechanical magnitudes. The rotor speed can be obtained from the mechanical equation as follows:

$$T_e - T_y = \frac{d\omega_r J}{dt p}$$
(3)

where ω_r is rotor angular velocity (rad/s), J is reduced moment of inertia to the shaft of the machine, p is the quantity of pole pairs, T_y is load torque. In this manner, the aforementioned equations yield the machine's model.

In this manner, the aforementioned equations produce the machine's model.



Figure 1. Electrical and mechanical equivalent circuit of PMSM

4 PID controller and fuzzy logic controller

All control systems work to achieve the intended state by keeping an eye on the system's variables. If the system output value deviates from the desired value, the controller's job is to take remedial action. The system's reference value and measured output value are both determined by the controller input data. The controller processes the input data and gives the system the desired output. The benefits of proportional, integral, and derivative control are all combined in a single controller known as PID control. An key issue is how to set the PID controller's parameters in the control area. The parts that makeup PID controllers are managed with a parameter. These parameters (K_p, K_i, K_d) take different values for each system. The internal structure of the PID controller is depicted in a block diagram in Figure 2. The PID controller's construction can be seen as a combination of proportional gain, integrator, and derivative circuits in the block diagram.



Figure 2. Structure of PID

Here is a time-domain representation of the control signal for a PID controller, as given by Equation (4).

$$u(t) = K_p e(t) + K_i \int e(t)dt + K_d \frac{d}{dt}e(t)$$
(4)

Equation (4) and (5) each specify the reference signal, error signal, control signal, and output signal, using the symbols r(t), e(t), u(t) and y(t), respectively.

$$e(t) = r(t) - y(t) \tag{5}$$

PID control; It is an audit that combines the advantages of three basic control effects into a single unit. Proportional control (K_p) increases overshoot but lowers steady-state error and rising time. Integral control (K_i) corrects the system's steady-state error but worsens the transient response. In other words, Integral control increases overrun and settling time but decrease rise time. Differential control (K_d) reduces the system settling time and system overshoot.

Another common form of control is FLC. Four units make up FLC. As seen in the Basic FLC in Figure 3, these include defuzzification, fuzzy inference, rule basis, and fuzzification. The task of the fuzzification is to convert the exact input values received from the input into fuzzy values. In this fuzzification; Measuring input variables in real-time, scaling with operations such as multiplying or dividing input variables by a fixed number, converting the selected linguistic space to discrete, converting each of the real input variables measured into linguistic variables according to the discourse space of that variable and finding their membership values such transactions are carried out [29]. The control rules pertaining to the system to be controlled are contained in the rule base. In FLC, as "if 'status' then 'result'" a rule base is created. This established rule base contains fuzzy expressions rather than definitive statements. If input is "Yes" then output "No" is a classical approach. However, rules in the fuzzy approach; It is laid out "if input is 'low' then output is 'medium'; if input is 'medium' then output is 'less'; if entry is 'too' then output is 'too low' ..." in the form. Thus, using imprecise linguistic information such as "less", "much", "medium" ... enables the control system to think like a human [30]. In fuzzy logic, curves are called membership functions to show the membership degrees in the set to which an element belongs. Each component of the fuzzy set has a defined degree of membership. There are many shapes used as membership functions such as triangle, trapezoid, gaussian, bell curve, s, z, pi, sigmoid, cauchy, trapeze. Among them, triangle, trapezoid, and gaussian are the three most commonly used membership functions [31]. Typically, FLC input variables include errors and error modification. Figure 3 displays a traditional FLC block diagram.



Figure 3. Classical FLC block diagram

Using fuzzy operators and the rule base, the FLC response is obtained during the fuzzy inference stage. The FLC response transforms into a control signal that is applicable to the system to be controlled during the blur phase.

The decision-making unit is the unit that processes the fuzzy data applied from the entrance and passing through the fuzzing unit using the rule base and database in the knowledge base and presents the obtained fuzzy data to the defuzzification unit. In the process, first of all, the data received with the help of the database are determined to which clusters they belong. Then, the relevant rules are selected from the rule base and inferences are made. Then, again with the help of the database, the results obtained as a result of the rules are determined to what extent they belong to which clusters, and fuzzy data are obtained and presented to the defuzzification unit. Various methods are used for this functioning in the decision-making unit. Mamdani, Larsen, and Takagi Sugeno-Kang (TSK) can be given as examples of these methods. In this study, the Mamdani method was preferred. The final stage of the fuzzy logic controller, the defuzzification unit, is used in methods such as Mamdani and Larsen methods, where the result values are obtained as a fuzzy set.

5 Fuzzy logic controller with neurosophic valuation

Although fuzzy logic contains ambiguity, it does not explicitly convey uncertainty. The classic fuzzy set theory does not provide the level of detail that the neutrosophic set method does. The approach we provide was developed through evaluation using a neutrosophic cluster approach and fuzzy-PID control. Neutosophic MFs are employed to provide a more thorough error assessment by analyzing 'e' and 'ce' in two separate FISs.



Figure 4. The input and output MFs used in the NFLC units for 'e' and 'ce'. (a) τ MF, (b) β MF, (c) ϕ MF, (d) output MFs

Table 1. Used rules in NFLC units





Figure 5. Block diagram of the NFLC (a) and representation of the NFLC's internal structure (b)

In Figure 4, the positioning and variation in density of τ, β, φ MFs is depicted. Also, in Figure 4 the expressions NB, NM, NS, Z, PS, PM and PB, respectively, are "negative large", "negative medium", "negative small", "zero", "positive small", "positive medium", and "positive big". Also, the terms LR, R, SR, S, Sİ, İ, Lİ represent the linguistic expressions "reduce a lot", "reduce", "reduce a little", "zero", "increase a little", "increase" and "increase a lot", respectively, in Figure 4d. Table 1 displays the rule base used in the FLC unit. Here e_{φ}, e_{β} and e_{τ} represent values of false, uncertainty, and accuracy membership, respectively.

Error and alterations error were taken into account in two different fuzzy inference units in the NFLC technique. Figure 5 displays the suggested method's controller block diagram.

Figure 5's block diagram serves as a general representation of the NFLC technique. Figure 6 shows how the Simulink block was used by the NFLC approach in the study. The parameters of the PMSM used are presented in Table 2.

System responses showing the performance of the NFLC are given below. Figure 7 displays the electromagnetic torque and speed response for the NFLC

model created in Matlab for PMSM. The speeds reach the desired value of 1500 rpm in 5ms.

Tablo 2. Parameters of the motor used

Engine parameters	Values
Resistance (R_s)	0.7 <i>Ω</i>
Inductance (L)	2.72e-3 <i>H</i>
Back EMF flat area	120 degrees
Torque constant	0.84 Nm/A _{peak}
Voltage constant	87.9646 (V _{peak} L-L/krpm)
Flux linkage	0.105 Vs
Inertia (J)	0.8e-3 kgm ²
Number of poles (<i>p</i>)	4
Viscous damping	1e-3 Nms



Figure 6. Application of the NFLC approach in the Simulink block study







Figure 9. Simulink block used in the PID technique application



Figure 10. Speeds response for conventional PID on load change at 0,1 and 0,3 seconds



Figure 11. Simulink block used in the FLC technique application

Figure 8 demonstrates the speed response for NFLC on load change at 0.1 and 0.3 seconds that PMSM manages to set back to 1500 rpm successfully when the load torque changes occur either load increase and decrease.

For PID applied to PMSM, the Simulink block is given in Figure 9. Also, Figure 10 shows the speed response of the PMSM for the PID at load change at 0.1 and 0.3 seconds, rather than setting the speed to 1500 rpm when the load increase or decrease in load torque changes occur.

Comparing Figures 8 and 10, it can be shown that NFLC performs better than conventional PID control, notably in terms of stability and robustness.

The Simulink block for FLC applied to PMSM is given in Figure 9. Also, it is seen that at 0.1 load condition, the NFLC system reaches the reference speed with less oscillation than the fuzzy logic control system (Fig. 12).



Figure 12. Speeds response for FLC on load change at 0.1

6 Results

The FLC method we suggest in this study is based on the neutrosophic membership function. Neutrosophic valued fuzzy logic control (NFLC) method was tested for control of the speed of a PMSM. The simulation findings demonstrate that neutrosophic fuzzy logic has effectively and successfully controlled PMSM, indicating that the proposed method may be applied to applications involving PMSM speed control. When NFLC and PID, which are both utilized in V/f control and the FOC method, are put side by side, NFLC performs better in the V/f control method.

Conflicts of Interest

No conflict of interest was declared by the authors.

Similarity rate (iThenticate): %18

Reference

- L. Zadeh, Fuzzy sets, Information Control, 8, 338– 353, 1965. https://doi.org/10.1016/s0019-9958(65)90241-x
- I. Bloch, Fuzzy sets for image processing and understanding, Fuzzy Sets and Systems, 281, 280-291, 2015. https://doi.org/10.1016/j.fss.2015.06.017
- [3] J. M. Sánchez-Lozano, J. Serna, and A. Dolón-Payán, Evaluating military training aircrafts through the combination of multi-criteria decision-making processes with fuzzy logic, A case study in the Spanish Air Force Academy. Aerospace Science and Technology, 42, 58-65, 2015. https://doi.org/ 10.1016/j.ast.2014.12.028

- [4] I. Rodríguez-Fdez, M. Mucientes, and A. Bugarín, Learning fuzzy controllers in mobile robotics with embedded preprocessing, Applied Soft Computing, 26, 123-142, 2015. https://doi.org/10.1016/ j.asoc.2014.09.021
- [5] K. Premkumar, and B.V. Manikandan, Fuzzy PID supervised online ANFIS based speed controller for brushless dc motor, Neurocomputing, 157, 76-90, 2015. https://doi.org/10.1016/j.neucom.2015.01.032
- [6] M. El-Bardini, and A.M. El-Nagar, Interval type-2 fuzzy PID controller for uncertain nonlinear inverted pendulum system, ISA transactions, 53(3), 732-743, 2014. https://doi.org/10.1016/j.isatra.2014.02.007
- [7] J. Zhao, and B.K. Bose, Evaluation of membership functions for fuzzy logic-controlled induction motor drive, In IEEE 2002 28th Annual Conference of the Industrial Electronics Society, 1, 229-234, 2002. https://doi.org/10.1109/iecon.2002.1187512
- [8] O.A.M. Ali, A.Y. Ali, and B.S. Sumait, Comparison between the effects of different types of membership functions on fuzzy logic controller performance, International Journal, 76, 76-83, 2015. https://doi.org/10.1016/j.fss.2014.04.006
- [9] E. Çelik, A. Dalcali, N. Öztürk, and R. Canbaz, An adaptive PI controller schema based on fuzzy logic controller for speed control of permanent magnet synchronous motors, In 4th International Conference on Power Engineering, Energy and Electrical Drives, IEEE, 715-720, 2013. https://doi.org/10.1109/ powereng.2013.6635698
- [10] F. Smarandache, Definiton of neutrosophic logic-a generalization of the intuitionistic fuzzy logic, In EUSFLAT Conf., 141-146, 2003. https://doi.org/ 10.2139/ssrn.2721587
- [11] V. Gomathy, T. Jayasankar, M. Rajaram, E.A. Devi, and S. Priyadharshini, Optimal Neutrosophic Rules Based Feature Extraction for Data Classification Using Deep Learning Model, In Soft Computing for Data Analytics, Classification Model, and Control, Springer, Cham., 57-79, 2022. https://doi.org/ 10.1007/978-3-030-92026-5_4
- [12] M. Saqlain, and M. Saeed, Fuzzy Logic Controller for Aviation Parking with 5G Communication Technology, In Intelligent and Fuzzy Techniques in Aviation 4.0 Springer, Cham., 41-62, 2022. https://doi.org/10.1007/978-3-030-75067-1_3
- [13] A.Q. Ansari, R. Biswas, and S. Aggarwal, Extension to fuzzy logic representation: Moving towards neutrosophic logic-A new laboratory rat, In 2013 IEEE International Conference on Fuzzy Systems (FUZZ-IEEE), 1-8, 2013. https://doi.org/10.1109/ fuzz-ieee.2013.6622412
- [14] M.S. Can, and Ö.F. Özgüven, Design of the neutrosophic membership valued fuzzy-PID controller and rotation angle control of a permanent magnet direct current motor, Journal of New Results in Science, 5, 126-138, 2016. https://doi.org/10.28948/ ngumuh.1258587

- [15] S. Sondhi, and Y.V. Hote, Fractional order PID controller for load frequency control, Energy Conversion and Management, 85, 343-353, 2014. https://doi.org/10.1016/j.enconman.2014.05.091
- [16] C. Mitsantisuk, M. Nandayapa, K. Ohishi, and S. Katsura, Design for sensorless force control of flexible robot by using resonance ratio control based on coefficient diagram method", Automatika: časopis za automatiku, mjerenje, elektroniku, računarstvo i komunikacije, 54(1), 62-73, 2013. https://doi.org/10.7305/automatika.54-1.311
- [17] K. S. Tang, K. F. Man, G. Chen, and S. Kwong, An optimal fuzzy PID controller, IEEE transactions on industrial electronics, 48(4), 757-765, 2001. https://doi.org/10.1109/41.937407
- [18] V.S. Amit, and K.R. Rajagopal, PM synchronous motor speed control using hybrid fuzzy- PI with novel switching functions, IEEE Transaction on Magnetics, 45(10), 4672-4675, 2009. https://doi.org/10.1109/ tmag.2011.2159831
- [19] S. Li, and Z. Liu, Adaptive speed control for permanent magnet synchronous motor system with variations of load inertia, IEEE Transactions on Industrial Electronics, 56(8), 3050-3059, 2009. https://doi.org/10.1109/tie.2009.2024655
- [20] R.H. Du, Y.F. Wu, W. Chen, and Q. Chen, Adaptive fuzzy speed control for permanent magnet synchronous motor servo systems, Electric Power Components and Systems, 42(8), 798-807, 2014. https://doi.org/10.1080/15325008.2014.893546
- [21] L. Huixian, and L. Dhihua, Speed control of PMSM servo system using predictive functional control and extended state observer, IEEE Transactions on Industrial Electronics, 59(2), 1171-1183, 2012. https://doi.org/10.6113/jpe.2014.14.3.549
- [22] A. M. O. Anwer, F. A. Omar, and A. A. Kulaksiz, Design of a fuzzy logic-based MPPT controller for a PV system employing sensorless control of MRASbased PMSM, International Journal of Control, Automation and Systems, 18(11), 2788-2797, 2020. https://doi.org/10.1007/s12555-019-0512-8
- [23] G. Haçat, Y. Çetinceviz, and E. Şehirli, Speed Control of BLDC by Using Neutrosophic Fuzzy Logic Controller, In 2021 Innovations in Intelligent Systems and Applications Conference (ASYU) IEEE, 2021. https://doi.org/10.1109/asyu52992.2021.9599021
- [24] M. Zhang, L. Zhang, and H.D. Cheng, A neutrosophic approach to image segmentation based on watershed method, Signal Processing, 90(5), 1510-1517, 2010. https://doi.org/10.1016/j.sigpro.2009.10.021
- [25] F. Smarandache, Collected Papers III. Oradea, 2000. https://doi.org/10.1007/978-1-4612-2116-6
- [26] H. Wang, F. Smarandache, Y.Q. Zhang, and R. Sunderraman, Single Valued Neutrosophic Sets, Multispace and Multistructure, 4, 410-413, 2010. https://doi.org/10.1109/grc.2006.1635801
- [27] M. Arora, and U.S. Pandey, Generalization of Functional Dependencies in Total Neutrosophic

Relation, Infinite Study, 2012. https://doi.org/10.2118/155211-ms

- [28] A. Elhangari, Sliding-mode control of the permanent magnet synchronous motor (PMSM), The Degree Master of Science in Electrical Engineering, The School of Engineering of the University of Dayton, United State, 2013. https://doi.org/10.1109/ iccee.2008.170
- [29] Y. Omur, Nonlinear System Control with Adaptive Fuzzy Controller, Ege University Institute of Science

Master Thesis, İzmir, 2009. https://doi.org/ 10.1109/chicc.2006.4347123

- [30] N. Baykal, and T. Beyan, Fuzzy logic: expert systems and controllers, Bıçaklar Kitabevi, 2004. https://doi.org/10.1002/0471698504.ch3
- [31] K.M. Passino, S. Yurkovich, and M. Reinfrank, Fuzzy control, Citeseer, 1998. https://doi.org/10.1109/ acc.1994.751801



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 726-732 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences Araştırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



EEG İşareti tabanlı anksiyete sınıflandırması için dalgacık dönüşümü ile öznitelik çıkarma

Feature extraction with wavelet transform for EEG signal based anxiety classification

Shams Qahtan Omar Omar^{1,*}^(D), Cengiz Tepe²

¹ Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Akıllı Sistemler Mühendisliği Anabilim Dalı, 55200, Samsun Türkiye ² Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümü, 55200, Samsun, Türkiye

Öz

Anksiyete, üretkenliği ve yaşam kalitesini etkilediği kadar insan yeteneklerini ve davranışlarını da etkiler. Depresyon ve intiharın ana nedeni olarak kabul edilebilir. Günümüzde klinisyenler anksiyete bozukluklarını teşhis etmek için belirli kriterler kullanılmaktadır. Anksiyete tespitinin karmaşık görevini yerine getiren, invaziv olmayan güvenilir tekniklere ihtiyaç vardır. Bu çalışma, elektroensefalografi (EEG) sinyallerini analiz ederek ikili ve dörtlü sınıfları daha az EEG kanalı ve öznitelik sınıflandırmayı amaçlamıştır. 23 kişinin 14 kanallı EEG sinyalini içeren DASPS veri tabanı kullanılmıştır. EEGLAB kullanarak 14 kanaldan 4 kanal seçilmiştir. Öznitelik çıkarımı için dalgacık dönüşümü kullanılmıştır. MATLAB Classification learner toolbox'taki 8 yöntem ile sınıflandırma yapılmıştır. En yüksek doğrulukta başarımlar ikili sınıflandırmada %67.1 doğrulukta Karar ağaçları vönteminde, dörtlü sınıflandırmada %58.5 doğrulukta destek vektör makinesi ile elde edilmiştir

Anahtar kelimeler: EEG, Anksiyete, Kanal seçimi, Karar ağaçları, Destek Vektör Makinesi

1 Giriş

Anksiyete bozukluğu, beyindeki kimyasalların dengesini değiştirebilen aşırı korku veya endişe içeren psikiyatrik bozukluklardan biridir [1]. Anksiyete, sıklıkla acil bir tehlike olmasa bile, endişe ve korku içeren olumsuz bir zihin durumudur. Anksiyete, sık sık meydana geldiğinde ve gerçek tehdit seviyesiyle orantısız görünen yoğunluk seviyelerinde geniş bir sorun yelpazesine dönüşebilir. Son araştırmalar, stres etkeninin özellikleri ve çeşitli biyolojik ve psikolojik kırılganlıklar dahil olmak üzere, kişinin sağlığı üzerindeki stres/ anksiyete ile ilgili etkinin derecesini ve türünü belirleyen değişkenlere ışık tutmaya başlıyor. Stres ve özellikle anksiyete, nesnel yollarla kapsamlı bir şekilde ölçülmesi zor olan öznel, çok yönlü fenomenler olmasına rağmen, stres ve anksiyetenin kişinin sağlığı üzerindeki etkileri çeşitli şekillerde ölçülebilir. Bununla birlikte, bir kişinin normal şekilde çalışma ve yaşam olaylarına uyum sağlama yeteneği ve genel refahı üzerinde etkileri olduğuna dair kanıtlar vardır [2].

Abstract

Anxiety affects productivity and quality of life as well as human abilities and behaviors. It can be considered the main cause of depression and suicide. Clinicians today use specific criteria to diagnose anxiety disorders. There is a need for reliable, non-invasive techniques that fulfil the complex task of detecting anxiety. This study aimed to classify binary and quadruple classes with fewer EEG channels and features by analyzing electroencephalography (EEG) signals. A DASPS database containing 14-channel EEG signals from 23 individuals was used. Using EEGLAB, 4 channels were selected from 14 channels. The wavelet transform is used for feature extraction. The MATLAB Classification learner toolbox contained eight methods for classification. The highest accuracy performances were obtained with the Decision trees method with an accuracy of 67.1% in binary classification, and with a support vector machine with an accuracy of 58.5% in quadruple classification.

Keywords: EEG, Anxiety, Channel selection, Decision Tree, Support Vector Machine

Elektroensefalografi (EEG), beynin nöronları içindeki iyonik akımın elektriksel voltaj dalgalanmalarını ölçer [3]. EEG, nöral bilgi işlemenin uzaysal ve zamansal dinamiklerini anlamak için potansiyel olarak yararlı sinyaller sağladığından, insan beyninin incelenmesi için önemli bir araçtır [4]. Günümüzde, EEG sinyalleri, Beyin Bilgisayar Arayüzünü (BBA) iyileştirmek için makine öğrenme algoritmalarıyla birleştirilir. BBA, protez uzuvlar, robotik, ev otomasyon sistemleri, cep telefonu uygulamaları, beyin bozukluklarının teşhisi, tekerlekli sandalye hareketleri ve ses tanıma sistemleri dahil olmak üzere çeşitli cihazları çalıştırmak için kullanılabilir [5, 6].

EEG, sınıflandırma ve anksiyete ile ilgili yapılan çalışmalar incelendiğinde; yapılan bir çalışmada, yoga ve Sudarshan Kriya (SK) meditasyonunun birleşik etkisini ve istatistiksel parametreler kullanılarak beyin sinyalleri üzerinde analiz yapılmıştır. Araştırmacı, üç aylık düzenli yoga ve SK uygulaması öncesi ve sonrasında, kontrol ve çalışma grubundan EEG sinyalleri alınmıştır. Ayrık Dalgacık Dönüşümü (ADD), sinyali analiz için db4

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: 20281248@stu.omu.edu.tr (S. Q, Omar) Geliş / Recieved: 05.01.2023 Kabul / Accepted: 15.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1230092

dalgacığı kullanılarak alt bant ayrıştırmak için kullanılmıştır. Denekleri meditasyon yapanlar ve meditasyon yapmayanlar olarak sınıflandırmak için istatistiksel parametreler üzerinde Yapay Sinir Ağı (YSA) uygulanmıştır [7].

Aslam ve ark., yaptikları çalışmada, büyük ölçekli özellik çıkarma ve özellik seçim algoritmalarını kullanarak optimal özellikleri seçmek için kapsamlı bir özellik setini analiz etmişlerdir. Doğrusal destek vektör makinesi kullanılarak duyguların tahmini için en iyi durum özellik seçim algoritmaları kullanılarak sekiz kanaldan oluşan bir dizi tanımlanmıştır. Bu çalışma, literatürde şimdiye kadar bildirilen doğrulama için en fazla sayıda kıyaslama veri setini ve deneklerini kullanmıştır [8].

Penchina ve ark., nörotipik ve otistik ergenlerde stres indüksiyonu sırasında yavaş tempolu nefes almanın algılanan anksiyete düzeyleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Daha sonra çok sınıflı bir uzun kısa vadeli tekrarlayan sinir ağı (UKVD TSA) derin öğrenme sınıflandırıcısı önermişler. Bu çalışma, endişeli durumları EEG'den ayırt etmek için bir UKVD TSA sınıflandırıcısını etkili bir şekilde kullanan ilk çalışmadır [9].

Arsalan ve ark. EEG verilerini kullanarak sürekli bir anksiyete saptama çerçevesi sunmuşlardır. Önerilen çerçeve dört aşamadan oluşur: EEG veri toplama, ön işleme, özellik çıkarma ve seçme ve sınıflandırma. 65 katılımcının EEG verileri gözler açık durumda iki dakika süreyle kaydedilmiştir. Sürekli anksiyete puanları, katılımcıların EEG verilerini iki (anksiveteli ve anksivetesiz) ve üc (anksiyetesiz, hafif anksiyeteli ve çok anksiyeteli) sınıf olarak etiketleven durumluk-sürekli anksiyete envanteri anketi kullanılarak toplanmıştır. Kaydedilen EEG verilerinin ön işlemesi, MUSE EEG baş bandının yerleşik gürültü azaltma şeması kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kanal seçimi, sırasıyla iki ve üç anksiyete sınıfı için güç spektral yoğunluklarına bir t-testi ve varyans analizi uygulanarak yapılmıştır. Seçilen EEG kanallarından beş zaman alanı özelliği çıkarılmıştır. Sürekli anksiyeteyi sınıflandırmak için kullanılan özelliklerin optimal bir alt kümesinin özellik seçimi için kaydırma yöntemi uygulanmıştır [10].

Asif ve ark. dört kanallı bir MUSE kafa bandı kullanarak yirmi yedi denek için beyin sınıflarını kullanarak İngilizce ve Urduca dilindeki müzik parçalarının insan stres düzeyi üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Çalışmada, öznenin stres düzeyini iki ve üç sınıfa ayırmak için sıralı minimal optimizasyon, stokastik uygun gradyan, Lojistik Regresyon (LR) ve çok katmanlı algılayıcı olmak üzere dört sınıflandırıcı algoritma kullanılmıştır [11].

Baghdadi ve ark. yüz yüze psikolojik uyaranlar aracılığıyla kaygı uyandırma sırasında 23 katılımcının 14 kanallı EEG sinyallerini içeren DASPS veri tabanını oluşturmuşlardır. EEG sinyalleri, kablosuz giyilebilir düşük maliyetli bir ekipman olduğu için Emotiv Epoc kulaklık ile alınmıştır. Özellikle deneme süresi, özellik türü, özellik kombinasyonu ve kaygı seviyeleri sayısı gibi farklı parametrelerin etkisini araştırmışlardır. Bulgular, kaygının 1 saniyede iyi bir şekilde ortaya çıktığını göstermiştir [12].

Agrawal ve ark., DASPS veritabanını kullanarak öznitellikler arasındaki fazlalığı azaltmak ve sonuçları iyileştirmek için sınıflandırıcılarla birlikte özyinelemeli öznitelik seçim yöntemi kullanmışlardır. İki sınıflı kaygı sınıflandırması için zaman-frekans düzlemi ile Karar Ağacı kullanarak %66.70 sınıflandırma doğruluğu elde etmişlerdir [13].

Maheshwari ve ark. çalışmalarında, çok kanallı EEG sinyallerini kullanarak duygu tanıma için ritme özgü çok kanallı Evrişimli Sinir Ağı (ESA) tabanlı bir yaklaşım önermişlerdir. Her kanal için EEG sinyalinin delta, teta, alfa, beta ve gama ritimleri bant geçiren filtreler kullanılarak değerlendirilmiştir. Önerilen çok kanallı ritme özgü derin ESA sınıflandırma modeli, alfa-ritim kullanarak DASPS veri tabanı ile ortalama %57.14 doğruluk değeri elde etmiştir [14].

Bu çalışmada, daha az sayıda EEG kanalı ve öznitelik kullanımının anksiyete sınıflandırması başarımına etkisi araştırılmıştır. DASPS veri tabanı [12] kullanılarak EEGLAB ile 14 kanal arasından AF3, P8, FC6 ve F8 olmak üzere 4 kanal seçilmiştir. Matlab'ın "Classification Learner" araç kutusundaki Karar Ağaç(KA), Diskriminant Analizi (DA), Lojistik regresyon (LR), Naive bayes (NB), Topluluk sınıflandırması (TB), K-en yakın komşu (KEK), Destek vektör makinesi(DVM) ve YSA yöntemleri kullanılmıştır. Bu sekiz yöntem kullanılarak sınıflandırmanın performansını artırmak için seçilen dört kanal EEG sinyali üzerinden Ardışıl İleri Yönlü Öznitelik Seçme (AİYÖS) metodu kullanılmıştır. Böylelikle en yüksek başarımı veren öznitelik kümesi elde edilmeye çalışılmıştır.

2 Materyal ve metot

Bu çalışma, Şekil 1'de görüleceği üzere DASPS veri tabanından veri toplama, kanal seçimi, özellik çıkarma, veri etiketleme, özellik seçimi ve anksiyete sınıflandırması olmak üzere altı bölümden oluşmaktadır.



Şekil 1. Anksiyete sınıflandırma blok şeması

2.1 Veri tabanı

Bu makale, anksiyete düzeyi tespiti için Bağdadi ve ark. [12] tarafından toplanan kamuya açık DASPS Veri kümesini kullanılmıştır. Bu veri kümesi yaş ortalaması 30 olan ve cinsiyet dağılımı 10 erkek ve 13 kadın olan 23 katılımcıdan oluşmaktadır. EEG sinyalini 14 kanallı ve 128 Hz örnekleme hızında alınmıştır.

Deneklerin etiketlenmesi şu şekilde yapılmaktadır: Bireyin "değerlik 5'ten küçük ve uyarılma 5'ten büyük olan EEG verisi Normal olarak, değerlik puanları 0 ile 2 arasında ve uyarılma puanı 7 ile 9 arasında olan veriler Şiddetli olarak etiketlenir. Değerlik puanları 2-4 ve uyarılma puanları 6-7 arasında olanlar Orta düzeyde anksiyete, değerlik puanı 4 ile 5 arasında ve uyarılma puanı 5-6 arasında olanlar Hafif anksiyete olarak etiketlenir [12].

İki seviyeli anksiyete tespiti için 15 saniyelik bir deneme süresi ele alındığında Hafif Anksiyete: 176 ve Şiddetli Anksiyete: 100 olarak bulunmuştur. Benzer şekilde, dört seviyeli anksiyete tespiti için vaka sayısı Normal Anksiyete:165, Hafif Anksiyete: 20, Orta Anksiyete: 10 ve Şiddetli Anksiyete: 90 olarak bulunmuştur. Bu sayılar yüzdelik değer olarak Şekil 2'de verilmektedir.

2.2 EEGLAB

Hesaplamalı Sinirbilim Merkezi'nin (SCCN) açık kaynaklı bir yazılım projesi olan EEGLAB veri analiz yapan bir araçtır [15, 16].

Bu çalışma da kanal seçimi için EEGLAB kullanıldı. Önemli olmayan kanallar güç tayf yoğunluğu grafiği üzerinden seçildi. Şekil 3'te örnek olarak sadece üç farklı bireyin için güç tayf yoğunluğu verilmiştir. Her bir birey için, bu grafik üzerinde çakışık olan kanallara "1" değeri verildi. Diğerlerine ise "0" değeri verildi. Tüm bireyler (23 kişi) için bu değerlerin toplamı alındı. Değişimin en az olduğu ilk dört kanal seçildi.

2.3 Ardışıl ileri yönlü öznitelik seçimi (AİYOS)

Ardısıl ileri yönlü öznitelik seçme (AİYÖS) yöntemi, bir veri kümesindeki gereksiz ve ilgili olmayan özniteliklerin çıkartılarak verilerin boyut azaltımı yapılması işlemidir. Bu yöntemde, belirli bir öznitelik kümesi oluşturulur. Sonrasında her bir adımda seçilen yönteme göre öznitelik kümesinden bir öznitelik ekleme işlemi yapılır. Örnek olarak, ilk belirlenen öznitelik alt kümesi tek bir öznitelikten oluşmaktadır. Belirlenen sınıflandırma algoritmasının doğruluk oranına göre her bir adımda sınıflandırma doğruluk oranı en yüksek olan öznitelikler seçilir. Bu seçilen öznitelik bir sonraki adıma dahil edilir. İkinci belirlenen öznitelik alt kümeleri ise ikili özniteliklerden olusmaktadır. Burada da vine doğruluk oranı en yüksek olan öznitelik alt kümesi belirlenerek bir sonraki adıma dahil edilir. Tüm öznitelikler tek tek seçim kümesine eklenene kadar bu işlemler devam ettirilir. Sonrasında en yüksek doğruluk oranı olan öznitelik alt kümesi seçilmiş olur [17-18].

2.4 Öznitelik çıkarımı ve seçimi

Dalgacık dönüşümü(DD), EEG sinyali gibi durağan olmayan sinyal işleme için iyi bir yöntemdir. DD, sinyalin zaman-frekans gösterimini sunar [19]. Bu çalışmada Ayrık Dalgacık Dönüşümü (ADD) kullanılmıştır. ADD, EEG işaretini detay(D) ve yaklaşık (A) katsayılarına ayrıştırır. EEG sinyalleri genellikle 0.5- 4 Hz Delta(δ), 4- 8 Hz Teta(θ), 8-16 Hz Alfa(α), 16- 32 Hz Beta(β), 32 Hz ve üstündeki sinyaller Gama(y) olmak üzere beş frekans bandından oluşmaktadır [20-22]. DD yöntemi, EEG sinyalini zamanfrekans düzlemine aktarır. DD yöntemi ile doğru EEG alt frekans bandlarını elde etmek için 5. seviye dalgacık dönüşümü kullanılmıştır. Ayrıca yapılan kaynak taramasında EEG sinyalleri sınıflandırmada başarımı en yüksek olan Daubechies 5 [23, 24] verdiği için bu çalışmada da bu dalgacık kullanılmıştır.

Ayrıştırma seviyesi 5, dalgacık tipi Daubechies 5 olarak seçilmiştir. Beşinci seviyeden ayrıştırılan sinyal ve alt frekans bantları Şekil 4'te gösterilmiştir [25].



Şekil 2. (a) İkili sınıflandırma (b) Dörtlü sınıflandırma için etiketleme yüzdeleri

Her bir ayrıntı ve detay katsayıları Tablo 1'de verilen matematiksel formüller kullanılarak öznitelikler hesaplanır. Bu çalışmada AİYÖS yöntemine göre gereksiz ve ilgisiz öznitelikler çıkartılarak en anlamlı (en yüksek başarım veren) alt öznitelik kümesi belirlenmiştir. Bilindiği üzere EEG işareti alfta, beta, teta, gama ve delta alt frekans bandlarından oluşmaktadır. Bu alt öznitelik kümesi hala beş adet EEG işareti alt frekans bandlarını içermektedir. Bu çalışmada ayrıca seçimi yapılan alt öznitelik kümesinde ilgisiz ve gereksiz alt frekans bandlarının seçimi de yapılmıştır. Bu seçimde de yine AİYÖS kullanılmıştır [17-18].

Bu öznitelikler içerisinden, AİYÖS yöntemi kullanılarak en iyi başarımı veren öznitelik kümesi elde edilir.

Tablo 1. Zaman-frekans özellikleri

Kısaltma = Özellik = Denklem
$f1 = Minimum = Min(x_i)$
f2= Maksimum= $\max(x_i)$
$f3 = \text{Ortanca} = = \frac{n+1}{2}$
$f4 = \text{Ortalaması} = \frac{\sum_{i=1}^{N} (x_i - \mu)^2}{N}$
f5= Standart sapma= $\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N}(x_i-\mu)^2}{N}}$
f6= Kök Kare Ortalama= $\sqrt{\frac{1}{N}\sum X^2}$
f7= Bant Gücü $= \frac{1}{2N+1} \sum_{n=-N}^{n=+N} x(n) ^2$
f8= Ortalama Mutlak Sapma $=\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i - m $
f9= Sinyalin Spektral Entropisi = $\sum_n p_{nloglog} \left(\frac{1}{p_n}\right)$
f10= Varyans = $\frac{\sum x^2}{N-1}$
f11= Medyan Frekans = $\left(\frac{n+1}{2}\right)^{th}$ term (n, tek ise)
Medyan Frekans = $\frac{\binom{n}{2}^{th}term + \binom{n}{2} + 1)^{th}term}{2}$ (n, çift ise)



Şekil 3. a)1. b)2. ve c)3. bireye ait güç tayf yoğunluğu



Şekil 4. ADD alt frekans bantları ve ayrıştırma seviyeleri [26]

2.5 Karar ağaçları

Karar Ağaçları(KA), popüler bir makine öğrenimi yöntemidir. KA, makine öğrenmesi, görüntü işleme ve örüntü tanımlama gibi çeşitli alanlarda yaygın olarak kullanılan güçlü yöntemlerden biridir. Şekil 5'te görüleceği üzere tipik olarak, bir karar ağacı bir kök düğüm, birden çok dahili düğüm ve birden çok yaprak düğümden oluşur. Yaprak düğümler karar sonuçlarına karşılık gelir ve diğer her düğüm bir özellik testine karşılık gelir. Her düğümdeki örnekler, özelliklerin bölme sonuçlarına göre alt düğümlere bölünür. Kök düğümden yaprak düğüme giden her yol bir karar dizisidir. Amaç, görünmeyen örnekleri tahmin etmek için genelleme yapabilen bir ağaç üretmektir [27, 28].



Şekil 5. KA algoritması kavramı [28]

2.6 Destek vektör makineleri

Destek Vektör Makineleri (DVM), istatistiksel öğrenme teorisine dayalı olarak Vapnik tarafından oluşturulmuştur. Doğrusal olmayan ilişkiler ve çoklu sınıflandırmalarla ilgili sorunları [29]. DVM, karar sınırlarını tanımlayan karar düzlemleri kavramına dayanmaktadır. Karar düzlemi, farklı sınıf üyeliklerine sahip bir dizi nesne arasında ayrım yapan düzlemdir [30]. DVM son yıllarda örüntü sınıflandırma ve regresyon için son derece güçlü ve önemli araçlar olarak çıkmıştır. DVM. EEG sinvallerinin ortaya sınıflandırmasında kullanılmaktadır, yoğun olarak depresyon hastaları tanınması [31], insan vücudunun hareket amacını tahmin etmesi [32], epileptik nöbetin sınıflandırılması [33] gibi ve daha pek çok çalışmalar vardır.

3 Bulgular ve tartışma

İkili sınıflandırma sonuçlarına göre tek öznitelik ve tüm sınıflandırma yöntemleri kullanıldığında en yüksek başarımı DVM yöntemi ile f3 özniteliği %66.7 ortalama doğruluk oranı ile vermiştir. AİYÖS yöntemine göre f3 sabit tutularak ikinci adımda diğer öznitelikler ile f3'un birleştirilmesi ile elde edilen öznitelik kombinasyonlarının başarısı araştırılmıştır. Bu kombinasyonlar elde edilen başarım düşene kadar veya özniteliklerin tamamı kullanılana kadar ettirilmiştir Fakat ikili sınıflandırmada yüksek başarım üçüncü adımda f3+f8+f11 öznitelik kombinasyonunu ile %70.3 eğitim kümesi ile ve %63.4 test kümesinde en iyi sonuca ulaşılmıştır. Sınıflandırmanın performansını daha artırabilmek için ayrıca f3+f8+f11 özniteliği kullanılarak alt frekans bantları üzerinden de AİYÖS metodu kullanılmıştır. Burada her bir özniteliğe 5. Seviyeden dalgacık dönüsümü uygulandığı için her bir öznitelik 5 boyutludur. Her bir boyutta EEG işaretinin alt frekans bandlarına denk gelmektedir. Her alt frekans bantları üzerinden de AİYÖS metodu kullanılarak ikili sınıflandırmada 2 alt frekans ve dörtlü sınıflandırmada 3 alt frekans boyutuna indirgenmiştir. Sınıflandırma sonuçları değerlendirildiğinde birinci adım beta frekans bandının %69.1 ortalama ile en yüksek sınıflandırma sonucunu verdiği görülmektedir. AİYÖS yöntemine göre beta sabit tutularak ikinci adımda diğer frekans bantları kombinasyonlarının başarısı araştırılmıştır. Bu kombinasyonlar elde edilen başarım düşene kadar devam ettirilmiştir. İkili sınıf için f3+f8+f11 öznitelikler ile beta ve theta frekans bantlarının KA yöntemi ile %70.6 eğitim ve Tablo 2'de gösterildiği gibi %67.1 test kümesi ile en yüksek doğruluk elde edilmiş ve tüm yöntemlerin doğruluk sonuçları verilmiştir. Böylelikle ikili sınıflandırma en az sayıda ve en yüksek doğrulukta sonuç veren öznitelikleri içeren theta+beta alt frekansı literatüre kazandırılmıştır.

Tablo 2. Anksiyete ikili sınıflandırma yöntemlerinintheta+beta frekans bantları için test doğruluk sonuçları (%)

KA	DVM	ТВ	KEK	LR	DA	YSA	NB
67.1	65.9	65.9	63.4	62.2	59.8	58.5	57.3

Dörtlü sınıflandırmada ise AİYÖS yöntemine göre birinci adımda f9 özniteliğinin %59.8 ortalama ile en yüksek sınıflandırma sonucunu verdiği görülmektedir. AİYÖS yöntemine göre f9 sabit tutularak ikinci adımda diğer öznitelikler ile f9'un birleştirilmesi ile elde edilen öznitelik kombinasyonlarının başarısı araştırılmıştır. Bu kombinasyonlar elde edilen başarım düşene kadar veya özniteliklerin tamamı kullanılana kadar devam ettirilmiştir Fakat dörtlü sınıfta en yüksek başarım birinci adımda f9 öznitelik ile %59.8 eğitim kümesi ve %56.1 test kümesinde en iyi sonuca ulaşılmıştır. Sınıflandırmanın performansını daha artırabilmek için ayrıca f9 özniteliği kullanılarak alt frekans bantları üzerinden de AİYÖS metodu kullanılmıştır.

 Tablo 6. Sınıflandırma performansının en son yaklaşımla karşılaştırılması

Sınıflandırma sonuçları değerlendirildiğinde birinci adım gamma frekans bandının %58.8 ortalama ile en yüksek sınıflandırma sonucunu verdiği görülmektedir. AİYÖS yöntemine göre gamma sabit tutularak ikinci adımda diğer frekans bantları kombinasyonlarının başarısı araştırılmıştır. Bu kombinasyonlar elde edilen başarım düşene kadar devam ettirilmiştir Dörtlü sınıf için f9 öznitelik ile gamma, delta ve alpha frekans bantlarının DVM ile %59.3 eğitim ve Tablo 3'te gösterildiği gibi %58.5 test kümesi ile en yüksek doğruluk elde edilmiştir. Böylelikle dörtlü sınıflandırma için en az sayıda ve en yüksek doğrulukta sonuç veren öznitelikleri içeren gamma+delta+alpha alt frekansı litaretüre kazandırılmıştır.

Tablo 3. Anksiyete dörtlü sınıflandırma yöntemleriningamma +delta+alpha frekans bantları için test doğruluksonuçları

KA	DVM	TB	K-EK	DA	YSA	NB
%54.9	%58.5	%54.9	%56.1	%57.3	%40.2	%43.9

Bu çalışmada elde edilen veriler hem kendi içerisinde hem de aynı veri tabanını kullanan Baghdadi ve arkadaşlarının [12]'çalışması ile karşılaştırılmıştır.

Tablo 6'da görüleceği üzere, Baghdadi ve ark. [12] yaptığı çalışmada hem ikili hem de dörtlü sınıflandırma için 14 kanal EEG, tüm alt frekans bantları ve 112 tane öznitelik kullanılmıştır. Maheshwari ve ark.[14] yaptığı çalışmada sadece ikili sınıflandırma için 14 kanal EEG, alpha alt frekans bantı ve 828 tane öznitelik kullanılmıştır. Agrawal ve ark.[13] yaptığı çalışmada sadece ikili sınıflandırma için 14 kanal EEG, Theta, alpha, beta ve gamma alt frekans bantları ve 336 tane öznitelik kullanılmıştır. Bu çalışmada ise, ikili sınıflandırma için Tablo 2'de görüleceği üzere kullanılan sekiz yöntemden KA en yüksek başarımı %67.1 doğruluk oranı vermiştir. Dörtlü sınıflandırma için Tablo 3'te görüleceği üzere bu çalışmada kullanılan sekiz yöntemden DVM en yüksek başarımı %58.5 doğruluk oranı vermiştir. Bu çalışmada ise 14 kanal yerine 4 kanal EEG verisi kullanılmıştır. Tablo 6'da görüleceği üzere, her EEG kanalı için, ikili sınıflandırmada beta, theta alt frekans bantları ve 24 tane öznitelik, dörtlü sınıflandırmada ise gamma, delta ve alpha alt frekans bantları ve 12 tane öznitelik kullanılmıştır.

Çalışma	Sınıf Sayısı	Kanal sayısı	Frekans bandı	Sınıflandırıcı	Öznitellik sayısı	Doğruluk (%)
De els de di est el [12]	İkili	14	Alpha, beta, theta, gamma, delta	k-EK	112	67.10
Bagildadi et ai [12]	4 sınıf	14	Alpha, beta, theta, gamma, delta	DVM	112	59.70
Agrawal et al [13]	İkili	14	Theta, alpha, beta, gamma	RF	336	66.7
Maheshwari et al [14]	İkili	14	alpha	ESA	828	57.14
Decenteries	İkili	4	Beta, theta	KA	24	67.10
Bu çalışına	4 sınıf	4	Gamma, delta ve alpha	DVM	12	58.5

4 Sonuçlar

Bu çalışmada, anksiyete bozukluğu sınıflandırmasında sekiz tane yöntemin başarımı incelenmiştir. İki sınıflandırmada KA, dörtlü sınıflandırma ise DVM en yüksek başarımı vermiştir. 14 kanal EEG yerine 4 kanal kullanılarak ikili sınıflandırmada toplam 24 öznitelik, dörtlü sınıflandırmada ise 12 öznitelik kullanılmıştır.

Sonuç olarak bu çalışmada, Baghdadi ve arkadaşlarının [12] ve Maheshwari ve arkadaşlarının [14] çalışmalarına göre daha az EEG kanalı, öznitelik sayısı ve alt frekans bandı kullanılarak benzer sonuçlar elde edilmiştir. Agrawal ve arkadaşlarının [13] çalışmalarına göre daha az EEG kanal ve öznitelik sayısı kullanılarak daha yüksek bir sonuçlar elde edilmiştir. Aynı zamanda öznitelik matrisinin boyutunda indirgeme yapılarak işlemsel hesap yükü ve süresi azaltılmıştır.

Gelecekteki çalışmalarda, sinyalin zaman ve frekans düzlemindeki başarımları incelenecektir. Ek olarak sonuçları doğrulamak ve genelleştirilmiş bir anksiyete bozukluğu sınıflandırma modeli oluşturmak için daha kapsamlı bir veri seti oluşturulabilir. Anksiyete farklı etnik kökene sahip bireylerde farklı olabilir. Bundan dolayı farklı etnik kökene sahip katılımcılardan EEG verileri alınarak bunun etkisi araştırılabilir

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %14

Kaynaklar

- [1] Zhang, X. Wang, W. Tan, Q. Gao, D. J. J. o. m. Shin, and b. Engineering, EEG-based anxious states classification using affective BCI-based closed neurofeedback system. Journal of Medical and Biological Engineering, 41, 155–164, 2021. https:// /doi.org/10.1007/s40846-020-0096-7.
- G. Giannakakis, M. Pediaditis, D. Manousos, E. Kazantzaki, F. Chiarugi, P. G. Simos, K. Marias, M. J. B. S. P. Tsiknakis, and Control, Stress and anxiety detection using facial cues from videos. 31, 89-101, 2017. https://doi.org/10.1016/j.bspc.2016.06.020.
- [3] S. Mirzaei, P. J. B. S. P. Ghasemi, and Control, EEG motor imagery classification using dynamic connectivity patterns and convolutional autoencoder. 68, 102584, 2021. https://doi.org/10.1016/j.bspc.2021 .102584.
- [4] R. G. de Magalhaes Júnior, F. T. Rocha, and C. E. J. I. L. A. T. Thomaz, Comparison Between Linear and Tensor Models of EEG Signals Representation. 19, 01, 132-137, 2021. https://doi.org/10.1109/TLA.2021.942 3856.
- [5] M. Akmal, S. Zubair, and H. J. I. A. Alquhayz, Classification analysis of tensor-based recovered missing EEG data. 9, 41745-41756, 2021. https ://doi.org/10.1109/ACCESS.2021.3063382.
- [6] S. Q. O. OMAR, and T. J. B. Ü. F. B. D. Cengiz, EEG Sinyallerini İşlemek İçin Makine Öğreniminin

Kullanıldığı Konular Üzerine Bir İnceleme. 5, 1, 124-137,2022. https://doi.org/10.55117/bufbd.1099025.

- [7] H. Sharma, R. Raj, and M. J. N. I. Juneja, EEG signal based classification before and after combined Yoga and Sudarshan Kriya. 707, 134300, 2019. https://do i.org/10.1016/j.neulet.2019.134300.
- [8] A. R. Aslam, N. Hafeez, H. Heidari, and M. A. B. J. F. i. N. Altaf, Channels and Feature Identification with Large Scale Feature Extraction for Emotions and ASD Classification. 1094, 2022. https://doi.org/10.3389/fnin s.2022.844851.
- [9] B. Penchina, A. Sundaresan, S. Cheong, and A. Martel, Deep LSTM recurrent neural network for anxiety classification from EEG in adolescents with autism. 227-238. https://doi.org/10.1007/978-3-030-59277-6 _21.
- [10] A. Arsalan, M. J. J. o. A. I. Majid, and H. Computing, A study on multi-class anxiety detection using wearable EEG headband. 1-11, 2021. https://doi.org/ 10.1007/s12652-021-03249-y.
- [11] A. Asif, M. Majid, S. M. J. C. i. b. Anwar, and medicine, Human stress classification using EEG signals in response to music tracks. 107, 182-196, 2019. https://doi.org/10.1016/j.compbiomed.2019.02.015.
- [12] A. Baghdadi, Y. Aribi, R. Fourati, N. Halouani, P. Siarry, and A. M. J. a. p. a. Alimi, DASPS: A Database for Anxious States based on a Psychological Stimulation. 2019. https://doi.org/10.48550/arXiv.19 01.02942.
- [13] M. Agrawal, M. A. Anwar, and D. Sethia, Stacked Sparse Autoencoder and Machine Learning Based Anxiety Classification Using EEG Signals. The First International Conference on AI-ML-Systems. Ekim 2021, pp. 1-7 https://doi.org/10.1145/3486001.348622 7.
- [14] D. Maheshwari, S. K. Ghosh, R. Tripathy, M. Sharma, U. R. J. C. i. B. Acharya, and Medicine, Automated accurate emotion recognition system using rhythmspecific deep convolutional neural network technique with multi-channel EEG signals, Computers in Biology and Medicine, 134, 104428, 2021. https://doi.org/10 .1016/j.compbiomed.2021.104428.
- [15] C. Brunner, A. Delorme, and S. J. B. E. B. T. Makeig, Eeglab–an open source matlab toolbox for electrophysiological research. 58, SI-1-Track-G, 000010151520134182, 2013. https://doi.org/10.1515 /bmt-2013-4182.
- [16] A. Delorme, and S. J. J. o. n. m. Makeig, EEGLAB: an open source toolbox for analysis of single-trial EEG dynamics including independent component analysis. 134, 1, 9-21, 2004. https://doi.org/10.1016/j.jneumeth. 2003.10.009.
- [17] Ö. J. D. Ü. M. F. M. D. AYDEMİR, Ardışıl ileri yönlü öznitelik seçim algoritmasında etkin özniteliklerin belirlenmesi. Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi, 8, 3, 495-501, 2017.
- [18] M. L. A. Al-Zubaidi, and S. Aras, Investigation of Appropriate Classification Method for EOG Based
Human Computer Interface. 2022 30th Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU), Safranbolu, Turkey, 15-18 Mayıs 2022. https://doi.org/10.1109/SIU55565.2022.986495

- [19] S.-W. Jang, and S.-H. J. S. Lee, Detection of epileptic seizures using wavelet transform, peak extraction and PSR from EEG signals, 12, 8, 1239, 2020. https://doi .org/10.3390/sym12081239.
- [20] M. C. Guerrero, J. S. Parada, and H. E. Espitia, EEG signal analysis using classification techniques: Logistic regression, artificial neural networks, support vector machines, and convolutional neural networks. Heliyon, 7, 6, e07258, 2021/06/01/, 2021. https://doi.org/10.10 16/j.heliyon.2021.e07258.
- [21] N. K. Al-Qazzaz, M. K. Sabir, S. H. M. Ali, S. A. Ahmad, K. Grammer, and Ieee, The Role of Spectral Power Ratio in Characterizing Emotional EEG for Gender Identification. IEEE EMBS Conference on Biomedical Engineering and Sciences. 334-338, 01-03 Mar, 2021.
- [22] S. Aydin, S. Demirtaş, K. Ateş, and M. A. J. I. j. o. n. s. Tunga, Emotion recognition with eigen features of frequency band activities embedded in induced brain oscillations mediated by affective pictures. 26, 03, 1650013, 2016. https://doi.org/10.1142/S0129065716 500131.
- [23] C. M. Raj, and A. Harsha, Study on wavelet spectral band based EEG compression. 2016 International Conference on Data Science and Engineering (ICDSE), Cochin, India, 23-25 Ağustos 2016. https://doi.org/ 10.1109/ICDSE.2016.7823955.
- [24] G. Ekim, N. Ikizler, and A. Atasoy, The effects of different wavelet degrees on epileptic seizure detection from EEG signals. IEEE International Conference on INnovations in Intelligent SysTems and Applications (INISTA), Gdynia, Poland, 03-05 Temmuz 2017. https://doi.org/10.1109/INISTA.2017.8001178.

- [25] R. Sharma, EEG signal denoising based on wavelet transform. 758-761, 2017. https://doi.org/10.1109/ICE CA.2017.8203645.
- [26] D. Chen, S. Wan, J. Xiang, and F. S. J. P. o. Bao, A high-performance seizure detection algorithm based on Discrete Wavelet Transform (DWT) and EEG. 12, 3, e0173138, 2017. https://doi.org/10.1371/journal.pone. 0173138.
- [27] Z.-H. Zhou, Machine learning: Springer Nature, 2021.
- [28] B. Charbuty, A. J. J. o. A. S. Abdulazeez, and T. Trends, Classification based on decision tree algorithm for machine learning. 2, 01, 20-28, 2021. https://doi .org/10.38094/jastt20165.
- [29] Y. Ma, X. Ding, Q. She, Z. Luo, T. Potter, Y. J. C. Zhang, and m. m. i. medicine, Classification of motor imagery EEG signals with support vector machines and particle swarm optimization. 2016. https://doi.org/ 10.1155/2016/4941235.
- [30] T. Nazir, X. Qi, and S. Silvestrov, Linear Classification of Data with Support Vector Machines and Generalized Support Vector Machines. Engineering Mathematics II, 355-375, 2016. https://doi.org/10.1063/1.4972718.
- [31] L. J. I. J. o. B. Zhou, Recognition of depression patients with electroencephalogram. International Journal of Biometrics, 14, 3-4, 481-491, 2022. https://doi.org/ 10.1504/IJBM.2022.124684.
- [32] K. Li, X. Zhang, and Y. Du, A SVM based classification of EEG for predicting the movement intent of human body. 10th International Conference on Ubiquitous Robots and Ambient Intelligence (URAI), Jeju, Korea (South), 30 October 2013 - 02 November 2013.
- [33] W. Zhao, J. Qu, Y. Chai, and J. Tang, Classification of Seizure in EEG Signals Based on KPCA and SVM. 201-207. https://doi.org/10.1007/978-3-662-48365-7_21.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 733-742 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Dünya dışı ışınımlarla iyileştirilmiş ARIMA, ridge regresyon ve lasso regresyon yöntemlerinin saatlik ışınım tahmininde kullanılması

Use of ARIMA, ridge regression and lasso regression methods enhanced by extraterrestrial radiation in hourly radiation estimation

Burak Arseven^{1,*}^(D), Said Mahmut Çınar²^(D)

1.2 Afyon Kocatepe Üniversitesi, Elektrik Mühendisliği Bölümü, 03200, Afyonkarahisar Türkiye

Öz

NDİSLİK FAKÜLTESİ

Yeşil enerjiye artan ilgi, özellikle güneş enerjisinden elektrik enerjisi üretimini popüler hale getirmiştir. Güneş enerjisinin kesikli yapısı nedeniyle gelecekteki enerji üretim tahmini, elektrik enerjisinin kesintisiz ve doğaya dost biçimde karşılanması açısından oldukça önemlidir. Bu nedenle, güneş ışınımının tahmin edilmesinin, elektrik üretimi, iletimi, dağıtımı ve tüketimine kadar bütün süreçlerin planlanması ve yönetilmesinde hayati öneme sahip olacağı açıktır. Bu çalışmada Meteoroloji 5. Bölge Müdürlüğü'nün (MBM) Afyon Bölge isimli istasyonundan alınan saatlik bazdaki dört yıllık güneş ışınım verisi üzerinde, zaman serisi analiz yöntemi olan Oto Regresif Entegreli Hareketli Ortalama (Auto Regressive Integrated Moving Average-ARIMA) ve regresyon modelleri olan ridge ve lasso regresyon tahmin modelleri kullanılarak bir yıllık, altı aylık, dört aylık ve iki aylık saatlik güneş ışınımı tahmini işlemi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca yöntemlerin yapılarında Dünya Dışı Işınım Filtresi (DDIF) uygulanarak tahmin sonuçları iyileştirilmiştir. Kullanılan yöntemler ile elde edilen tahmin değerleri ve gercek ısınım değerleri arasındaki ilişkinin yakınlığı grafikler ve istatistiksel yöntemler ile ortaya koyulmaya çalışılmıştır.

Anahtar kelimeler: Yenilenebilir enerji, Güneş ışınım tahmini, ARIMA modeli, Ridge regresyon, Lasso regresyon

1 Giriş

Fosil tabanlı kaynakların gerek doğaya verdikleri zararlar gerekse limitli kaynaklar olmaları yenilenebilir ve sürdürülebilir enerji kaynaklarına olan ilgiyi oldukça artırmıştır. Bu kaynaklardan biri olan güneş, günümüzde en çok tercih edilen enerji kaynaklarından biridir. Güneş enerjisini elektrik enerjisine çevirmek adına yapılan yoğun çalışmalar enerji verimliliğini artırma noktasında tüm dünyaya adeta bir umut ışığı sunmuştur. T.C. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı verilerine göre Türkiye'de 2014 yılında 40 MW olan güneş enerjisi kurulu gücü 2020 yılı itibariyle 6667 MW seviyelerine yükselmiştir. Yine bakanlık verilerine göre güneş enerjisinin Türkiye'deki toplam elektrik üretimi içerisindeki yüzdelik payı 2014 yılında %0.01 seviyesinde iken 2020 yılı itibariyle bu pay %3.66 seviyelerine kadar çıkmıştır [1].

Abstract

Increasing interest in green energy has popularized the generation of electrical energy, especially from solar energy. Due to the discrete nature of solar energy, future energy production forecasting is very important in terms of uninterrupted and environmentally friendly supply of electrical energy Therefore, it is clear that estimating solar radiation will be vital in planning and managing all processes, from electricity generation, transmission, distribution and consumption. In this study, one-year, six months, four months and two months hourly solar radiation estimation was performed on the hourly basis of four years' solar radiation data obtained four years of hourly data from the station named Afyon Region of the 5th Regional Directorate of Meteorology (MBM), using the Auto Regressive Integrated Moving Average (ARIMA), a timeseries analysis method, ridge regression, and lasso regression estimation models, which are regression models. In addition, the estimation results were improved by applying the Extraterrestrial Radiation Filter (DDIF) in the structures of the methods. The closeness of the relationship between the estimated values obtained by the methods used and the actual radiation values has been tried to be revealed with graphics and statistical methods.

Keywords: Renewable energy, Solar radiation estimation, ARIMA model, Ridge regression, Lasso regression

Güneş enerjisinden elektrik enerjisi üretiminde en sık kullanılan aygıtlar güneş panelleridir. Güneş panelleri üzerlerine düşen güneş ışınımını elektrik enerjisine dönüştüren yarı iletken devre elemanlarıdır. Güneş panelinden elde edilecek elektrik enerjisi miktarı, panele gelen güneş ışınımı şiddeti ile doğrudan doğruya ilişkilidir. Güneş ışınımının süresi ve şiddeti esas olarak atmosferik koşullarca belirlenmektedir ve güneş enerjisi kesikli bir yapıya sahiptir. Bu kesikli yapının en temel sebebi ise dünyanın günlük ve mevsimlik hareketleridir. Işınım miktarı günes eneriisinin kesikli vapısı ile birlikte gölgelenme, nem ve sıcaklık gibi değişkenlerin de devreye girmesi ile doğrusal olmayan bir değişim gösterir. İşte bu kesikli ve doğrusal olmayan yapının mevcut verilerle modellenmesi ile gelecekte oluşması muhtemel durumların tahmini yapılabilir. Yapılan tahminlerin başarısı, gelecekte güneş

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: burakarseven89@gmail.com (B. Arseven) Geliş / Recieved: 09.02.2023 Kabul / Accepted: 10.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1249503

enerjisinden ne kadar elektrik enerjisi üretimi gerçekleşeceği konusunda bir projeksiyon sunar ve arz-talep planlamasının daha doğru bir şekilde yapılmasına yardımcı olur.

Güneş ışınımının doğru tahmini için çeşitli modelleme yaklaşımları, pek çok araştırmacı tarafından kapsamlı bir şekilde kullanılmıştır [2-5]. Akarslan vd., saatlik bazda bir yıllık günes ısınımlarını, sıcaklıkları, dünya dısı ısınımları ve zaman icindeki türevlerini cok boyutlu görüntüler olarak değerlendirip, bu görüntüleri önerilen optimal katsayılı doğrusal tahmin filtreleri yardımıyla birbirine bağlayarak ışınım tahmini yapmıştır [6]. Bhardwaj vd., çeşitli iklim koşulları altında gizli Markov modeli ile genelleştirilmiş bulanık modelin bir kombinasyonunu kullanmış ve meteorolojik parametrelere dayalı güneş ışınımının kısa vadeli tahmininde başarılı sonuçlar elde etmiştir [7]. Yine başka bir çalışmada saatlik güneş ışınımı tahmini için Mycielski-Markov modeli adı verilen yeni bir hibrit yöntem kullanılmıştır [8]. Bir yapay sinir ağı (YSA) türü olan doğrusal olmayan Oto Regresif Eksojen (Nonlinear Auto Regressive eXogenous-NARX) modelinin kullanılması ile sıcaklık, yağış ve nem miktarlarının değişkenlik gösterdiği durumlar için güneş ışınım tahmini başarıyla gerçekleştirilmiştir [9].

Güneş ışınımı tahmininde regresyon tabanlı yöntemlerin kullanıldığı çalışmalar da mevcuttur. Ibrahim ve arkadaşları 2006 yılı için Malezya/Perlis'te güneş ışınımı ve sıcaklık arasındaki ilişkiyi regresyon modeli ile ortaya koyan bir calısma sunmuşlardır. Calısmalarının sonucunda doğrusal korelasyon katsayısı değerini 0.7473 bulmuş olmaları güneş ışınımı ile sıcaklık arasında güçlü bir doğrusal ilişki olduğunu göstermektedir [10]. Başka bir çalışmada ise doğrusal, ridge, kement, smoother, kısmi en az, K En Yakın Yomşu (K Nearest Neighbor-KNN) ve Gauss proses regresyon yöntemleri kullanılarak Türkiye'de değişen iklim koşullarına sahip 53 konum için güneş ışınımı tahmini gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak kullanılan yöntemler arasında en iyi sonuç veren Gaussian süreç regresyon yönteminin Ortalama Yanılma Hatası (Mean Bias Error-MBE) değeri 0.274 MJ/m² iken, aynı yöntemin Karesel Ortalama Hataların Karekökü (Root Mean Square Error-RMSE) değeri 2.260 MJ/m² olarak hesaplanmıştır. Ayrıca yine ilgili yöntemin korelasyon katsayısı 0.941 olarak hesaplanmıştır [11].

Bir tür zaman serisi olan güneş ışınımı verilerinin modellenmesi için zaman serisi analiz ve tahmin yöntemleri de literatürde sıkça kullanılmıştır [12-14]. Bir çalışmada, Ajaccio (Fransa) meteoroloji istasyonundan alınan 19 yıllık küresel saatlik ısınım verileri icin Oto Regresif (Auto Regressive-AR) ve Oto Regresif Hareketli Ortalama (Auto Regressive Moving Average-ARMA) zaman serisi analiz ve tahmin yöntemlerini kullanarak tahmin gerceklestirmis ve sonuçlar istatistiksel ölçütlerle karşılaştırıldığında AR modelinin daha iyi sonuç verdiği ortaya çıkmıştır [15]. Paris'in Alfortville banliyösünün 144 aya ait saatlik güneş ışınımı verileri üzerinde Naive ve ARMA zaman serisi tahmin modellerinin yanı sıra Benzerlik (Similarity-SIM), Destek Vektör Makineleri (Support Vector Machine-SVM) ve YSA yöntemlerini kullanarak tahmin gerçekleştiren Touati ve arkadaşları, ARMA modelinin diğer modellerle

oldukça yakın ve iyi sonuçlar verdiğini göstermiştir [16]. Yine bir başka çalışmada Hindistan'ın belirli bir bölgesindeki uzaktan algılama yöntemi ile elde edilen güneş ışınımı verileri kullanılarak aylık güneş ışınım tahmini yapılmaya çalışılmıştır. Bahsedilen bu çalışmada Mevsimsel ARIMA (Seasonal ARIMA-SARIMA) modelleri, NASA'nın POWER veri arşivinden elde edilene güneşlenme verilerine ait zaman serileri tahmin etmekte kullanılmıştır [17].

Bu makalede, Meteoroloji 5. Bölge Müdürlüğü'nden (MBM) alınan 2018, 2019, 2020 ve 2021 yıllarına ait dört yıllık saatlik bazda güneş ışınım veri seti üzerinde sırasıyla 3 yıllık, 42 aylık, 44 aylık ve 46 aylık verilerle Oto Regresif Entegreli Hareketli Ortalama (Auto Regressive Integrated Moving Average-ARIMA), ridge regression ve lasso regresyon yöntemleri eğitilmiş, daha sonra eğitilen modeller ile yine sırasıyla bir yıllık, altı aylık, dört aylık ve iki aylık dönemler için ışınım tahminleri yapılmıştır. Literatürde ARIMA, ridge ve lasso regresyon ile yapılan birçok güneş ışınım tahmin çalışması mevcuttur. Fakat bu çalışmaların hiç birinde Dünya Dışı Işınım (DDI) değerleri ile filtreleme/karşılaştırma yapılmamıştır. Bu çalışmada ise ARIMA, ridge regresyon ve lasso regresyon yöntemlerinin yapılarında yeryüzünde herhangi bir konum için güneş geometrisinden kolayca DDI şiddetleri kullanılarak oluşturulan ve Dünya Dışı Işınım Filtresi (DDIF) adını verdiğimiz filtre modellerin yapılarında kullanılarak güneş ışınımı tahmin performansları iyilestirilmistir. Burada DDIF savesinde tahmin değerlerinde ver alan ve normal sartlarda olusması muhtemel olmayan asırı yüksek değerler böylece sönümlenmiştir. Böylelikle ARIMA, ridge regresyon ve lasso regresyon yöntemlerine güneş ışınımı tahmini başarısını arttıran yeni bir özellik kazandırılmıştır.

Makale dört bölüm halinde düzenlenmiş olup, ikinci bölümde kullanılan veri setine, ARIMA yöntemine, ridge regresyona ve lasso regresyona ait detaylar verilmiştir. Üçüncü bölümde kullanılan yöntemlerle elde edilen tahmin değerleri ve gerçek değerleri karşılaştırır grafikler ve istatistiksel analizler ile yöntemlerin performansı ortaya koyulmaya çalışılmıştır. Son olarak dördüncü bölümde ise tartışma ve sonuçlar verilmiştir.

2 Materyal ve metot

Bu bölümde kullanılan veri setine, bu veri seti üzerinde kullanılan tahmin modellerine ve bunlarla birlikte dünya dışı ışınım konusuna ait detaylar verilmiştir.

2.1 Tahmin işleminde kullanılan veri seti

Tahmin işleminde kullanılan veri seti 5. MBM'nin Afyon Bölge İstasyonu'ndan alınan 1 Ocak 2018 tarihinden 31 Aralık 2021 tarihine kadarki (dört yıllık) saatlik güneş ışınımı verilerinden oluşmaktadır. Veri setinin grafiği Şekil 1'de verilmiştir.

Şekil 1'den de görüleceği üzere yaz aylarında güneş ışınımı maksimum düzeyde iken kış aylarında minimum düzeylerdedir. En yüksek ışınım değeri 13 Haziran 2019 tarihinde saat 12'de 1117 W/m² şeklinde kayıtlara geçmiştir.



Şekil 1. Dört yıllık saatlik güneş ışınımı değerleri

2.2 ARIMA modeli

Zaman serileri zamanla ölçülen gözlem değerlerinin yer aldığı serilerdir. Zaman serilerinin analizini/tahminini yapabilmek için serideki verilerin eşit aralıklarla ve belirli sıklıklarla alınmış olması şarttır. ARIMA modelleri, zaman serisi modelleme ve tahmininde kullanılan matematiksel modellerdir. Esasen ARIMA modelinin temelleri Box-Jenkins yaklaşımına dayanır [17]. AR ve hareketli ortalama (Moving Average – MA) modellerinin entegre edilmesi ile ortaya çıkmış bir modeldir. AR modelinde şimdiki zaman serisi gözlemi, önceki zaman serisi gözlemleri ile bir miktar hata teriminin doğrusal bir kombinasyonudur. *p.* dereceden bir AR modelinin denklemi aşağıda Denklem (1)'de verilmiştir.

$$X_t = \sum_{i=1}^p \phi_i X_{t-i} + \varepsilon_t \tag{1}$$

Burada; *p*: AR modeli derecesi, ε_t : tahmin hatası, $\phi = (\phi_1, \phi_2, ..., \phi_p)$: AR modeli katsayıları vektörüdür.

MA modelinde ise mevcut zaman serisi değeri geçmiş hataların bir fonksiyonudur. q. dereceden bir MA modelinin denklemi aşağıda Denklem (2)'de verilmiştir.

$$X_t = \sum_{j=0}^{q} \theta_j \, \varepsilon_{t-j} \tag{2}$$

Burada;

q: MA modeli derecesi,

 $\theta = (\theta_1, \theta_2, \dots, \theta_q)$: MA modeli katsayıları vektörü, $\varepsilon = (\varepsilon_{t-1}, \varepsilon_{t-2}, \dots, \varepsilon_{t-q})$: geçmiş hata değerleridir.

AR ve MA modelleri teker teker kullanılabilecekleri gibi, birleştirilerek ARMA modeli olarak da kullanılabilir. p. Ve q. derecelerden bir ARMA modeline ait Denklem (3) şu şekildedir:

$$X_t = \sum_{i=1}^p \phi_i X_{t-i} + \sum_{j=0}^q \theta_j \varepsilon_{t-j}$$
(3)

AR, MA ve ARMA modelleri durağan zaman serilerinde kullanılabilirler. Fakat güneş ışınımı veri seti gibi durağan olmayan zaman serilerinde öncelikle bir durağanlaştırma işlemi gerçekleştirilmelidir. Durağan olmayan bir zaman serisinin durağanlaştırılıp daha sonra bu seriye ARMA modeli uygulanmış haline ARIMA modeli denir. ARIMA modeli genellikle ARIMA (p, d, q) olarak gösterilir. Burada p oto-regresif sürecin derecesini, d fark alma işlemi derecesini ve q ise hareketli ortalama sürecinin derecesini temsil eder. Herhangi bir ARIMA(p, d, q) modeline ait Denklem (4) şu şekildedir:

$$X_t = \sum_{i=1}^p \phi_i X_{t-i} S^d + \sum_{j=0}^q \theta_j \varepsilon_{t-j}$$
(4)

Burada;

S^d: fark alma operatörüdür.

2.3 Ridge regresyon

Lineer regresyon yöntemi verilere en çok uyum sağlayan bir çizgi denklemi oluşturmayı hedefler. Lineer regresyonda, tahmin edicilerin sayısı gözlemlerin sayısını aştığında model hiçbir değer hesaplayamaz. Bu durum bir modele gereğinden fazla uymaya ve elde veri yok iken çözüm bulamamaya, yani başka bir deyişle tahmin yapamamaya yol açar. Yine lineer regresyonda veriler arasında çoklu bağıntılar var ise yöntem problemler çıkarabilir. Ridge regresyon ise tüm bu sorunları önler [18-19].

Ridge regresyonda verilerin bir kısmı doğru modeli oluşturmak adına eğitim verisi olarak kullanılırken kalan diğer kısmı ise oluşturulan modelin performansını ortaya koyabilmek için test verisi olarak kullanılır. Ridge regresyonun arkasında yatan ana fikir, eğitim verilerine de uymayan yeni bir çizgi denklemi elde etmektir. Diğer bir deyişle, ridge regresyon modelinin verilere nasıl uyum sağlayacağı ile alakalı lineer regresyon modeline bir miktar sapma değeri eklenir. Bu sapma değerinin eklenmesi ile varyans değerinde önemli ölçüde bir azalma gerçekleşir. Yani ridge regresyon çizgisi lineer regresyona göre eğitim verilerine daha kötü uyum sağlasa da test verilerinde daha iyi uzun vadeli tahminler gerçekleştirir. Ridge regresyon modeline ait Denklem (5) şu şekildedir:

$$\widetilde{X}_{i} = \beta_{0} + \beta_{1} X_{i} + \lambda (\beta_{1}^{2})$$
(5)

Burada;

 \widetilde{X}_l tahmin değeri,

 β_0 : doğrunun y-eksenini kestiği nokta,

 β_1 : doğrunun eğimi,

 $\beta_0 + \beta_1 X_i$: bileşeni lineer regresyon bileşeni,

 $\lambda(\beta_1^2)$: ridge cezası,

 λ : ceza şiddeti çarpanıdır.

2.4 Lasso regresyon

Lasso regresyonda, ridge regresyondaki gibi verilerin bir kısmı doğru modeli oluşturmak adına eğitim verisi olarak kullanılırken kalan diğer kısmı ise oluşturulan modelin performansını ortaya koyabilmek için test verisi olarak kullanılır. Lasso regresyon modeli karakteristik olarak ridge regresyon ile aynı mantığa uyarak oluşturulur. Burada lasso regresyonu, ridge regresyondan ayıran kısım lasso cezasıdır. Lasso regresyon modeline ait Denklem (6) şu şekildedir:

$$\widetilde{X}_{i} = \beta_{0} + \beta_{1} X_{i} + \lambda |\beta_{1}|$$
(6)

Burada;

 \widetilde{X}_i tahmin değeri, β_0 : doğrunun y-eksenini kestiği nokta, β_1 : doğrunun eğimi, $\beta_0 + \beta_1 X_i$: bileşeni lineer regresyon bileşeni, $\lambda |\beta_1|$: lasso cezası, λ : ceza şiddeti çarpanıdır.

2.5 Dünya dışı ışınım

Dünya dışı ışınım (DDI), atmosferin tepesindeki güneşin yoğunluğudur. Dünya'nın eliptik yörüngesi nedeniyle DDI'nın aldığı değer yıl boyunca değişir fakat her yıl için yılın aynı günlerinin aynı saatlerinde aldıkları değerler her zaman aynıdır. Bu sebeple DDI değerini bir denklem vasıtasıyla hesaplamak mümkündür. DDI değerleri saatlik bazda ampirik olarak aşağıda verilen Denklem (7) ile temsil edilebilir:

$$I_{0} = I_{sc} \left[1 + 0.33 \cos \left(\frac{360n}{365} \right) \right] (\cos \phi \cos \partial \cos \omega + \sin \phi \sin \partial)$$
(7)

Burada;

Isc: güneş sabiti,

Ø: enlem açısı,

 ∂ : deklinasyon açısı,

 ω : güneşin saat açısı,

n: gün değeridir.

Güneş'in kendi iç reaksiyonları sonucunda iç yapısında bulunan hidrojen elementi devamlı surette füzyona uğrayarak helyuma dönüşür ve gerçekleşen bu dönüşümle birlikte çeşitli dalga boylarında enerji açığa çıkar. Bu enerji yeryüzüne ulaşana kadar 150 milyon kilometre yol alır ve bu süreçte bahsedilen bu enerjinin sadece iki milyarda biri yeryüzüne ulaşabilir. Dünya atmosferinin üstüne ulaşan güneş ışığının birim zamandaki enerji yoğunluğu ile ilgili yapılan hesaplamalara göre I_{sc} değeri 1367 W/m2'dir [20].

Enlem açısı (Ø), ekvator düzlemi ile yerden Dünya'nın merkezine olan radyal çizgi arasındaki açıdır. Ø değeri -90° ile 90° arasında değişir. Ø değeri hesaplanacak yer kuzey yarımkürede ise Ø pozitif değerler, güney yarımkürede ise de Ø negatif değerler alır.

Güneş ışınlarının geldiği doğrultu ile ekvator düzlemi arasındaki açı değeri ise deklinasyon açısını (∂) verir. ∂ , -23.45 ila 23.45 arasındadır ve Ø değerinin hesaplanmasında da olduğu gibi kuzey yarımküredeki yerler için pozitif, güney yarımkürede yerler için ise negatif değer alır. ∂ değeri aşağıdaki Denklem (8) ile temsil edilebilir:

$$\partial = 23.45 \sin(360 \frac{284 + n}{365}) \tag{8}$$

Güneşin saat açısı (ω), zamanın açısal ölçüsüdür ve bir saat 15° boylama eşittir. ω değeri gün doğumundan öğlen saat 12'ye kadar negatif, sonrasında ise pozitif değerler alır. ω değeri aşağıdaki Denklem (9) ile temsil edilebilir:

$$\omega = (\frac{360}{24})(h - 12) \tag{9}$$

Burada;

h: Saat değeridir.

3 Bulgular ve tartışma

Bu bölümde ilk olarak en uygun ARIMA, ridge ve lasso regresyon modellerinin seçiminin nasıl yapıldığı üzerinde durulmuştur. Daha sonra tahmin edilen verilerin alabileceği maksimum değer ile ilgili yapılan filtreleme işleminin ayrıntıları verilmiştir. Son olarak gerçek değerler ile tahmin değerleri arasındaki benzerlik grafikler ve istatistiki analizler ile ortaya koyulmuştur.

3.1 ARIMA modeli seçimi

ARIMA modelleri ARIMA(p,d,q) olarak gösterilirler. Burada parantez içinde verilen değerler sırasıyla AR derecesini, fark alma işlemi derecesini (I) ve MA derecesini temsil ederler. ARIMA modelini belirlemek için kullanılan akış şeması Şekil 2'de verilmiştir.

En iyi ARIMA modelini seçmek için gerçek veriler üzerinde öncelikle trend ve mevsimsellik analizi yapmak gerekir. Eğer verilerde bir mevsimsellik veya artan ya da azalan bir trend durumu söz konusu ise veriler üzerinde ilk olarak fark alma işlemi yapılarak veriler üzerindeki bu etki ortadan kaldırılır. Fark alma işlemi genel olarak bir kez, ya da maksimum düzeyde ise iki kez yapılır. Daha sonra otokorelasyon fonksiyonu (Auto Correlation Function-ACF) ve kısmi otokorelasyon fonksiyonu (Partial Auto Correlation Function-PACF) grafiklerine bakılarak AR ve MA dereceleri kestirilmeye çalışılır. Bu süreç esasen oldukça tecrübe isteyen sezgisel bir süreçtir.

Şekil 3'te yer alan üç güne ait saatlik ışınım verilerinin yer aldığı grafikten de görüleceği üzere ışınım verileri belli bir trendi olmayan mevsimsel verilerdir. Bu durumda bu tür bir veri seti ile güneş ışınımı tahmini yapmak isteniyorsa fark alma işlemi mutlaka uygulanmalı ve mevsimsellik etkisi ortadan kaldırılmalıdır.

p ve q değerlerini belirlemek için ise ACF ve PACF grafiklerine bakılır. ACF grafiği şimdiki veri ile diğer tüm verilerin korelasyonunu verir. ACF grafiğine bakılarak MA modeli derecesi hakkında, yani q değeri hakkında, yorum yapılabilir. PACF grafiği bir önceki veri ile şimdiki verinin diğer tüm verilerden arındırılmış olarak korelasyonunu verir. PACF grafiğine bakılarak ise AR modeli derecesi hakkında, yani p değeri hakkında, yorum yapılabilir.



Şekil 2. ARIMA modelinin belirlenmesi aşamaları

Grafiklere bakıldığında anlamlı gecikme sayılarının oldukça fazla olması sebebiyle bu çalışmada p ve q değerlerine deneme-yanılma yöntemiyle karar verilmiştir. Yapılan denemeler sonucunda model olarak ARIMA(2,1,1) modelinin en iyi tahmini gerçekleştirdiği belirlenmiştir. Ayrıca gerçek değerlerin yer aldığı veri setindeki sırasıyla ilk 36 aylık (3 yıllık), 42 aylık, 44 aylık ve 46 aylık veriler AR ve MA katsayı vektörlerinin değerlerini belirlemek için eğitim veri seti olarak kullanılmış ve elde edilen ARIMA katsayılar modelde kullanılarak yine sırasıyla 12 aylık (1 yıllık), 6 aylık, 4 aylık ve 2 aylık tahmin işlemleri gerçekleştirilerek test verileri ile karşılaştırma yapılmıştır.



Şekil 3. Rastgele seçilmiş 3 güne ait saatlik ışınım değerleri



3.2 Ridge ve lasso regresyon parametrelerinin belirlenmesi

Ridge ve lasso regresyon parametrelerini belirlemek için kullanılan akış şeması Şekil 5'te verilmiştir.



Şekil 5. Ridge veya lasso regresyon modelinin belirlenmesi aşamaları

MATLAB programında yazılan kod yardımıyla 46 aylık test verileriyle elde edilen ridge regresyon modeli için β_0 değeri 14.5648 ve β_1 değeri de 0.9257 olarak elde edilmiştir. Yine 46 aylık test verileriyle elde edilen lasso regresyon modeli için ise lasso regresyon için β_0 değeri 19.2315 ve β_1 değeri de 0.9255 olarak elde edilmiştir λ değeri ise 0.5 olarak belirlenmiştir. Bu durumda ridge regresyon modeli Denklem (10)'daki hale, lasso regresyon modeli ise Denklem (11)'deki hale bürünmüştür.

$$\widetilde{X}_i = 14.5648 + 0.9257X_i + 0.5(0.9257^2) \tag{10}$$



Şekil 5'teki ridge ve lasso regresyon modelleri akış şeması kullanılarak 1 yıllık tahmin işlemi gerçekleştirilerek, tahmin sonuçları test verileri ile karşılaştırılmıştır.

3.3 Dünya dışı ışınım filtresinin uygulanması

Dünya'nın hiçbir yerinde herhangi bir anda alınan ışınım değeri DDI değerinden büyük olamaz. Bu durumdan yola çıkarak bu çalışmada öncelikle gerçek veriler ile DDI verileri arasında bir katsayı değeri belirlenmiş ve tahmin değerlerinin bu katsayı değeri ile çarpılmış olan DDI değerinin üzerinde çıkmaması için Dünya Dışı Işınım Filtresi (DDIF) uygulanmıştır. Şekil 6'da 2020 yılına ait saatlik güneş ışınımı verileri (G_h) ve aynı yıl için saatlik DDI (E_h) değerlerinin yer aldığı grafik verilmiştir.



Şekil 6. 2020 yılına ait saatlik dünya dışı ışınım verilerinin iki boyutlu yüzey (veya ağ) grafiği

Yukarıdaki şekilden de görüleceği üzere DDI değeri ölçülen değerlerden (gerçek değerler) oldukça yüksektir. Bu yüzden DDI değerleri bu çalışma için optimum değer olarak bulunan 0.85 değeri ile çarpılmıştır. DDIF'nin uygulanması ile ilgili akış diyagramı Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil 7. DDIF akış diyagramı

Burada:

 $G_h(i)$: ARIMA veya ridge regresyon ile gerçekleştirilen *i*. saate ait tahmin değerini,

 $E_h(i)$: DDI vektörünün *i*. saate ait değerini,

 $G_h^*(i)$: DDIF uygulanmış nihai tahmin vektörünün *i*. saate ait tahmin değerini,

ifade eder.

Şekil 7'den de görüleceği üzere ARIMA veya ridge regresyon yöntemleri ile ilk olarak $G_h(i)$ bulunmuştur. Daha sonra elde edilen $G_h(i)$ değeri $E_h(i)$ değeri ile karşılaştırılıyor, yani DDIF'den geçirilmiş ve $G_h(i)$ değerinin $E_h(i)$ değerinden büyük olması durumunda $G_h(i)$ değeri $E_h(i)$ değerine eşitlenerek $G_h^*(i)$ elde edilmiştir. Elde edilen bu $G_h^*(i)$ değerleri bir sonraki tahmin değerinin ((i + 1). saatin) elde edilmesinde kullanılmıştır. Böylece ARIMA, ridge ve lasso regresyon modellerinin tahmin döngüsüne eklenen DDIF tahmin değerlerinin DDI'yı geçmesini engellemiş ve bir sonraki saatin tahmin değeri için de daha başarılı bir referans değeri sunmuştur.

3.4 Tahmin sonuçları

Tahminin performansını incelemek için öncelikle gerçek değerler ile tahmin değerlerinin grafiklerinden yararlanılmıştır. Şekil 8'de gerçek değerlerin ve ARIMA(2,1,1) modeli kullanılarak bulunan 2 aylık tahmin değerlerinin yer aldığı grafik verilmiştir. Şekil 9'da ise ARIMA(2,1,1) modeli ile gerçekleştirilen tahminin başarısını daha görünür kılabilmek adına Şekil 8'deki grafiğe yakınlaştırma işlemi uygulanmıştır.



Şekil 8. 2 aylık gerçek veriler ve ARIMA(2,1,1) modeli ile elde edilen tahmin değerleri



Şekil 9. Bir haftalık gerçek değerler ve ARIMA(2,1,1) modeli ile elde edilen tahmin değerleri

Şekil 10'da gerçek değerlerin ve ridge regresyon ile bulunan 2 aylık tahmin değerlerinin yer aldığı grafik verilmiştir. Şekil 11'de ise ridge regresyon ile gerçekleştirilen tahminin başarısını daha görünür kılabilmek adına Şekil 11'deki grafikteki bir haftalık değerlere yakınlaştırma işlemi uygulanmıştır.

Şekil 12'de gerçek değerlerin ve lasso regresyon ile bulunan 2 aylık tahmin değerlerinin yer aldığı grafik verilmiştir. Şekil 13'te ise lasso regresyon ile gerçekleştirilen tahminin başarısını daha görünür kılabilmek adına Şekil 13'teki grafikteki bir haftalık değerlere yakınlaştırma işlemi uygulanmıştır.

Şekillerden de görüleceği üzere ARIMA(2,1,1) yöntemi, ridge ve lasso regresyon yöntemleri kullanılarak elde edilen tahmin sonuçları gerçek değerler ile oldukça yüksek benzerlik göstermektedir.



Şekil 10. 2 aylık gerçek veriler ve ridge regresyon modeli ile elde edilen tahmin değerleri



Şekil 11. Bir haftalık gerçek değerler ve ridge regresyon modeli ile elde edilen tahmin değerleri



Şekil 12. 2 aylık gerçek veriler ve lasso regresyon modeli ile elde edilen tahmin değerleri



Şekil 13. Bir haftalık gerçek değerler ve lasso regresyon modeli ile elde edilen tahmin değerleri

Kullanılan yöntemlerin ne derece başarılı olduğunu ortaya koymak adına en sık kullanılan performans ölçütü RMSE ölçütüdür. RMSE, artıkların (tahmin hatalarının) standart sapmasıdır. RMSE artıkların ne kadar yayıldığının bir ölçüsüdür ve bize tahmin değerlerinin en uygun form etrafında ne kadar yoğun olduğu hakkında nicel bir bilgi sağlar. RMSE formülü Denklem (12)'de verilmiştir.

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\tilde{x}_{i} - x_{i})^{2}}{n}}$$
(12)

Normalleştirilmiş karesel kök ortalama hataların karekökü (Normalized Root Mean Square Error-NRMSE) farklı ölçeklerdeki modeller arasında karşılaştırmayı kolaylaştırır. Bu nedenle, NRMSE, model tarafından tipik olarak çözülen genel aralığın bir kısmı olarak yorumlanabilir. Denklem (13)'te formülü yer alan NRMSE değeri performans değerlendime ölçütü olarak kullanılabilir.

$$NRMSE = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\tilde{x}_i - x_i)^2}{n}}}{\max(x_i)}$$
(13)

Yine performansı ölçmede kullanılabilecek bir başka performans metriği normalleştirilmiş ortalama mutlak hata (Normalized Mean Absolute Error-NMAE) ölçütüdür. Bu metrik, farklı ölçeklerdeki veri kümelerinin ortalama mutlak hatasına ilişkin karşılaştırmayı kolaylaştırmak için kullanılır. Normalleştirmenin bir ortalaması olarak, model performans değerlendirme aracı, ölçülen verilerin ortalamasını kullanır. NMAE formülü Denklem (14)'te verilen şekildedir.

$$NMAE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \frac{|\tilde{x}_i - x_i|^2}{max(x_i)}$$
(14)

		ARIMA(2,1,1) Ridge Regression		Lasso Regresyon		
	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var
RMSE	87.4627	70.8897	99.7243	83.5277	100.5084	87.7335
NRMSE	0.0811	0.0657	0.0924	0.0774	0.0932	0.0813
NMAE	0.0491	0.0340	0.0664	0.0434	0.0614	0.0459

Tablo 1. Yöntemlerin RMSE, NRMSE ve NMAE değerleri (bir yıllık tahmin sonuçları için)

 Tablo 2. Yöntemlerin RMSE, NRMSE ve NMAE değerleri (altı aylık tahmin sonuçları için)

	ARIMA(2,1,1)		Ridge Regresyon		Lasso Regresyon	
	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var
RMSE	78.0489	60.9495	94.6652	77.3289	95.5272	82.0097
NRMSE	0.0734	0.0623	0.0890	0.0727	0.0898	0.0771
NMAE	0.0457	0.0300	0.0651	0.0408	0.0598	0.0435

Tablo 3. Yöntemlerin RMSE, NRMSE ve NMAE değerleri (dört aylık tahmin sonuçları için)

	ARIMA	A(2,1,1)	Ridge R	egresyon	Lasso Re	egresyon
	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var
RMSE	70.1925	54.8147	81.7854	66.0007	82.1229	70.0715
NRMSE	0.0751	0.0586	0.0875	0.0706	0.0879	0.0750
NMAE	0.0448	0.0304	0.0628	0.0383	0.0557	0.0408

Tablo 4. Yöntemlerin RMSE, NRMSE ve NMAE değerleri (iki aylık tahmin sonuçları için)

	ARIMA(2,1,1)		Ridge Regresyon		Lasso Regresyon	
	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var	DDIF Yok	DDIF Var
RMSE	55.7012	41.8375	62.9689	48.7017	62.6598	52.2766
NRMSE	0.0815	0.0562	0.0931	0.0713	0.0917	0.0765
NMAE	0.0470	0.0322	0.0634	0.0375	0.0557	0.0404

Yukarıdaki tablolarda ARIMA(2,1,1), ridge ve lasso regresyon yöntemleri ile yapılan tahminler için DDIF'nin kullanıldığı ve kullanılmadığı durumların RMSE, NRMSE ve NMAE değerleri verilmiştir. Tablo 1'de 1 yıllık, Tablo 2'de altı aylık, Tablo 3'te dört aylık ve Tablo 4'te ise 2 aylık tahmin sonuçlarına ait değerler verilmiştir. Değerler incelendiğinde eğitim verisinin test verisine oranı yükseldikçe daha iyi tahmin sonuçları elde edilmiştir. Kullanılan yöntemler arasında ise ARIMA(2,1,1) yöntemi ile yapılan tahmin işleminin ridge ve lasso regresyon yöntemlerine göre çok daha başarılı olduğu görülmüştür. Ayrıca yine DDIF kullanıldığında her üç yöntemde de tahmin sonuçları bir miktar daha iyileşmiştir. Sonuç olarak ise en basarılı sonucların DDIF'nin kullanıldığı ARIMA(2,1,1) yöntemiyle elde edildiği görülmüştür.

4 Sonuçlar

Bu çalışma ile birlikte zaman serisi tahmin modellerinden biri olan ARIMA modeli ve regresyon yöntemlerinden olan ridge ve lasso regresyon yöntemleri kullanılarak 1 yıllık, 6 aylık, 4 aylık ve 2 aylık güneş ışınımı tahmini başarıyla gerçekleştirilmiştir. Çalışmayı diğer benzer çalışmalardan farklı kılan özelliklerinden birisi bu çalışmada DDIF adı verilen bir filtrenin yöntemlerin iç yapılarında/tahmin döngülerinde kullanılmış olmasıdır. Bu filtreleme işlemi ile birlikte modellerin tahmin performansı daha da artırılmıştır. Ayrıca tahmin modellerinin gün içerisinde bulutlanma veya başka sebeplerle meydana gelen ani ışınım değişimlerini oldukça başarılı bir şekilde yakalaması da çalışmanın bir başka başarısıdır.

Bundan sonraki çalışmalarda kullanılacak veri boyutunun artırılması ile daha uzun vadeli tahminler gerçekleştirmek ve bu yöntemlerin yanı sıra başka bir takım makine öğrenmesi tabanlı yöntemler, derin öğrenme tabanlı yöntemler, sezgisel algoritmalar gibi başka birtakım yöntemler ile hibrit tahmin modelleri oluşturarak tahmin performansını daha da yükseltmek amaçlanmaktadır.

Teşekkür

Bu çalışmada kullanılan verilerin Meteoroloji 5. Bölge Müdürlüğü'nden alınmış olması sebebiyle kendilerine teşekkür ederiz. Ayrıca makalenin inceleme ve değerlendirme aşamalarında yapmış oldukları katkılardan dolayı editör ve hakemlere de teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %11

Kaynaklar

- [1] Güneş. https://enerji.gov.tr/eigm-yenilenebilir-enerjikaynaklar-gunes, Erişim 6 Şubat 2023.
- [2] R. H. Inman, H. T. Pedro and C. F. Coimbra, Solar forecasting methods for renewable energy integration. Progress in Energy and Combustion Science, 39 (6), 535-576, 2013. https://doi.org/10.1016/j.pecs.2013.06. 002.

- [3] R. C. Deo and M. Şahin, Forecasting long-term global solar radiation with an ANN algorithm coupled with satellite-derived (MODIS) land surface temperature (LST) for regional locations in Queensland. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 72, 828-848, 2017. https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.01.1141.
- [4] R. Blaga, A. Sabadus, N. Stefu, C. Dughir, M. Paulescu and V. Badescu, A current perspective on the accuracy of incoming solar energy forecasting. Progress in Energy and Combustion Science, 70, 119-144, 2019.
- [5] A. Masoom, Y. Kashyap and A. Bansal, Solar radiation assessment and forecasting using satellite data, Advances in Solar Energy Research. Advances in Solar Energy Research, Springer, London, pp. 45-71, 2019.
- [6] E. Akarslan, F. O. Hocaoğlu and R. Edizkan, A novel M-D (multi-dimensional) linear prediction filter approach for hourly solar radiation forecasting. Energy, 73, 978-986, 2014. https://doi.org/10.1016/j.energy. 2014.06.113.
- [7] S. Bhardwaj, V. Sharma, S. Srivastava, O. S. Sastry, B. Bandyopadhyay, S. S. Chandel and J. R. P. Gupta, Estimation of solar radiation using a combination of hidden Markov model and generalized fuzzy model. Solar Energy, 93, 43-54, 2013.
- [8] F. O. Hocaoğlu and F. Serttaş, A novel hybrid (Mycielski-Markov) model for hourly solar radiaiton forecasting. Renewable Energy, 108, 635-643, 2017. https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.08.058.
- [9] A. Sarı, M. Aktaş, A. Yönetken ve R. Doğan, Güneş ışınım tahmininde NARX modelinin uygulanması. Afyon Kocatepe Üniversitesi Uluslararası Mühendislik Teknolojileri ve Uygulamalı Bilimler Dergisi, 4, 1-6, 2021.
- [10] S. Ibrahim, I. Daut, Y. M. Irwan, M. Irwanto, N. Gomesh and Z. Farhana, Linear regression model in estimating solar radiation in Perlis. Energy Procedia, 18, 1402-1412, 2012. doi: 10.1016/j.egypro. 2012.05.156.
- [11] Ö. Kızıltan and M. Şahin, Calculation of solar radiation by using regression methods. International Physics

Conference at the Anatolian Peak (IPCAP 2016), sayfa 1-9, Erzurum, Türkiye, 2016.

- [12] O. Kärner, ARIMA representation for daily solar irradiance and surface aie temperature time series. Atmospheric and Solar-Terrestrial Physics, 71, 841-847, 2009. doi: 10.1016/j.jastp.2009.03.018.
- [13] J. Wu and C. K. Chan, Prediction of hourly solar radiation using a novel hybrid model of ARMA and TDNN. Solar Energy, 85, 808-817, 2011. doi: 10.1016/j.solener.2011.01.013.
- [14] M. B. Shams, S. Haji, A. Salman, H. Abdali and A. J. Alsaffar, Time series analysis of Bahrain's first hybrid renewable energy system. Energy, 103, 1-15, 2016. doi: 10.1016/j.energy.2016.02.136.
- [15] C. Paoli, C. Voyant, M. Muselli and M. L. Nivet, Forecasting of preprocessed daily solar radiation time series using neural networks. Solar Energy, 84, 2146-2160, 2013. https://doi.org/10.1016/j.solener .2010.08.011.
- [16] F. N. Melzi, T. Touati, A. Same and L. Oukhellou, Hourly solar irradiance forecasting based on machine learning models. 15th IEEE International Conference on Machine Learning and Applications (ICMLA 2016), sayfa 441-446, California, USA, 2016. doi: 10.1109 /ICMLA.2016.0078.
- [17] A. Shadab, S. Ahmad and S. Said, Spatial forecasting of solar radiation using ARIMA model. Remote Sensing Applications: Society and Environment, 20, 2020. https://doi.org/10.1016/j.rsase.2020.100427.
- [18] A. E. Hoerl and R. W. Kennard. Ridge regression biased estimation for nonorthogonal problems. Technometrics, 12, 55-67, 2000. https://doi.org/10.2307/1271436.
- [19] D. W. Marquardt and R. D. Snee. Ridge regression in practice. 29, 3-20, 1975. https://doi.org/10.2307/2683673
- [20] Solar Constant. https://www.britannica.com/science /solar-constant, Erişim 7 Şubat 2023.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 743-751 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi

Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences



Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Comparison of exponential and constant voltage based models of power LED driven by isolated CUK DC-DC converter

İzoleli DC-DC CUK konverter ile sürülen güç LED'inin üstel ve sabit gerilime dayalı modellerinin karşılaştırılması

Erdal Şehirli^{1,*} 匝

¹ Kastamonu University, Electric and Electronic Engineering Department, 37150, Kastamonu, Türkiye

Abstract

Design and application of LED driver with isolated CUK converter for 10W is realized in this paper especially for automotive purposes. The advantage of isolated CUK topology from conventional CUK topology is to have electrical isolation with supply and load and providing same polarity output. Besides, power LED models including constant voltage and exponential model are obtained and employed in simulation study. Furthermore, maximum current limitation of power LED is provided via dsPIC30f4011 microcontroller. Also, power switch is operated by 100 kHz switching frequency, and connection of the power LED driver to the source provided by LC with parallel damping filter, whose noise reduction shown by application as well. Thanks to the experimental set up and simulations, proving the desired results provided by the converter is shown by the measurement of LED currentvoltage, input voltage-current. Simulation results also verifies application. Moreover, it is shown that exponential power LED model provides more accurate results than constant voltage model.

Keywords: Automotive, DC-DC, Isolated CUK, Power LED, Model

1 Introduction

Illumination is very critical topic in electrical engineering. To provide illumination, recently power LEDs have been becoming so popular due to the having higher lighting efficiency than other sort of traditional devices such as high-intensity discharge (HID) and halogen bulbs employed especially in automotive purpose. On the other hand, power LEDs require energy in DC power form. To adjust brightness of the power LEDs, this DC power should be variable. The best way is to use a DC-DC converter for this purpose. Although there are a lot of converter topologies like boost, buck, buck-boost DC-DC etc., in automotive field it is desirable for converter having electrical isolation, and providing same polarity output voltage with higher or lower than input voltage. Therefore, isolated CUK converter is a good choice for power LED driver as a car headlighting in automotive application. Besides, isolated CUK converter can

Öz

Bu çalışma, özellikle otomotiv uygulamaları için, 10 W'a kadar izoleli CUK dönüştürücü kullanan LED sürücünün tasarımı ve uygulaması gerçekleştirilmiştir. İzoleli CUK dönüştürücünün geleneksel CUK dönüştürücüye göre avantajı yük ve kaynak arasındaki izolasyon ve aynı polaritedeki çıkış gerilimidir. Ek olarak, karşılaştırma için, güç LED'inin sabit gerilim ve eksponansiyel modelleri çıkarılmıştır ve benzetimde kullanılmıştır. İlaveten, maksimum güç LED'i akım sınırlaması dsPIC30f4011 denetleyicisi ile sağlanmıştır. Bununla birlikte, güç anahtarı 100 kHz anahtarlama frekansında çalıştırılmıştır ve dönüştürücünün kaynağa bağlantısı, paralel bastırmalı LC filtre ile gerçekleştirilmiştir ve filtrenin gürültü azaltımı uygulama sonuçları ile gösterilmiştir. Deneysel uygulama ve benzetimler ile dönüştürücün istenilen sonuçları sağladığı, ölçülen LED akım-gerilimi, giriş-akım gerilimi ile gösterilmiştir. Uygulama sonuçları da benzetim üzerinden doğrulanmıştır. Ayrıca, eksponansiyel güç LED'i modelinin, sabit gerilim modeline göre daha doğru sonuçlar verdiği gösterilmiştir

Anahtar kelimeler: Otomotiv, DC-DC, Izoleli CUK, Güç LED'i, Model

provide better current wave forms because of having inductors at output and input sides.

Some studies related with the topic for automotive lighting are listed as follows; [1] presents the comparison of the lighting methods in automotive by emphasizing advantage of power LEDs. [2] presents dual phase PWM LED driver, [3] proposes series resonant non isolated converter, [4] presents buck-boost converter in and [5] offers four switch buck-boost. For wide input variation [6] presents H bridge converter. Isolated CUK converter is presented in [7] with high frequency application without considering LED models and input current ripple reduction. [8] presents flyback converter. [9] realizes synchronous buck-boost ZVS converter by using GaN MOSFET. LED driver based on forward-Flyback is presented in [10]. Zeta-boost based converter is proposed in [11].

In addition, isolated CUK converter design, and analysis is first introduced in [12]. As a LED driver, isolated CUK converter for providing higher power factor, is given in [13]

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: esehirli@kastamonu.edu.tr (E. Şehirli) Geliş / Recieved: 24.01.2023 Kabul / Accepted: 30.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1241948

with simulation study and in [14] with application. Also, in [15] SiC MOSFET is used in isolated CUK LED driver for higher power factor application.

Recent studies have also investigated led lighting on automotive LED lighting applications, some of them is as follows. [16] presents buck-boost converter for matrix headlights. [17] proposes hybrid resonant converter for as a LED driver. [18] realizes adaptive control system considering thermal calibration, [19] designs robust PI controller. [20] investigates thermal degradation of solder interconnection of power LED, [21] examines thermal performance of power LED by experimentally. For high frequency application GaN switch is used in [22].

In this paper, LED driver application employing DC-DC isolated CUK converter as an electrical vehicle headlight up to 10W power is realized. Besides, models of power LED based on exponential and constant voltage are obtained, they are compared by simulations and application. Also, for power LED maximum current limitation, a current sensor is used with dsPIC30F4011 microcontroller. Thanks to the experimental set up and simulations, proving the desired results provided by the converter is shown by the measurement of LED current-voltage, input voltage-current. In addition, simulation results verify the application. Further, it can be concluded that exponential model of power LED gives more accurate results than constant voltage model by the comparisons. Moreover, ensuring continuous input current and reducing high frequency noises, LC with parallel damping input filter is used and its noise reduction shown by frequency spectrum analysis.

2 Modeling of power LED

Power LED characteristic of current-voltage is obtained by multimeter as shown in Fig.1 for the study as in [23].



Figure 1. Power LED current-voltage characteristic

By the characteristic in Fig.1, model of power LED can be expressed with the diode equation in Equation (1) as in [24].

$$I_D = I_s (e^{\frac{V_D}{nV_T}} - 1) \approx I_s e^{\frac{V_D}{nV_T}}$$
(1)

In (1), V_D is diode voltage, V_T is thermal voltage, I_s is reverse saturation current, n is constant. By using MATLAB curve fitting tool, Fig.1 and Equation (1), as shown in Fig.2,





Figure 2. Curve fitting of current-voltage characteristic

$$f(x) = ae^{bx} = 0.0002113e^{0.7145x}$$
(2)

By Equation (2), it can be determined that the I_s equals to 0.0002113A and $1/nV_T$ equals to 0.7145 (1/V). By using the results, power LED exponential model is drawn in Fig.3 as in [15]. Although, power LED exponential model for different power LED is obtained in [15], model comparison is not presented.



Figure 3. Power LED exponential model

In addition, by using average resistor value (r_{av}) as in normal diode in [23], power LED constant voltage model is derived in Fig.4. By using the power LED i-v characteristic in Fig.4, r_{av} can be calculated as 4.88 Ω and threshold voltage of power LED is determined as 7.6 V as in [23].



Figure 4. Power LED constant voltage model

3 Isolated CUK converter

Fig.5 depicts isolated CUK converter topology. The inductors used in the converter have coupled structure. Also, converter has three capacitors, switch, diode, and high frequency transformer as in [15].



Figure 5. Isolated CUK converter

High frequency transformer is the main difference of the converter regarding to traditional CUK converter. Besides, splitted intermediate capacitors are placed at secondary and primary sides. Isolated CUK converter operation principle can be explained regarding to switch positions. At the switch on interval, L_1 is charged, and by high frequency transformer, energy of C_1 is transferred to C_2 , also energy of L_2 is transferred to load via D. At the switch off interval, by input source and L_1 , C_1 is charged and energy of C_2 is transferred to load and L_2 . Isolated CUK converter equivalents are shown in Fig.6 regarding to switch positions as in [15].

By using Equation (3-7), isolated CUK converter components are selected as in [14].

$$L_1 = \frac{R_L (1-D)^2}{2Df_s n^2}$$
(3)

$$L_2 = \frac{R_L(1-D)}{2f_{\rm s}}$$
(4)

$$C_1 = \frac{V_{in} n^2 D^2}{(1 - D) \Delta V_{C1} f_s R_L}$$
(5)

$$C_2 = \frac{V_o D}{\Delta V_{C2} f_s R_L} \tag{6}$$

$$C_0 \ge \frac{V_o(1-D)}{8L_2 \Delta V_{C0} f_s^2}$$
(7)

Furthermore, DC-DC converters are generally operated by high frequency, and it needs to use an input filter to avoid high frequency noise and possible discontinuous input current. In this paper, isolated CUK converter is operated by 100kHz switching frequency, therefore an input LC filter is used. In Fig.7 the filter circuit is shown.

In Fig.7, L_f , C_f are filter capacitor, inductor. R_d , C_d are damping capacitor and resistor to provide damping of the filter. By using Equation (8-11), LC filter can be designed as in [23, 25].

$$L_f = \frac{1}{(2\pi 0.1 f_{sw})^2 C_f}$$
(8)

$$R_{in} \gg \frac{L_f}{C_f R_d} \tag{9}$$

$$C_f = nC_d \tag{10}$$

$$R_d = \frac{n_f + 1}{n_f} \frac{L_f}{2\zeta \sqrt{L_f C_f}} \tag{11}$$

Equation (12) presents the filter transfer function. By adding values used in the paper, the bode diagram of the filter is depicted in Fig.8, showing that the filter has 49.79 dB/decade attenuation. Also, peak magnitude is 33.1 dB at 833 rad/s cross over frequency.

$$T(s) = \frac{sR_{d}C_{d}+1}{s^{3}R_{d}C_{d}C_{f}L_{f}+s^{2}(R_{d}C_{f}L_{f}+R_{d}C_{d}L_{f})}$$
(12)
+sR_{d}C_{d}+1

4 Simulations and application

Firstly, simulation studies are realized in order to make a comparison of power LED models. Fig.9 gives the simulation circuit.

In the first simulation, as a load, power LED constant voltage model in Fig.4 is used. Fig.10-12 give simulation results. Fig.10 shows voltage of power LED, PWM, input voltage and input current. At the operating point, duty cycle is 0.47, power LED voltage is 11.7 V, and input current is 0.93A, input voltage is 12.8V. Fig.11 gives simulation results showing voltage of input, PWM, power LED voltage and current of power LED for constant voltage model. Power LED current is 0.84 A.



Figure 6. Switch on and off equivalents of the converter







Figure 8. Bode diagram of the filter



Figure 9. Simulation diagram of power LED driver with isolated CUK converter

Fig.12 gives simulation results showing voltage of power LED, PWM, input and L_1 current for constant voltage model. L_1 current has 2.24 A maximum value.



Figure 10. Voltage of LED, PWM, input voltage and current for constant voltage



Figure 11. Voltage of power, input voltage, power LED current, PWM for constant voltage model of power LED



Figure 12. Voltage of power LED, input, PWM, and L_1 for constant voltage model

The simulation is also realized for exponential model of power LED as a load. Besides, Fig.13-15 give simulation results. Fig.13 shows voltage of power LED, input voltage, PWM, and input current. In addition, voltage of power LED is measured as 11.61 V, input current is 0.94A for operating point having 0.47 duty cycle and input voltage is 12.8.



Figure 13. Voltage of power LED, input voltage, PWM, input current for exponential model

Fig.14 gives simulation results showing voltage of power LED, input voltage, PWM, and power LED current, for exponential model. Power LED current is 0.846 A.



Figure 14. Voltage of power LED, input voltage, PWM and power LED current for exponential model

Fig.15 gives simulation results showing voltage of power LED, input voltage, PWM, and L_1 current for exponential model. L_1 current has 2.25 A maximum value.

LED driver application with isolated CUK converter is carried out by using dsPIC30f4011 microcontroller, ACS712 current sensor, IRF540N MOSFET, MUR820 diode. Fig.16a shows application set up. By using TPP0201 voltage, A622 current probes and TPS2024B oscilloscope, measurements are conducted. Input voltage of the converter is chosen as 12.8 V and as a load 10 W COB power LED is used. Also, L_1 and L_2 inductors are wounded as coupled meaning in the same core.



Figure 15. Voltage of power LED, input, PWM, L_1 current for exponential model

Table 1. lists values of components in the application. Fig.17 gives LED driver with isolated CUK converter application circuit. Power LED maximum current (I_{LED}) limitation is provided by ACS712, and V_{ref} is used to adjust illumination level.

In Fig.18, PWM signal, voltage of power LED, input current-voltage is shown. PWM is set to 0.47, power LED voltage is 11.3-11.4 V. Input current is 0.969 A. Input voltage is 12.8 V.

Table 1. Passive components in the application

L_1	L_2	C_1	C_2	C_0	n
26μΗ	35.6µН	20µF	20µF	940µF	1
$L_{\rm f}$	C_{f}	C_{d}	R_{d}	\mathbf{f}_{sw}	
12.67µH	22µF	4.7µF	7.5Ω	100kHz	

PWM signal, voltage of LED, L_1 current, and input voltage are shown in Fig.19, respectively. L_1 current mean value is 0.922 A and it has 5 A ripple value.

PWM, voltage of LED, LED current, input voltage is presented in Fig.20. LED current mean value is 0.791 A.

 L_1 current frequency spectrum is shown in Fig.21. The current has higher peak magnitude 58 dB at switching frequency and 34 dB at 200 kHz, 33 dB at 300 kHz and 23 dB at 400 kHz.



(d)

(b)



(c)

Figure 16. a) Laboratory environment, b) the converter, c) PCB side view d) PCB bottom view



Figure 17. LED driver with isolated CUK converter application structure



Figure 18. PWM, voltage of LED, input current-voltage



Figure 19. PWM, voltage of LED, L₁ current, and input voltage

Input current frequency spectrum with input filter is shown in Fig.22. By the filter, the peak magnitudes are reduced to 29 dB at 100 kHz, 10 dB at 200 kHz, 10 dB at 300 kHz and 13 dB at 400 kHz.

It is seen by Fig.21-22., the noise on the input current is reduced by using LC with parallel damping.

Fig.23 gives comparison of power LED voltage versus duty cycle. Application, constant voltage model and exponential model results are compared.



Figure 20. PWM, voltage of LED, LED current, input voltage



Figure 21. L₁ current frequency spectrum without input filter



Figure 22. Input current frequency spectrum with input filter

Constant voltage model has linearly changing characteristic. However, exponential model gives better results at close to operation point and at lower values. Also,

voltage variation of the exponential model is parallel for other values with application.



Figure 23. Comparison of power LED voltages

Fig. 24 gives comparison of power LED current versus duty cycle. Application, constant voltage model and exponential model results are compared. By Fig. 24, exponential model gives closer results to the application than constant voltage model.



Figure 24. Comparison of power LED currents

Some relevant studies realized in the literature are compared in Table 2, regarding to switch number, isolation, power level, efficiency, operation frequency, output voltage. It can be concluded that presented study ensures moderate results with respect to the literature. Because the power level of the study is low, efficiency is obtained as 72% at applications and 82% at simulations. Besides, advantages of the topology used here are switch number and isolation capability. On the other hand, in the presented study, power LED models are compared which is not presented in literature.

	Switch Nb	Isolation	Power (W)	Eff. (%)	Freq.	Output Voltage (V)
[2]	4	No	7.2 Dim.	94.7	1MHz	6 Dim.
[3]	4	No	22.77	94.2	200 kHz	22.5
[5]	4	No	25	82	500 kHz	25.6
[7]	1	Yes	15	89.6	1.8 MHz	up to 30
[26]	1	No	36	90.9	1MHz	120
Pres.	1	Yes	10	Up to 82	100 kHz	12

Table 2. Comparison of the studies in literature

5 Conclusion

Having electrical isolation is the key advantage of isolated CUK converter for automotive purposes. In this paper, power LED driver application with isolated CUK converter for automotive purpose as an electrical vehicle headlight is realized. The application is conducted for up to 10W power, and the converter efficiency at 90% load is obtained as 72% by application and 82% by simulations. Furthermore, by using LC with damping input filter, ripple on the input current is reduced around 400mA. Also, LED current is obtained with small ripples. Besides, by using a current sensor, power LED maximum current is limited. In addition, constant voltage and exponential model of power LED are derived and compared by simulations and application. By comparisons, it can be concluded that exponential model of power LED ensures better results than constant voltage model for power LED voltage and power LED current. Also, simulation results verify the application result.

As a future work, the applied LED driver will be placed in an electrical vehicle and a current control algorithm will be added instead of limiting peak current.

Conflict of interest

The author declares no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): 7%

References

- J. J. Santaella, S. Rodriguez-Bolivar, L. Puga-Pedregosa, A. Gonzalez and F. M. Gomez-Campos, High-Luminance QD-LED device with digital and dynamic lighting functions for efficient automotive systems. IEEE Photonics Journal, 14 (2), 1917610, 2022. https://doi.org/10.1109/JPHOT.2022.3155650.
- [2] Y. Qu, W. Shu, J. S. Chang, A. Gonzalez-Rico, M. MarinGonzalez and F. M. Gomez-Campos, A Low-EMI, high-reliability PWM-based dual-phase LED driver for automotive lighting. IEEE Journal of Emerging and Selected Topics in Power Electronics, 6 (3), 1179-1189, 2018. https://doi.org/10.1109/ JESTP E.2018.2812902.
- [3] V. K. S. Veeramallu, S. Porpandiselvi and B. L. Narasimharaju, A nonisolated wide input series

resonant converter for automotive LED lighting system, IEEE Transactions on Power Electronics, 36 (5), 5686–5699, 2021. https://doi.org/10.1109/ TPEL .2020.3032159.

- [4] J. Yao, S. Wang, and Z. Luo, Modeling and reduction of radiated EMI in non-isolated power converters in automotive applications. IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition (APEC), page 385-392, New Orleans, US, 15-19 March 2020.
- [5] Y. Qin, S. Li and S. Y. Hiu, Topology-transition control for wide-input-voltage-range efficiency improvement and fast current regulation in automotive LED applications, IEEE Transactions on Industrial Electronics, 64 (7), 5883–5893, 2017. https://doi.org/ 10.1109/TIE.2017.2686304.
- [6] A. Sureshkumar, and R. Gunebalan, Design and implementation of single switch control DC-DC converter with wide input variation in automotive LED lighting, International Transactions Electrical Energy Systems, 31 (4), 1–22, 2020. https://doi.org/10.1002/2 050-7038.12776.
- [7] A. Sepahvand, M. Doshi, V. Yousefzadeh, J. Patterson, K. K. Afridi, and D. Maksimovich, Automotive LED driver based on high frequency zero voltage switching integrated magnetics CUK converter. IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE), page 1-8, Milwaukee, US, 18-22 September 2016.
- [8] M. A. Juaraez, J. M. Sosa, G. Vazquez, R. Santillan, and I. Villanueva, Reliability analysis of a flyback converter for automotive applications. 14th International Conference on Power Electronics (CIEP), page 83-88, Cholula, Mexico, 24-26 October 2018.
- [9] Q. Cheng and H. Lee, A high-frequency non-isolated ZVS synchronous buck-boost LED driver with fullyintegrated dynamic dead-time controlled gate drive. IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition (APEC), pp. 419-422, San Antonio, US, 04-08 March 2018.
- [10] J. W. Kim, J. P. Moon and G. W. Moon, Analysis and design of a single-switch forward-flyback two-channel led driver with resonant-blocking capacitor, IEEE Transactions on Power Electronics, 31 (3), 2314–2323, 2016. https://doi.org/10.1109/ TPEL.2015.2432458.

- [11] P. Giannelli, L. Capineri, G. Calabrese, G. Frattinni and M. Granato, A reduced output ripple step-up DC-DC converter for automotive LED lighting. 13th Conference on Ph.D. Research Microelectronics and Electronics (PRIME), pp 329-332, Giardini Naxos, Italy, 12-15 June 2017.
- [12] R. D. Middlebrook and S. CUK, Isolated and multiple output extensions of a new optimum topology switching dc to dc converter. IEEE Power Electronics Specialist Conference, pp 256-264, New York, US, 13-15 June 1978.
- [13] J. R. Nolasco, G. M. Soarez and H. A. C. Braga, High power factor converter for led drivers based on isolated CUK topology. Simposio Brasileiro de Sistemas Eletricos, pp. 1-6, Niteroi, Brazil, 12-16 May 2018.
- [14] S. Pal, B. Singh, A. Shrivastava, A. Chandra and K. Al-Haddad, Improved power quality opto-couplerless CUK converter for flickerless led lighting. IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE), pp. 3239-3246, Montreal, Canada, 20-24 Sept 2015.
- [15] E. Şehirli and Ö. Üstün, Design and implementation of high-power factor isolated ĆUK converter-based LED driver with SiC MOSFET. Electrical Engineering, 105, 465-476, 2023. https://doi.org/10.1007/s00202-022-01679-1.
- [16] J. Moon, J. Lee, K. Javed, J. Hong, and J. Roh, Concurrent current and voltage regulated buck–boost converter for automotive LED matrix headlights. IEEE Transactions on Power Electronics, 38 (5), 6015-6023, 2023. https://doi.org/ 10.1109/TPEL.2023.3243303.
- [17] N. Molavi, and H. Farzanehfard, Load-independent hybrid resonant converter for automotive LED driver Applications. IEEE Transactions on Power Electronics, 37 (7), 8199-8206, 2022. https://doi.org/ 10.1109/TPE L.2022.3144640.
- [18] J. Lee, S. S. Kwak, and Y. S. Kim, Temperature-aware adaptive control for automotive front-lighting system. IEEE Access, 10, 73269-73277, 2022. https://doi.org/ 10.1109/ACCESS.2022.3189176.

- [19] A. Sureshkumar, and R. Gunabalan, Design of robust guaranteed margin stability region PI controller for automotive LED lighting with parameter uncertainty. IEEE Access, 10, 15657-15670, 2022. https://doi.org/ 10.1109/ACCESS.2022.3146392.
- [20] M. Schmid, A. Zippelius, A. Han
 ß, S. Böckhorst, and G. Elger, Investigations on High-Power LEDs and Solder Interconnects in Automotive Application: Part I—Initial Characterization. IEEE Transactions on Device and Materials Reliability, 22 (2), 175-186, 2022. https://doi.org/ 10.1109/TDMR.2022.3152590.
- [21] I. L. Ngo, S. Bang, and B. J. Lee, Experimental study on thermal management of surface mount device–LED chips towards applicability in a headlamp of modern cars. Applied Thermal Engineering, 221, 119946, 2023. https://doi.org/ 10.1016/j.applthermaleng.2022.1 19846
- [22] Y. H. Choi, H. J. Choi, and J. J. Yun, Study on 2 MHz GaN-based light-emitting diode driver for automotive headlamps. Journal of Electrical Engineering & Technology, 18, 249-260, 2023. https://doi.org/10.100 7/s42835-022-01206-z.
- [23] E. Şehirli, Comparison of DC-DC Sepic, CUK and flyback converters based led drivers. Light&Engi neering, 28 (1), 99-107, 2020. https://doi.org/10.33383 /2018-70.
- [24] R. Boylestad, and L. Nastalsky, Electronic devices and circuit theory. Pearson, New Jersey, 2013.
- [25] M. Sclocchi, Input filter design for switching power supplies. Texas Instruments, Texas, US, SNVA538, 2011.
- [26] Y. Wang, S. Gao, and D. Xu, A 1-MHz-modified SEPIC with ZVS characteristic and low-voltage stress. IEEE Transactions on Industrial Electronics, 66 (5), 3422-3426, 2019. https://doi.org/ 10.1109/TIE.2018.2 851974.







Niğde Ömer Halisdemir Üniversity Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Lazer tabanlı sensörler kullanılarak rüzgâr hızı ve yönü ölçüm cihazı tasarımı

Design of wind speed and direction measurement device using laser-based

sensors

İbrahim Işıklı^{1,*} 🝺, Bayram Köse² D, Mehmet Sağbaş³ D

^{1,2,3}Bakırçay Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Menemen/İzmir, Türkiye

Öz

Rüzgâr hızı ve yönü ölçümlerinde çeşitli anemometreler ve yön belirleme cihazları kullanılmaktadır. Rüzgâr enerjisinden elektrik üretimi ve tahminleri için uygun maliyetli, hassas ölçüm aletlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışmada, lazer mesafe sensörleri, mikrodenetleyiciler ve bütünleşmiş elektronik devreler kullanarak bir anemometre tasarlanmıştır. Tasarım, ölçüm merkezinden sapan mesafeye göre rüzgâr hızı ve yönü ölçmektedir. Bu mesafe sayısal olarak hesaplanarak rüzgâr verileri elde edilmiştir. Mevcut tekniklerden farklı olarak tasarlanan bu yöntem, gerçek bir anemometre ile karşılaştırılmış ve hata analizi yapılmıştır. Hata analizi sonucu bağıl hata değeri 0.01685 olarak bulunmuştur. Bu çalışmada kullanılan yöntem, düşük maliyetli ve hassas bir anemometre tasarlama açısından önemli sonuçlar vermektedir.

Anahtar kelimeler: Rüzgâr enerjisi, Rüzgâr hızı ölçümü, Rüzgâr yönü Tespiti, Anemometre, LIDAR sensör, Optoelektronik, Optik mesafe ölçümü

1 Giriş

Rüzgâr enerjisi, yenilenebilir enerji kaynakları arasında temel bir enerji türüdür ve son on yılda %30 oranında büyüyerek önemli bir gelişme göstermiştir [1]. Rüzgâr enerjisinin üretim verimliliği; rüzgar hızı, hava yoğunluğu, hava basıncı, ortam sıcaklığı, rüzgar hızı dağılımı ve türbülans yoğunluğu gibi parametrelerden etkilenir [2]. Rüzgâr türbininden elde edilen güç, rüzgâr hızının küpü ile orantılıdır [3], bu nedenle rüzgâr çiftliklerinin kurulumunda rüzgârın hızı çok büyük önem taşımaktadır [4].

Rüzgâr çiftliği sahasının geliştirilme, işletme ve enerji analizi gibi pek çok aşamasında rüzgâr hızı ve yönünün ayrıntılı bilgisi gereklidir. Bu bilgiler genellikle anemometreler ve anemometrelere yardımcı ek ekipmanlar ile toplanır.

Anemometreler, İtalyan matematikçi Leone Battista Alberti tarafından geliştirildiği ilk günden beri rüzgâr hızını farklı şekillerde ölçmek için kullanılmaktadır [5]. Bu farklı tekniklerin kullanılması ile rüzgârdan elde edilen enerji verimliliğini artırmak, enerji maliyetlerini düşürmek ve

Abstract

Different types of anemometers and direction determining devices are used in measuring wind speed and direction. Especially, low-cost and accurate measuring devices are required for the production and estimates of electricity generated from wind energy. Therefore, a design for an anemometer has been carried out using appropriate lowcost laser distance sensors, microcontrollers, and integrated electronic circuit equipment. The resulting anemometer from the design works based on the distance from the measurement center that changes according to wind speed and direction. The wind speed and direction data are obtained by digitally calculating this distance. By following a different approach than the existing techniques in measuring wind speed and direction, the data obtained in this method was compared with a real anemometer and an error analysis was performed. The relative error value was found to be 0.01685 as a result of the error analysis.

Keywords: Wind energy, Wind speed measurement, Wind direction determination, Anemometer, LIDAR sensor, Optoelectronic, Optical distance measurement

rüzgâr hızını doğru bir şekilde belirlemek hedeflenmiştir. Bundan dolayı anemometreler, kurulacak yeni rüzgâr enerjisi santrallerinin potansiyelinin belirlenmesinde önemli bir role sahiptir [6].

Son yıllarda, rüzgâr türbinlerinin yaygınlaşması ve mikro üretim kapsamında akıllı şebekelere dâhil edilmesi anemometrelerin daha da önemli hale gelmesine neden olmuştur [7]. Bu nedenle, düşük maliyetli ve basit ölçüm sistemleri olan anemometrelere olan ihtiyaç da artmaktadır. Ayrıca, anemometrelerin geniş çapta benimsenmesi, küçük ölçekli rüzgâr türbinlerinin yaygınlaşmasını teşvik etmektedir [8].

Anemometreler rüzgâr hızını ölçmek için, farklı prensiplere göre mekanik [9], sıcak tel [10], ultrasonik [11], LIDAR (Light Detection and Ranging) [12] veya fiber optik [13] olarak üretilebilirler. Bu anemometrelerin yanı sıra, hava akışını algılamak üzere pitot tüpü ile ölçüm çalışmaları yapılmaktadır [14].

Farklı prensiplere göre çalışan bu anemometreler kendine has dezavantajlar içerir [15]. Mekanik anemometrelerin

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: isikli.ibrahim@outlook.com (İ. Işıklı) Geliş / Recieved: 03.04.2023 Kabul / Accepted: 29.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1276016

dezavantajı, elektriksel ortamlardan etkilenmeleridir [16-17]. Ultrasonik anemometreler, bir diğer adı ile SODAR (Sound Detection and Ranging) tabanlı anemometrelerde elektromanyetik parazitlenmelerden dolayı ölçüm hatalarına rastlanabilirken [18]; sıcak tel anemometrelerinde ise sınırlı kalibrasyon ve çalışma sıcaklığı aralığı nedeniyle kullanım alanları daralmaktadır [19].

Günümüzde artan enerji tüketimine bağlı olarak rüzgâr türbinlerinin boyutları büyüme eğilimindedir. Rüzgâr türbinlerinin büyümesiyle sektörde sık tercih edilen mekanik anemometrelerin kurulumu, maliyetli hale gelmiş ayrıca kurulumları da zorlaşmıştır [20]. Bu durum, rüzgâr çiftliklerinde uzaktan algılamalı anemometrelerin talep edilmesine yol açmıştır [21]. Uzaktan algılamalı anemometreler, LIDAR ve SODAR teknolojilerini kullanarak rüzgâr çiftliğinde planlanan yüzlerce metre yükseklikteki ölçümleri gerçekleştirebilir [22].

LIDAR ve SODAR teknolojileri, havadaki rüzgâr hızı ve yönünü ölçmek için kullanılan uzaktan algılamalı teknolojilerdir. LIDAR anemometreler, hava hareketlerini ölçmek için lazer ışınlarını kullanmaktadır. Bu ışınlar, havada bulunan aerosoller veya diğer partiküller tarafından yansıtılmakta ve anemometre tarafından alınmaktadır. Bu yansımanın frekansı ve yönü, hava hareketlerinin hızını ve yönünü belirlemektedir. Bu ölçümler, hava hareketlerinin 3 boyutlu bir şekilde ölçülmesine yardımcı olmaktadır [23].

SODAR anemometreler ise, hava hareketlerini ölçmek için ses dalgalarını kullanmaktadır. Bu cihazlar, ses dalgalarının yansımasını kullanarak hava hareketlerinin yönünü ve hızını ölçmektedir [24]. Ancak, SODAR anemometrelerin ölçümleri daha az hassas olabilmekte ve daha küçük bir ölçüm aralığına sahip olabilmektedir [24].

LIDAR anemometreler, SODAR anemometrelerden daha hassas ve daha doğru ölçümler yapabilmektedirler [25]. Bunun nedeni, LIDAR teknolojisinin daha yüksek çözünürlük sağlamasıdır. Ayrıca, LIDAR anemometreler, SODAR anemometrelerden daha uzun mesafelerde ölçüm yapabilmekte ve hava koşullarının etkisini azaltarak daha güvenilir ölçümler yapabilmektedir [25].

LIDAR ve SODAR teknolojilerinin avantajı, ölçüm direklerinin ve kepçe anemometrelerinin kullanımının zor veya imkânsız olduğu engebeli sahalarda bile yüksek hassasiyetli ölçümler yapabilmeleridir. Ayrıca, mekanik anemometreler gibi hareket eden parçalara sahip olmaması nedeniyle daha az bakım gerektirir ve daha uzun ömürlüdür [25].

LIDAR ve SODAR cihazları aynı anda bir alanın tümünde rüzgâr hızını ölçebilir, bu özellik rüzgâr çiftliklerinin tasarımı ve optimizasyonu sürecinde çok yararlı olabilir. Ancak, LIDAR ve SODAR teknolojilerinin dezavantajı maliyetlerinin yüksek olmasıdır [26].

Yapılan araştırmalarda uzaktan algılamalı anemometrelerin, piyasada yaygın olarak kullanılan kepçe anemometresinden daha doğru bir sonuç elde ettiği gözlemlenmiştir [24]. Lang ve McKeogh tarafından 2008 yılında gerçekleştirilen bir çalışmada, Doppler rüzgar LIDAR'ı kullanılarak 80 m yükseklikte rüzgar hızı ölçümleri yapılmış ve veriler kullanılarak regresyon analizi yapılmıştır [24]. Daha sonra bu araştırmada aynı yükseklikte kepçe anemometresi kullanılmış, elde edilen sonuçlarla iki ölçüm cihazı ve yönteminin regresyon analizleri Şekil 1'de görüldüğü üzere karşılaştırılmıştır.



Şekil 1. Kepçe anemometresi ve Doppler rüzgâr LIDAR'ı verilerinin karşılaştırılması

Yapılan bu çalışmada LIDAR yönteminin kepçe anemometresi ile iyi uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. LIDAR anemometrelerde oldukça yaygın olarak kullanılan Doppler prensibi, kepçe anemometresi ile uyumlu sonuç vermesine karşın oldukça maliyetli kurulum ve bakım hizmetine sahiptir. Bunun yanında LIDAR teknolojisi kullanarak farklı tekniklerle de rüzgâr hızını hesaplamak mümkündür.

Rüzgâr ölçümlerinde kullanılan LIDAR hızı anemometreler, Doppler etkisine dayanarak ışınım sırasında meydana gelen frekans kaymalarına göre veri elde edebilirler [27]. Bu şekilde çalışan LIDAR anemometrelere, Doppler rüzgâr LIDAR'ı denir. Bu LIDAR'lar, hava molekülleri ve tarafından aerosoller saçılan ışığın; lazer ile karşılaştıklarında meydana gelen Doppler frekans kaymasını saptayarak rüzgâr hızını ölçer [27]. Şekil 2'de bir Doppler rüzgâr LIDAR'ının ölçüm yöntemi gösterilmiştir.



Şekil 2. Doppler rüzgâr LIDAR'ı çalışma prensibi

Doppler rüzgâr LIDAR'ı, havada bulunan N_2 ve O_2 moleküllerinin veya havada asılı kalan aerosollerin hareketini; geri saçılan ışın demetlerinin, Doppler frekans

kayması değerinin bulunması ile ölçer. Doppler prensibine göre, bu frekans kayması, saçılım hattı yönündeki rüzgâr hızı ile doğrudan ilişkilidir [27]. Doppler rüzgâr LIDAR'ında kullanılan yöntem, yüksek hassasiyet ve gelişmiş alıcı duyarlılığına sahiptir ancak çalışabileceği aralık moleküler dönüşün zayıf olduğu kızılötesi bölgeyle limitlidir. Sonuç olarak kullanım alanı, gezegenimizin sınır tabakası kapsamında yüksek aerosol içeriğine sahip bölgelerle sınırlıdır [27].

Doppler rüzgâr LIDAR'ının frekans kaymasını ölçebilmek için kurulan düzenek Şekil 3'te en basit haliyle gösterilmiştir. Ana kaynak olarak kullanılan lazer, bir ışın gönderir. Gönderilen ışın, bir ışın ayırıcıya girerek iki ışın demeti elde edilir ve elde edilen bu iki ışın demeti, yakınsak mercek kullanılarak kesiştirilir [28]. Bu kesişim sonunda oluşan iki ışın demetinin ortak bölgesi 'saçak deseni' olarak adlandırılır. Şekil 4'te saçak deseni bölgesi gösterilmiştir.



Şekil 3. Doppler rüzgâr LIDAR'ı çalışma prensibi



Şekil 4. Kesişim bölgesi ve saçak deseni

Hava molekülleri ve aerosoller oluşan bu saçak deseni deseninin içinden geçer, bu geçiş esnasında saçak deseninde ışınıma maruz kalan bu parçacıklar Şekil 5'te görüldüğü üzere Doppler frekansına sahip bir Doppler patlama sinyali üretir. Üretilen bu sinyal alıcı lens yardımıyla fotodedektöre iletilir. Ana kaynaktan çıkan ışın demetinin frekansı belirlenerek elde edilen bu iki frekans verisinden Doppler frekansına ulaşılır [28].



Şekil 5. Doppler patlama sinyali

Şekil 6'daki kurulu düzenek sonucu elde edilen doppler frekansı (f_D) ve referans frekansı (f_B) arasındaki bağıntı; λ , lazer ışının bilinen dalga boyu; S, saçak aralığı; θ , kesişim açısı olmak üzere Denklem (1)'de verilmiştir [29].



$$f_D = f_B + \frac{u_n}{s} = \frac{2\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{\lambda}u_n \tag{1}$$

Denklem (1)'de Doppler frekans (f_D) formülü yer almaktadır. Doppler lazer anemometresinin, lazer kaynağı tarafından yayılan ışının dalga boyundaki frekansı f_B 'dir ve bu frekans Doppler lazer anemometresi sisteminde önceden belirlenen sabit değerdir. Hızı u olan bir akışın, lazer ışınına dik bir yönde hareket etmesiyle algılanan Doppler kayması u_n ile gösterilir. Denklem (1)'den yola çıkarak saçak deseni kalınlığı (d_f) , ışın yayılım açısı (s), lazer ışınının akışa olan açısı (θ) ve lazer ışınının dalga boyu (λ) bilindiği takdirde, Saçaklara dik olan hız bileşeni Denklem (2) ile bulunabilir [29].

$$V = d_f f_D = \frac{\lambda}{2\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)} f_D \tag{2}$$

2 Materyal ve metot

Günümüzde LIDAR tabanlı anemometreler kullanılarak ölçülen rüzgâr hızı, genelde tek yön prensibiyle çalışır ve yüksek aerosol içeriğine sahip bölgelerde kullanımı sınırlıdır. Ayrıca, mevcut kepçe anemometreler sadece rüzgâr hızını ölçebilir ve rüzgâr yönü için harici sensörlerle birlikte kullanılması gerekir, bu da maliyeti artırır. Bu nedenlerden dolayı, mevcut anemometrelerin bu dezavantajlarını ortadan kaldıracak yenilikçi bir tasarım üzerinde çalışılmıştır.

2.1 Anemometre tasarımı

LIDAR teknolojisinin mesafe ölçme metotları ile kurulan bu tasarım Şekil 7'de yer almaktadır. Şekil 7'de gösterilen sistemde, rüzgâr hızına göre değişen geometriye sahip bir silindirik çerçeve, merkezinde iki adet lazer mesafe sensörü ve bir mikrodenetleyici bulunur. Bu sistemde, rüzgâr hızını belirlemek için lazer mesafe sensörlerinin ölçtüğü mesafe ile silindirik çerçevenin geometrisi arasındaki ilişki kullanılır. Bu ölçümler kullanılarak yapılan matematiksel hesaplamalar sonucu rüzgâr hızı ve rüzgâr yönü verileri elde edilmiştir.

2.1 Teorik hesaplamalar

Rüzgâr hızıyla değişen silindir geometrisinin mevcut konumundan sapma miktarı, merkezine konumlandırılmış lazer mesafe sensörlerinin mikrodenetleyici yardımıyla uçuş süresini hesaplamasıyla bulunur. Silindirik çerçevenin rüzgâra bağlı değiştirdiği dört temel konumu içeren hesaplamalar yapılmıştır. Bu dört pozisyon; rüzgârın, anemometrenin bulunduğu konumuna göre kuzeybatı, kuzeydoğu, güneybatı ve güneydoğu yönlerinden estiği durumlarda yapılan geometrik modellemelerdir.

Aşağıda bulunan Şekil 8'de, rüzgârın kuzeydoğu yönünden estiği model bulunmaktadır. Şekil 8'de bulunan geometrik model, incelendiğinde silindirik çerçeveye ait uzunluklar ve açı değişkenleri, Şekil 9, 10 ve 11'de bulunan diğer geometrik modellemeler için de aynı şekilde tanımlanmıştır.



Şekil 7. Cihazın 3 boyutlu tasarımı



Şekil 8. Durum 1

Şekil 8'de bulunan KUZEY ve DOĞU değişkenleri, silindir çerçevenin merkezinde bulunan optik mesafe sensörlerinin anlık olarak ölçtüğü mesafelerdir. KUZEY ve DOĞU değişkenleri rüzgâr hızına bağlı olarak sürekli değişir ve bu durumda rüzgâr hızının hesaplanabilmesi için diğer bir değişken olan KİRİŞ mesafesine ihtiyaç duyulmaktadır. Denklem (3)'de KUZEY, DOĞU ve KİRİŞ üçgenine Pisagor Teoremi uygulanarak KİRİŞ mesafesi hesaplanmıştır.

$$KIRIŞ = \sqrt{DO\breve{G}U^2 + KUZEY^2}$$
(3)

Silindir merkezinin rüzgâr hızına bağlı sapma miktarını hesaplanabilmesi için dY ve dX değişkenlerine ihtiyaç duyulmaktadır. dY ve dX mesafeleri için de geometrik modellemelerde bulunan Ω^0 , Φ^0 , Σ^0 , Δ^0 ve θ^0 açılarının hesaplanması gerekmektedir. Şekil 8'de gösterilen bu açılar Denklem (4), (5), (6) ve (7) aracılığıyla bulunur.

$$\Omega^{0} = \arccos\left(\frac{KiRi\$}{2R}\right) \tag{4}$$

$$\Sigma^{0} = \arccos\left(\frac{KUZEY}{KIRIŞ}\right) \tag{5}$$

$$\Delta^0 = 90^0 - \Sigma^0 \tag{6}$$

$$\phi^0 = \Omega^0 - \Sigma^0 \tag{7}$$

$$\theta^0 = \Delta^0 - \Omega^0 \tag{8}$$

Açılar elde edildikten sonra dY ve dX mesafeleri Denklem (9) ve (10) kullanılarak bulunur. Şekil 8'de bulunan YOL değişkeni silindir merkezinin rüzgâr hızına bağlı olarak yer değiştirdiği mesafedir. Şekil 8'deki dY, dXve YOL üçgenine Denklem (11)'deki Pisagor Teoremi uygulanarak YOL mesafesi bulunur.

$$dY = KUZEY - R\cos\phi \tag{9}$$

$$dX = R\cos\theta - DO\breve{G}U \tag{10}$$

$$YOL = \sqrt{dY^2 + dX^2} \tag{11}$$

Rüzgâr hızı, elde edilen *YOL* mesafesinin ölçek faktörü ile çarpılmasıyla bulunur. Bu, Denklem (12)'de gösterilmiştir.

Rüzgar Hızı
$$\left(\frac{m}{sn}\right) = YOL * Ölçek Faktörü$$
 (12)

Denklem (12)'deki ölçek faktörü, elde edilen YOL değişkeninin ölçeklenerek rüzgâr hızına çevrilmesini sağlayan bir katsayıdır. Bu katsayı, gerçek bir anemometre ile tasarımda oluşturulan anemometrenin ölçümleri karşılaştırarak elde edilir. Bu çalışmada karşılaştırma için GM186 anemometresi kullanılmıştır.

GM186 anemometresinden elde edilen rüzgâr hızı değerlerine göre ölçek faktörü kalibre edilmiştir.

Şekil 8'deki rüzgârın kuzeydoğu yönünden estiği modelde yapılan hesaplamalar, Denklem (3) ve (12) arası denklemlerdeki açıklamalar, Şekil 9, 10 ve 11'deki diğer durumlar için de eşdeğerdir.



Şekil 9. Durum 2

Şekil 9'da rüzgârın kuzeybatı yönünden estiği model bulunmaktadır Şekil 9'daki durum için rüzgâr hızı hesaplamaları Denklem (3) ve (12) arası denklemlerde verilmiştir.



Şekil 10. Durum 3

Şekil 10'da rüzgârın güneybatı yönünden estiği model bulunmaktadır. Bu durum için rüzgâr hızı hesaplamaları Denklem (3) ve (12) arası denklemlerde verilmiştir.

Şekil 11'de ise rüzgârın güneydoğu yönünden estiği model bulunmaktadır. Bu durum için rüzgâr hızı hesaplamaları Denklem (3) ve (12) arası denklemlerde verilmiştir.



Şekil 11. Durum 4

Dört durum için genel bir denklem oluşturulur:

$$dY = |KUZEY - R \cos\varphi| \tag{13}$$

$$dX = \left| DO\breve{G}U - R \, Cos\theta \right| \tag{14}$$

Denklem (13) ve Denklem (14) yeniden düzenlenirse:

$$KUZEY - R \cos\varphi - dY = 0 \tag{15}$$

$$DO\breve{G}U - R \cos\theta - dX = 0 \tag{16}$$

Denklem (15) ve (16) elde edilir, eğer denklemlerde sıfır sonucuna ulaşılmazsa dY ve dX'in işareti negatiftir. Bu denklemlerden dX ve dY'nin işareti belirlenebilir. Rüzgâr hızı ise Denklem (17)'den bulunabilir.

$$R \ddot{u}zgar H \iota z \iota = \sqrt{dX^2 + dY^2} * \ddot{O} l c k Fakt \ddot{O} r \ddot{u}$$
(17)



Şekil 12. Yönler

Şekil 12'de rüzgâr yönlerine karşılık gelen kadranlar gösterilmiştir. Kadran 0 rüzgârın kuzeydoğu yönünden estiğini belirtmektedir ve Şekil 8'deki modelle ilişkilidir. Şekil 8'deki modelde anlık rüzgâr yönü verilerinin derece cinsinden hesaplanması için Denklem (18) uygulanmıştır.

Kadran 0 için yön
$$\rightarrow 270 - \left| \arctan \frac{dY}{dX} \right|$$
 (18)

Kadran 1, rüzgârın kuzeybatı yönünden estiğini belirtmektedir ve Şekil 9'daki modelle ilişkilidir. Şekil 9'daki modelde anlık rüzgâr yönü verilerinin derece cinsinden hesaplanması için Denklem (19) uygulanmıştır.

Kadran 1 için yön
$$\rightarrow 90 + \left| \arctan \frac{dY}{dX} \right|$$
 (19)

Kadran 2, rüzgârın güneybatı yönünden estiğini gösterir ve bu durum Şekil 10'da gösterilmiştir. Şekil 10'daki modele göre anlık rüzgâr yönü verileri derece cinsinden Denklem (20) yardımıyla hesaplanır.

Kadran 2 için yön
$$\rightarrow 90 - \left| \arctan \frac{dY}{dX} \right|$$
 (20)

Kadran 3 ise rüzgarın güneydoğu yönünden estiğini belirtmektedir ve Şekil 11'deki modelle ilişkilidir. Şekil 11'deki modelde anlık rüzgar yönü verilerinin derece cinsinden hesaplanması için Denklem (21) uygulanmıştır.

Kadran 3 için yön
$$\rightarrow 270 + \left| \arctan \frac{dY}{dX} \right|$$
 (21)

Denklemlerde bahsi geçen *DOĞU*, *KUZEY* ve *KİRİŞ* isimli mesafe ölçümlerinin, gerçekleştirilen cihaz üzerindeki karşılıkları Şekil 13'de gösterilmiştir.



Şekil 13. Teorik mesafelerin anemometre üzerinde gösterilmesi

2.2 Devre ve akış şeması

Gerçekleştirilen anemometre tasarımının devre şemaları Şekil 14 ve 15'te verilmiştir.



Şekil 14. Arduino Nano ile geliştirilen anemometrenin devre şeması



Şekil 15. STM32 Nucleo ile geliştirilen anemometrenin devre şeması

LIDAR teknolojisinin mesafe ölçme yöntemiyle çalışan VL6180X Time of Flight sensörler, rüzgâr hızı ve yönüne bağlı değişken mesafeyi ölçmektedir. Şekil 14'te görüldüğü üzere sensörlerden alınan verileri işlemek Arduino Nano geliştirme kartında bulunan ATmega328 mikrodenetleyicisi kullanılmıştır. Alınan verilerin saklanması ve iletilmesi için SD kart ve Bluetooth modülleri kullanılmıştır. Ayrıca verilerin bilgisayarda kullanıcı tarafından görünebilmesi için arayüz tasarımı gerçekleştirilmiştir. Daha yüksek işlem gücü ve hafızaya sahip olmasından dolayı ikinci bir prototip olarak STM32F103RB mikrodenetleyicisine sahip STM32 Nucleo geliştirme kartı kullanılmıştır. Şekil 15' te bu kart ile LCD ekran, USB-TTL dönüştürücü ve VL6180X Time of Flight sensörler kullanılmıştır. Bu iki prototip arasındaki temel fark, Nucleo ile gerçekleştirilen anemometrenin anlık olarak daha fazla veriyi işleyebilmesidir. Oluşturulan devre ve bu bağlamda gerçekleştirilen haberleşme detaylarına Şekil 16 ve 17'den ulaşılabilir.



Şekil 16. Arduino Nano ile kurulan anemometrenin haberleşme akışı



Şekil 17. STM32 Nucleo ile kurulan anemometrenin haberleşme akışı

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Deneysel sonuçlar

Şekil 18'de gerçekleştirilen anemometre yer almaktadır. Rüzgâr hızı kalibrasyonu düzeneği ile eş değer olarak gerçekleştirilen lazer tabanlı anemometre ile GM186 anemometresine eşit uzaklıkta vantilatör konumlanmıştır. Anemometreler ile vantilatör arasındaki mesafe yaklaşık olarak 50 cm'dir.



Şekil 18. Gerçekleştirilen anemometre

İki anemometrenin anlık rüzgâr hızı verilerini karşılaştırmak için ise Şekil 19'da görüldüğü üzere bluetooth yardımıyla alınan veriler GM186 anemometresinin hemen yanına hizalanmıştır.

Tablo 2. Ölçüm sonuçları



Şekil 19. Ölçüm düzeneği

Deneysel anemometreden elde edilen ölçüm sonuçları Tablo 2'de ve buna ait özet istatistik bilgiler Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Ölçümlerin tanımlayıcı istatistikleri

Deneysel Anemometre					
Ortalama	2.6545	Basıklık	-0.733795065		
Standart Hata	0.01192901	Çarpıklık	-0.04830122		
Ortanca	2.66	Aralık	0.28		
Kip	2.66	En Büyük	2.51		
Standart Sapma	0.075445684	En Küçük	2.79		
Örnek Varyans	0.005692051	Toplam	106.18		

Veri	Deneysel Anemometre (m/s)	GM186 Anemometre (m/s)	Veri	Deneysel Anemometre (m/s)	GM186 Anemometre (m/s)
1	2.51	2.7	21	2.77	2.7
2	2.52	2.7	22	2.69	2.7
3	2.55	2.7	23	2.71	2.7
4	2.58	2.7	24	2.73	2.7
5	2.62	2.7	25	2.69	2.7
6	2.64	2.7	26	2.66	2.7
7	2.66	2.7	27	2.62	2.7
8	2.61	2.7	28	2.64	2.7
9	2.58	2.7	29	2.67	2.7
10	2.53	2.7	30	2.65	2.7
11	2.58	2.7	31	2.66	2.7
12	2.54	2.7	32	2.68	2.7
13	2.61	2.7	33	2.64	2.7
14	2.67	2.7	34	2.71	2.7
15	2.77	2.7	35	2.72	2.7
16	2.79	2.7	36	2.73	2.7
17	2.79	2.7	37	2.66	2.7
18	2.73	2.7	38	2.61	2.7
19	2.73	2.7	39	2.59	2.7
20	2.75	2.7	40	2.59	2.7

3.2 Hata analizi

GM186 anemometresi, hava hızını lazer tabanlı anemometrelerden daha yavaş ölçmektedir. Bu nedenle, Şekil 18'de gösterilen GM186 anemometresinin ölçtüğü 2.7 m/s hava hızı değeri ortalama değer olarak kabul edilerek gerçek değer olarak alınmıştır. Bu gerçek değer 2.7 m/s iken, ölçülen değer 2.6545 m/s olarak hesaplanmıştır. Tablo 3'te bulunan hata analizlerinde bu değerler kullanılmıştır.

Tablo 3. Hata analizleri

Bağıl Hata	Mutlak Hata
0.01685185185	0.0455

Analiz ve hata değerlendirmeleri göz önüne alındığında geliştirilen anemometrenin teknik özellikleri Tablo 4'te verilmiştir.

Tablo 4. Teknik özellikler

Lazer Tabanlı Rüzgâr Hızı ve Yönü Ölçen Cihaz					
	Yükseklik	60 cm			
	Ağırlık	108.2 gr			
111	Çerceve Yarıçapı				
6	Besleme Voltajı	7-12 V			
	Test Aralığı	0-7.5 m/s			
	Min Rüzgâr Hızı	0 m/s			
	Max Rüzgâr Hızı	20 m/s			
	Rüzgâr Hızı Doğruluğu	± 0.016			
	Rüzgâr Yönü Doğruluğu	$\pm 3^{\circ}$			

4 Sonuçlar

Bu çalışmada, piyasadaki anemometrelerden farklı olarak, lazer tabanlı mesafe sensörleri kullanılarak üretilen bir anemometre tasarımı gerçekleştirilmiştir. Bu anemometrenin hata analizi yapıldığında, bağıl hata sonucu 0,01685 olarak bulunmuştur. Bu sonuç, anemometrenin gerçek değere olan uyumunu gösterir ve ayrıca, ölçümlerde kullanılan standart tolerans aralıkları içinde yer almaktadır. Bu nedenle, anemometrenin doğruluk derecesi kabul edilebilir düzeydedir.

Bu anemometre tasarımı, piyasadaki anemometrelere göre çok daha uygun maliyetli olmasının yanında kabul edilebilir doğruluk derecesine de sahip olmuştur. Bu nedenle, özellikle farklı amaçlar için anemometre kullanan müşterilere önerilebilir. Ölçümlerde doğruluk derecesi önemlidir ve bu nedenle anemometre tasarımı seçiminde maliyetin yanı sıra doğruluk derecesi de dikkate alınmalıdır. Bu çalışma, lazer tabanlı mesafe sensörlerinin anemometre tasarımında uygun bir seçenek olduğunu göstermiştir.

Gerçekleştirilen anemometrede, ölçüm doğruluğunu arttırmak için aşağıdaki iyileştirmeler dikkate alınabilir:

i. Sensörlerin doğruluk derecesini artırmak: Anemometre tasarımında kullanılan lazer tabanlı mesafe

sensörlerinin doğruluk derecesini artırmak, ölçüm doğruluğunu da artırabilir. Bu iyileştirme, sensörlerin kalibrasyonu veya daha hassas sensörlerin kullanılması gibi yöntemlerle gerçekleştirilebilir.

- ii. Ölçümlerin daha sık yapılması: Ölçümlerin daha sık yapılması, ölçümlerin daha doğru bir ortalama değer elde edilmesine yardımcı olabilir. Bu iyileştirme, anemometrenin ölçümleri daha sık yapabilen bir tasarıma sahip olmasıyla gerçekleştirilebilir.
- iii. Ölçümlerin ortam koşullarına göre düzenlenmesi: Ölçümlerin ortam koşullarına göre düzenlenmesi, ölçümlerin doğruluğunu artırabilir. Örneğin, sıcaklık ve nem gibi ortam koşullarının ölçümleri etkileyebileceği düşünülürse, anemometre tasarımında bu koşulların dikkate alınması ölçümlerin doğruluğunu artırabilir. Örneğin, sıcaklık ve nem sensörleri ekleyerek, ölçümler sırasında ortam koşullarının değişimlerini takip edebilir ve bu değişimlerin ölçümler üzerindeki etkisini azaltabilir.
- iv. Silindirik çerçevenin bağlı olduğu yay platformun iyileştirilmesi: Rüzgâr hızı ve yönü verileri, silindirik çerçevenin rüzgâr hızına bağlı olarak değiştirdiği konuma bağlıdır. Bu değişken konum, yay platform ile sağlanır. Bu tasarımda kullanılacak yayın çeşidi ve esnekliği ölçüm kalitesini etkiler. Daha doğru ölçümlere ulaşmak için yay platform değiştirebilir veya bu platforma alternatif bir tasarım oluşturulabilir.
- Yazılımsal iyileştirmeler: Elde edilen veriler bir dizi içinde toplanır ve bu dizinin ortalaması alınır. Dizi uzunluğunu arttırarak ölçüm sonuçlarında iyileşme sağlanabilir fakat bu noktada mikroişlemcinin hafizası yetersiz kalabilir.
- vi. Silindirik çerçevenin değiştirilmesi: Bu ölçümlerde kullanılan silindirik çerçevenin çapı, ağırlığı ve kalınlığı ölçüm sonuçlarını etkilemektedir. Kullanılacak ölçüm aralığına göre bu çerçeve değiştirilebilir.

Bu iyileştirmeler, anemometre tasarımının ölçüm doğruluğunu artırmayı hedefler. Bu iyileştirmelerin gerçekleştirilmesi, anemometrenin ölçüm doğruluğunu artırmakla birlikte, anemometrenin maliyetini de artırabilir. Bu nedenle, iyileştirme seçeneklerinin maliyeti ve beklenen doğruluk artışı dikkate alınarak en uygun seçeneklerin seçilmesi önerilebilir.

Ayrıca, anemometrenin kullanım alanına göre ihtiyaç duyulabilecek ölçüm doğruluğu da dikkate alınmalıdır. Örneğin, hava akım hızının hassas bir şekilde ölçülmesi gereken bir uygulamada, anemometrenin daha yüksek doğruluk derecesine sahip olması gerekebilir. Bu durumda, maliyetleri daha yüksek olsa dahi, daha hassas sensörlerin kullanılması veya daha sık ölçüm yapılması gibi iyileştirmeler yapılabilir.

Sonuç olarak, anemometre tasarımında ölçüm doğruluğunu artırmak için farklı iyileştirme seçenekleri mevcuttur. Bu seçeneklerin seçimi, anemometrenin kullanım amacı ve maliyeti gibi faktörler dikkate alınarak yapılmalıdır.

Teşekkür

Bu projeyi 2209-A programı kapsamında destekleyen TUBİTAK kurumuna teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %10

Kaynaklar

- [1] D.Y. Leung, Y. Yang, "Wind energy development and its environmental impact: a review," Renewable and Sustainable Energy Reviews, 16(1), 1031–1039, 2012. https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.09.024
- [2] C. Emeksiz, T. Cetin, "In case study: Investigation of tower shadow disturbance and wind shear variations effects on energy production, wind speed and power characteristics," Sustainable Energy Technologies and Assessments, 35, 148–159, 2019. https://doi.org/10.101 6/j.seta.2019.07.004
- [3] J. Li, X. Yu, "Model and procedures for reliable near term wind energy production forecast," Wind Engineering, 39(6), 595–607, 2015. https://doi.org/10.1260/0309-524X.39.6.595
- P. Tavner, C. Edwards, A. Brinkman, F. Spinato, "Influence of wind speed on wind turbine reliability," Wind Engineering, 30(1), 55–72, 2006. https://doi.org /10.1260/030952406777641441
- [5] M.Z. Jacobson, "Fundamentals of Atmospheric Modeling," Cambridge University Press, 2005.
- [6] S. Rehman, M.A. Mohandes, L.M. Alhems, "Wind speed and power characteristics using LiDAR anemometer-based measurements," Sustainable Energy Technologies and Assessments, 27, 46–62, 2018. https://doi.org/10.1016/j.seta.2018.03.009
- [7] M.A. Mohamed, A.M. Eltamaly, A.I. Alolah, "PSObased smart grid application for sizing and optimization of hybrid renewable energy systems," PLoS One, 11(8),e0159702,2016. https://doi.org/10.1371/journal. pone.0159702
- [8] T.A. Burdett, K.W. Van Treuren, "Small-Scale Wind Turbines Optimized for Class 2 Wind: A Wind Siting Survey and Annual Energy Production Analysis," in Turbo Expo: Power for Land, Sea, and Air, 45660, American Society of Mechanical Engineers, 2014. https://doi.org/10.1115/GT2014-26243
- [9] J.S. Gutarra, J.A. Gastelo-Roque, J. Sulluchuco, "A cup anemometer using 3D additive manufacturing," in 2020 IEEE XXVII International Conference on Electronics, Electrical Engineering and Computing (INTERCON), 1–4,IEEE,2020. https://doi.org/10.1109/INTERCON5 0315.2020.922 0193
- [10] F. Daniel, J. Peyrefitte, A.D. Radadia, "Towards a completely 3D printed hot wire anemometer," Sensors and Actuators A: Physical, 309, 111963, 2020. https:// doi.org/10.1016/j.sna.2020.111963
- [11] M.P. del Valle, J.A. Castelan, Y. Matsumoto, R.C. Mateos, "Low-cost ultrasonic anemometer," in 2007 4th International Conference on Electrical and

Electronics Engineering, 213–216, IEEE, 2007. https:// doi.org/10.1109/ICEEE.2007.4345008

- [12] R.M. Hardesty, J.M. Intrieri, "Doppler lidar measurements of wind and turbulence in the marine boundary layer," in Conference Proceedings Second Topical Symposium on Combined Optical-Microwave Earth and Atmosphere Sensing, 148–150, IEEE, 1995. https://doi.org/10.1109/COMEAS.1995.472381
- [13] C.Y. Huang, P.W. Chan, H.Y. Chang, W.F. Liu, "A fiber Bragg grating-based anemometer," Sensors, 18(7), 2213, 2018. https://doi.org/10.3390/s18072213
- [14] C. Cui, W. Cai, H. Chen, "Airflow measurements using averaging Pitot tube under restricted conditions," Building and Environment, 139, 17–26, 2018. https:// doi.org/10.1016/j.buildenv.2018.05.014
- [15] M. Güçyetmez, S. Keser, Ş.E. Hayber, "Wind speed measurement with a low-cost polymer optical fiber anemometer based on Fresnel reflection," Sensors and Actuators A: Physical, 339, 113509, 2022. https:// doi.org/10.1016/j.sna.2022.113509
- [16] M. Ogueta-Gutiérrez, S. Pindado, "Performance analysis of present cup anemometers," Journal of Energy Systems, 3(4), 129–138. https://doi.org/10.30 521/jes.614212
- [17] A. Ramos-Cenzano, M. Ogueta-Gutiérrez, S. Pindado, "Cup anemometer measurement errors due to problems in the output signal generator system," Flow Measurement and Instrumentation, 69, 101621, 2019. https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2019.101621
- [18] M. Parrilla, J.J. Anaya, C. Fritsch, "Digital signal processing techniques for high accuracy ultrasonic range measurements," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, 40(4), 759–763, 1991. https://doi.org/10.1109/19.85348
- [19] S.F. Benjamin, C.A. Roberts, "Measuring flow velocity at elevated temperature with a hot wire anemometer calibrated in cold flow," International Journal of Heat and Mass Transfer, 45(4), 703–706, 2002. https:// doi.org/10.1016/S0017-9310(01)00194-6
- [20] U. Karakaya, "Rüzgar hız ve yön algılayıcılarının tasarım ve geliştirilmesi" (Rüzgâr's thesis, Enerji Enstitüsü).
- [21] L. Zhang, Q. Yang, "A method for yaw error alignment of wind turbine based on LiDAR," IEEE Access, 8, 25052–25059, 2020. https://doi.org/10.1109/ACCESS. 2020.2969477
- [22] M. Lang, E.J. McKeogh, "Anemometry: A review of current practice," Progress in Energy and Combustion Science, 37(2), 215–237, 2011.
- [23] D. Vickers, E. Hilder, "LIDAR anemometry for wind turbine wake measurements," Measurement Science and Technology, 24(8), 084007, 2013.
- [24] M. Lang, E.J. McKeogh, "Anemometry: A review of current practice," Progress in Energy and Combustion Science, 37(2), 215–237, 2011.
- [25] G. Schwemmer, R.J. Barthelmie, "LIDAR and SODAR Comparison for Wind Speed Measurement in the Atmospheric Boundary Layer," Journal of

Atmospheric and Oceanic Technology, 30(3), 463-474, 2013.

- [26] J. Li, X.B. Yu, "LiDAR technology for wind energy potential assessment: Demonstration and validation at a site around Lake Erie," Energy Conversion and Management, 144, 252–261, 2017. https://doi.org/10 .1016/j.enconman.2017.04.061
- [27] H.-E. Albrecht, "Laser Doppler and phase Doppler measurement techniques," Springer, 2003. https:// doi.org/10.1016/S0011-2275(03)00094-8
- [28] F. Durst, A. Melling, J. Whitelaw, "Principles and Practices of Laser Doppler Anemometry," Academic Press, 1981. https://doi.org/10.1007/BF02325705
- [29] Z. Zhang, "LDA Application Methods: Laser Doppler Anemometry for Fluid Dynamics, Experimental Fluid Mechanics," Springer, 2010.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 762-769



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Robotic based mask detection to prevent epidemic diseases transmitted through droplets using pre-trained deep learning models

Önceden eğitilmiş derin öğrenme modelleri kullanılarak damlacık yoluyla bulaşan salgın hastalıkları önlemek için robotik tabanlı maske tespiti

Ali Ünlütürk^{1,*} 🝺

¹ Erzurum Technical University, Electric-Electronic Engineering, 25100, Erzurum Türkiye

Abstract

The Coronavirus disease, which emerged in Wuhan, China in December 2019 and spread rapidly all over the world, infected healthy people by being transmitted by small droplets. Medical experts have stated that the most effective fight against the Coronavirus disease is the need for people in contact to wear masks. Despite this, some people violated the obligation to wear masks. In this study, mask detection performances of pre-trained Convolutional Neural Network (CNN) models such as NasNetMobile. MobileNetV3Small. ResNet50. DenseNet121 and EfficientNetV2B0, which were previously trained, were evaluated in order to automatically detect people who violate the mask wearing obligation. At the end of this evaluation, DenseNet121 architechture has become the most successful model. This model has been tested with the image obtained from the camera on a robotic system with six Degrees of Freedom (6-DOF). The human face images taken from the camera were processed using the Jetson Xavier NX development board. As a result, this study will help the officers who carry out mask inspections in public areas and will significantly reduce the spread of new outbreaks similar to the Coronavirus.

Keywords: Mask detection, Epidemic diseases, Convolutional neural network, Transfer learning, Robotic

1 Introduction

On December 31, 2019, they reported to the World Health Organization's (WHO) office in China of an unknown case of the disease detected in Wuhan City, Hubei Province, China. Later, Chinese officials reported that they detected a new type of Coronavirus by isolating this unknown disease on January 7, 2020 [1]. The scientific world has named this virus as COVID-19 (SARS-CoV-2) [2]. COVID-19 can easily be transmitted from person to person via droplets spreading to the environment due to cough and sneezing. In addition, some studies show that the COVID-19 virus tends to be transmitted by droplets or air, even three hours after aerosolization [3]. At the same time, many people with this disease usually have some symptoms such as fever and shortness of breath. However, some patients do not show any symptoms. Therefore, this virus has turned into a serious epidemic that killed many people around the world and

Öz

Aralık 2019'da Çin'in Wuhan şehrinde ortaya çıkan ve tüm dünyada hızla yayılan Koronavirüs hastalığı küçük damlacıklar ile bulaşarak sağlıklı insanları enfekte etmiştir. Tıp uzmanları Koronavirüs hastalığına karşı en etkili mücadelenin temas halindeki kişilerin maske takması gerekliliğini belirtmişlerdir. Buna rağmen bazı kişiler maske takma zorunluluğunu ihlal etmişlerdir. Bu çalışmada maske takma zorunluluğunu ihlal eden kişilerin otomatik olarak tespit edilebilmesi icin önceden eğitilmis olan MobileNetV3Small, NasNetMobile. ResNet50. DenseNet121 ve EfficientNetV2B0 gibi Evrişimli Sinir Ağı (CNN) modellerinin maske tanıma performansları değerlendirilmiştir. Bu değerlendirme sonucunda en başarılı model DenseNet121 mimarisi olmuştur. Bu model altı Serbestlik Derecesine (6-DOF) sahip robotik bir sisteminin üzerinde yer alan kameradan elde edilen görüntü ile test edilmiştir. Kameradan alınan insana ait yüz görüntüleri Jetson Xavier NX geliştirme kartı kullanılarak işlenmiştir. Sonuç olarak, bu çalışma toplu alanlarda maske denetimi gerçekleştiren görevlilere yardımcı olacak ve Koronavirüs benzeri çıkabilecek yeni salgınların yayılımı önemli ölçüde azaltacaktır.

Anahtar Kelimeler: Maske tanıma, Epidemik hastalıklar, Evrişimli sinir ağı, Transfer öğrenme, Robotik

caused the epidemic to reach serious dimensions in a short time. Therefore, due to the dramatic increase in this epidemic, many countries around the world have completely closed their borders and flights to other countries. In order to prevent the rapid spread of this disease, many states oblige people to be at certain physical distances without touching each other in social life. In addition, some serious measures have been taken in social life, such as the obligation to wear face masks. However, many people in the society do not show the necessary care to wear a mask. In order to prevent this epidemic from spreading rapidly, machine learning or Convolutional Neural Network (CNN) methods and image processing-based solutions that check whether people wear face masks have been proposed by the researchers [4-6]. In order to create a face mask detection model using classical machine learning techniques, the feature vector of the model should be extracted. In order to extract the feature vector belonging to the model, experts in the field are required on

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: ali.unluturk@erzurum.edu.tr (A. Ünlütürk) Geliş / Recieved: 03.05.2023 Kabul / Accepted: 30.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1291781

the model examined. Unlike machine learning and classical image processing techniques, in deep learning neural networks, CNNs are designed to automatically learn and extract features from raw data. In computer vision applications including image classification, object detection, and image segmentation, CNN is therefore frequently utilized. An image or a series of images are often used as input data for CNNs. CNN has many layers such as convolution, pooling and activation functions. It is widely used for tasks where input data such as image, sound and natural language are complex and high-dimensional.

Transfer Learning, one of the machine learning techniques, is a method that enables a trained model to be reused in another related task [7]. This approach allows the model to transfer the knowledge acquired during the training process from the first task to the second task. Thus, very good performance and faster training times can be achieved for the second task. In fact, it is basically based on human learning. Because when people learn new skills or knowledge, they often benefit from their existing knowledge and experience. For example, a person who knows how to ride a bike can use this knowledge to learn how to ride a motorcycle [8]. In transfer learning, a pre-trained model, such as a neural network trained on a large dataset, is commonly used as the starting point for a new model. Also, the pre-trained model can be fine-tuned on a new dataset so that it does not adapt quickly to the new task and performs well. Another approach is to extract features from the pretrained model. For example, a pre-trained image classification model can be used to extract features from images and these can then be imported into a new model for a different task such as object detection or image segmentation. Transfer learning has been shown to be effective in a wide variety of applications, including natural language processing, computer vision, and speech recognition [9-11].

Real-time face mask images obtained with the camera should be analyzed mathematically and meaningful results should be produced. The most important point here is that the measurement capabilities, analysis capabilities and reliability of the machine vision systems are in full harmony with the software structure of the selected hardware components. Images obtained through camera systems cannot be processed precisely with a traditional Central Processing Unit (CPU) with a limited number of cores (one, two, four or eight). Because the CPUs having traditional multiple cores cannot process the huge data enough [12]. Because, on the CPU with a single core, the threads are executed by the operating system in a time-sharing manner according to their priorities and the situation. As the number of cores increases, multiple threads can be executed simultaneously. However, classical CPUs are insufficient in sensitive computer vision systems. Then the data from the layers are converted into input data of the classical neural network. In recent years, the ability to easily obtain enough data belonging to many systems or models, the increase in the processing capacity of computer or embedded development board architectures, the heterogeneous parallel processing capability of CPU and Graphics Processing Unit (GPU) have encouraged new studies on Deep Learning. In this study, Jetson Xavier NX embedded development board, which is capable of parallel computing by using different heterogeneous hardware units such as CPU and GPU, was used to quickly determine whether people are wearing a face mask. In real-time face mask detection system, the CPUs of the Jetson Xavier NX development board and the CUDA cores owned by the GPUs were actively used. As a result, a new deep learning-based algorithm has been developed in which the layers of the learning structure of the basic model are transferred, which can detect whether people are wearing a face mask to prevent the rapid spread of Covid-19 in the society.

In this paper, NasNetMobile, MobileNetV3Small, ResNet50, DenseNet121, and EfficientNetV2B0 transfer learning approaches were applied for mask detection. The results show that DenseNet121 gives high performance with %100 accuracy, against other specified architectures. As a result, the DenseNet121 model was run on the Jetson Nano Xavier development board. The studies in the literature and the face mask detection system are introduced in the first part of the article. In the second part, the hardware architecture and software structure of the Jetson Xavier NX development board used for the face mask recognition application system are discussed. In addition, the pre-trained deep learning models used in the face mask detection system are discussed. In the third chapter, the performances of the pre-trained deep learning models used in the face mask recognition detection system were evaluated. In the last part, the results from the article are evaluated.

2 Material and methods

2.1 Robotic based mask detection

In this study, a robotic arm with 6-DOF equipped with a servo motor for each joint was used. The motion of the robotic arm is controlled by a controller software in the STM32F103C8T6 embedded board, which is a development board with ARM Cortex-M3 core and running at maximum 72MHz. At the end of this robotic arm system, there is a camera that allows images to be taken. Thus, images can be taken flexibly from the robotic system. Jetson Xavier NX embedded board developed by NVIDIA company was used to process the obtained robotic images. Figure 1(a) shows the robotic based face mask detection hardware. Jetson Xavier NX development board is connected to a monitor via High Definition Multimedia Interface (HDMI) connection. For internet access, it has been connected with an Ethernet cable. In addition, the Camera Serial Interface (CSI) and camera, Universal Serial Bus (USB) and keyboard and mouse connections have been made. Jetson Xavier NX development board shown in Figure 1(b) consists of two main parts as main board and carrier card. Under the aluminum cooler there is a 6-core NVIDIA Carmel ARM®v8.2 64-bit CPU, 6MB L2 + 4MB L3, 384 NVIDIA(R) CUDA® cores and 48 Tensor cores GPU. In addition, there is 8GB 128 bit LPDDR4x 59,7GB/sn Random Access Memory (RAM) on it [13].



(a)



Figure 1. (a) Robotic face mask detection (b) NVIDIA Jetson Xavier NX development board



Figure 2. NasNetMobile architechture

First, the NVIDIA JetPack Software Development Kit (SDK) was installed on the Jetson Xavier NX development board. NVIDIA JetPack SDK includes operating system, libraries and Application Programming Interfaces (APIs), developer tools, samples, and documentation. As seen in Figure 2, NVIDIA JetPack SDK was installed on the MikroSD memory card to be located on the Jetson Xavier NX development board in the first stage of the installation. JetPack SDK setup file is loaded on a 64GB MicroSD card. Finally, the display is connected to the HDMI input of the development board, and the keyboard and mouse control interfaces are connected to the USB inputs. Jetson Xavier NX development board has been rebooted after all the installation steps. Jetpack, prepared by NVIDIA company; It is a software package that includes accelerated libraries such as OpenCV, Python, Tensorflow, CUDA-X, Deep Learning, Computer Vision, Accelerated Computing and Application Programming Interfaces (API) for multimedia. Once the installation process of the NVIDIA Jetson Xavier NX development board is completed, it can be used in different real-time robotic image processing applications.

2.2 Pre-Trained convolutional neural network models

One of the main features of deep learning is that it automatically learns useful patterns without the need for feature extraction from raw data. In order to extract these meaningful patterns, layers of many different structures such as Conv2D and MaxPooling2D must be superimposed. It is very important that these layer structures are selected correctly and their setup is very important. In order to create this structure correctly, the deep learning model should be trained. But there must be a lot of data to train the CNN structure. In addition, it is necessary to work on huge data sets that take days to train the network. Therefore, it is often useful to take advantage of previously worked on and resulting trained weights in models similar to each other. Big companies like Google have shared models that they have trained with big data. Structures such as NasNetMobile [14], MobileNetV3 [15], ResNet50 [16], DenseNet121 [17] and EfficientNetV2B0 [18] are some of the pre-trained models. The Google artificial intelligence team created the NasNet (Neural Architecture Search Network) family of deep neural network models utilizing an automated neural architecture search method [14]. NASNet networks are scalable Express Storage Architecture (ESA) architecture and consist of simple blocks such as separable convolution and jointing, which are improved by reinforcement learning method [19]. The aim of NasNet is to construct extremely accurate and efficient neural networks that can be trained on massive datasets with little assistance from humans. NasNet searches for the best network designs using a reinforcement learningbased method [14]. A performance benchmark is achieved by the technique after training a limited initial set of network architectures on a dataset. The program produces a new set of architectures and retrains them to assess their performance in order to replace the initial architectures based on this metric. As long as the algorithm converges on a set of highperformance architectures, this process continues to be carried out. The NasNetMobile network architecture is shown in Figure 2 [14]. For mobile and embedded devices, MobileNetV3 is a series of effective deep neural network models. Google Artificial Intelligent (AI) department introduced MobileNet, a family of TensorFlow based computer vision models, in 2017. They created the MobileNetV3 module in May 2019 [20]. The MobileNetV3 network architecture is shown in Figure 3 [15]. Then, ResNet (short for "Residual Network") is a deep neural network architecture that was introduced in 2015 by a research team from Microsoft Research [21]. ResNet is made to deal with the issue of vanishing gradients, which can slow down training in extremely deep neural networks and degrade

convergence as network depth rises [22]. ResNet's fundamental concept is the use of redundant connections, which enable information to travel straight from one layer to another without passing through one or more intermediate levels [23]. Instead of learning the complete function from scratch, this method enables the network to learn a residual function that adds a layer's input to its output. The ResNet50 network architecture is shown in Figure 4 [16]. The DenseNet model was proposed by researchers from Cornwell University, Tsinghua University, and the Facebook AI Research (FAIR) group [24]. The famous ResNet architecture has been modified to include dense connections between layers in addition to residual connections [25]. This version is known as DesNet, or Dense Residual Network. Dense connections aid gradient flow and reduce the potential vanishing gradient issue in deep neural networks [26]. The DenseNet121 network architecture is shown in Figure 5 [17]. A set of deep neural network models called EfficientNet has been proposed by "Tan et al" to tackle state-of-the-art image identification tasks with minimal parameters and computational expense [27]. They have had success using a new method they call EfficienetNet to scale the depth, width and resolution of the model. Through this method, EfficientNet is able to outperform other models with comparable computational costs in terms of accuracy. The inclusion of a novel convolutional block known as the "swish" activation function is another significant innovation in EfficientNet [28]. Compared to more conventional activation functions like ReLU, Swish is a smooth, nonmonotonic function that is quicker and more precise [29]. The EfficientNetV2B0 network architecture is shown in Figure 6 [18].



Figure 3. MobileNetV3 architechture



Figure 4. ResNet50 architechture



Figure 5. DesNet121 architechture



Figure 6. EfficientV2B0 architechture

3 Results and discussion

The data set in reference [30] was used in this study. It has 3833 images, where 1915 images are with masks and 1918 without masks. Train and test trials developed for the face mask detection were carried out on a laptop equipped with Intel i5-10300H processor and 8 GB RAM. This model, which was developed after the correct network structure was created, was run on NVIDIA Jetson Xavier NX board. The performance metrics of the pre-trained models are explained below Equation (1)-(4).

$$Accuracy = \frac{TP + TN}{(TP + FP + FN + TN)}$$
(1)

$$Precission = \frac{TP}{(TP + FP)}$$
(2)

$$\text{Recall} = \frac{\text{TP}}{(\text{TP} + \text{FN})}$$
(3)

f1 score =
$$2 * \frac{\text{Recall} * \text{Precision}}{(\text{Recall} + \text{Precision})}$$
 (4)

Where TP=True Positive, TN=True Negative, FP=False Positive, FN=False Negative. We set the learning rate parameter to 0.0001. Due to memory limitations of this platform, the model is trained in batches of 32 images at a time. The optimization algorithm used is "Adam". The dataset is split into two portions: training (%80) and test (%20). The performance metrics using pre-trained models are shown in Table 1. The DenseNet121 model used in face mask detection is given in Figure 7. The pre-trained different models performance during the iteration are given Figure 8.

Table 1. Pre-trained model performances

NasNetMobile	Precision	Recall	F1 Score	Support
with mask	0.99	0.99	0.99	383
without mask	0.99	0.99	0.99	384
accuracy			0.99	767
macro average	0.99	0.99	0.99	767
weighted average	0.99	0.99	0.99	767
MobileNetV3Small	Precision	Recall	F1 Score	Support
with mask	0.87	0.91	0.89	383
without mask	0.90	0.86	0.88	384
accuracy			0.89	767
macro average	0.89	0.89	0.89	767
weighted average	0.89	0.89	0.89	767
Resnet50	Precision	Recall	F1 Score	Support
with mask	0.92	0.93	0.92	383
without mask	0.93	0.92	0.92	384
accuracy			0.92	767
macro average	0.92	0.92	0.92	767
weighted average	0.92	0.92	0.92	767
DenseNet121	Precision	Recall	F1 Score	Support
with mask	0.99	1.00	1.00	383
without mask	1.00	0.99	1.00	384
accuracy			1.00	767
macro average	1.00	1.00	1.00	767
weighted average	1.00	1.00	1.00	767
EfficientNetV2B0	Precision	Recall	F1 Score	Support
with mask	0.99	0.99	0.99	383
without mask	0.99	0.99	0.99	384
accuracy			0.99	767
macro average	0.99	0.99	0.99	767
weighted average	0.99	0.99	0.99	767



Figure 7. DenseNet121 based mask detection architechture



Figure 8. (a) NasNetMobile (b) MobileNetV3Small (c) ResNet50 (d) DenseNet121 (e) EfficientNetV2B0
As seen in Table 1, the performance value in the DenseNet121 model is the highest. Therefore, DenseNet121 is preferred in the real-time mask recognition basic model.

4 Conclusion

This study implements a transfer learning approach to test five pre-trained CNN models for mask detection. These models include NasNetMobile, MobileNetV3Small, ResNet50, DenseNet121, and EfficientNetV2B0. The performances of the pre-trained models have been evaluated. Obtained results show that DenseNet121 gives high performance against other specified architectures. The highest accuracy was obtained in the DenseNet121 model. The DenseNet121 model accuracy percentage value is %100. Thus, the DenseNet121 model was run on the Jetson Nano Xavier NX development board. As a result of this study, it will make an important contribution to the fight against possible future outbreaks like Covid-19, which is transmitted through droplets.

Conflicts of Interest

The author declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): %10

Reference

- [1] World Health Organization, Novel coronavirus (2019nCoV): situation report, 1, https://apps.who.int/ iris/bitstream/handle/10665/330760/nCoVsitrep21Jan 2020-eng.pdf?sequence=3&isAllowed=y, Accessed 20 March 2023.
- [2] World Health Organization, Naming the coronavirus disease (COVID-19) and the virus that causes it, https://www.who.int/emergencies/diseases/novel-coronavirus-2019/technical-guidance/naming-the-coronavirus-disease-(covid-2019)-and-the-virus-that-causes-it, Accessed 20 March 2023.
- [3] P. Bahl, C. Doolan, C. de Silva, A. A. Chughtai, L. Bourouiba and C. R. MacIntyre, Airborne or Droplet precautions for health workers treating COVID-19?. The Journal of Infectious Diseases, 225, 9, 1561-1568, 2022, https://doi.org/10.1093/infdis/jiaa189.
- [4] G. Jignesh Chowdary, N. S. Punn, S. K. Sonbhadro and S. Agarwal, Face mask detection using transfer learning of InceptionV3. In: L. Bellatreche, V. Goyal, H. Fujita, A. Mondal, P. K. Reddy, Eds. Big Data Analytics. BDA 2020. Lecture Notes in Computer Science, 12581, Springer, Cham, pp. 81-90, 2020.
- [5] A. Cabani, K. Hammoudi, H. Benhabiles and M. Melkemi, MaskedFace-Net -- A dataset of correctly/incorectly masked face images in the context of COVID-19. Smart Health, 19, 1-5, 2021. https://doi.org/10.1016/j.smhl.2020.100144.
- [6] X. Kong, K. Wang, S. Wang, X Wang, X. Jiang, Y. Guo, G. Shen, X. Chen and Q. Ni, Real-time mask identification for COVID-19: An edge computing-based deep learning framework. IEEE Internet of Things Journal, 8 (21), 1-10, 2021. https://10.1109/JIOT.2021.3051844.

- [7] J. Brownlee, A Gentle introduction to transfer learning for deep learning, https://machinelearni ngmastery.com/transfer-learning-for-deep-learning/ Accessed 22 February 2023.
- [8] JavaTPoint, Introduction to transfer learning in ML, https://www.javatpoint.com/transfer-learning-in-mach ine-learning. Accessed 30 February 2023.
- [9] W. Wang, and J. Gang, Application of convolutional neural network in natural language processing. In 2018 International Conference on Information Systems and Computer Aided Education (ICISCAE), IEEE, pp. 64-70, Changchun, China, 2018.
- [10] D. N. N. Tran, L. H. Pham, H. H. Nguyen and J. W. Jeon, A Vision-Based method for real-time traffic flow estimation on edge devices. IEEE Transactions on Intelligent Transportation Systems, 1-15, 2023. https:// 10.1109/TITS.2023.3264796.
- [11] H. Avula, R. Ranjith, and A. S. Pillai, CNN based recognition of emotion and speech from gestures and facial expressions. In 2022 6th International Conference on Electronics, Communication and Aerospace Technology, IEEE, pp. 1360-1365, Coimbatore, India, 2022.
- [12] T. Kalaiselvi, P. Sriramakrishnan, and K. Somasundaram, Survey of using GPU CUDA programming model in image analysis. Informatics in Medicine Unlocked, 9, 133-144, 2017. https://doi.org/10.1016/j.imu.2017.08.001.
- [13] NVIDIA, Jetson Xavier NX Development Kit, Santa Clara, California, ABD, User Guide DA_09814-002, 19 May 2020.
- [14] M. Tan, B. Chen, R. Pang, V. Vasudevan, M. Sandler, A. Howard, and Q. V. Le, Mnasnet: Platform-aware neural architecture search for mobile. In Proceedings of the IEEE/CVF conference on computer vision and pattern recognition, (CVPR), pp. 2820-2828, Long Beach, CA, USA, 2019.
- [15] A. Howard, M. Sandler, G. Chu, L. C. Chen, B. Chen, M. Tan, and H. Adam, Searching for mobilenetv3. In Proceedings of the IEEE/CVF international conference on computer vision pp. 1314-1324, Seoul, Korea (South), 2019.
- [16] P. Dwivedi, Understanding and coding a ResNet in Keras, https://towardsdatascience.com/understandingand-coding-a-resnet-in-keras-446d7ff84d33, Accessed 10 January 2023.
- [17] N. Radwan, Leveraging sparse and dense features for reliable state estimation in urban environments. Ph.D. Thesis, Technische Fakultat Albert-Ludwigs-Universitat Freiburg, Germany, 2019.
- [18] N. H. Shabrina, R. A. Lika and S. Indarti, Deep learning models for automatic identification of plant-parasitic nematode. Artificial Intelligence in Agriculture, 7, 1-12, 2023. https://doi.org/10.1016/j.aiia.2022.12.002.
- [19] F. Eryılmaz and H. A. Karacan, Akciğer X-Ray görüntülerinden COVID-19 tespitinde hafif ve geleneksel evrişimsel sinir ağ mimarilerinin karşılaştırılması. Düzce Üniversitesi Bilim ve

Teknoloji Dergisi, 9 (6), 26-39, 2021. https://doi.org/10.29130/dubited.1011829.

- [20] J. Jodriguez, The evolution of Google's MobileNet architechtures to improve computer vision models, https://medium.com/dataseries/the-evolution-of-googl es-mobilenet-architectures-to-improve-computer-visio n-models-ffb483ffcc0a, Accessed 12 February 2023.
- [21] S. Bangar, ResNet architecture expained, https://medium.com/@siddheshb008/resnet-architectu re-explained-47309ea9283d, Accessed 01 January 2023.
- [22] M. Shafiq and Z. Gu, Deep residual learning for image recognition: a survey. Applied Sciences, 12 (18), 8972, 1-43, 2022. https://doi.org/10.3390/app12188972.
- [23] Z. Feng, An Overview of ResNet architecture and its variations, https://builtin.com/artificial-intelligence/ resnet-architecture, Accessed 18 February 2023.
- [24] S-H. Tsang, Review: DenseNet—Dense convolutional network (Image classification), https://towardsdatasci ence.com/review-densenet-image-classification-b6631 a8ef803, Accessed 22 January 2023.
- [25] B. Lodhi and J. Kang, Multipath-DenseNet: A Supervised ensemble architecture of densely connected

convolutional networks. Information Sciences, 482, 63-72. 2019. https://doi.org/10.1016/j.ins.2019.01.012.

- [26] G. Huang, Z. Liu, L. Van Der Maaten, and K. Q. Weinberger, Densely connected convolutional networks. In Proceedings of the IEEE conference on computer vision and pattern recognition, pp. 4700-4708, Honolulu, HI, USA, 2017.
- [27] M. Tan and Q. Le, Efficientnet: Rethinking model scaling for convolutional neural networks. In International conference on machine learning, pp. 6105-6114, PMLR, 2019. https://doi.org/10.48550/ar Xiv.1905.11946.
- [28] H. Alhichri, A. S. Alswayed, Y. Bazi, N. Ammour and N. A. Alajlan, Classification of remote sensing images using EfficientNet-B3 CNN model with attention. IEEE Access, 9, 14078-14094, 2021. 10.110 9/ACCESS.2021.3051085.
- [29] D. Misra, Mish: A self regularized non-monotonic activation function. arXiv preprint arXiv:1908.08681, 2020, https://doi.org/10.48550/arXiv.1908.08681.
- [30] S. Balaji, Face-Mask-Detection, 2021, https://github.com/balajisrinivas/Face-Mask-Detection /tree/master /dataset/ with_mask, Accessed 14 January 2023.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 770-777 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Hibrit derin öğrenme yöntemi kullanılarak hiperparametre optimizasyonu ile yenilenebilir elektrik enerjisi tahmini

Renewable electric energy estimation by hyperparameter optimization using hybrid deep learning method

Kübra Kaysal^{1, *}, Ahmet Haşim Yurttakal², Fatih Onur Hocaoğlu³

¹ Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyon Meslek Yüksekokulu, Elektrik Bölümü, 03200, Afyonkarahisar Türkiye ² Afyon Kocatepe Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 03200, Afyonkarahisar Türkiye ³ Afyon Kocatepe Üniversitesi, Elektrik Mühendisliği Bölümü, 03200, Afyonkarahisar Türkiye

Öz

Enerji kaynaklarının düzensiz ve bilinçsiz kullanımı çevresel tahribatlara sebep olurken, artan nüfus yoğunluğu, sanayi ve teknolojinin gelişmesi de her geçen gün elektrik enerjisi talebini artırmaktadır. Bu amaçla enerji sektörü, vatırımlarını hem çevre dostu hem de arz-talep dengesini sağlamak adına rüzgâr enerjisi gibi yenilenebilir enerji kaynaklarına yöneltmektedir. Rüzgâr enerjisinden elde edilen enerji miktarı rüzgârın yönü ve hızı gibi bölgesel farklılıklara bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Bu çalışmada, rüzgâr enerjisinden elektrik üretimi tahmininde daha iyi sonuçlar elde etmek amacıyla rüzgâr enerjisinin doğrusal ve durağan olmayan yapısını yakalamak için derin öğrenme metotlarından CNN ve BLSTM mimarilerinin hibrit bir şekilde kullanıldığı bir yöntem önerilmektedir. Tahmin modelinde, saatlik frekansta ölçülmüş 26280 adet gerçek zamanlı veri kullanılmıştır. Ayrıca tahmin başarısını artırmak adına modelde kullanılan hiperparametre değerleri Grid Search arama algoritması kullanılarak optimize edilmiştir. Önerilen hibrit modelin başarısı BLSTM modeli ile kıyaslanmıştır. Sonuç olarak önerilen CNN-BLSTM modelinin başarım oranını gösteren R² değeri 0.984 olarak hesaplanmıştır.

Anahtar kelimeler: Yenilenebilir elektrik enerjisi, Derin öğrenme, Hiperparametre optimizasyonu

1 Giriş

Mikro şebekeler yerel ve bağımsız elektrik üretim ve dağıtım ağlarıdır. Bu şebekelerde üretim ve talep arasında denge sağlanması sistemin sağlıklı ve sorunsuz çalışması için oldukça önemlidir. Akıllı ve mikro şebekelerin gelişmesi ve yaygınlaşması, sürdürülebilir ve çevre dostu enerji kaynaklarının, özellikle yenilenebilir enerji kaynaklarının kullanımını teşvik eder. Yenilenebilir enerji sistemleri, doğal kaynaklardan elde edilen enerjiyi kullanarak çevresel etkileri azaltır ve enerji üretimini daha sürdürülebilir hale getirir. Bu nedenle, akıllı ve mikro şebekelerin gelişimi, yenilenebilir enerji sistemlerinin önemini vurgulayan bir adımdır ve yatırım şirketlerinin enerji yönetimini doğru planlamalarına destek sağlar. [1].

Abstract

The unregulated and unconscious use of energy sources causes environmental damage. On the other hand the increasing population density, development of industry and technology increase the demand for electrical energy day by day. For this purpose, investments in the energy sector are directed towards renewable energy sources such as wind energy in order to ensure both environment-friendly and supply-demand balance. The amount of energy obtained from wind energy varies depending on regional differences such as wind direction and speed. In this study, a method is proposed to achieve better results in predicting electricity generation from wind energy by capturing the non-linear and non-stationary nature of wind energy using a hybrid approach of deep learning methods, specifically CNN and BLSTM architectures. In the forecasting model, 26280 real-time data measured at hourly frequency are used. In addition, the hyperparameter values used in the model were optimized using the Grid Search algorithm in order to increase the prediction success. The success of the proposed hybrid model is compared with the BLSTM model. As a result, the R^2 value, which indicates the success rate of the proposed CNN-BLSTM model, was calculated as 0.984.

Keywords: Renewable electric energy, Deep learning, Hyperparameter optimization

Elektriğin talepten fazla üretilmesi durumunda, bataryalarda depolanması ekonomik olmamakla birlikte elektriğin büyük ölçekte depo edilmesinde henüz pratik ve ekonomik bir çözüm bulunamamıştır. Ayrıca elektriğin talebe göre yetersiz üretilmesinde elektrik kesintileri meydana gelmektedir. Bu nedenle arz ve talebin gerçek zamanlı olarak dengelenmesi gerekir. Bu dengenin sağlanması için nerede ne zaman ve ne kadar elektriğe ihtiyaç olduğu bilinmelidir. Arz- talep yönetiminde doğru ve güvenilir tahmin modelleri olmadan sürdürülebilir elektrik enerjisinden bahsetmek mümkün değildir [2]. Öte yandan teknolojinin gelişmesiyle birlikte Makine öğrenmesi ve Derin öğrenme tabanlı tahmin modelleri giderek popüler hale gelmiştir. Makine öğrenmesi, veriler üzerinden

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: kubra543@hotmail.com (K. Kaysal) Geliş / Recieved: 11.03.2023 Kabul / Accepted: 19.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1263782

karmaşık örüntü yapılarını öğrenerek yüksek doğruluk oranına sahip, hızlı ve kullanıcıdan bağımsız şekilde yeni tahminlerde bulunabilir. Derin öğrenme ise bir veya daha fazla gizli katmana sahip yapay sinir ağlarına benzer makine öğrenmesi algoritmalarının yeni bir alt dalıdır. Bu performansina etki algoritmaların eden çeşitli hiperparametreler bulunmaktadır. Elektrik üretim geliştirmek. verilerinden zaman serisi modellerini geliştirilen modellerin hiperparametre değerlerini doğru secebilmek tahminin basarısını artırmaktadır [3].

Derin öğrenme gibi Yapay Zekâ temelli öğrenme algoritmalarında çözülmesi gereken bir problem öncelikle optimizasyon problemine dönüştürülür, sonrasında ise problemin çözülmesi için farklı optimizasyon yöntemleri kullanılır [4]. Öğrenme algoritmalarının her geçen gün gelişmesi ve parametre optimizasyonunun öneminin artması ile çeşitli optimizasyon algoritmaları geliştirilmiş ve tahmin modelleri üzerinde kullanılmıştır. Literatürde hiperparametre optimizasyonu için Bayes algoritması [5,6], Izgara arama algoritması [7], Genetik algoritma [8], Gri kurt optimizasyon algoritması [9], Rastgele arama algoritması [10] gibi optimizasyon yöntemleri yaygın olarak kullanılmaktadır.

Günümüzde sağlık, ekonomi, eğitim gibi birçok alanda derin öğrenmeye dayalı tahmin modelleri kullanılmaktadır. Ayrıca hayatın her alanında büyük bir yere sahip olan elektrik üretimindeki karmaşık problemlerin çözümünde de bu modeller arastırmacıların ilgisini cekmektedir. Gao vd. [11] gerçekleştirdiği çalışmada, veriye dayalı taşkın tahmini için Tekrarlayan Sinir Ağları (RNN), Uzun-Kısa Süreli Hafiza (LSTM) ve Kapılı Yinelemeli Üniteler (GRU) modelleri kullanmış ve modellerin performanslarını kıyaslamıştır. Tahminde kullanılan veriler, 2000-2014 yılları arasında saatlik frekansta ölçülen gerçek zamanlı verilerdir. Kısa dönemli akış tahminlerinde model eğitimi için daha az zaman gerektiğinden çalışma için önemli parametrelerden biri olan zaman adımı optimize edilmiştir. Sonuç olarak GRU, LSTM kadar iyi performans gösterdiği gibi hız açısından da başarılı sonuçlar sergilemiştir. Jalali vd. [12] tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, akıllı yük tahmini için yeni bir model geliştirilmiştir. Tahminde 2018 yılına ait gerçek zamanlı elektrik tüketim verileri kullanılmıştır. Önerilen modelde yük tahmini doğruluğunu artırmak için çeşitli hiperparametre değerleri Gri Kurt optimizasyon metodu ile belirlenmiş ve Evrişimli Sinir Ağları (CNN) modeli ile tahmin edilmiştir. Tahmin performansını değerlendirmek için geliştirilen model, LSTM ve RNN ile karşılaştırılmıştır. Önerilen modelin performansı diğer modellere göre daha basarılı bulunmuştur. Ribeiro vd. [13] yük tahmini için yaptıkları çalışmada Bayes optimizasyon algoritması kullanmışlardır. Tahmin için iki farklı veri seti kullanılmıştır. İlk veri seti Polanya elektrik tüketim verileridir ve 1601 örnekten oluşmaktadır. İkinci veri seti Brezilya tüketim verileridir ve 672 örnekten oluşmaktadır. Tahminde derin öğrenme modellerinden RNN modeli kullanılmış ve kısa dönem yük tahmini için önerilen model oldukça başarılı bulunmuştur. Literatüre katkısı olan bir diğer çalışmada Kosanoğlu vd. [14], dört farklı RNN modelini rüzgâr enerjisi üretim tahminlemesi için

kullanmışlardır. Çalışmada gerçek zamanlı veriler kullanılarak kısa vadeli rüzgâr hızı tahmini yapılmıştır. Geleneksel tahmin modelleri ile RNN sonuçları kıyaslandığında RNN modellerinin tahminlemede daha başarılı olduğu sonucuna varılmıştır.

Bu çalışmada, küçük bir bölgenin rüzgâr çiftliklerinden elde edilen gerçek zamanlı üretim verileri ile kısa dönem elektrik üretim tahmini yapılmıştır. Bu kapsamda, yapay zeka tabanlı CNN ve Çift Yönlü Uzun Kısa Süreli Hafiza (BLSTM) mimarilerinin hibrit bir yapısı oluşturulmuş ve ağ mimarisinin hiperparametreleri Grid Search arama algoritması ile optimize edilmiştir. Doğruluk değerleri 10 katmanlı çapraz doğrulama yöntemi kullanılarak doğrulanmıştır. Farklı derin öğrenme modelleri kullanılarak önerilen modelin performansı kıyaslanmıştır. Söz konusu modellerin oluşturulması ve çalıştırılmasında Python yazılımından yararlanılmıştır.

Makalenin organizasyonu şu şekildedir: materyal ve metot başlığı altında derin öğrenme modelleri, önerilen hibrit model, kullanılan veri, optimizasyon tekniği ve performans metrikleri açıklanmıştır. Sonuçlar başlığı altında; hiperparametre optimizasyonundan ve oluşturulan modellerden elde edilen sonuçlar paylaşılmıştır. Son olarak tartışma bölümünde sonuçlar analiz edilerek yorumlanmıştır.

2 Materyal ve metot

2.1 Evrişimsel sinir ağları

CNN, görüntü ve veri üzerinde çeşitli özelliklerin algılanmasını sağlayan ve birçok çalışma alanında tercih edilen bir yapay sinir ağı modelidir. Bir veri setinden veya görüntüden çeşitli filtreler ve katmanlar kullanarak özellik tespit etmeye çalışmaktadır. CNN'de özellik çıkarımı için çeşitli katmanlar kullanılmaktadır. Bu katmanlardan, evrişim katmanı resim veya veri üzerine uygulanan filtreler sayesinde verilerden özellik çıkarımı yapmaktadır. Oluşturulan filtre giriş verisinin sol köşesinden başlayarak tüm veri üzerinde gezdirilir, filtre ve karşılıklı veri değerleri birbiri ile çarpılıp çıkan sonuçlar toplanarak çıktı matrisinde depolanır [15]. Modele, doğrusal olmayan fonksiyonların tanıtılması için evrişim katmanından sonra aktivasyon fonksiyonu ve boyut küçültmek için havuzlama katmanı eklenmektedir. Havuzlama katmanının çıkışından elde edilen veri sinir ağında öğrenme işlemi gerçekleştirmek için tam bağlantılı katmana gönderilir [16].

2.1 Çift yönlü uzun kısa süreli hafiza

Yinelemeli sinir ağlarından biri olan LSTM mimarisi, RNN mimarisindeki kısa süreli hafiza problemlerini ortandan kaldırmak amacıyla geliştirilmiştir. Yinelemeli sinir ağlarında katman sayısı arttıkça Gradyan yok olması problemi ortaya çıkmaktadır. Bu da ağın eğitilemez hale gelmesine sebep olmaktadır. LSTM mimarisi bu problemi çözmek için geliştirilmiştir [17,18]. Tipik bir LSTM ağı hücreler olarak adlandırılan bellek yapılarından oluşur. Veriler LSTM yapısında bulunan kapılar aracılığı ile hücre durumuna eklenebilir veya çıkarılabilir. Bir LSTM ağı oluşturulurken öncelikle gerekli olmayan ve hücreden çıkarılacak bilgiler belirlenir. Bu işlemi yapan kısım unutma kapısı olarak adlandırılır. Matematiksel ifadesi Denklem 1'deki gibi elde edilir [19,20].

$$f_t = \sigma \Big(W_f \left[h_{t-1}, x_t \right] + b_f \Big) \tag{1}$$

Bir LSTM mimarisinde h_{t-1} LSTM biriminin son çıktısını, x_t t zamanda mevcut girdiyi ifade etmektedir. f_t unutma kapısı, σ sigmoid fonksiyonu, b_f bias ve W_f unutma kapısının ağırlık matrisleridir.

Hücre durumuna yeni bilgiler eklendiğinde eski bilgiler unutulur. Giriş kapısı olarak adlandırılan hücre bu işlemi yapmaktadır. Bu kapı yeni bilginin ne ölçüde korunması gerektiğine karar verir ve bunu σ sigmoid fonksiyonu ile belirler. Denklem 2'de giriş kapısının matematiksel ifadesi verilmiştir [19,20].

$$i_t = \sigma(W_i [h_{t-1}, x_t] + b_i) \tag{2}$$

 i_t giriş kapısı, b_i bias ve W_i giriş kapısının ağırlık matrisleridir.

LSTM mimarisindeki bir diğer kapı çıkış kapısıdır. Bu kapı hangi bilginin çıkışa aktarılacağına karar verir. Matematiksel ifadesi Denklem 3'de verilmiştir [19,20].

$$o_t = \sigma(W_o[h_{t-1}, x_t] + b_o) \tag{3}$$

 o_t çıkış kapısı, b_o bias ve W_o çıkış kapısının ağırlık matrisleridir. Ayrıca yeni hücre durumu Denklem 4'deki gibi hesaplanır [19,20].

$$C'_t = tanh(W_c[h_{t-1}, x_t] + b_c)$$

$$\tag{4}$$

 C'_t hücre durumu adayı, W_c ve b_c sırasıyla hücre durumu adayının hesaplanması için ağırlık matrisi ve biastır. En son hücre ise güncelleme kapısıdır(C_t) ve Denklem 5'de verilmiştir [19,20].

$$C_t = f_t * c_{t-1} + i_t * C'_t \tag{5}$$

Çift yönlü LSTM'ler (BLSTM), zaman serisi problemlerinde aynı giriş verisi üzerinde iki LSTM çalıştırır. BLSTM ağı, bir LSTM hücresi kümesinin hem doğrudan hem de ters sıralanmış bir versiyonunu içerir. Bu hem geçmiş hem de gelecek verilerin işlenebildiği bir dizi zaman serisi verisi boyunca ağın girdisini işleyebilir. İlk LSTM, giriş verileri üzerinde arkadan ileriye doğru çalışmaktadır. İkinci LSTM ise aynı veriler üzerinde ileriye doğru çalışmaktadır. İki yönlü LSTM aynı giriş verisi üzerinde iki LSTM birden çalıştırıldığı için tek yönlü LSTM'den daha hızlı çalışmaktadır [21]. Şekil 1'de BLSTM modeline ait blok şeması verilmiştir.

Bu çalışmada, tahmin modelleri oluşturulurken BLSTM ve CNN-BLSTM mimarisi hibrit bir şekilde oluşturulmuştur. Model başarısını artırmak için doğruluk değerleri 10 katmanlı çapraz doğrulama yöntemi kullanılarak doğrulanmıştır. Kurulan model içerisindeki hiperparametreler Grid Search arama algoritması ile optimize edilmiştir.



Şekil 1. BLSTM blok şeması

2.2 Önerilen tahmin modeli

CNN-BLSTM (Convolutional Neural Network -Bidirectional Long Short-Term Memory) modelleri, zaman serisi verileri gibi yapısal özelliklere sahip veriler için etkili bir tahminleme aracıdır. Bu model, hem evrişim ağı (CNN) hem de uzun-kısa süreli bellek (LSTM) mimarilerini bir araya getirerek, zaman serilerindeki ilişkileri yakalayabilir ve uzun vadeli bağımlılıkları hesaplayabilir [22-24]. Elektrik üretimi tahmini gibi sürekli ve dinamik değişkenlere dayalı bir tahminleme problemi için, CNN-BLSTM modeli etkili bir seçimdir. Bu model, birkaç farklı veri kaynağından (örneğin, hava durumu, fiyatlar, tüketim verileri) gelen girdileri işleyebilir ve enerji talebinin belirlenmesinde kullanılabilir.

Çalışmada kullanılan tahmin modelinin akışı şu şekilde gerçekleştirilmiştir; veri toplama ve normalleştirme, eğitim ve test verilerinin oluşturulması, hiperparametre optimizasyonu, hibrit modelin kurulması, performansların değerlendirilmesidir. Önerilen tahmin modelinin blok şeması Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2. CNN-BLSTM blok şeması

BLSTM ve CNN mimarileri, yüksek hassasiyette tahmin yapma özelliğine sahip modellerdendir [25,26]. Bu yapısından dolayı veri dizileri içerisinden çeşitli gizli özellikler çıkarabilen ve daha doğru tahminler yapmayı sağlayabilen hibrit bir model oluşturulması amaçlanmıştır. Modelde CNN katmanı, üretim verilerinin yerel eğilimini yakalamak için kullanılmıştır. BLSTM katmanı ise uzun vadeli veri değişimlerini öğrenmek için tasarlanmıştır. Tahmin sonuçları ise Dense katmanından sonra gerçekleştirilmiştir. Modelde öznitelik çıkarımı için iki adet çekirdek filtresi her bir evrişim katmanı optimizasyon sonucu elde edilen neuron sayısı ile belirlenmiştir. Evrişim işleminden sonra bir adet maxpooling işlemi yapılmış ve veriler vektör formatına dönüştürülmüştür. Vektör formatına dönüştürülen veriler BLSTM tahminleyicisine girdi olarak sunulmuştur.

2.3 Veri toplama ve veri normalleştirme

Bu çalışmada, Akdeniz bölgesinde kurulu olan bir rüzgâr çiftliğinden 01 Ocak 2018 – 31 Aralık 2020 tarihleri arasında elde edilen gerçek zamanlı enerji üretim verileri kullanılmıştır. Veriler saatlik periyotlarla ölçülmüştür. Santralin enerji üretim kapasitesi yıllık 216 GWh'tir. Santral yaklaşık 52000 kişiye karşılık düşen elektrik enerjisi ihtiyacını karşılamaktadır. Önerilen metotta toplam 26280 adet veri kullanılmıştır. Verilerin normal dağılım sergileyebilmesi ve tahmin başarımını artırması için veriler üzerinde normalizasyon işlemi yapılmıştır. Normalleştirme işlemi 0 ile 1 arasında gerçekleştirilmiştir ve Denklem 6'daki gibi hesaplanmıştır.

Normalized data =
$$\frac{real \ data - mindata}{maxdata - mindata}$$
 (6)

Şekil 3'de çalışmada kullanılan veri seti sunulmaktadır.



2.4 Hiperparametre optimizasyonu

Derin öğrenme yöntemleri ile çok katmanlı mimari yapılarda, araştırmacı tarafından karar verilmesi gereken birden fazla hiperparametre grubu bulunmaktadır. Bu hiperparametrelerin değerinin ne olacağına karar vermek oldukça zor ve zaman alıcıdır. Hiperparametre optimizasyonu, makine öğrenmesi ve derin öğrenme gibi algoritmaların performansını iyileştirmek için kullanılan bir yöntemdir. Hiperparametreler, modelin öğrenme sürecini etkileyen parametrelerdir ve bu nedenle, doğru hiperparametre ayarları modelin performansını önemli ölçüde etkileyebilir [27,28].

Izgara arama optimizasyonu (Grid Search Optimization), makine öğrenimi ve yapay zekâ alanında sık kullanılan bir hiperparametre ayarlama yöntemidir. Hiperparametreler, bir makine öğrenimi algoritmasının performansını etkileyen ve önceden belirlenmiş olan parametrelerdir. Örnek olarak, bir makine öğrenimi algoritması için öğrenme oranı, epoch sayısı, mini-batch boyutu gibi hiperparametreler hesaplanabilir [27,28].

Izgara arama, farklı hiperparametre kombinasyonlarını deneyerek en iyi sonucu veren hiperparametre değerlerini bulmaya çalışır. Bu yöntemde, hiperparametrelerin olası değerleri önceden belirlenir ve bu değerlerin her biri diğer hiperparametrelerle birlikte kombinasyon halinde denenir. Böylece, tüm hiperparametrelerin olası değerleri üzerinde bir "ızgara" oluşturulur ve her noktadaki hiperparametre kombinasyonu denenir [27,28]. Parametre optimizasyonu için kullanılan algoritma yapısı Tablo1'de verilmiştir.

Tablo 1. Algoritma yapısı

Önerilen Modelin Sözde Kodları
Girdi: Enerji verileri
Çıktı: Enerji üretim tahmini modelinde parametre optimizasyonu
1 loopback dizisini tanımla
2 nöron sayısını tanımla
3 epoch sayısını tanımla
4 batch size boyutunu tanımla
5 uzunluk dizisini tanımla
6 loopback değişkeni 1'den i'ye kadar
7 nöron değişkeni 1'den j'ye kadar
8 epoch değişkeni 1'den k'ya kadar
9 batch size değişkeni 1'den l'ye kadar
10 uzunluk değişkeni 1'den m'ye kadar
11 i, j, k, l, m parametrelerini hesapla
13 performans metriklerini bul
14 diğer sonuçlarla kıyasla
15 Döngü sonu
16 Döngü sonu
17 Döngü sonu
18 Döngü sonu
19 Döngü sonu

2.5 Performans metrikleri

Geliştirilen algoritmalardan elde edilen sonuçların performansını karşılaştırmak amacıyla dört farklı istatiksel değerlendirme ölçütü kullanılmıştır. Bu çalışmada kullanılan değerlendirme ölçütleri Tablo 2'de verilmiştir [29,30].

Tablo 2'de verilen denklemlerde, N tahmin edilen yükteki veri sayısını, Y_L tahmin edilen yükün büyüklüğünü, \hat{Y}_L herhangi bir andaki gerçek büyüklüğü ve A_L ortalama değeri vermektedir.

Tablo 2. Makalede kullanılan	performans metrikleri
------------------------------	-----------------------

Metrik	Denklem
Ortalama Mutlak Hata (MAE)	$MAE = \frac{1}{N} \sum_{L=1}^{N} (Y_L - \hat{Y}_L) $
Kök Ortalama Kare Hatası (RMSE)	$RMSE = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{L=1}^{N} (Y_L - \hat{Y}_L)^2}$
Ortalama Mutlak Yüzdesel Hata (MAPE)	$MAPE = \frac{\sum_{L=1}^{N} (Y_L - \hat{Y}_L) }{N} x100$
R ²	$R^{2} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N} (Y_{L} - \hat{Y}_{L})^{2}}{\sum_{i=1}^{N} (Y_{L} - A_{L})^{2}}$

3 Sonuçlar

Bu çalışmada elektrik üretim tahmin modellerinde yüksek başarı performansı için çeşitli modeller geliştirilmiştir. Önerilen tahmin modeli, CNN-BLSTM hibrit modeldir. Bu model, evrişim ağı ve uzun-kısa süreli bellek mimarilerini bir araya getirerek zaman serilerindeki ilişkileri yakalayabilir ve uzun vadeli bağımlılıkları hesaplayabilir. CNN katmanı, veri dizilerinin yerel eğilimlerini yakalamak için kullanılırken, BLSTM katmanı uzun vadeli veri değişimlerini öğrenmek için tasarlanmıştır. Bu sayede, model kısa vadede daha doğru tahminler yapabilmiştir.

Ayrıca, bu modellerin mimari yapısında bulunan hiperparametre değerlerinin iyi seçilmesi tahmin başarısında oldukça etkilidir. Bir BLSTM mimarisinde nöron sayısı, epoch değeri, batch_size gibi parametre değerleri model performansını artıran önemli parametrelerdendir [31]. Önerilen model içerisinde bulunan bu değerler Izgara arama algoritması ile optimize edilmiştir. Optimize edilen hiperparametre değerler aralığı Tablo 3'deki gibi verilmiştir.

Tablo 3. Hiperparametre aralığı

Parametre	Aralık değeri
Batch_Size	[10 20 40 60 80]
Epoch	[10 15 20]
Nöron	[10 20 30 40 50]
Loopback	[24 48]

Optimizasyon algoritması, farklı hiperparametre kombinasyonları için RMSE, MAE, MSE ve R² gibi hata metriklerini hesaplamış ve en iyi sonuçları veren parametre değerleri belirlenmiştir. Çalışmada elde edilen başarılı sonuçlar, batch_size için 10, epoch değeri için 15 ve nöron sayısı için 50 olduğunda elde edilmiştir.

3.1 Model sonuçları

Önerilen tahmin modellerin doğruluğu ve güvenilirliği adına derin öğrenme modellerinde aynı veri seti ve aynı parametre değerleri kullanılmıştır. Önerilen model için ezberin önüne geçebilmek ve daha doğru eğitim sonuçları alabilmek adına dropout parametresi 0.2 olarak seçilmiştir. EarlyStopping kendini tekrarlayan 7 adım sonunda eğitimi durdurmaktadır. Aşırı öğrenme ve ezberin yorumlanabilmesi için önerilen modelin Loss eğrisi çizdirilmiştir. Elde edilen grafik Şekil 4'de verilmiştir. Şekle göre eğitim süreci boyunca eğitim kayıp değeri ile birlikte test kayıp değerinin de azaldığı görülmektedir. Bu da eğitim süreci boyunca overfitting olmadığını göstermektedir. Önerilen CNN-BLSTM tahmin modelinde elde edilen tüm veri için orjinal değerler ile eğitim ve test tahmin değerlerinin grafiği Şekil 5'te verilmiştir.

Tahminde kullanılan her bir modelin hata metrikleri ve başarım oranları hesaplanmıştır. En iyi performansı sergileyen modelin tespiti için bu kriterler kıyaslanmıştır. Bu kıyaslama sonucunda da her hata metriği için en küçük değeri ve başarım oranı en yüksek değeri yine CNN-BLSTM hibrit mimari modeli sergilemiştir. Elde edilen metrik değerlerinin sonuçları Tablo 4'de verilmiştir. RMSE değeri 1.60, MSE değeri 2.56, MAE değeri 1.18 ve R² oranı %0.984 değerleri ile hibrit CNN-BLSTM modelinin başarısı BLSTM modeline göre yüksek tahmin sonuçları vermiştir.

Modelin eğitim süreci boyunca overfitting olmaması, ezberi önlemesi ve daha doğru tahmin sonuçları elde etmesi, modeli güvenilir ve etkili bir tahmin aracı haline getirmiştir. Dropout parametresinin uygun bir değerle kullanılmasıyla, aşırı öğrenme sorunu minimize edilirken modelin genelleme kabiliyeti artırılmıştır. EarlyStopping mekanizması da eğitimi tekrarlayan adımlar sonunda durdurarak gereksiz hesaplama süresini azaltırken, en iyi modelin seçilmesini sağlamaktadır.

Sonuç olarak, önerilen CNN-BLSTM modeli güvenilir ve doğru tahmin sonuçları elde etmek için etkili bir seçenektir. Eğitim sürecinde overfitting'i engelleyen, doğru parametre ayarlamaları ve model mimarisiyle ezberi önleyen bu model, zaman serisi tahmini alanında başarılı sonuçlar elde etmek için tercih edilebilir.

4 Tartışma

Bu çalışmada, küçük bir bölgede kurulu olan rüzgâr santralinden elde edilen gerçek zamanlı veriler kullanılarak kısa dönemli elektrik üretimi tahmin edilmiştir. Tahminde optimum parametre değerini tespit edebilmek için hiperparametre değerleri ızgara arama algoritması ile optimize edilmiştir.

Model içinde kullanılan hiperparametrelerin optimize edilmesi, minimum parametre ile yüksek doğruluk sonuçlarına ulaşılmıştır. BLSTM model ve hibrit modelin performansı karşılaştırılmış ve önerilen hibrit modelin R^2 değeri oldukça başarılı bulunmuştur. Özellikle R^2 oranının yüksek olması, modelin tahminlerinin gerçek değerlerin büyük bir kısmını açıklama yeteneği olduğunu göstermektedir.

Doğru elektrik enerjisi üretimi tahmini, sebekelerde karar verme ve sistem işleyişi için kritik öneme sahiptir. Ayrıca arz- talep dengesinin verimli bir şekilde sağlanabilesi için operatörler, tahmin modelleri ile yatırımcılar için ideal bir pazar stratejisi oluşturabilirler. Bu çalışmada, rüzgâr enerjisi santrallerinden üretilen elektrik enerjisinin tahmini için hibrit bir CNN-BLSTM modeli önerilmiştir. Kısa dönem elektrik üretim tahmini için önerilen hibrit modelde tahmin başarısını etkileyen hiperparametre değerleri Grid Search arama algoritması ile optimize edilip minimum maliyet ile başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Doğrulama değerleri 10 katmanlı çapraz doğrulama ile doğrulanmıştır. Farklı derin modelleri kullanılarak önerilen öğrenme modelin performansı kıyaslanmıştır. Sonuç olarak hibrit modelin performansı 0,984 doğruluk oranı ile BLSTM modele göre daha başarılı bulunmuştur.

Bir CNN-BLSTM modeli kullanarak elektrik üretimi tahmini yapmak, doğru veri toplama ve ön işleme, model oluşturma, eğitim ve tahminler yapma aşamalarını gerektirir. Bu, birçok uygulama alanında yararlı olabilir, çünkü bu model, zaman ve uzamsal verileri işleyebilir ve çeşitli alanlarda kullanılabilir.



Şekil 4. Eğitim ve test verisi kayıp eğrileri



Tablo 4. Modellerin karşılaştırmalı performans sonuçları

Tahmin Modeli	RMSE (MWh)	MSE(MWh)	MAE(MWh)	R^2
BLSTM	1.84	3.38	1.34	0.980
CNN-BLSTM	1.60	2.56	1.18	0.984

Modelin performansını iyileştirmek için daha fazla veri kaynağı kullanarak modelin girdi çeşitliliğini artırmak, daha uzun süreli verileri dahil etmek, model parametrelerini ayarlamak için farklı hiperparametre optimizasyonları kullanmak gibi potansiyel yollar ele alınabilir. Ayrıca, modelin yanıltıcı tahminler yapması durumunda, yanlış girdi verileri veya anormal verilerin tespiti için filtreleme yöntemleri kullanılabilir.

Sonuç olarak, CNN-BLSTM modelleri, özellikle rüzgâr enerjisi gibi durağan olmayan yapıları yakalama ve elektrik üretimi tahmini gibi sürekli ve dinamik değişkenlere dayalı tahminleme problemleri için etkili bir seçenektir. Önerilen yöntemin, bölgesel yatırımcılara minimum maliyetle, yüksek doğruluk oranında, kullanıcıdan bağımsız ve zaman tasarruflu enerji yönetimi planlamalarında yol haritası olacağı düşünülmektedir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %10

Kaynaklar

- M. Ali, M. Adnan, M.Tariq, Optimum control strategies for short term load forecasting in smart grids. International Journal of Electrical Power & Energy Systems ,113, 792-806, 2019. https://doi.org/10.10 16/j.ijepes.2019.06.010.
- [2] C. Wang, T. Bäck, H. H. Hoos, M. Baratchi, S. Limmer, and M. Olhofer, Automated machine learning for shortterm electric load forecasting. In 2019 IEEE Symposium Series on Computational Intelligence SSCI, pp. 314-321, Xiamen, China, December 2019.
- [3] S. Bouktif, A. Fiaz, A. Ouni, M. A. Serhani, Optimal deep learning lstm model for electric load forecasting using feature selection and genetic algorithm: Comparison with machine learning approaches. Energies, 11(7), 1636, 2018. https://doi.org/10.339 0/en11071636.
- [4] J. Wu, X. Y. Chen, H. Zhang, L. D. Xiong, H. Lei, S. H. Deng, Hyperparameter optimization for machine learning models based on Bayesian optimization. Journal of Electronic Science and Technology, 17(1), 26-40, 2019. https://doi.org/10.11989/JEST.1674-862 X.80904120.
- [5] Y. Wang, S. Sun, X. Chen, X. Zeng, Y. Kong, J. Chen, T. Wang, Short-term load forecasting of industrial customers based on SVMD and XGBoost. International Journal of Electrical Power & Energy Systems, 129, 106830, 2021. https://doi.org/10.1016/j.ijepes.2021.10 6830.
- [6] K. Liu, J. Cheng, J. Yi, Copper price forecasted by hybrid neural network with Bayesian Optimization and wavelet transform. Resources Policy, 75, 102520,2022. https://doi.org/10.1016/j.resourpol.2021.102520.

[7] D. M. Belete and M. D. Huchaiah, Grid search in hyperparameter optimization of machine learning models for prediction of HIV/AIDS test results. International Journal of Computers and Applications, 44(9), 875-886, 2022. https://doi.org/10 .1080/1206212X.2021.1974663.

- [8] H. Alibrahim and S. A. Ludwig, Hyperparameter optimization: Comparing genetic algorithm against grid search and bayesian optimization. In 2021 IEEE Congress on Evolutionary Computation, pp. 1551-1559, Kraków, Poland, June 2021.
- [9] B. Z. Aufa, S. Suyanto and A. Arifianto, Hyperparameter setting of LSTM-based language model using grey wolf optimizer. In 2020 International Conference on Data Science and Its Applications, pp. 1-5, Bandung, Indonesia, August, 2020.
- [10] A. Zainab, A. Ghrayeb, M. Houchati, S. S. Refaat and H. Abu-Rub, Performance evaluation of tree-based models for big data load forecasting using randomized hyperparameter tuning. In 2020 IEEE International Conference on Big Data, pp. 5332-5339, Atlanta, GA, USA, December, 2020.
- [11] S. Gao, Y. Huang, S. Zhang, J. Han, G. Wang, M. Zhang, Q. Lin, Short-term runoff prediction with GRU and LSTM networks without requiring time step optimization during sample generation. Journal of Hydrology, 589, 125188, 2020. https://doi.org/10.101 6/j.jhydrol.2020.125188.
- [12] S. M. J. Jalali, S. Ahmadian, A. Khosravi, M. Shafiekhah, S. Nahavandi, J. P. Catalão, A novel evolutionary-based deep convolutional neural network model for intelligent load forecasting. IEEE Transactions on Industrial Informatics, 17(12), 8243-8253, 2021. https://doi.org/10.1109/TII.2021.3065718.
- [13] G. Trierweiler Ribeiro, J. Guilherme Sauer, N. Fraccanabbia, V. Cocco Mariani, L. dos Santos Coelho, Bayesian optimized echo state network applied to short-term load forecasting. Energies, 13(9), 2390, 2020. https://doi.org/10.3390/en13092390.
- [14] F. Kosanoğlu, Z. N. Kiriş ve Ö. F. Beyca, Tekrarlayan Sinir Ağları Temelli Rüzgâr Hızı Tahmin Modelleri: Yalova Bölgesinde Bir Uygulama. Journal of Intelligent Systems: Theory and Applications, 5(2), 178-188, 2022. https://doi.org/10.38016/jista.1120383.
- [15] A. Gülcü ve Z. Kuş, A Survey of Hyper-parameter Optimization Methods in Convolutional Neural Networks. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 7(2), 503-522, 2019. https://doi.org/10.29109/gujsc.51 4483.
- [16] P. Görgel ve E. Kavlak, Uzun kısa süreli hafiza ve evrişimsel sinir ağları ile rüzgar enerjisi üretim tahmini. Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi, 11(1), 69-80, 2020. https://doi.org/10.24012/ dumf.596533.
- [17] Y. Yu, X. Si, C. Hu, J. Zhang, A review of recurrent neural networks: LSTM cells and network architectures. Neural Computation, 31(7), 1235-1270, 2019. https://doi.org/10.1162/neco_a_01199.
- [18] V. Pattana-Anake and F. J. J. Joseph, Hyper Parameter Optimization of Stack LSTM Based Regression for PM 2.5 Data in Bangkok. In 2022 7th International

Conference on Business and Industrial Research, pp. 13-17, Bangkok, Thailand, May 2022.

- [19] L. Latifoğlu, Derin sinir ağları modeli ile standardize yağış indeksi tahmini. Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 1-1, 11(4), 1006-1024, 2022. https://doi.org/10.28948/ngumuh.11 45279.
- [20] H. Çetiner, Recurrent Neural Network Based Model Development for Energy Consumption Forecasting. Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 11(3), 759-769, 2022. https://doi.org/10.17798 /bitlisfen.1077 393.
- [21] Y. Imrana, Y. Xiang, L. Ali, Z. Abdul-Rauf, A bidirectional LSTM deep learning approach for intrusion detection. Expert Systems with Applications, *185*, 115524, 2021. https://doi.org/10.1016/j.eswa.202 1.115524.
- [22] G. Zhang, F. Tan, Y. Wu, Ship motion attitude prediction based on an adaptive dynamic particle swarm optimization algorithm and bidirectional LSTM neural network. IEEE Access, 8, 90087-90098, 2020. https://doi.org/10.1088/1755-1315/440/3/032115.
- [23] M. N. Akhter, S. Mekhilef, H. Mokhlis, Z. M. Almohaimeed, M. A. Muhammad, A. S. M. Khairuddin, M. M. Hussain, An hour-ahead PV power forecasting method based on an RNN-LSTM model for three different PV plants. Energies, 15(6), 2243, 2022. https://doi.org/10.3390/en15062243.
- [24] S. M. Malakouti, A. R. Ghiasi, A. A. Ghavifekr, P. Emami, Predicting wind power generation using machine learning and CNN-LSTM approaches. Wind Engineering, 46(6), 1853-1869, 2022. https://doi.org /10.1177/0309524X221113013

- [25] F. Saeed, A. Paul, H. Seo, A Hybrid Channel-Communication-Enabled CNN-LSTM Model for Electricity Load Forecasting. Energies, 15(6), 2263, 2022. https://doi.org/10.3390/en15062263.
- [26] A. Rai, A. Shrivastava, K. C. Jana, K. C, A CNN-BiLSTM based deep learning model for mid-term solar radiation prediction. International Transactions on Electrical Energy Systems, 31(9), e12664, 2021. https ://doi.org/10.1002/2050-7038.12664.
- [27] Y. A. Ali, E. M. Awwad, M. Al-Razgan, A. Maarouf, Hyperparameter Search for Machine Learning Algorithms for Optimizing the Computational Complexity. Processes, 11(2), 349, 2023. https://doi. org/10.3390/pr11020349.
- [28] Z. Qu, J. Xu, Z. Wang, R. Chi, H. Liu, Prediction of electricity generation from a combined cycle power plant based on a stacking ensemble and its hyperparameter optimization with a grid-search method. Energy, 227, 120309, 2021.https://doi.org/10. 1016/j.energy.2021.120309.
- [29] E. Akarslan and F. O. Hocaoglu, A novel method based on similarity for hourly solar irradiance forecasting. Renewable Energy, 112, 337-346, 2017. https://doi .org/10.1016/j.renene.2017.05.058.
- [30] R. Jiao, T. Zhang, Y. Jiang, H. He, Short-term nonresidential load forecasting based on multiple sequences LSTM recurrent neural network. *IEEE Access*, 6, 59438-59448, 2018. https://doi.org/10.1109/ ACCESS.2018.2873712.
- [31] E. Tanyıldız and F. Demirtaş, Hyper Parameter Optimization. In 2019 1st International Informatics and Software Engineering Conference, pp. 1-5, Ankara, Turkey, November, 2019.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 778-798 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Predicting the severity of occupational accidents in the construction industry using standard and regularized logistic regression models

İnşaat sektöründe standart ve düzenlileştirilmiş lojistik regresyon modelleri kullanılarak iş kazalarının şiddetinin tahmini

Şura Toptancı^{1,*} (¹), Nihal Erginel² (¹), Ilgın Acar³

^{1.2} Eskişehir Technical University, Industrial Engineering Department, 26555, Eskişehir, Türkiye ³ Western Michigan University, Industrial and Entrepreneurial Engineering and Engineering Management Department, Michigan, USA

Abstract

Occupational accidents in the construction industry occur more frequently when compared with other industries. Construction occupational accidents still have not been prevented at the desired level. Several studies in the literature have been conducted to predict the occurrence frequency of these accidents using classical statistical and machine-learning techniques. However, some challenges regarding imbalanced and multicollinearity problems present in the dataset are not considered while analyzing data with a large size and a large number of categorical variables. This study aims to predict the severity of nonfatal construction accidents considering mentioned challenges to obtain more accurate results. In this study, standard binary logistic regression, Firth, Ridge, Lasso, and Elastic Net Regularized logistic regression models were used for the prediction of lost workdays in the construction industry and results were compared. The data used were classified into five groups: victim, workplace, accident time, accident and sequence of events, and postaccident state-related variables. The results showed that Firth's logistic model is the best-performing model and age, education, vocational education, workplace size, project type, working environment, accident month and year, general and specific activities, material agent, type of injury, and part of body injured are the most significant variables. This study, by providing interpretable machine learning tools, is the first attempt to use proposed models in the area of construction safety in the literature.

Keywords: Occupational accidents, Construction industry, Logistic regression, Machine learning, Accident severity.

1 Introduction

Occupational accidents are complex and serious health and safety problems of the working life. Millions of people suffer from injuries and fatalities resulting from occupational accidents in the workplaces every year. Not only do these incidents impact the workers' health, but they also create significant burdens for their families, employers, and society as a whole [1], [2]. In addition, occupational accidents may

Özet

İnşaat sektöründe iş kazaları diğer sektörlere kıyasla daha sık meydana gelmektedir. İnşaat iş kazaları hâlâ istenilen düzeyde önlenememiştir. Literatürde klasik istatistiksel ve makine öğrenmesi teknikleri kullanılarak bu kazaların meydana gelme sıklığını tahmin etmek için birçok çalışma yapılmaktadır. Ancak, büyük boyutlu ve çok sayıda kategorik değişken içeren veriler analiz edilirken, veri setinde bulunan dengesizlik ve çoklu bağlantı sorunlarına ilişkin bazı problemler dikkate alınmamaktadır. Bu çalışma daha doğru sonuçlar elde edebilmek için bahsedilen problemleri dikkate alarak, ölümcül olmayan inşaat kazalarının şiddetini tahmin etmeyi amaçlamaktadır. Bu çalışmada, inşaat sektöründe iş günü kaybının tahmini için standart ikili lojistik regresyon, Firth, Ridge, Lasso ve Elastik Net düzenlilestirilmis lojistik regresvon modelleri kullanılmış ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Kullanılan veriler kazazede, iş yeri, kaza zamanı, kaza ve olaylar zinciri ve kaza sonrası durumla ilgili değişkenler olmak üzere beş gruba ayrılmıştır. Sonuçlar, Firth'in lojistik modelinin en iyi performans gösteren model olduğunu ve yaş, eğitim, mesleki eğitim, işyeri büyüklüğü, proje türü, çalışılan ortam, kaza ayı ve yılı, genel ve özel faaliyetler, kullanılan materyal, yaranın türü ve yaranın vücuttaki yerinin en önemli değişkenler olduğunu göstermiştir. Yorumlanabilir makine öğrenimi araçları sağlayan bu çalışma, literatürde inşaat güvenliği alanında önerilen modelleri kullanmaya yönelik ilk girişimdir.

Anahtar kelimeler: İş kazaları, İnşaat sektörü, Lojistik regresyon, Makine öğrenmesi, Kaza şiddeti.

result in absenteeism from work, loss of income, loss of job, and time loss due to disabling injuries and medical checkups after the injured worker returns to work [3], [4].

According to the estimation model of the International Labour Organization (ILO), there are approximately 3.5 billion workers in the world [5]. Unfortunately, these workers are at risk of experiencing occupational accidents and diseases, resulting in 2.78 million deaths and 374 million

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: sani@eskisehir.edu.tr (§. Toptancı) Geliş / Recieved: 30.11.2022 Kabul / Accepted: 22.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1212385

non-fatal accidents that cause more than four days of work missed each year [6]. Occupational accidents also lead to significant economic costs including long-term workday loss, safety corrections, medical treatment, survivor benefits, death-related costs, fines, and numerous indirect costs to the employers for occupational accidents are much and assorted. The economic cost of poor occupational safety and health (OSH) practices is estimated to be 3.94% of the global Gross Domestic Product (GDP) annually [6], [7].

Despite the fact that annual surveys of occupational accidents in developing countries state that there is a decrease taking place in the incidence rate for occupational accidents, some problems may occur (i.e., identifying, recording, and reporting) in surveys and observation programs. Thus, this annual survey cannot show the rates precisely for occupational injuries and illnesses to evaluate the load of occupational accidents of the Nations correctly. There can be also other discussions for this decrement such as the results of surveys may have statistical artifacts or the survey may be completed in the higher unemployment times, and or shutdown period due to the epidemic. Besides, this decrement mentioned is not valid for every year and in general, the trend in the rates of injury and illness in workplaces and their costs is still upward. For these reasons, it is necessary to establish an OSH system in workplaces and carry out OSH studies and accident prevention activities in a systematic way in order to eliminate or reduce occupational accidents and their effects.

In order to direct OSH-related activities in workplaces, occupational accident data should be analyzed. It is generally handled in terms of frequency and severity of the occupational accidents which indicates the number of incidents occurring in a given working period and expresses the effect on people when the accident occurs, respectively. In literature, accident frequency estimation is widely studied to accident severity. Besides, occupational accidents may result from various causes or variables. For this reason, much research has also been conducted to understand the etiologic mechanisms of occupational accidents, with most analyzing accident data to identify variables that may trigger them or to investigate the relationship between dependent and a limited number of independent accident variables. Therefore, it is important to analyze occupational accident data for learning overlapping characteristics of accidents, predicting future events, and reducing the frequency and severity of injuries.

One industry that experiences a high frequency and severity of occupational accidents is the construction industry. In comparison to other industries globally, construction activities pose unique risks and have high rates of fatal and non-fatal injuries resulting from occupational accidents.

According to the Bureau of Labor Statistics (BLS), in 2021, 951 of 5.190 fatal occupational accidents in the USA and 386 of 1.382 fatal occupational accidents in Türkiye occurred in the construction industry [8], [9]. Despite the current legislation (Occupational Health and Safety Law No. 6331 made in 2012 and then many regulations and communique gradually published under this law) that applies

to OSH, numerous safety-related actions carried out, fines applied, and precautions taken to improve safety and reduce workplace accident rates in Türkiye, the number, and severity of accidents in the construction industry have not been reduced to the desired level. In fact, the number of these accidents in the construction industry in Türkiye has exhibited an increasing trend every year. According to the report of the Social Security Institution (SSI). 10.08% of the working group under the framework of article 4/1.a of Law No. 5510 were employed in the construction industry in 2021. Data from the same year indicate that occupational accidents that occurred in the construction industry constituted 11.37% of all occupational accidents, 27.93% of all fatal accidents, and 23.53% of all accidents that cause permanent incapacity in Türkiye. These findings indicate that the construction industry is where accidents occur most frequently.

In literature, there are two main sources of data used to analyze occupational accidents which are government statistics and empirical data from organizations. Besides, government statistics that have high-dimensional database is less used in accident studies. Moreover, researchers commonly use traditional statistical approaches such as frequency analysis and standard regression models to analyze occupational accident data with small sample sizes. Cakan [10] used logistic regression models to study the effects of a few accident variables on fatal and non-fatal construction fall accidents by examining case reports obtained from the Occupational Safety and Health Administration (OSHA) based on the degree of injury. Onder [11] analyzed non-fatal occupational accidents in an openpit mining operation using logistic regression method to estimate the workday loss. Akboga [12] assessed the risk factors affecting injury severity scores in construction accident reports obtained from the General Directorates of Social Security Institution (SSI) for three metropolitan cities using logistic regression. Bilim [13] used cross-tabulation and logistic regression analyses for highway and railway construction accidents that occurred from 2013 to 2016.

Nevertheless, a comprehensive database is necessary to investigate occupational accidents and learn the links among variables addressed in the study. However, traditional statistical modelling strategies may not accurately analyze and interpret high-dimensional accident databases. Recently, machine learning and data mining techniques have been used with large data sets. These approaches are used to predict accident outcomes, learn from the data, and take actions related to the variables that make that prediction to avoid recurrent accidents. Table 1 outlines some of the prominent studies that have analyzed construction accident data using machine learning and data mining techniques.

Moreover, in general, the accident data include mostly rare events, many independent variables, and mostly categorical variables with many levels. Furthermore, highly imbalanced distribution, and multicollinearity which is a situation in which some independent variables are too similar to one another and highly correlated also exist among accident variables. All these issues may arise a quasi-

Table 1. Some	prominent	studies of	on analyzing	construction
accident data				

Author (year)	Application Field (data period)	Technique(s)	Prediction purpose
Tixier et al. [14]	Construction (2011-2014)	Random Forest and Stochastic Gradient Tree Boosting	Injury type, energy type, body part, and injury severity
Yang et al. [15]	Construction (2015)	Support Vector Machine	Near miss falls
Kang and Ryu [16]	Construction (2008-2014)	Random Forest	Occupational accident types
Ayhan and Tokdemir [17]	Construction	Clustering, Artificial Neural Networks, Case- Based Reasoning	Accident outcome
Lee et al. [18]	Construction (2015-2020)	Clustering, Cramer's V, Chi- square test, Support Vector Machine, Principal Comp. Analysis	Injury severity level
Choi et al. [19]	Construction (2011-2016)	Logistic regression, Decision tree, Random Forest, Adaptive boosting	Risk of fatality accidents
Recal and Demirel [20]	Construction (2013-2016)	Support Vector Machines, Multinomial logistic, C5.0 decision tree, Stochastic Gradient Boosting, Neural Network	Fatal and non- fatal accidents as two-class and multi-class outcomes
Tetik et al. [21]	Construction (2010-2012)	C5.0 Decision tree algorithm	Determination of associations between the degree of injury and several variables
Koc et al. [22]	Construction (2011-2020)	Random Forest, Naïve Bayes, K- Nearest neighbor, Neural Networks	Fatal vs. non- fatal accident in İstanbul

complete separation problem which occurs when some observations of independent (explanatory) accident variables with a dependent (outcome) variable have values of zero (0) and causes one or some of the independent variables can perfectly or nearly perfectly predict the dependent accident variable [23-25]. In the presence of a quasi-complete separation problem, the model may fail to converge, predictions become biased, inaccurate prediction results are obtained, the standard errors can be very large values, and one or more regression coefficients become infinite. In this case, standard regression models are not suitable to fit the accident data when there are above-mentioned problems since estimated parameters become unstable and the fitting performances of the models are reduced in standard models. Therefore, imbalanced, and multicollinearity issues should be carefully considered before estimating regression

parameters. Hoewever, machine learning algorithms consider a balanced assumption in a data set, and they are focused on increasing accuracy. Under these circumstances, integrating some alternative techniques and pre-processing (i.e., handling missing values, choosing and encoding variables, splitting the dataset, etc.) tasks that transform the data into a consistent, complete, and valid format before it is used [23] to address and handle these problems mentioned is necessary to obtain high-quality and accurate prediction results. For these reasons, in recent years, regularized prediction models as alternative solution approaches have been widely used and successfully applied in order to address imbalanced and multicollinearity challenges in literature [24], [26-28].

Regularization is a way to overcome the drawbacks of the standard regression models by modifying standard models. In this process, unstable regression parameters are penalized using a tuning parameter to the prediction functions. There are several regularized regression models and Firth, Ridge, Lasso, and Elastic net regression models are well-known in literature. Regularized prediction models help to diminish the variance and sample errors in the model and estimate robust regression parameters against imbalanced and multicollinearity, and improve model performances [24], [27].

In literature, to our knowledge, only three studies have been conducted using regularized prediction models to analyze occupational accidents. Gavanji [24] analyzed occupational injury data from the year 2007 to 2016 using Firth, Lasso, Elastic Net logistic regression models to predict fatal injury claims. Gonzalez-Delgado [26] studied occupational injuries that occurred in 2012 to predict the accident outcome (fatal/non-fatal) using Firth's logistic regression model. Gallego et al. [28] examined accident data between 1995 and 2017 to predict frequency rate, lost workdays, and severity rate in terms of the labour market, economy and productive structure-related variables using Lasso, Elastic Net and Adaptive Lasso linear regression models. In these studies, accident data for a particular industry are not investigated, and regularized logistic regression models are only used to predict injury cases being fatal. Besides, the number of independent variables is less and model performances are only assessed in terms of Bayesian information criteria (BIC) and Akaike's information criterion (AIC) in these studies.

The construction industry has hazardous environments and Law No. 6331 states construction works are a very dangerous occupation. Thus, construction safety is one of the broader fields of research in occupational safety literature. Safety-related studies are mostly conducted in terms of risk assessment and precautions in the construction industry. In addition, although machine learning and data mining applications for prediction and discovering patterns purposes have been conducted in the area of construction safety, to the best of our knowledge, the application of regularized prediction models has not been investigated in this field in the literature. Moreover, the applications of regularized prediction models in the context of occupational accident data and the use of large and variable-rich accident datasets have thus far been quite limited in the literature. These remaining gaps form the main objectives of this study.

The facts that mentioned above highlighted a need for careful analysis of occupational accidents data and integration of new approaches to standard techniques. Thus, the aim of this study is to cover the issue of occupational accidents in the construction industry taking into account the defined challenges arising from analyzing accident data, and to investigate whether new approaches improve the prediction success as compared to the using standard binary logistic regression. For this reason, the present study will attempt to focus on several research questions for predicting the lost workdays (LWD) as an indicator of severity of occupational accidents in the construction industry:

- (1) How can occupational accidents that occurred in the construction industry be analyzed to account for large and categorical variable-rich data?
- (2) How can the imbalanced classification problem be solved when construction occupational accident data is analyzed in standard binary logistic regression?
- (3) How can the multicollinearity problem be solved when construction occupational accident data is analyzed in standard binary logistic regression?
- (4) How can the best-performing model be determined for occupational accident data used?
- (5) What is the association between the LWD that resulting from occupational accidents and the accident variables?

This study contributes to the limited safety literature and analyses construction occupational accidents using the proposed approaches for the first time. The following section describes the prediction models, performance metrics and materials used in the study. Section 3 presents the results of the applications, and Section 4 contains the conclusions of the study.

2 Material and method

This section first presents the prediction methods applied and the criteria used to compare classification performance to achieve the aims of this study. The formal definitions of five different supervised machine learning algorithms, which are used to predict a categorical outcome, are provided in the following subsections. These algorithms consist of binary logistic regression as the standard model and the newer, regularized binary logistic regression techniques namely Firth, Ridge, Lasso, and Elastic net logistic regression models. In this study, binary logistic regression is used to model categorical dependent variable, the regularized binary logistic regression models are utilized to eliminate imbalanced and multicollinearity problems while modelling, and enhance the prediction performances of the models. Then, the data set and data pre-processing in this study are described. The data were manipulated by MS Excel 2016 and analyzed using glmnet and brglm packages in Rstudio software version 1.3.1093.

2.1 Binary logistic regression model

Let $V = \{(x_i, y_i): i = 1, 2, ..., n\}$ be a data set used in the analysis. Here, $x_i = (x_{i1}, ..., x_{ir})$ is the input vector of r independent variables and y_i is the output (dependent

variable) measured on the *i*th observation, and *n* is the size of the *V*. If the output is categorical and takes two possible values which are coded as 1 (outcome present, class of interest) and 0 (outcome absent), the problem is considered as a binary logistic regression problem [29].

The binary logistic regression model is widely used to analyze the relationship between independent variables and a dependent variable in classification problems. This model with multiple independent variables is formally expressed as follows [30]:

$$= \frac{\pi_{i}(x_{i}) = P(y_{i} = 1|x_{i})}{1 + exp(\beta_{0} + \beta_{1}x_{i1} + \dots + \beta_{r}x_{ir})}$$
(1)

where $\pi_i(x_i) = P(y_i = 1|x_i)$ represents the conditional probability that y_i is equal to 1 given x_i under *ith* observation. Additionally, the unknown regression parameters β_0 and $\beta_1 - \beta_r$ indicate the constant term and slope coefficients of independent variables, respectively. After manipulating Equation (1) by applying logit transformation, the model transforms into a linear model as follows [30]:

$$logit [\pi_i(x_i)] = ln\left(\frac{\pi_i(x_i)}{1 - \pi_i(x_i)}\right)$$

= $\beta_0 + \beta_1 x_{i1} \dots + \beta_r x_{ir}$ (2)

The maximum likelihood method is generally used to determine the association between variables by constructing the likelihood function. The maximum likelihood approach tries to acquire the log-likelihood function maximum while determining unknown regression parameters. The likelihood and log-likelihood functions are expressed as follows, respectively [31]:

$$L(\beta) = \prod_{i=1}^{n} \pi(x_i)^{y_i} (1 - \pi(x_i))^{1 - y_i}$$

$$\ell(\beta) = \sum_{i=1}^{n} [y_i \ln(\pi_i(x_i)) + (1 - y_i) \ln(1 - \pi_i(x_i))]$$
(3)

After the unknown regression parameters are estimated, the model is tested with the likelihood ratio test. If the estimated parameters are different from zero, the significance of the parameters is examined with p-values. The threshold for p-value is selected as 0.05 or less in this study.

There are some assumptions that should be checked for logistic regression. These basic assumptions including independence, linearity between the logit of the dependent and continuous independent variables, and the absence of multicollinearity must be met [32].

The binary logistic regression can suffer from multicollinearity problem. If the multicollinearity problem occurs, the Wald statistic, which confirms whether corresponding independent variable is significant or not by dividing estimated parameter by standard error gets smaller since the standard errors of the logistic regression parameters are overestimated [29], [30]. Besides, a variable that contributes to the model is found to be statistically insignificant. Therefore, the presence of the multicollinearity is generally tested using correlation coefficients values in binary logistic regression. If this problem is detected, the relevant variables can be removed from the model, or the number of observations can be increased [33].

Moreover, in the regression analysis, categorical variables need to be digitized using dummy encoding. In this process, if a categorical variable has m categories, m - 1 indicator columns, in other words dummy variables are introduced. The rule of creating m - 1 dummy variables is to avoid falling into the "dummy variable trap", that is, perfect collinearity or multicollinearity if there is a perfect relationship between the variables [34]. The remaining m^{th} category of the categorical variable is treated as a reference variable.

In binary logistic regression, the estimated conditional probabilities for each observation are usually compared with the cut-off point of 0.5 [33]. If $\pi_i(x_i) > 0.5$, the value of y_i corresponding to this observation is 1; otherwise, it is classified as 0.

2.2 Regularized binary logistic regression models

When there is an imbalanced distribution between the levels of the dependent variable, and the frequency of events belonging to the class of interest is low, the unknown regression parameters can be estimated with deviations [35]. In other words, these features of the data may lead to quasicomplete or complete separation problems which produce biased or infinite estimates of the unknown parameters. Additionally, the presence of multicollinearity is another challenge in working with data since this problem can reduce the efficiency of the estimations and cause misclassification. Regularized (shrinkage) regression models are used as alternative techniques to classic estimation or prediction approaches for solving separation and multicollinearity problems. The popularity of regularized regression models among machine learning algorithms has been increasing in recent years. Firth, Ridge, Lasso, and Elastic net logistic regression models have been widely used as regularized models in the literature for different fields [28], [36-38]. In regularized logistic regression models, the unknown regression parameters are estimated by adding a penalty term to the log-likelihood functions of related models.

2.2.1 Firth's logistic regression model

Firth's logistic regression model introduced by Firth [39] is used as a possible solution to maximum likelihood estimation for the issues of imbalanced distribution and separation. Firth's logistic regression model is based on the regularized logistic likelihood estimator. The regularized likelihood function in Firth's logistic model can be shown in Equation (4).

$$L^{Firth}(\beta) = L(\beta) \times |I(\beta)|^{\frac{1}{2}}$$

= $L(\beta) \times |X^T W X|^{1/2}$ (4)

where β represent the vector of unknown parameters, $L(\beta)$ indicates likelihood function, and $I(\beta)$ is Fisher information matrix in which X is the model matrix and W is the diagonal matrix that is subject to $diag(\pi_i(x_i)(1 - \pi_i(x_i)))$ which indicates the impact of each observation on the model [39].

The log-likelihood function $(\ell(\beta))$ is penalized by Jeffrey's invariant prior in Firth's logistic model. After taking the natural log of the corresponding likelihood function, in this case, the regularized log-likelihood function can be written as [24]:

$$\ell^{Firth}(\beta) = \ell(\beta) + (1/2)\ln|I(\beta)|$$
(5)

The second term of the regularized log-likelihood function is maximized at $\pi_i(x_i) = 0.5$ when $\beta = 0$. Therefore, the values of regression parameters are shrunk towards zero (0) [40].

2.2.2 Ridge logistic regression model

The Ridge logistic regression model was initially introduced by Schaefer et al. [41] and later by Duffy and Santer [42] is used when there is multicollinearity between independent variables. This model solves log-likelihood function of the binary logistic regression model using L_2 -norm penalty $(\|\beta_j\|_2^2)$ with tuning parameter λ that controls the amount of shrinkage. The ridge logistic regression model is expressed as follows [42]:

$$\ell^{Ridge}(\beta) = \ell(\beta) + \lambda \left\|\beta_j\right\|_2^2 = \ell(\beta) + \lambda \sum_{j=1}^r \beta_j^2 \qquad (6)$$

In the ridge logistic regression model, the value of λ shrinks the estimated values of regression parameters towards 0, but none of the estimated parameters becomes exactly 0 [43], [44]. It estimates coefficients for all of the independent variables included in the model. This case is considered as a disadvantage of ridge regularization since it reduces the interpretability of the model. If regularization and coefficient estimation for all of the variables are needed, this model can be utilized [45].

2.2.3 Lasso logistic regression model

The Lasso model proposed by Tibshirani [46] is another regularized regression approach. The Lasso regression model overcomes the disadvantage of ridge regression since it performs variable selection process. This property provides an advantage to interpret the results of model more easily than ridge model. Therefore, if the regularization is required and the weights of less important variables need to be reduced to 0, the lasso model can be applied.

Lasso logistic regression model is obtained by adding different penalty term called L_1 -norm $(\|\beta_j\|_1)$ with tuning parameter λ to the negative log-likelihood function. This model has the following form [36]:

$$\ell^{Lasso}(\beta) = -\ell(\beta) + \lambda \left\|\beta_j\right\|_1$$
$$= -\ell(\beta) + \lambda \sum_{i=1}^r |\beta_j|$$
(7)

There are some drawbacks that make model less stable in lasso logistic regression model. This model randomly chooses any variable among highly correlated variables and ignores the rest ones. Besides, it chooses at most nindependent variables in high dimensional data (r > n). However, there may be more variable parameters than nwithout 0 values in the last model. Another drawback of this model is that lasso model function is not exactly convex; thus, different estimates can be obtained according to the order of different independent variables when fitting the model.

2.2.4 Elastic net logistic regression model

The Elastic net model introduced by Zou and Hastie [47] is used as another regularization and variable selection approach. This model addresses the drawbacks of Lasso regression. The Elastic net model is a combination of lasso and ridge models. In other words, it uses a mixture of L_1 -norm and L_2 -norm penalties that conveys the features of both lasso and ridge, respectively. The Elastic net approach uses another parameter to tune, and provides a balance association between reducing the size of parameters and shrinking them to 0.

The elastic net logistic regression model adds two regularization terms to the log-likelihood function with a mixing parameter α that indicates the degree of balance between lasso and ridge approaches. This model can be formulated as follows [47]:

$$\ell^{Elastic net}(\beta) = \ell(\beta) + \lambda \left[\frac{1}{2} (1-\alpha) \sum_{j=1}^{r} \beta_j^2 + \alpha \sum_{j=1}^{r} |\beta_j| \right]$$
(8)

The elastic net logistic regression model is equivalent to ridge logistic regression when $\alpha = 1$ and to lasso logistic regression when $\alpha = 0$. The value of α is usually taken as 0.5 to perform an equal combination of ridge and lasso models.

2.3 Choice of tuning parameter

Determining the value of tuning parameter λ (lambda) is critical since it controls the parameter estimates. The λ parameter is both a monotonically decreasing function of the variance of parameter estimation and a monotonically increasing function of the bias of this parameter [27]. When the value of λ increases, the variance decreases and the bias increases. The tuning parameter λ is generally determined by data-driven approaches such as k-fold cross validation.

In k-fold cross-validation, the data set is split into to k groups, where one group is used as a test data set and other k-1 groups form the training data set [48]. 5-fold or 10-fold cross-validation is commonly used. In 10-fold cross validation, the data is splitting into 10 sub-samples of equal size [48], [49]. A training set consisting of 9 sub-samples are

used to fit the model and test set consisting of the rest of one sub sample is utilized to assess the model's validity. This process is repeated until each sub-sample is used once as a test set. Then, the value of λ is calculated.

In literature, there are two main λ parameters which are known as *lambda.min* and *lambda.1se*. The values of *lambda.min* and *lambda.1se* indicate the value of minimum misclassification error and the most regularized model of the misclassification error within one standard error of the minimal error, respectively [50]. The values of estimated parameters depend on the amounts of λ . It is important to choose right value of λ to avoid overfitting and underfitting issues for the model. Cross validation is widely utilized to choose the proper λ values that provide a proper balance between variance and bias and diminish the misclassification error. For this reason, *cv.glmnet()* from glmnet package is used to determine the best value of λ in this study.

2.4 Prediction performance comparison criteria

2.4.1 Akaike's information criterion (AIC)

The AIC is a measure of fit to assess the different models. It adds a penalized term with the number of estimated parameters included in the model to the value of the log-likelihood. The value of AIC is computed as follows [30]:

$$AIC = -2(\ell(\beta)) + 2d \tag{9}$$

where d is the number of estimated parameters. Smaller AIC values mean better model fit.

2.4.2 Confusion matrix and related metrics

The confusion matrix and several metrics obtained with the help of this matrix are used to measure the prediction performance of the logistic regression models. The general structure of the confusion matrix for the binary classification with actual values on one axis and predicted values calculated with the classification algorithm on another are given in Table 2.

Table 2. Confusion matrix of binary classification

 problem [51]

	Predicted values		
Actual values	Negative	Positive	
Negative (N)	True Negative (TN)	False Positive	
Positive (P)	False Negative (FN)	(FP) True Positive	
		(TP)	

True positive (TP) and True negative (TN) show outcomes that are correctly predicted as positive and negative, respectively. Contrarily, False positive (FP) and False negative (FN) indicate the negative and positive outcomes that are wrongly predicted as positive and negative, respectively. After constructing the confusion matrix, four basic rates are utilized to describe the predictive quality of a model. These rates are given below [51-53]:

$$True \ positive \ rate = \frac{TP}{TP + FN} \tag{10}$$

$$True \ negative \ rate = \frac{TN}{TN + FP} \tag{11}$$

$$Positive \ predictive \ value \ = \ \frac{TP}{TP + FP}$$
(12)

Negative predictive value =
$$\frac{TN}{TN + FN}$$
 (13)

The true positive rate is also known as *sensitivity* or *recall*. The true negative rate is also called *specificity* and the positive predictive value is synonyms with *precision*.

Other confusion matrix metrics are a combination of the basic rates. Besides, if there is an imbalanced distribution among classes, balanced accuracy, F1 and G-means metrics are used to avoid the misleading results rather than others [54]. Metrics used in this study are defined with their related formulations below.

Balanced accuracy is a widely used metric to deal with imbalanced data. It is the arithmetic mean of the true positive and true negative rates. In other words, it adds sensitivity and specificity scores and divides their addition by two. This score is computed as follows [51]:

$$Balanced Accuracy = \frac{\frac{TP}{TP + FN} + \frac{TN}{TN + FP}}{2}$$
(14)

F1 is another appropriate metric in the case of imbalanced class distribution. F1 is defined as the harmonic mean of the precision and sensitivity [52]. It can be formulated as follows:

$$F1 = \frac{2 \times \left(\frac{TP}{TP + FN} \times \frac{TP}{TP + FP}\right)}{\left(\frac{TP}{TP + FN} + \frac{TP}{TP + FP}\right)}$$
(15)

G —mean is also used as an evaluation metric for the imbalance data learning. G —mean is the geometric mean of sensitivity and specificity [54]. It can be defined as follows:

$$G - mean = \sqrt{\frac{TP}{TP + FN} \times \frac{TN}{TN + FP}}$$
(16)

The values of comparison metrics are between 0 (the worst possible) and 1 (the best). The higher the comparison metrics scores, the better result. There are no standard range rules for all the metrics. These scores strongly depend on how imbalanced and high-dimensional the data is. Therefore, they are interpreted based on particular prediction problems in the literature [29], [55-56].

2.4.3 Areas under the curves

The receiver operating characteristic (ROC) curve and precision-recall (PR) curve with areas under these curves

have also been widely used to compare the performance of models [29], [52]. The ROC curve plots the proportion of true positive rate (sensitivity or recall) and false positive rate (1 - specificity) of the model. The area under the *ROC* curve (ROC AUC) represents the performance of the model by the rate of correct classification of positive and negative samples. The random prediction value which is a baseline measure for ROC AUC is 0.50. If the value of ROC AUC is smaller than 0.50, it indicates that the model performance is worse than the random prediction. A ROC AUC value close to 1 means better performance for the model. However, if this value is 1, it implies that the model has the perfect skill to classify observations into classes. Alternatively, a PR curve which plots the precision against the recall and the area under the PR curve (PR AUC) can be used to evaluate the model performance. The baseline random prediction value for PR AUC is the rate of actual positives (P) to total of actual positives and actual negatives (N) which is (P/(P +N)) [55]-[56]. The *PR AUC* value greater than this rate represents better model performance. The PR curve is more appropriate for imbalanced data since it ignores the true negatives.

2.5 Data set, data pre-processing and data analysis process

The national data set used for this study is the construction occupational non-fatal injury data from January 2013 to December 2017 for workers in the Central Anatolia region which accounts for approximately 20% of the occupational accidents in the construction industry in Türkiye. The data was obtained from the Turkish SSI. A total of 25,944 non-fatal occupational accidents were extracted from the data set after omitting missing values and "no information" entries as a first stage of data pre-processing.

All variables were categorized into five groups as victimrelated, workplace-related, accident time-related, accident and sequence of events-related and post-accident staterelated variables. Additional independent variables are included in this study using the time and date variables of the data set and these are work experience, accident year, accident month, accident day and hour of the accident. Some numerical variables; age, work experience and size of workplace were required to be converted to categorical variables after checking logistic regression assumptions since the assumption of linearity between the logit of the dependent and continuous independent variables is not satisfied. Geographical locations were grouped by taking into account the insured working population of the cities. In this study, the categories of the independent variables followed the European Statistics on Accidents at Work (ESAW) methodology.

Age group, education level, marital status, last work experience, OSH and vocational training status of the victim, and occupation of the victim based on International Standard Classification of Occupations (ISCO-08) groups are included in the victim-related variables. In addition, local unit where accident occurs, economic activity of the project based on Nomenclature of Economic Activities (NACE) codes which group organizations according to the their business activities, total number of workers working at the workplace of the victim, the place/post occupied by the victim, and the type of workplace, working area or location where the victim was present or working just before the accident are the variables within workplace-related group. Besides, accident-time related group provide information about year, month, day, and hour which accident occurs. Accident and sequence of events-related group addresses information regarding the process where the accident take place, main type of work/task being performed by the victim at accident time, the activity being performed by the victim, and the event that triggers the accident, the tool, object, or instrument involved in the abnormal event. Moreover, postaccident state-related group reveal information regarding the physical results for the victim, the part of the body injured,

Table 3. Variable set used for the study	Table 3.	Variable set used for the study
---	----------	---------------------------------

and the number of days where the victim is unfit for work due to an accident at work.

The number of LWD was taken as the dependent variable in the analysis of accident data. The variable LWD refers to the number of days away from work where the workers who suffered an occupational accident are unfit for work [57]. In ESAW methodology, only cases of accidents with more than three days of absence are considered. Therefore, the variable LWD was converted into a categorical variable based on ESAW criteria in this study to predict the probability of nonfatal occupational accidents with more than and less than or equal to three LWDs. The dependent variable was coded as "1" for more than 3 days lost accidents, and '0' for less than or equal to 3 days lost accidents. Table 3 presents all variables considered in this study with their brief definitions and descriptive statistics.

Variable Group	Variable	Subcategory of Variable (<i>n</i>)
	Age Group (AGE_GR)	AGE.GR.1: 14-24 age $(n = 6089)$
Victim-related		AGE.GR.2: 25-34 age $(n = 8265)$
		AGE.GR.3: 35- 44 age $(n = 6184)$
		AGE.GR.4: 45-54 age (<i>n</i> = 4296)
		AGE.GR.5: 55-64 age (<i>n</i> = 1046)
		AGE.GR.6: 65 age and above $(n = 64)$
	Education (EDU)	EDU.1: Not literate $(n = 100)$
		EDU.2: Literate ($n = 3785$)
		EDU.3: Primary school ($n = 8181$)
		EDU.4: Secondary school ($n = 7889$)
		EDU.5: High school ($n = 5077$)
		EDU.6: Undergraduate level $(n = 912)$
	Marital status (MAS)	MAS.1: Single ($n = 8164$)
		MAS.2: Married ($n = 16906$)
		MAS.3: Other $(n = 874)$
	Experience (EXP)	EXP.1: $\leq 1 \mod (n = 9894)$
		EXP.2: 1-6 months ($n = 10863$)
		EXP.3: 6-12 months ($n = 2516$)
		EXP.4: 12-18 months ($n = 931$)
		EXP.5: 18-24 months ($n = 481$)
		EXP.6: > 24 months ($n = 1259$)
	OSH education (OSHEDU)	OSHEDU.1: Yes $(n = 23740)$, OSHEDU.2: No $(n = 2204)$
	Vocational education (VOCEDU)	VOCEDU.1: Yes ($n = 20482$), VOCEDU.2: No ($n = 5462$)
	Occupation (OCC)	OCC.1: Managers $(n = 18)$
		OCC.2: Professional $(n = 214)$
		OCC.3: Technicians and associate professionals $(n = 2143)$
		OCC.4: Clerical support workers $(n = 117)$
		OCC.5: Service and sales workers $(n = 342)$
		OCC.6: Skilled agricultural, forestry and fishery workers $(n = 48)$
		OCC.7: Craft and related trades workers ($n = 12688$)
		OCC.8: Plant and machine operators, and assemblers $(n = 2127)$
		OCC.9: Elementary occupations ($n = 8247$)
	Geographical Location (GEOL)	GEOL.1: Ankara $(n = 14261)$
Workplace-related		GEOL.2: Eskisehir- Sivas $(n = 3047)$
		GEOL.3: Konya-Kayseri $(n = 4990)$
		GEOL.4: Others $(n = 3646)$
	Project Type (PRT)	PRT.1: Construction of buildings $(n = 16424)$
		PRT.2: Construction of roads and railways $(n = 2932)$
		PRT.3: Construction of utility projects ($n = 2273$)
		PRT.4: Construction of other civil engineering projects ($n = 468$)
		PRT.5: Demolition and site preparation $(n = 426)$

Table 3. Variable set used for the study (continued)

Variable Group	Variable	Subcategory of Variable (<i>n</i>)
		PRT.6: Electrical, plumbing and other construction installation
		PRT.7: Building completion and finishing $(n = 923)$
		PRT.8: Other specialised construction activities $(n = 943)$
	Size of the Workplace (SIZW)	SIZW.1: < 10 workers ($n = 2164$)
		SIZW.2: 10-20 workers ($n = 2198$)
		SIZW.3: 21-49 workers ($n = 3348$)
		SIZW.4: 50-99 workers ($n = 3050$)
		SIZW.5: 100-199 workers ($n = 3097$)
		SIZW.6: 200-249 workers ($n = 1015$)
		SIZW.7: 250-499 workers ($n = 3114$)
		SIZW.8: 500-999 workers ($n = 2/36$)
	Workstation (WOR)	SIZW.9: 1000 and above workers ($n = 5222$) WOR 1: Usual workstation or within the usual local unit of work
	Workstation (WOR)	(n = 5919)
		WOR.2: Occasional or mobile workstation or in a journey on behalf
		of the employer $(n = 17607)$
		WOR.3: Other workstation $(n = 2418)$
	Working environment (WOE)	WOE.1: Industrial site $(n = 1977)$
		WOE.2: Construction site, construction, opencast quarry, opencast
		mine $(n = 19324)$ WOE 3: Farming breading fish farming forest zone $(n = 27)$
		WOE 4. Testing, offering, affine superstanding rise time $(n - 27)$
		($n = 154$)
		WOE.5: Health establishment $(n = 134)$
		WOE.6: Public area $(n = 1088)$
		WOE.7: In the home $(n = 99)$
		WOE.8: Sports area $(n = 23)$
		WOE.9: In the air, elevated, excluding construction sites $(n = 37)$
		WOE.10: Underground, excluding construction sites $(n = 238)$
		WOE.11: On /over water, excluding construction sites $(n = 16)$
		WOE.12: In high pressure environments, excluding construction sites
		(n = 29) WOE 12: Other (n = 2700)
	Year (YEAR)	WOE.15: Other $(n = 2798)$ YEAR 1: 2013 $(n = 3595)$ YEAR 2: 2014 $(n = 4302)$
Accident time-related		YEAR.3: 2015 ($n = 4955$), YEAR.4: 2016 ($n = 6220$),
		YEAR.5: 2017 ($n = 6872$)
	Month (MONTH)	MTH.1: January ($n = 1259$), MTH.2: February ($n = 1452$), MTH.3: March
		(n = 1930), MTH.4: April $(n = 2171)$, MTH.5: May $(n = 2334)$, MTH.6: June $(n = 2312)$, MTH.7: July $(n = 2326)$, MTH.8: August $(n = 2000)$
		(n = 2213), M1H. /: July $(n = 2326)$, M1H.8: August $(n = 2808)$, MTH 9: September $(n = 2203)$, MTH 10: October $(n = 2396)$.
		MTH.11: November ($n = 2664$), MTH.12: December ($n = 2188$)
	Day (DAY)	DAY.1: Monday ($n = 4185$), DAY.2: Tuesday ($n = 4038$), DAY.3: Wednesday
		(n = 4026), DAY.4: Thursday $(n = 4116)$, DAY.5: Friday $(n = 4022)$,
		DAY.6: Saturday ($n = 3395$), DAY.7: Sunday ($n = 2162$)
	Hour (HOUR)	HOUR.1: 00:00-01:59 ($n = 174$), HOUR.2: 02:00-03:59 ($n = 210$),
		HOUR.5: $04.00-09.59$ ($n = 160$), HOUR.4: $00.00-07.59$ ($n = 572$), HOUR 5: $08.00-09.59$ ($n = 4613$). HOUR 6: $10.00-11.59$ ($n = 7022$)
		HOUR.7: 12:00-13:59 ($n = 2918$), HOUR.8: 14:00-15:59 ($n = 5393$),
		HOUR.9: 16:00-17:59 ($n = 3787$), HOUR.10: 18:00-19:59 ($n = 663$),
Assident and assures	Propage of assident (DDA)	HOUR.11: 20:00-21:59 ($n = 374$), HOUR.12: 22:00-23:59 ($n = 258$)
of events-related	Process of accident (PKA)	PRA.1: At work $(n = 23463)$
		PRA.2: Rest break $(n = 8/7)$ PRA 3: Busy with occupational activity $(n = 1422)$
		PRA 4: Commuting from work to home $(n = 182)$
	General activity (GENAC)	GENAC 1: Production manufacturing processing storing $(n = 3076)$
		GENAC.2: Excavation, Construction, Repair, Demolition ($n = 14577$)
		GENAC.3: Agricultural type work, forestry, horticulture, fish farming,
		work with live animals $(n = 33)$
		GENAC.4: Service provided to enterprise and/or to the general public;
		intellectual activity ($n = 250$)
		GENAC.5: Other work related to above first four tasks $(n = 294)$
		GENAC.0: MOVEMENT, SPON, ATUSTIC ACTIVITY ($n = 399$) GENAC 7: Other working processes not listed in the above classification
		(n = 7315)

Table 3. Variable set used for the study (continued)

Variable Group	Variable	Subcategory of Variable (n)
, anabie Group	Specific Activity (SDECAC)	Spec AC 1: Operating mashing $(n = 710)$
	Specific Activity (SPECAC)	SPECAC.1: Operating machine $(n = 719)$ SPECAC.2: Working with hand-held tools $(n = 4777)$
		SPECAC.3: Driving/being on board a means of transport or handling equipment $(n = 989)$
		SPECAC.4: Handling of objects ($n = 2900$) SPECAC.5: Carrying by hand ($n = 3331$) SPECAC.6: Movement ($n = 3426$)
		SPECAC.7: Presence $(n = 1615)$
	Mode of Injury (MODI)	SPECAC.8: Other specific physical activities ($n = 8187$) MODI.1: Contact with electrical voltage, temperature, hazardous substances ($n = 493$)
		MODI.2: Drowned, buried, enveloped $(n = 23)$
		MODI.3: Horizontal or vertical impact with or against a stationary object (the victim is in motion) $(n = 4025)$
		MODL4: Struck by object in motion, collision with $(n = 3088)$
		MODIA: Stude by object in motion, consistent with $(n = 5000)$
		MODLS: Contact with sharp, pointed, rough, coarse material agent $(n = 3579)$
		MODI.6: Trapped, crushed, etc. $(n = 2516)$
		MODI.7: Physical or mental stress ($n = 180$)
		MODI.8: Bite, kick, etc. (animal or human) $(n = 107)$
	Deviation (DEV)	MODI. 9: Other contacts ($n = 11933$) DEV 1: Deviation due to electrical methods a surfacion fina ($n = 420$)
		DEV.1: Deviation due to electrical problems, explosion, the $(n = 439)$
		(n = 1267)
		DEV.3: Breakage, bursting, splitting, slipping, fall, collapse of material agent $(n = 3520)$
		DEV.4: Loss of control of machine, means of transport or handling equipment, handheld tool, object, animal $(n = 4160)$
		DEV.5: Slipping, stumbling and falling, fall of persons ($n = 6081$)
		DEV.6: Body movement without any physical stress ($n = 1519$)
		DEV.7: Body movement under or with physical stress ($n = 846$)
		DEV.8: Shock, fright, violence, aggression, threat, presence $(n = 121)$
	Material acout of the	DEV.9: Other Deviations ($n = 7991$)
	Deviation (MAT DEV)	MAT_DEV.1: No material agent ($n = 2217$)
		MAT_DEV.2: Buildings, structures, surfaces (at ground level) ($n = 2155$) MAT_DEV.3: Buildings, structures, surfaces (above ground level) ($n = 2010$)
		MAT_DEV.3. Buildings, structures, surfaces (above ground level) ($n = 2010$) MAT_DEV.4: Buildings, structures, surfaces (below ground level) ($n = 183$)
		MAT_DEV.5: Systems for the supply and distribution of materials, pipe networks $(n = 208)$
		MAT DEV.6: Motors, systems for energy transmission and storage $(n = 57)$
		MAT DEV.7: Hand tools ($n = 4003$)
		MAT_DEV.8: Machines and equipment $(n = 1590)$
		MAT_DEV.9: Conveying, transport and storage systems ($n = 554$)
		MAT_DEV.10: Land and other transport vehicles ($n = 1288$)
		MAT_DEV.11: Materials, objects, products, machine or vehicle components, debris, dust ($n = 3581$)
		MAT_DEV.12: Chemical, explosive, radioactive, biological substances $(n = 128)$ MAT_DEV.13: Safety devices and equipment $(n = 24)$
		MAT_DEV.14: Office equipment, personal equipment, sports equipment, weapons, domestic appliances ($n = 66$)
		MAT_DEV.15: Living organisms and human-beings $(n = 101)$ MAT_DEV.16: Bulk waste $(n = 92)$
		MAT DEV.17: Physical phenomena and natural elements $(n = 2.87)$
		MAT_DEV.18: Other material agents ($n = 7400$)
Post-accident state-	Type of injury (TINJ)	TINJ.1: Wounds and superficial injuries $(n = 12322)$
related		TINJ.2: Bone fractures $(n = 3416)$
		TINJ.3: Dislocations, sprains and strains $(n = 3563)$
		TINJ.4: Traumatic amputations ($n = 67$)
		TINL5: Concussion and internal injuries $(n = 202)$

 Table 3.
 Variable set used for the study (continued)

Variable Group	Variable	Subcategory of Variable (<i>n</i>)
		TINJ.6: Burns, scalds and frostbites $(n = 322)$
		TINJ.7: Poisonings and infections $(n = 207)$
		TINJ.8: Effects of sound, vibration and pressure $(n = 38)$
		TINJ.9: Shock $(n = 61)$
		TINJ.10: Multiple injuries ($n = 219$)
		TINJ.11: Others ($n = 5527$)
	Part of Body Injured (PBINJ)	PBINJ.1: Head $(n = 4194)$
		PBINJ.2: Neck, inclusive spine and vertebra in the neck $(n = 248)$
		PBINJ.3: Back, including spine and vertebra in the back $(n = 865)$
		PBINJ.4: Torso and organs ($n = 802$)
		PBINJ.5: Upper Extremities ($n = 8739$)
		PBINJ.6: Lower Extremities $(n = 5432)$
		PBINJ.7: Whole body and multiple sites $(n = 608)$
		PBINJ.8: Other Parts of body injured ($n = 5056$)
	Lost Workdays (LWD)	Less than or equal to 3 days (\leq 3 days) ($n = 19010$)
		More than 3 days (> 3 days) ($n = 6934$)

The distribution and relationship of each independent variable with the dependent variable were investigated by cross-tabulation approach. It was determined that there was no significant relationship between only the independent variables of WOE, DAY and HOUR and the dependent variable of LWD. However, these three variables were also included in the analysis to reveal the combined effect between LWD and all independent variables. In this way, the prediction models were created for LWD, and the validity of these models was tested without initial variable selection in the present study.

All categorical variables were handled as another step of data pre-processing. 157 dummy variables were created from 24 independent variables. Additionally, data were split into training set and test set data by using a stratified random sampling approach with a ratio of 70:30. The purpose of using the stratified random sampling method is to give an equal chance of being selected for each data element in the data set and to reduce the prediction variance. In this process, the training set was used to develop and tune the models and the test set was used to test the models' predictive performance.

3 Results and discussions

Out of a total of 25,944 accidents considered in the study, 18,161 accidents were used in the training set and 7,783 accidents were used in the test set. Table 4 provides the distribution details of the LWD variable in both the training and test data sets.

Table 4. Distribution of the variable of LWD on training and test data

Data set	\leq 3 days	> 3 days	Total
Train set	13,307	4,854	18,161
Test set	5,703	2,080	7,783

In our analysis, as the event of interest, the number of accidents with more than 3 workdays lost was low (< 27%). It appears that there is an imbalanced distribution between the two classes of the dependent variable, since the event of

interest, in other words the positive class (> 3 days), occurred less frequently than the negative class (\leq 3 days).

The reference categories of the dependent variable and independent variables were determined through the normative approach which considers the most interesting comparisons in the logical sense. The presence of multicollinearity between variables in the training data set was checked through pearson and spearman's rho correlation analyses. It was observed that many independent variables were highly correlated with each other in the training data.

Due to the mentioned reasons, regularized logistic regression models are needed to deal with the imbalanced distribution and multicollinearity issues. Thus, in this study, five different prediction models, which are explained in detail in Section 2, were used to predict more than 3 workdays lost on the training data and to compare their prediction abilities. Moreover, an attempt to optimize the tuning parameters of the prediction models was done using a using 10-fold cross-validation algorithm to increase the prediction success of the models.

3.1 Application of prediction models

The results obtained from the application of Binary logistic, Firth, Ridge, Lasso and Elastic Net logistic regression methods to develop the corresponding regression models for the LWD indicator are presented in this section.

To run Ridge, Lasso and Elastic net logistic models, glmnet package in Rstudio is used. For fitting these models, cv.glmnet function from glmnet package is utilized. This function conducts 10-fold cross-validations to choose the proper value of tuning parameter λ . Besides, the brglm package in Rstudio is used to run Firth's model. To develop the Elastic Net model, the mixing parameter α -value was chosen as 0.5 to give equal weight to Ridge and Lasso logistic regression models.

In Figure 1, the plots depict the variation of coefficients and the misclassification error against tuning parameter log lambda in Ridge, Lasso and Elastic Net logistic regression models obtained for the accident data set of 70% training data set.



Figure 1. The variation of coefficients in Ridge, Lasso and Elastic net logistic regression models (on the left) and 10-fold cross-validated estimate of the misclassification prediction errors (on the right) as a function of log lambda showing the regularization of coefficients

In Figure 1, there are two vertical lines on the right-side plots. The red and blue dashed lines show the logarithmic transformation values of the *lambda.min* and lambda. 1se values calculated for each model by crossvalidation algorithm, respectively. Additionally, the numbers on the top of the plots indicate nonzero coefficient estimates, in other words, the independent variables selected by the relevant models for a given log lambda. As can be seen from the Ridge logistic plot, this number is the same as the number of variables in the data and is constant for all the lambda values. On the other hand, in Lasso and Elastic Net plots, the values of some coefficients are zero, which means that the relative variables are insignificant and removed in the models.

The Ridge logistic yields lambda.min = 0.0314 and lambda.1se = 0.0549 with 157 dummy variable of coefficient estimates. The number of variables in the lasso logistic model is 6 with lambda.min = 0.0232 and 4 with lambda.1se = 0.0307. Besides, the number of variables remaining in the model via Elastic net logistic is 124 if lambda.min = 0.0022 while it is 8 if lambda.1se = 0.0385.

Standard binary and Firth's logistic regression can indicate if an independent variable is statistically significantly related with the dependent variable based on p-values or confidence intervals. Nevertheless, Ridge, Lasso and Elastic net models do not generate meaningful pvalues or confidence intervals [58]. Thus, the coefficient estimates of Ridge, Lasso and Elastic Net logistic models for each of the lambda values are provided. The estimated coefficients in the standard and regularized logistic regression models are shown in Table 5.

According to the results of the coefficient estimate, the absolute coefficient values of the variables computed

mostly appears to be decreased and approach zero via Ridge logistic compared to the standard binary and Firth's logistic regression models. Moreover, many variables are removed by Lasso and Elastic net logistic models. However, there may be some insignificant variables in Lasso and Elastic net logistic models since both models can eliminate less important variables from the model and perform better. The results also showed that the relationship between some variables and LWD is negative. This implies that a one-unit increase in the value of the variables that have a positive relationship with LWD increases the probability of occupational accidents resulting in more than three LWD, while those that are negatively correlated have a decreasing effect on this probability and less susceptible to LWD.

In the standard binary logistic regression model, the variables determined to be significant were AGE_GR.4, EDU.3, EDU.4, EDU.5, VOCEDU.2, SIZW.9, PRT.2, PRT.3, WOE.2, WOE.5, WOE.10, MTH.8, MTH.9, YEAR.2, YEAR.3, YEAR.4, YEAR.5, GENAC.6, SPECAC.7, SPECAC.8, MAT_DEV.8, TINJ.2, TINJ.3, TINJ.4, TINJ.5, TINJ.6, TINJ.7, TINJ.9, TINJ.10, PBINJ.2, PBINJ.3, PBINJ.4, PBINJ.5, PBINJ.6, PBINJ.7 and PBINJ.8 according to the p-values (p<0.05). All independent variables found to be significant with the binary logistic regression model were also significant in Firth's logistic model except the variables EDU.3 and YEAR.3.

The most important variable in Ridge, Lasso and Elastic net logistic models was "TINJ.2" since it had the greatest absolute value of the coefficient. It also indicates that there is a positive relationship between bone fractures (TINJ.2) and LWD. Additionally, "PBINJ.5" is another most important variable in Lasso lambda.1se model and there is a positive relationship between upper extremity injuries (PBINJ.5) and LWD.

Overall, "TINJ" and "PBINJ" have the most influence on LWD in all models. Other variables were chosen differently in each model. Besides, the effects of each variable used in the data set in consideration of the reference category can be interpreted by using the $Exp(\beta_i)$ for positive and $\frac{1}{Exp(\beta_i)}$ for negative coefficient estimates. For

example, "TINJ.1" was chosen as reference category in the variable of "TINJ". According to the "TINJ.1", the probability of having more than three LWD is 4.4915 (Exp(1.5022)) times higher in accidents with "TINJ.2" in the standard binary logistic model (if all other variables are held constant). This probability value is equal to 4.4233 in Firth's logistic, 3.6987 in Ridge lamda.min, 3.7889 in Lasso lambda.min, 4.4812 in Elastic net lambda.min, 3.2851 in Ridge lambda.1se, 3.4542 in Lasso lambda.1se and 3.5233 in Elastic net lambda.1se logistic model. Additionally, occupational accidents with "PBINJ.5" have the highest probability of exposure to more than three LWD (4.4812) times) compared to the reference category "PBINJ.1" by considering Lasso lambda.1se model. Using the same calculation approach, the relationship between LWD and other independent variables can be discussed for each model. In this study, the results were also interpreted based on the best-performing model in the following subsection.

$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	Variable	Subcategory of	Binary	Firth's	Ridge logistic	Lasso logistic	Elastic net	Ridge logistic	Lasso logistic	Elastic net	
AGE, CR AGE, CR AGE AGE AGE AGE AGE AGE AGE, GR 0.072 0.079 0.0423 0.0433 0.0147 AGE, GR 0.072 0.079 0.0423 0.0147 AGE, GR 0.059 0.5827 0.4313 0.0147 AGE, GR 0.059 0.5827 0.4314 0.4985 0.4224 DD1 0.0598 0.5827 0.4314 0.4985 0.4027 DD1 0.0584 0.0775 0.0665 0.0421 0.0996 DD13 0.3432 0.1139 0.0714 0.4985 0.4027 PD14 0.2884 0.0897 Reference 0.0996 0.0075 OCC 0.271 0.2385 0.0997 0.0075 0.0072 0.0076 OCC 0.2617 0.2349 0.0075 0.0124 0.0076 0.0124 OCC 0.2617 0.2349 0.0075 0.0127 0.0124 0.0124 OCC 0.2617 <td>- v ariable</td> <td>Constant</td> <td>-1.0157</td> <td>-0.9613</td> <td>-1 4153</td> <td>-1 2448</td> <td>-1 6338</td> <td>-1 3453</td> <td>-1 2151</td> <td>-1 2528</td>	- v ariable	Constant	-1.0157	-0.9613	-1 4153	-1 2448	-1 6338	-1 3453	-1 2151	-1 2528	
ACE CRC CRC COULD COULD COULD ACE CRC 0.022 0.0422 0.0437 0.1472 ACE 0.230 0.2217 0.1442 0.1817 0.1472 ACE 0.020 0.2217 0.1442 0.1817 0.1472 ACE 0.2407 0.2336 0.0734 -0.0496 -0.0217 EDU 1.0102 0.1323 0.0324 0.0324 0.0077 EDU.1 0.2407 0.2333 0.0302 0.0421 0.0177 EDU.5 0.8437 0.3322 0.0199 0.1038 0.0798 EDU.6 EDU.6 EDU.6 EReference 0.0497 0.0793 QCC 1 -0.0837 0.0793 0.0075 0.0097 0.0095 QCC 2 -0.8385 0.0938 0.0651 0.0179 0.0170 QCC 3 -0.7334 0.0073 0.0173 0.0192 -0.0170 QCC 3 -0.7334 0.0173 0.0192 -0	AGE GR	AGE GR 1	1.0157	0.9015	1.4155	1.2440	Reference	1.5455	1.2151	1.2520	
AGE_CR4.1 0.202 0.0425 0.0161 AGE_CR4.5 0.2171 0.1645 0.0147 0.0147 AGE_CR4.5 0.3687 0.4161 0.00455 0.3710 FDU GRC46.6 0.5867 0.4161 0.00455 0.3710 FDU12 0.1362 0.1366 4.0734 -0.0096 -0.0177 FDU13 0.2343 0.3822 0.0421 0.0496 -0.0995 EDU4 0.2343 0.0893 0.0827 -0.0990 -0.0995 MAS MAS.3 -0.0893 -0.0895 -0.0995 -0.0995 MAS.3 0.0873 -0.9790 -0.0292 -0.3562 -0.0292 OCC 0.2373 0.0818 -0.0756 -0.0179 -0.0129 -0.0129 OCC 5 0.2374 0.0877 -0.3709 -0.3262 -0.3562 -0.0129 OCC 5 0.2374 0.0372 0.0132 -0.0138 -0.0156 OCC 3 -0.3744 0.0297 -0.0139 -	MOL_OR	AGE GP 2	0.0272	0.0275	0.0113		Reference	0.0170			
ACC_CC 0.223 0.217 0.147 0.147 ACE CR 0.357 0.012 0.0147 ACE 0.589 0.352 0.012 0.0165 0.3710 LDU 10.14 0.398 0.3736 0.0741 0.0986 0.0071 EDU 10.14 0.398 0.0756 0.0123 0.0398 0.0980 EDU- 0.3437 0.352 0.1187 0.0288 0.0980 EDU- 0.0288 0.0659 0.0218 0.0990 CCC 0.0571 0.0359 0.0659 0.0371 0.0070 OCC 0.0571 0.0359 0.0659 0.0371 0.0070 0.0071 OCC 0.0571 0.0373 0.0071 0.0065 0.0172 0.0171 0.0172 OCC 0.0571 0.3373 0.0172 0.0171 0.0172 0.0172 0.0171 OCC 0.273 0.3414 0.0221 0.0137 0.0172 0.0137 0.0172		AGE_GR 2	0.0272	0.0275	-0.0113		0.0425	-0.0170			
AGE CAR 3 0.632 0.0137 0.0137 0.0137 AGE GR6 0.5987 0.4316 0.4085 0.4324 EUU BUL 1 0.3989 0.3736 4.4741 0.4985 0.4224 EUU BUL 1 0.3989 0.0374 0.0495 0.4221 0.0495 EDU 1 0.3849 0.377 0.0575 0.0421 0.0495 0.0491 EDU 6		AGE_OR.3	0.0772	0.0709	0.0422		0.0423	0.0301			
ACE URL 0 0.0309 0.0327 0.0416 0.0405 0.0370 EDU EDU: 0.1362 0.1366 -0.0734 -0.0906 -0.0807 EDU: 0.1362 0.1366 -0.0734 -0.0906 -0.0807 EDU: 0.2347 0.2370 0.0665 0.1123 0.0496 EDU: 0.2347 0.2370 0.0665 0.1123 0.0496 EDU: 0.2347 0.0795 0.0687 -0.0897 -0.0897 MAS MAS.3 -0.0897 -0.0755 -0.0670 -0.070 OCC -0.7343 -0.7974 0.0757 -0.0392 -0.0417 OCC -0.7343 -0.7774 0.0757 -0.0130 -0.0653 OCC -0.772 -1.3255 0.0351 -0.0118 -0.0632 OCC -0.772 -0.7339 -0.0219 -0.0130 -0.0463 OCC -0.772 -0.7339 0.0352 0.0341 -0.0130 OCC -0.772 <td< td=""><td></td><td>AGE_GK.4</td><td>0.2230</td><td>0.2217</td><td>0.1045</td><td></td><td>0.1817</td><td>0.1472</td><td></td><td></td></td<>		AGE_GK.4	0.2230	0.2217	0.1045		0.1817	0.1472			
Add: Luke, 0 0.0508 0.237 0.4361 0.4055 0.2111 FDU EDU3 0.2347 0.2343 0.0074 -0.0967 -0.0967 EDU4 0.2347 0.2343 0.0073 -0.0124 0.0496 EDU5 0.2347 0.2362 0.0199 0.0224 0.0980 EDU5 0.2437 0.3362 0.0197 0.0124 0.0980 MAS 3.433 0.0087 -0.0599 -0.0599 -0.0570 CCC CCC.1		AGE.GR.5	0.0360	0.0372	0.0129		0 1055	0.0147			
EDU EDU.1 -0.398 -0.3736 -0.4741 -0.4985 -0.4234 EDU.3 0.1380 0.1381 -0.0752 -0.0496 -0.0421 0.0496 EDU.4 0.2384 0.2377 0.0065 0.0421 0.0496 EDU.5 0.347 0.3362 0.1199 0.1028 0.0989 FDU.6		AGE.GR.6	0.5695	0.5827	0.4316		0.4055	0.3710			
EDU.2 0.1362 0.1366 -0.0382 -0.0986 -0.0887 EDU.5 0.3377 0.0392 0.0199 0.1028 0.0990 EDU.5 0.3377 0.0392 0.0199 0.01028 0.0990 MAS MAS.1 -0.0598 0.0588 -0.0897 -0.0897 -0.0897 MAS.3 -0.0807 -0.0785 -0.0599 -0.0570 -0.0570 OCC -0.0753 -0.0997 -0.0181 -0.0170 OCC.4 -1.272 -1.2355 -0.0379 -0.0181 -0.0170 OCC.5 -0.8742 0.3797 -0.0118 -0.0170 -0.0170 OCC.6 0.2417 0.2439 0.0352 -0.0354 -0.0170 OCC.6 0.4374 -0.0292 -0.0130 -0.0171 -0.0176 OCC.7 0.4373 -0.0292 -0.0136 -0.0176 -0.0176 EXP EXP -0.0173 -0.0292 -0.0136 -0.0250 EXP 0.0173 -0.02	EDU	EDU.1	-0.3989	-0.3736	-0.4741		-0.4985	-0.4224			
EDU.3 0.2447 0.2343 0.0605 0.0121 0.0107 FDU.6 0.3487 0.3562 0.1099 Reference 0.0880 0.0880 MAS MAS.3 0.0887 0.0887 -0.0895 -0.0887 MAS.3 0.0887 0.0755 0.0659 -0.0375 MAS MAS.3 0.0887 0.0757 Reference OCC 0.021 -0.0373 0.0475 OCC.4 -1.2572 1.2365 -0.077 -0.0312 -0.3322 OCC.5 0.2817 0.2439 0.8297 -0.0118 -0.0655 OCC.6 0.2617 0.2439 0.8297 -0.0134 -0.0122 OCC.6 0.2817 0.3714 -0.0291 -0.0134 -0.0121 OCC.7 0.8305 0.0371 -0.0129 -0.0134 -0.0121 OCC.8 0.2817 0.3714 -0.0293 -0.0134 -0.0121 OCC.8 0.2817 0.3714 -0.0293 -0.0143 -0.0143		EDU.2	0.1362	0.1306	-0.0734		-0.0906	-0.0807			
EDI.4 0.2384 0.2377 0.0665 0.0421 0.0496 MAS MAS.1 -0.0598 -0.0199 -0.0887 -0.0890 MAS -0.0287 -0.0887 -0.02895 -0.0199 MAS -0.0570 -0.0570 -0.0270 OCC -0.0271 -0.0373 0.0075 -0.0471 OCC -0.0272 -1.2365 -0.0370 -0.0272 OCC -0.0272 -1.2365 -0.0370 -0.0272 OCC -0.0271 -0.0330 -0.03302 -0.0330 OCC -0.0371 0.0192 -0.0340 -0.0474 OCC -0.0385 0.4166 -0.0372 -0.0340 -0.0464 CCC -0.0374 -0.0373 0.0375 -0.0186 -0.0174 EXP -0.0734 -0.0381 -0.04042 -0.0212 -0.0436 EXP3 -0.0373 0.0775 0.0173 0.0166 -0.0174 EXP3 -0.0373 0.0773 0.0173		EDU.3	0.2407	0.2343	0.0302			0.0177			
EDU 5 0.3822 0.199 0.1028 0.0980 MAS MAS.1 -0.0589 -0.0887 -0.0897 -0.0750 MAS.3 -0.0570 -0.0570 -0.0570 -0.0570 OCC OCC.3 -0.5335 -0.5393 0.0565 -0.0427 OCC.4 -0.774 0.0075 -0.0427 -0.3024 OCC.4 -0.2317 -0.2339 0.0565 -0.0192 -0.0247 OCC.4 -0.2317 -0.2339 0.0354 -0.0192 -0.0340 OCC.5 -0.0340 -0.0354 -0.0132 -0.0140 -0.0141 OCC.6 -0.0374 -0.0138 -0.0121 -0.0141 -0.0121 EXP FX7.4 0.1244 0.1246 0.1173 -0.0173 -0.0171 EXP.5 0.0753 0.0780 0.00971 -0.0163 -0.0171 EXP.4 0.1217 -0.0173 0.0172 -0.0171 -0.0171 EXP.4 0.0244 0.0173 0.0173 0.0		EDU.4	0.2864	0.2797	0.0665		0.0421	0.0496			
LDU.6 Increment MAS MAS.1 -0.059 -0.0807 Reference MAS.2 -0.0807 -0.0807 -0.0807 -0.0970 OCC OCC.2 -0.835 -0.0853 0.0565 -0.0427 OCC.3 -0.785 -0.0719 -0.022 -0.332 -0.3202 OCC.4 -1.2372 -1.2365 -0.0719 -0.0118 -0.0655 OCC.5 0.2474 -0.8379 -0.0323 -0.0130 OCC.6 0.2617 -0.2139 -0.0212 -0.0130 CCC.9 -0.729 -0.7330 -0.0321 -0.0412 CCC.9 -0.729 -0.7330 -0.0132 -0.0130 EXP EXP -0.0154 -0.0123 -0.0121 EXP EXP -0.0156 -0.0123 -0.0121 EXP -0.0178 -0.0173 -0.0121 -0.0173 EXP -0.074 -0.0076 -0.0173 -0.0173 CSUC -0.074 -0.0078<		EDU.5	0.3437	0.3362	0.1199		0.1028	0.0980			
MAS. -0.0889 -0.0887 -0.0887 -0.0897 MAS.3 -0.0897 -0.0859 -0.0173 -0.0171 OCC 0.0723 -0.0733 -0.0771 -0.0302 OCC 0.0723 -0.0773 0.0771 -0.0131 -0.0130 OCC 0.0237 -0.0131 -0.0130 -0.0130 OCC 0.0231 0.2232 -0.0130 -0.0130 OCC 0.0331 -0.0131 -0.0130 OCC 0.0331 -0.0131 -0.0130 OCC -0.0330 0.0381 -0.0131 -0.0130 OCC -0.0330 -0.0371 -0.0130 -0.0130 EXP 2.72 -0.038 -0.0131 -0.0131 EXP 0.0320 -0.0173 -0.131 -0.131 EXP 0.0320 -0.0173 -0.131 -0.0131 EXP 0.0331 -0.0133 -0.0131 -0.0131 EXP 0.0323 -0.0133 -0.0131 -0.0131 </td <td></td> <td>EDU.6</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Reference</td> <td></td> <td></td> <td></td>		EDU.6					Reference				
MAS.2 Normal Norma	MAS	MAS.1	-0.0598	-0.0588	-0.0887		-0.0800	-0.0895			
MAS.3-0.0807-0.0785-0.0569-0.0269-0.070OCCOCC1-0.7833-0.59880.06550.0427OCC.3-0.783-0.5978-0.0707-0.1222-0.222OCC.4-1.2572-1.2365-0.3719-0.0130-0.0130OCC.5-0.267-0.2339-0.0337-0.012-0.0140OCC.7-0.8305-0.8416-0.0237-0.0130-0.0130OCC.7-0.3507-0.0251-0.0251-0.0130-0.0130OCC.7-0.7539-0.0352-0.0354-0.02612EXPEXP-0.0763-0.078-0.0291-0.0140EXP-0.0763-0.078-0.0273-0.0122EXP-0.0763-0.078-0.0271-0.0162EXP-0.0763-0.078-0.0271-0.0162EXP-0.0774-0.0180-0.0172-0.0172EXP-0.0774-0.0966-0.0872-0.0818OCC.9-0.0774-0.0186-0.0250-0.0174CGCL-0.0718-0.0183-0.0176-0.0181GGCL-0.0718-0.0183-0.0174-0.0196GGCL-0.0178-0.0186-0.0117-0.0181GGCL-0.0178-0.0186-0.0197-0.0181GGCL-0.0178-0.0186-0.0197-0.0181GGCL-0.0178-0.0183-0.0174-0.0197GGCL-0.0178-0.0184-0.0197-0.0181GGCL-0.0178<		MAS.2					Reference				
OCC OCC: <tho< td=""><td></td><td>MAS.3</td><td>-0.0807</td><td>-0.0785</td><td>-0.0659</td><td></td><td>-0.0395</td><td>-0.0570</td><td></td><td></td></tho<>		MAS.3	-0.0807	-0.0785	-0.0659		-0.0395	-0.0570			
OCC OCC3 0.9583 0.0565 0.0092 OCC3 -0.7863 -0.797 0.0712 -0.0192 OCC4 -1.2572 -1.2365 -0.3709 -0.2322 -0.2522 OCC5 -0.8742 -0.8779 -0.0712 -0.0118 -0.0655 OCC6 -0.2617 -0.3835 -0.8416 -0.0354 -0.0718 OCC7 -0.8305 -0.8416 -0.0354 -0.0121 -0.0136 OCC4 -0.0644 -0.0055 -0.0293 -0.0121 -0.0121 EXP EXP1 -0.0754 -0.0733 -0.0231 -0.0048 -0.0273 EXP3 -0.0320 -0.038 0.0057 -0.0233 -0.0121 -0.0121 EXP4 0.1244 0.1260 0.0978 0.02929 0.0951 EXP4 0.0274 0.0976 0.0873 -0.0127 -0.0178 OSIEDU 0.0774 -0.0768 -0.0273 -0.0178 -0.0178 OCEDU 0.0974 0.099	OCC	OCC 1					Reference				
OCC3 -0.7863 -0.7974 0.0075 -0.0302 OCC4 -1.272 -1.365 -0.3702 -0.3202 OCC5 -0.8742 -0.8797 -0.0712 -0.0118 -0.055 OCC6 -0.8742 -0.8105 -0.0130 -0.0130 OCC7 -0.8305 -0.8105 -0.0130 -0.0130 OCC8 -0.8474 -0.0744 -0.0133 -0.0102 -0.0130 OCC9 -0.0729 -0.0388 -0.0077 -0.0056 -0.0107 EXP -0.0764 -0.0173 -0.0107 -0.0056 -0.0107 EXP -0.0764 -0.0178 -0.0173 -0.0167 -0.0107 EXP 5 - - - - - COSHEDU -0.0773 -0.1261 - - - COSHEDU -0.078 -0.0785 -0.0793 -0.0178 - COSHEDU -0.0798 -0.0793 -0.0183 -0.0194 - COSHEDU <	000	00002	-0 5835	-0 5938	0.0565		Reference	0.0427			
OCC4 -0.272 -0.235 -0.3709 -0.0322 -0.0362 OCC5 -0.8742 -0.8779 -0.0712 -0.0118 -0.0655 OCC6 -0.2617 -0.2439 0.8299 -0.0310 -0.0130 OCC7 -0.8847 -0.8744 -0.0229 -0.0330 -0.0118 OCC9 -0.7729 -0.7839 0.0352 -0.0344 -0.0121 EXP -0.0304 -0.0017 -0.0065 -0.0127 -0.018 EXP3 -0.0320 -0.0308 0.0077 0.0665 0.0127 EXP3 -0.0320 -0.0373 0.0760 0.0141 -0.0485 OKED01 EXP6 0.0773 0.0293 0.0917 -0.0168 OKED01 -0.073 0.0168 -0.0173 0.0181 -0.0173 OKED01 -0.0778 0.0178 0.0107 0.0181 -0.0173 OKED01 -0.0778 0.0176 0.0103 0.0191 -0.0178 OKED01 -0.0778		00003	-0.7863	-0 7974	0.0075			0.0427			
CCC 3 -0.8742 -0.8707 -0.0712 -0.0118 -0.065 CCC 6 0.2617 0.2439 0.829 0.8615 -0.198 CCC 7 -0.8305 -0.8105 -0.0130 -0.0130 CCC 8 -0.847 -0.8744 -0.022 -0.0130 CCC 8 -0.847 -0.8744 -0.022 -0.0136 CCC 8 -0.847 -0.023 -0.0234 -0.0212 CCC 8 -0.847 -0.0243 -0.0212 -0.0212 EXP -0.0754 -0.0733 -0.0213 -0.0123 -0.0145 EXP 5 -0.1243 0.0260 -0.0173 0.01261 -0.0173 CBHEDU 2 -0.1273 -0.1261 -0.0173 -0.0250 -0.0176 COCEDU 2 0.0974 0.0966 0.0872 -0.0753 0.0818 CEOL 3 -0.0974 0.0968 -0.0107 -0.0107 -0.0176 CEOL 4 -0.0178 -0.0178 -0.0178 -0.0178 -0.0178		0000.5	1 2572	1 2365	0.3700		0 3232	0.3262			
OCC-3 -0.0719 -0.0709 OCC 7 -0.0315 -0.0416 -0.0337 OCC 8 -0.729 -0.739 -0.0140 OCC 9 -0.729 -0.739 -0.0239 -0.0140 EXP EXP 1 -0.0754 -0.0231 -0.0042 -0.0121 EXP 2 -0.0661 -0.0948 -0.0505 -0.0232 -0.0436 EXP 3 -0.032 -0.0436 -0.0773 0.0065 -0.0122 EXP 5 -0.0761 0.0798 0.0077 0.0065 -0.0122 EXP 5 -0.0761 0.0798 0.0978 0.0929 -0.041 VOCEDU 1 -0.173 -0.0481 Reference -0.017 -0.0250 VOCEDU 2 -0.078 0.0066 0.0365 0.0494 -0.059 GEOL 4 -0.0178 -0.018 Reference -0.017 GEOL 5 0.0693 0.0172 -0.0030 0.0085 SIZW 577.3 -0.0753 0.00754 -0.0107 0.0168		000.4	-1.2372	-1.2303	-0.3709		-0.5252	-0.5202			
OCC3 0.201 0.2037 0.0013 0.1150 OCC3 0.2047 0.0132 0.0133 0.0136 OCC9 -0.7759 0.7839 0.0352 0.0334 0.0366 EXP F.N1 -0.0124 -0.0123 -0.0126 -0.012 EXP -0.0754 0.0734 0.0238 -0.0012 -0.0126 EXP 0.0763 0.0786 0.0978 0.0929 0.0951 EXP.5 0.0763 0.0786 0.0978 0.0929 0.0951 EXP.6 0.0763 0.0786 0.0978 0.0929 0.0951 COSHEDU - Reference - 0.0173 0.0186 0.0173 OCEDU - Reference - 0.0173 0.0186 0.0173 0.0186 GEOL GEOL4 -0.0104 0.0083 0.0930 0.0142 0.0059 0.0166 GEOL4 -0.0149 0.0056 0.0218 0.0022 0.0303 0.0186 0.0171		000.5	-0.8/42	-0.8/9/	-0.0/12		-0.0118	-0.0033			
OCC 3 40.840 -0.0337 -0.0192 -0.0194 PCC 3 40.840 -0.0222 -0.0130 -0.0130 PCC 3 40.774 -0.0252 -0.0334 -0.0132 PCC 4 40.7743 -0.0252 -0.0314 -0.0126 PCC 4 40.7743 -0.0251 -0.0036 -0.0127 PCC 4 -0.0244 0.1244 0.1246 0.117 PCC 5 -0.0763 0.0778 0.0929 0.0951 PCC 6 PCC 7 PCC 7 PCC 7 PCC 7 OSHEDU 7 -0.1273 -0.1261 -0.0485 -0.0250 VOCEDU 8 OCCEDU 2 -0.074 0.068 0.0048 -0.0177 GEOL 6 GEOL 1 -0.0148 -0.0183 -0.017 -0.017 GEOL 7 PCCEDU 2 0.014 -0.0088 0.0940 0.0081 SIZW 5 -0.0173 -0.0168 -0.0173 -0.0171 GEOL 7 PCCEDU 2 0.0140 0.0081 -0.0172		0000.0	0.2017	0.2439	0.8209		0.8013	0.7198			
OCCS 41.844 41.0229 40.0334 EXP EXP1 40.0734 40.0233 40.0233 EXP1 40.0734 40.0733 40.0233 40.0233 EXP1 40.0744 40.7833 40.6605 40.0233 40.0233 EXP3 40.1244 40.1246 0.1173 0.01376 0.0142 EXP4 40.1244 0.1246 0.0173 0.01376 0.0042 EXP5 0.0763 0.0788 0.0029 0.0951 EXP6 OSHEDU - Reference - - - OCEDU - Reference - - - GEOL 0.0733 0.0163 0.0963 0.0963 0.0964 - GEOL1 - - Reference - - - GEOL1 - 0.0133 0.0964 0.0963 0.0994 0.0963 SIZW - 0.0041 0.0212 0.0033 0.0142 -		000.7	-0.8305	-0.8416	-0.0337		-0.0192	-0.0340			
DCC 9 -0.729 -0.789 0.0324 0.0354 0.0354 EXP EXP1 -0.0754 -0.0734 -0.0293 -0.0436 EXP 2 -0.0961 -0.0948 -0.0093 -0.0293 EXP 3 -0.029 -0.0386 0.0077 0.0055 0.0127 EXP 5 0.1246 0.1171 0.0756 0.0758 0.0751 EXP 5 0.1273 -0.1261 -0.0481 Reference OSHEDU 1 - Reference -0.0250 VOCEDU 2 0.0974 0.0966 0.0872 0.0753 0.0818 GEOL 3 0.0938 0.0930 0.0985 0.0940 0.0959 GEOL 4 -0.014 -0.008 0.091 0.0531 0.0142 0.0393 SIZW 3 -0.0095 -0.0161 0.0533 0.0142 0.0393 0.0218 0.0221 SIZW 4 -0.0499 -0.0161 0.0533 0.0142 0.0394 -0.0491 -0.0491 SIZW 3 -0.0499 <td< td=""><td></td><td>OCC.8</td><td>-0.8647</td><td>-0.8744</td><td>-0.0229</td><td></td><td>0.0054</td><td>-0.0130</td><td></td><td></td></td<>		OCC.8	-0.8647	-0.8744	-0.0229		0.0054	-0.0130			
EAV EAV: 1 -0.004/3 -0.0021 -0.00212 EXP: 2 -0.0050 -0.0308 0.0077 0.0065 0.0127 EXP: 4 -0.1244 0.1173 0.1376 0.1142 EXP: 5 -0.0780 0.0978 0.0929 0.0951 OSHEDU -0.1273 -0.1261 -0.0483 -0.0210 VOCEDU VOCEDU 1 -0.0481 -0.0483 -0.0250 VOCEDU VOCEDU 1 -0.0481 -0.0473 0.0818 GEOL 0.0974 0.0966 0.0872 0.0733 0.0818 GEOL 0.0974 0.0966 0.0872 0.0081 0.0082 SIZW 2 0.0078 0.0985 0.0083 0.0997 0.0082 SIZW 4 -0.0018 0.0179 0.0818 0.0621 SIZW 3 -0.0516 0.0513 0.0137 0.0186 SIZW 4 -0.0496 0.0222 0.0303 0.0481 SIZW 5 -0.1573 -0.0142 0.0485 0.06		UCC.9	-0.//29	-0./839	0.0352		0.0354	0.0366			
EXP:2 -0.0948 -0.0050 -0.0293 -0.0233 -0.0436 EXP:3 -0.0320 -0.0308 0.0077 -0.0065 -0.1127 EXP:5 .01244 0.1246 0.1173 0.1376 0.0192 EXP:5 .0786 0.0978 .0.0290 0.0951 EXP:6 .0786 0.0978 .0.0290 0.0951 OSHEDU: -0.0481 .0.0483 -0.0230 .0250 VOCEDU: -0.0107 .0.00818 .0.0133 .0.01753 0.00818 GEOL -0.0108 .0.0082 .0.0082 .0.0082 .0.0082 GEOL4 -0.0018 .0.0083 .0.0048 .0.0082 .0.0082 GEOL4 -0.0018 0.0081 .0.0135 .0.0121 .0.0082 SIZW SIZW:1 -0.0030 .0.0082 .0.0082 .0.0082 SIZW:4 -0.0049 .0.0164 .0.0127 .0.0081 .0.0184 SIZW:5 .0.0157 .0.0171 .0.0085 .0.0184<	EXP	EXP.1	-0.0754	-0.0743	-0.0281		-0.0042	-0.0212			
EXP.30.03200.030380.00770.00650.0127EXP.40.12440.1730.13750.1042EXP.50.07630.09780.09290.0951OSHEDU-Reference-OSHEDU0.12730.12610.0485-0.0250VOCEDU0.09740.99660.08720.0188-OSEED0.02500.09740.99660.08720.0918GEOL0.01780.0168-0.0133GEOL30.09300.09850.09400.0959GEOL40.00140.00600.0048-0.0082SIZWSIZW.3-0.00590.00660.02180.0622-SIZW10.79750.0781-0.0102-0.0030SIZW.5-0.05120.04950.01230.01310.0132-SIZW.5-0.05130.01270.0841-0.0186-SIZW.5-0.05130.01270.06640.0663SIZW.5-0.05130.01270.1452-0.0514-0.0487-SIZW.60.017100.12250.12470.1092PRTPRT.30.17100.12550.12470.1092-PRT.50.16450.16440.16440.124-PRT.50.16450.13310.14450.1098PRT.60.09170.09190.05120.06851PRT.7 <td></td> <td>EXP.2</td> <td>-0.0961</td> <td>-0.0948</td> <td>-0.0505</td> <td></td> <td>-0.0293</td> <td>-0.0436</td> <td></td> <td></td>		EXP.2	-0.0961	-0.0948	-0.0505		-0.0293	-0.0436			
EXP.4 0.1246 0.1736 0.0738 0.0792 0.0991 CSHEDU Keference Keference Keference Keference OSHEDU -0.1273 -0.1261 -0.0485 -0.0250 VOCEDU 0.0974 0.0966 0.0753 0.0818 GEOL Reference -0.0107 -0.0107 GEOL -0.0038 0.00985 0.0940 0.0995 GEOL -0.0107 -0.0107 -0.0107 -0.0107 GEOL -0.0107 -0.0108 -0.00985 0.0940 0.0995 GEOL -0.0098 0.0090 0.0985 0.0940 0.0982 -0.0017 SIZW SIZW.3 -0.0107 0.0081 0.0521 -0.0031 -0.0171 SIZW.4 -0.0094 0.0081 0.0533 0.0142 0.0381 -0.0172 SIZW.5 -0.0173 -0.0173 -0.0184 0.0622 -0.0303 SIZW.5 -0.0173 -0.1171 0.1465 0.1241 0.0184 </td <td></td> <td>EXP.3</td> <td>-0.0320</td> <td>-0.0308</td> <td>0.0077</td> <td></td> <td>0.0065</td> <td>0.0127</td> <td></td> <td></td>		EXP.3	-0.0320	-0.0308	0.0077		0.0065	0.0127			
EXP.5 0.0763 0.0786 0.0929 0.0921 OSHEDU O SHEDU 1 Keference Keference OSHEDU 1 -0.1273 0.1261 -0.0481 -0.0485 VOCEDU VOCEDU 1 Keference Keference - VOCEDU 2 0.0974 0.0966 0.0872 0.0753 0.0818 GEOL 3 0.0938 0.0938 0.0940 0.0959 - GEOL 4 -0.0117 0.0088 0.0940 0.0959 SIZW 1 Keference - - - SIZW 2 0.0934 0.0936 0.0940 0.0959 SIZW 3 -0.093 0.1179 0.0841 0.181 SIZW 4 -0.0951 0.0553 0.0142 0.0598 SIZW 5 -0.0571 -0.012 -0.0030 -0.0164 SIZW 7 -0.0161 0.0137 -0.0145 -0.0184 SIZW 8 0.1670 0.124 -0.0487 -0.1839 PRT 9 RC1 R <t< td=""><td></td><td>EXP.4</td><td>0.1244</td><td>0.1246</td><td>0.1173</td><td></td><td>0.1376</td><td>0.1042</td><td></td><td></td></t<>		EXP.4	0.1244	0.1246	0.1173		0.1376	0.1042			
ReferenceReferenceReferenceReferenceReferenceReferenceReferenceCOCEDU 1000600.08720.01730.01818ReferenceCEOL 10.007530.00107GEOL 20.00780.00107GEOL 20.00380.00107GEOL 40.00880.00400.0055GEOL 40.00800.00400.0055GEOL 40.00600.00560.00110.0102SIZW 1ReferenceSIZW 30.00500.00510.0033SIZW 4-0.00500.0012-0.0036SIZW 50.00510.00660.0018SIZW 4-0.00510.01630.01630.0163PRT 50.16130.0162-0.0186PRT 50.16130.1620.0408-0.0487PRT 50.16310.1610.1839 <th co<="" td=""><td></td><td>EXP.5</td><td>0.0763</td><td>0.0786</td><td>0.0978</td><td></td><td>0.0929</td><td>0.0951</td><td></td><td></td></th>	<td></td> <td>EXP.5</td> <td>0.0763</td> <td>0.0786</td> <td>0.0978</td> <td></td> <td>0.0929</td> <td>0.0951</td> <td></td> <td></td>		EXP.5	0.0763	0.0786	0.0978		0.0929	0.0951		
OSHEDU 0. UT21 0.1273 0.1274 0.0481 -0.0485 -0.0230 VOCEDU 1. 0.0974 0.0966 0.0872 0.00753 0.0818 GEOL GEOL.3 0.0974 0.0066 0.0872 0.0107 GEOL.3 0.0938 0.0908 0.0940 0.0959 0.0107 GEOL.3 0.0938 0.0908 0.0940 0.0082 0.0818 SIZW 0.0693 0.179 0.0841 0.1181 0.01218 0.0082 SIZW.4 -0.0059 -0.0161 0.0556 0.0142 0.0303 0.0142 0.0303 SIZW.5 -0.0151 0.0153 -0.0162 -0.0030 -0.0186 SIZW.6 -0.0153 0.017 -0.0985 -0.0186 0.0186 SIZW.8 -0.1573 -0.0764 -0.0250 -0.033 0.0186 SIZW.9 -0.0187 -0.0185 0.0144 0.1242 -0.1839 PRT PRT.2 0.1641 0.1242 0.1747 0		EXP.6					Reference				
OSHEDU.2 VOCEDU / OCEDU / GEOL 0.0123 0.0974 0.0066 0.0872 -0.0481 0.0073 -0.0250 0.0818 GEOL 6GOL.3 GEOL 0.0178 -0.0188 -0.0133 -0.0107 GEOL 0.0938 0.0930 0.09985 -0.0107 -0.0107 GEOLA 0.0014 -0.0080 0.0940 0.0059 -0.0107 SIZW 0.0059 0.0076 0.0081 0.0121 -0.0107 SIZW 0.0064 0.00930 0.017 0.0081 0.0052 SIZW.4 -0.0049 -0.0056 0.0218 0.0622 0.0303 SIZW.5 -0.0595 -0.0781 0.0102 -0.0030 -0.0034 SIZW.8 -0.1513 0.0171 -0.0250 -0.0613 0.0186 SIZW.8 -0.1513 0.0171 -0.0251 -0.0186 -0.0187 SIZW.8 -0.1513 0.0171 0.1255 0.1247 0.1641 PRT 1 0.1461 0.1242 -0.0487 -0.1839 PRT 2 0.2140	OSHEDU	OSHEDU.1					Reference				
VOCEDU VOCEDU1 Note of the second secon		OSHEDU.2	-0.1273	-0.1261	-0.0481		-0.0485	-0.0250			
GEOL 0.0974 0.0966 0.0872 0.07733 0.0818 GEOL GEOL.1 -0.0178 -0.0107 -0.0107 GEOL.3 0.0938 0.0935 0.0940 0.0959 GEOL.4 -0.0014 -0.0004 0.0082 SIZW SIZW.1 Reference	VOCEDU	VOCEDU 1					Reference				
GEOL OCIO 0.0017 0.0013 0.0017 GEOL 0.0138 -0.0107 0.0197 GEOL 0.0938 0.0940 0.0197 GEOL 0.014 0.0088 0.0040 SIZW SIZW 0.0694 0.0693 0.1179 SIZW SIZW 0.0059 0.0212 0.0030 SIZW 0.0049 0.0053 0.0142 0.0598 SIZW.4 -0.0409 0.0021 0.0030 -0.0030 SIZW.5 -0.0502 0.0491 0.0137 0.0030 SIZW.6 -0.0795 -0.0781 -0.0102 -0.0303 SIZW.8 -0.1587 0.0137 0.0068 -0.0633 SIZW.8 -0.1587 0.0174 -0.1496 0.0497 SIZW.8 -0.1587 0.1733 -0.1452 -0.0303 SIZW.8 -0.1513 0.1245 0.1247 0.1048 SIZW.8 -0.1533 0.0512 0.0680 PRT.1 PRT.5	· o chi c	VOCEDU 2	0 0974	0.0966	0.0872		0.0753	0.0818			
OLCC GEOL2 -0.0178 -0.0184 -0.0107 GEOL3 0.0938 0.0930 0.0985 0.0909 0.0085 SIZW SIZW 20.0064 0.0018 0.0082 SIZW SIZW.1 Reference Reference SIZW.3 -0.0059 -0.0060 0.0566 0.0218 0.0622 SIZW.4 -0.0079 -0.0176 -0.012 -0.0030 -0.0030 SIZW.5 -0.0051 0.0132 -0.0030 -0.0034 SIZW.7 -0.0161 -0.0173 -0.0102 -0.0030 -0.0034 SIZW.7 -0.0151 -0.0177 -0.0102 -0.0030 -0.0035 SIZW.8 -0.0176 -0.0173 -0.0124 -0.3377 -0.2010 -0.0487 -0.1839 FRT RFT.1 -0.1731 -0.1452 -0.3377 -0.2010 -0.0487 -0.1839 PRT.6 0.0171 0.1242 0.1364 0.1214 0.1243 0.1092 PRT.7 0.4488	GEOI	GEOL 1	0.0774	0.0700	0.0072		Reference	0.0010			
DEDL2 0.0130 0.0130 0.0130 0.0130 0.0103 GEOL3 0.0034 0.0085 0.0082 GEOL4 -0.0014 -0.0008 0.0048 0.0082 SIZW 0.0664 0.0693 0.1179 0.0841 0.1181 SIZW.3 -0.0059 0.0056 0.0218 0.0059 SIZW.4 -0.0049 0.0051 0.0553 0.0142 0.0598 SIZW.5 -0.0513 0.0177 0.0303 512W.6 -0.0795 -0.0781 SIZW.8 -0.1513 -0.0764 -0.0985 -0.0635 512W.8 -0.1837 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT.1 PRT.2 0.2140 0.2127 0.1460 0.1614 0.1214 PRT.3 0.1711 0.1395 0.1174 0.1247 0.1092 PRT.4 0.1736 0.1471 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1601 0.1488 0.01025 0.0680 0.0124	GLOL	GEOL 2	0.0178	0.0168	0.0133		Reference	0.0107			
GEOL 3 0.0938 0.0939 0.0939 0.0939 SIZW SIZW 1 Reference 0.0082 SIZW 3 -0.0059 -0.0060 0.0566 0.0218 0.0622 SIZW 4 -0.0049 0.00553 0.0142 0.0598 SIZW 5 -0.0502 -0.0102 0.00303 -0.0034 SIZW 7 -0.0516 -0.0131 0.0137 0.0186 SIZW 7 -0.0516 -0.01513 0.0137 -0.0085 -0.0486 SIZW 9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.3577 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.2 0.2140 0.2127 0.1460 0.16144 0.1214 PRT.3 0.1711 0.1701 0.1255 0.11247 0.1092 PRT.4 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.5 0.1605 0.0530 0.0552 0.0518 -0.1839 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0512 0.0680		CEOL 2	0.0028	0.0020	0.0025		0.0040	-0.0107			
SIZW Reference 0.0082 SIZW:1 Reference Reference SIZW:2 0.0694 0.0533 0.0142 0.0528 SIZW:3 0.0059 0.0553 0.0142 0.0598 SIZW:5 0.0051 0.0553 0.0142 0.0303 SIZW:6 -0.0795 -0.0781 -0.0102 -0.0300 -0.0365 SIZW:7 -0.0516 -0.0513 0.0137 0.0186 -0.0635 SIZW:9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.0635 SIZW:9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.0635 PRT.2 0.2140 0.2127 0.1460 0.1644 0.1214 PRT.3 0.1711 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.4 0.1736 0.1741 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1605 0.6611 0.1488 0.01067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0512 0.06680 0.		CEOL 4	0.0938	0.0930	0.0965		0.0940	0.0939			
SLZW SLZW:1 Reference SIZW:2 0.0694 0.0693 0.1179 0.0841 0.1181 SIZW:3 -0.0059 -0.0060 0.05566 0.0218 0.0622 SIZW:4 -0.0049 0.0222 0.0303 -0.0034 SIZW:5 -0.0516 -0.0131 0.0137 0.0186 SIZW:8 -0.1573 -0.0761 -0.0985 -0.0635 SIZW:8 -0.1573 -0.01460 -0.1464 0.1214 PRT.1 V Reference -0.00487 -0.1839 PRT.2 0.2140 0.2127 0.1460 0.12147 0.1243 PRT.3 0.1711 0.1301 0.1325 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0250 0.0553 PRT.7 0.0488 0.0296 0.0124 0.0192	CITZINI	GEOL.4	-0.0014	-0.0008	0.0048		D.C	0.0082			
SLZW.2 0.0094 0.0093 0.1179 0.00811 0.1181 SLZW.3 -0.0059 -0.0060 0.0556 0.0218 0.0622 0.0303 SLZW.5 -0.0505 -0.0795 -0.0781 -0.0102 -0.0303 -0.0136 SLZW.6 -0.0516 -0.0513 0.0137 -0.06635 -0.06635 SLZW.9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT.1 Reference -	SIZW	SIZW.1	0.0 (0.1	0.0.000	0.1170		Reference	0 1 1 0 1			
SIZ.W.3 -0.0059 -0.0060 0.0556 0.0218 0.0622 SIZ.W.4 -0.0049 0.0053 0.0142 0.0598 SIZ.W.5 -0.0502 -0.0496 0.0222 0.0303 SIZ.W.6 -0.0795 -0.0781 -0.0122 -0.0030 -0.0034 SIZ.W.8 -0.1587 -0.0764 -0.0985 -0.0635 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.1 Reference -		SIZW.2	0.0694	0.0693	0.11/9		0.0841	0.1181			
SIZW.4 -0.0049 -0.0051 0.01553 0.0142 0.0598 SIZW.5 -0.00795 -0.0781 -0.0102 -0.0030 -0.0034 SIZW.7 -0.0516 -0.0513 0.0137 -0.0035 -0.0781 SIZW.9 -0.1451 -0.0764 -0.0985 -0.0635 SIZW.9 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.1 -		SIZW.3	-0.0059	-0.0060	0.0566		0.0218	0.0622			
SIZW.5 -0.0502 -0.0496 0.0222 0.033 SIZW.6 -0.0795 -0.0781 -0.0102 -0.0030 -0.0034 SIZW.7 -0.0513 0.0137 0.0186 -0.0985 -0.0635 SIZW.8 -0.1573 -0.0764 -0.0985 -0.0635 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.1 -0.2140 0.2127 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT.7 0.2140 0.2127 0.1460 0.1147 0.1247 0.1092 PRT.4 0.1736 0.1711 0.1255 0.1247 0.1092 PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0793 0.0512 0.0680 PRT.7 0.0488 0.0296 0.0124 0.0197 WOR WGR.3 0.0538 0.0266 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0538 0.0266 0.0204 0.0586 0.0848		SIZW.4	-0.0049	-0.0051	0.0553		0.0142	0.0598			
SIZW.6 -0.0795 -0.01781 -0.0102 -0.0030 -0.0034 SIZW.7 -0.01587 -0.1573 -0.0764 -0.0985 -0.0635 SIZW.9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.1 - Reference - - Reference -		SIZW.5	-0.0502	-0.0496	0.0222			0.0303			
SIZW.7 -0.0516 -0.0513 -0.0137 -0.0186 SIZW.8 -0.1837 -0.0754 -0.0985 -0.0635 SIZW.9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.1		SIZW.6	-0.0795	-0.0781	-0.0102		-0.0030	-0.0034			
SIZW.8 -0.1587 -0.0764 -0.0985 -0.0635 PRT PRT.1 Reference -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.2 0.2140 0.2127 0.1460 0.1644 0.1214 PRT.3 0.1711 0.1701 0.1255 0.1247 0.1092 PRT.4 0.0736 0.1741 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0793 0.0512 0.0680 PRT.8 0.1313 0.131 0.1445 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0124 0.0197 0.0182 WOE WOE.1 Reference 0.0182 0.0182 0.0182 WOE 4.01971 -0.1952 -0.0991 -0.5366 -0.5295 WOE.1 -0.1971 -0.1540 -0.2764 -0.2904 WOE.5 -1.9123 -1.8124		SIZW.7	-0.0516	-0.0513	0.0137			0.0186			
SIZ.W.9 -0.4091 -0.4063 -0.2931 -0.1452 -0.3577 -0.2610 -0.0487 -0.1839 PRT PRT.1 Reference <td< td=""><td></td><td>SIZW.8</td><td>-0.1587</td><td>-0.1573</td><td>-0.0764</td><td></td><td>-0.0985</td><td>-0.0635</td><td></td><td></td></td<>		SIZW.8	-0.1587	-0.1573	-0.0764		-0.0985	-0.0635			
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $		SIZW.9	-0.4091	-0.4063	-0.2931	-0.1452	-0.3577	-0.2610	-0.0487	-0.1839	
PRT.2 0.2140 0.2127 0.1460 0.1644 0.1214 PRT.3 0.1711 0.1701 0.1255 0.1247 0.1092 PRT.4 0.1736 0.1741 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.7 0.0488 0.0503 0.0520 0.0553 PRT.7 0.0488 0.0205 0.0533 PRT.8 0.1313 0.1341 0.1445 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0535 0.0266 0.0124 0.0197 WOE WOE.1 Reference 0.0182 WOE WOE.2 -0.1977 -0.1952 -0.0991 -0.03852 -0.0808 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 -0.0546 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571	PRT	PRT.1					Reference				
PRT.3 0.1711 0.1701 0.1255 0.1247 0.1092 PRT.4 0.1736 0.1741 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0793 0.0512 0.0680 PRT.8 0.1331 0.1331 0.1445 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0197 0.0197 0.0266 0.0124 0.0197 WOR3 0.0255 0.0658 0.0266 0.0124 0.0197 0.0182 WOE WOE.1 Reference 0.0182 0.0182 WOE4 -0.1828 -0.1710 -0.0290 -0.0536 0.0648 WOE5.1 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.4 -0.1828 -0.0240 0.0049 0.0049 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.5171		PRT.2	0.2140	0.2127	0.1460		0.1644	0.1214			
PRT.4 0.1736 0.1741 0.1395 0.1174 0.1243 PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0793 0.0512 0.0680 PRT.7 0.0488 0.0503 0.0590 0.0250 0.0553 PRT.8 0.1313 0.1345 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0182 WOR 0.0535 0.0538 0.0266 0.0182 WOE WOE.1 Reference -0.0852 -0.0808 WOE.4 -0.1828 -0.0790 -0.0586 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.1208 -1.4822 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 -0.0049 -0.0290 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.9 0.2243 0.2543 -0.1253 -0.1607 WOE.10 -1.3909 -1.3513		PRT.3	0.1711	0.1701	0.1255		0.1247	0.1092			
PRT.5 0.1605 0.1601 0.1488 0.1067 0.1361 PRT.6 0.0917 0.0919 0.0793 0.0512 0.0680 PRT.7 0.0488 0.0503 0.0590 0.0250 0.0553 PRT.8 0.1313 0.1331 0.1445 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0182 WOE WOE.2 -0.1977 -0.1952 -0.0991 -0.0852 -0.0808 WOE WOE.3 -0.9066 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 -0.0049 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 -0.0049 -0.0049 WOE.8 -0.4056 -0.3755 -0.2178 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.351		PRT.4	0.1736	0.1741	0.1395		0.1174	0.1243			
PRT.6 0.0917 0.0919 0.0793 0.0512 0.0680 PRT.7 0.0488 0.0503 0.0590 0.0250 0.0553 PRT.8 0.1313 0.1331 0.1445 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0182 0.0182 WOE WOE.1 Reference 0.0182 WOE WOE.3 -0.9066 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 0.0049 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2764 -0.2904 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.02184 -0.3236 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4394 -0.4725 -0.8084 <tr< td=""><td></td><td>PRT.5</td><td>0.1605</td><td>0.1601</td><td>0.1488</td><td></td><td>0.1067</td><td>0.1361</td><td></td><td></td></tr<>		PRT.5	0.1605	0.1601	0.1488		0.1067	0.1361			
PRT.7 0.0488 0.0503 0.0590 0.0220 0.0533 PRT.8 0.1313 0.1331 0.1445 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0197 0.0182 WOR.3 0.0535 0.0538 0.0266 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0535 0.0538 0.0266 0.0182 WOE WOE.1 Reference 0.00852 -0.0808 WOE.3 -0.9006 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.67 -0.5308 -0.0240 0.0049 0.0049 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11<		PRT 6	0.0917	0.0919	0.0793		0.0512	0.0680			
PRT.8 0.1313 0.1331 0.1345 0.1098 0.1367 WOR WOR.1 Reference 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0535 0.0648 0.0296 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0535 0.0538 0.0266 0.0182 WOE WOE.1 Reference Reference WOE.3 -0.9006 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0886 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.7 -0.5308 -0.5211 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 <t< td=""><td></td><td>PRT 7</td><td>0.0488</td><td>0.0503</td><td>0.0590</td><td></td><td>0.0250</td><td>0.0553</td><td></td><td></td></t<>		PRT 7	0.0488	0.0503	0.0590		0.0250	0.0553			
WOR WOR.1 Reference WOR.3 0.0535 0.0648 0.0296 0.0124 0.0197 WOR.4 0.0535 0.0538 0.0266 0.0182 WOE WOE.1 Reference 0.0182 WOE WOE.2 -0.1977 -0.1952 -0.0991 -0.0852 -0.0808 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1607 WOE WOE.10 -1.3909 -1.313 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 <td< td=""><td></td><td>PRT 8</td><td>0.1313</td><td>0.1331</td><td>0 1445</td><td></td><td>0 1098</td><td>0 1367</td><td></td><td></td></td<>		PRT 8	0.1313	0.1331	0 1445		0 1098	0 1367			
WOR WOR.1 WOR.2 0.0658 0.0648 0.0296 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0535 0.0538 0.0266 0.0124 0.0182 WOE WOE.1 Reference 0.0182 WOE.3 -0.1977 -0.1952 -0.0991 -0.0852 -0.0808 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.0243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.0026 -0.0036 WOE.13 -0.1637 -0.0284 -0.0045 WOE.13 -0.1637 </td <td>WOR</td> <td>WOR 1</td> <td>0.1515</td> <td>0.1551</td> <td>0.1445</td> <td></td> <td>Reference</td> <td>0.1507</td> <td></td> <td></td>	WOR	WOR 1	0.1515	0.1551	0.1445		Reference	0.1507			
WOK.2 0.0038 0.0048 0.0290 0.0124 0.0197 WOR.3 0.0535 0.0538 0.0266 0.0124 0.0197 WOE WOE.1 Reference 0.0124 0.0197 WOE.3 -0.9006 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1607 -0.0284 -0.0045	WOR	WOR 2	0.0658	0.0648	0.0206		0.0124	0.0107			
WOR.3 0.0033 0.0033 0.0033 0.0033 0.0033 0.0033 0.0033 0.0033 0.0033 Reference Re		WOR.2 WOR 2	0.0038	0.0048	0.0290		0.0124	0.0197			
WOE WOE Output Reference WOE 0.1977 -0.1952 -0.0991 -0.0852 -0.0808 WOE -0.9006 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.2051 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.8 -0.0456 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.0284 -0.0045 -0.0045 WOE.13 -0.1607 -0.0284 -0.0036 -0.0036 DAY DAY.1 0.0000 -0.026 -0.0036 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY	WOE	WOR.5	0.0555	0.0558	0.0200		Defense	0.0162			
$ \begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	WOE	WOE.1	0 1077	0.1052	0.0001		Reference	0.0000			
WOE.3 -0.9006 -0.7954 -0.6249 -0.5436 -0.5295 WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 -0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1607 -0.0284 -0.0045 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 -0.00026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0566 0.0478 <td></td> <td>WOE.2</td> <td>-0.19//</td> <td>-0.1952</td> <td>-0.0991</td> <td></td> <td>-0.0852</td> <td>-0.0808</td> <td></td> <td></td>		WOE.2	-0.19//	-0.1952	-0.0991		-0.0852	-0.0808			
WOE.4 -0.1828 -0.1710 -0.0790 -0.0586 WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.0284 -0.0045 -0.0045 WOE.13 -0.1607 -0.0284 -0.0036 -0.0036 DAY DAY.1 0.0000 -0.0026 -0.0036 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0566 0.0478		WOE.3	-0.9006	-0.7954	-0.6249		-0.5436	-0.5295			
WOE.5 -1.9123 -1.8124 -1.2082 -1.4822 -1.0003 WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.0036 DAY DAY.1 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0526 0.0566 0.0478		WOE.4	-0.1828	-0.1710	-0.0790			-0.0586			
WOE.6 -0.1571 -0.1540 -0.0240 0.0049 WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1607 -0.0284 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 -0.00026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0576 0.0576 0.0576 0.0478		WOE.5	-1.9123	-1.8124	-1.2082		-1.4822	-1.0003			
WOE.7 -0.5308 -0.5021 -0.3451 -0.2764 -0.2904 WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0566 0.0478		WOE.6	-0.1571	-0.1540	-0.0240			0.0049			
WOE.8 -0.4056 -0.3705 -0.2378 -0.1253 -0.1607 WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1607 -0.0284 -0.0045 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 -0.00126 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0556 0.0566 0.0478		WOE.7	-0.5308	-0.5021	-0.3451		-0.2764	-0.2904			
WOE.9 0.2243 0.2254 0.3943 0.2731 0.4101 WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.00045 DAY DAY.1 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0556 0.0566 0.0478		WOE.8	-0.4056	-0.3705	-0.2378		-0.1253	-0.1607			
WOE.10 -1.3909 -1.3513 -0.9601 -1.1265 -0.8084 WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0556 0.0566 0.0478		WOE.9	0.2243	0.2254	0.3943		0.2731	0.4101			
WOE.11 -0.7494 -0.5837 -0.4099 -0.2184 -0.3236 WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0556 0.0566 0.0478		WOE.10	-1.3909	-1.3513	-0.9601		-1.1265	-0.8084			
WOE.12 -0.9307 -0.7365 -0.5717 -0.4394 -0.4725 WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0556 0.0566 0.0478		WOE.11	-0.7494	-0.5837	-0.4099		-0.2184	-0.3236			
WOE.13 -0.1631 -0.1607 -0.0284 -0.0045 DAY DAY.1 0.0004 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0536 0.0566 0.0478		WOE.12	-0.9307	-0.7365	-0.5717		-0.4394	-0.4725			
DAY DAY.1 0.0004 0.0000 -0.0026 -0.0036 DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0536 0.0566 0.0478		WOE.13	-0.1631	-0.1607	-0.0284			-0.0045			
DAY.2 -0.0387 -0.0388 -0.0317 -0.0181 -0.0273 DAY.3 0.0625 0.0612 0.0536 0.0566 0.0478	DAY	DAY 1	0.0004	0.0000	-0.0026			-0.0036			
DAY.3 0.0625 0.0612 0.0576 0.0566 0.0478	Dill	DAY ?	-0.0387	-0 0388	-0.0317		-0.0181	-0.0273			
DATIS 0.0023 0.0012 0.050 0.0500 0.0500 0.0470		DAY 3	0.0625	0.0612	0.0536		0.0566	0.0478			
DAY 4 = 0.0/6/ 0.0/5/ 0.0652 = 0.0677 = 0.0590		DAY 4	0.0767	0.0757	0.0652		0.0677	0.0590			

Table 5. Coefficient estimates of the training data for different logistic regression models

Variable	Subcategory of Variable	Binary logistic	Firth's logistic	Ridge logistic lambda.min	Lasso logistic lambda.min	Elastic net logistic lambda.min	Ridge logistic lambda.1se	Lasso logistic lambda.1se	Elastic net logistic lambda.1se
	DAY.5	-0.0287	-0.0291	-0.0229		-0.0024	-0.0214		
	DAY.7	-0.0755	-0.0729	-0.0582		Reference	-0.0508		
MONTH	MTH.1 MTH.2	0.0451	0.0445	0.1200		Reference 0.1049	0.1177		
	MTH.3	0.0278	0.0273	0.0959		0.0855	0.0919		
	MTH.4 MTH.5	-0.0586 -0.0435	-0.0584 -0.0435	0.0258		0.0033	0.0283 0.0397		
	MTH.6	-0.0817	-0.0812	0.0111		0.0200	0.0179		
	MTH.7 MTH 8	-0.1725	-0.1713	-0.0600 -0.1772		-0.0603 -0.1998	-0.0463		
	MTH.9	-0.2576	-0.2553	-0.1313		-0.1416	-0.1101		
	MTH.10 MTH.11	-0.1009	-0.1004 -0.1386	-0.0052 -0.0369		-0.0300	0.0032		
VEAD	MTH.12	-0.1692	-0.1676	-0.0682		-0.0618	-0.0555		
YEAK	YEAR.1 YEAR.2	-0.1810	-0.1793	-0.0503		-0.0799	-0.0194		
	YEAR.3	-0.1251	-0.1241	-0.0074		-0.0328	0.0167		
	YEAR.5	-0.3434	-0.3320	-0.2008		-0.2548	-0.1669		
HOUR	HOUR.1	0 3110	0 2080	0 1563		Reference	0 1371		
	HOUR.3	0.3107	0.3010	0.1306		0.0806	0.1082		
	HOUR.4 HOUR 5	0.3119	0.2972 0.1267	0.1543		0.1143	0.1363		
	HOUR.6	0.1622	0.1455	0.0290		0.0189	0.0241		
	HOUR.7 HOUR.8	0.0934	0.0773 0.0995	-0.0259 -0.0106		-0.0185 -0.0037	-0.0243		
	HOUR.9	0.1287	0.1124	0.0024		0.1165	0.0008		
	HOUR.10 HOUR.11	-0.0223 0.0714	-0.0352 0.0608	-0.1194 -0.0578		-0.1165 -0.0125	-0.1065 -0.0570		
	HOUR.12	0.2333	0.2213	0.0970		0.0496	0.0875		
PKA	PRA.1 PRA.2	-0.1177	-0.1139	-0.1442		-0.0994	-0.1405		
	PRA.3	-0.0577	-0.0563	-0.0423		-0.0142	-0.0305		
GENAC	GENAC.1	-0.2428	-0.2355	-0.1959		Reference	-0.1023		
	GENAC.2 GENAC 3	-0.0336	-0.0339	-0.0627		-0.0719	-0.0588 -0.6904		
	GENAC.4	-0.1769	-0.1700	-0.1980		-0.1837	-0.1708		
	GENAC.5 GENAC.6	$0.0243 \\ 0.3482$	$0.0269 \\ 0.3434$	0.0041 0.2663		0.2363	0.0075 0.2451		
ODECAC	GENAC.7	0.0647	0.0637	0.0187		D (0.0144		
SPECAC	SPECAC.1 SPECAC.2	-0.2140	-0.2127	-0.0238		Reference	-0.0112		
	SPECAC.3	-0.1531	-0.1535	0.0191		0.0020	0.0297		
	SPECAC.4 SPECAC.5	-0.1832	-0.1820	0.0166		-0.0030	0.0272		
	SPECAC.6	-0.1916	-0.1906	0.0026		-0 1568	0.0150		
	SPECAC.8	-0.3296	-0.3273	-0.1087		-0.1203	-0.0876		
MODI	MODI.1 MODI.2	0.6744	0.6878	0.5999		Reference 0.4827	0 5497		
	MODI.3	0.0203	0.0154	-0.0188		0.027	-0.0171		
	MODI.4 MODI.5	-0.0237	-0.0281 -0.0228	-0.0770 -0.0785		-0.0262 -0.0204	-0.0788 -0.0891		
	MODI.6	0.2306	0.2239	0.2156	0.0061	0.2222	0.2079		0.0553
	MODI.7 MODI.8	-0.3863	-0.3510	-0.3427		-0.1980	-0.3052		
DEV	MODI.9 DEV 1	0.0745	0.0690	0.0396		0.0461 Reference	0.0343		
DLV	DEV.2	0.0684	0.0645	-0.0406		-0.0268	-0.0416		
	DEV.3 DEV.4	0.1326 0.1585	0.1267 0.1525	0.0136 0.0547		0.0305	0.0066 0.0484		
	DEV.5	0.2415	0.2352	0.1415		0.1191	0.1397		
	DEV.6 DEV.7	0.0207 0.2490	0.0165 0.2430	-0.0899 0.1228		-0.0777 0.1049	-0.0907 0.1102		
	DEV.8	0.2740	0.2782	0.0441	0.0426	0 1082	0.0043		0.0740
MAT DEV	MAT DEV.1	0.0115	0.0003	-0.1008	-0.0420	Reference	-0.1107		-0.0749
	MAT_DEV.2 MAT_DEV.3	-0.0691 0.0264	-0.0685 0.0266	-0.0778 0.0187		-0.0651	-0.0730		
	MAT_DEV.4	0.0957	0.0977	0.0325		A 4A 15	0.0135		
	MAT_DEV.5 MAT_DEV.6	-0.1715 0.3715	-0.1599 0.3801	-0.1741 0.2447		-0.1042 0.1989	-0.1595 0.2214		
	MAT_DEV.7	0.1238	0.1222	0.0834		0.0878	0.0669		
	MAT_DEV.8 MAT_DEV.9	0.2347	0.2326	0.2214 0.1077		0.2400	0.2044 0.1052		
	MAT_DEV.10	-0.0134	-0.0118	0.0138		-0.0002	0.0235		
	MAT_DEV.12	-0.1314	-0.1051	-0.1771		-0.0216	-0.1751		
	MAT DEV.13 MAT DEV.14	0.4908 -0.5279	0.5203 -0.4768	0.3596 -0.4116		0.2958 -0.3604	0.3089 -0.3637		

Table 5. Coefficient estimates of the training data for different logistic regression models (continued)

Variable	Subcategory of Variable	Binary logistic	Firth's logistic	Ridge logistic lambda.min	Lasso logistic lambda.min	Elastic net logistic lambda.min	Ridge logistic lambda.1se	Lasso logistic lambda.1se	Elastic net logistic lambda.1se
TINJ	MAT DEV.15 MAT_DEV.16 MAT_DEV.17 MAT DEV.18 TINJ.1 TINJ.2 TINJ.3	0.0981 -0.3660 0.0987 -0.0431 1.5022 0.4988	0.1122 -0.3499 0.1000 -0.0436 1.4869 0.4943	0.0436 -0.2488 0.0747 -0.0563 1.3080 0.4073	1.3321 0.2574	-0.1956 0.0280 -0.0425 Reference 1.4999 0.5001	0.0253 -0.1982 0.0685 -0.0569 1.1894 0.3490	1.2396 0.1289	1.2594 0.2573
	TINJ.4 TINJ.5 TINJ.6 TINJ.7 TINJ.8 TINJ.9 TINJ.10 TINJ.11	0.9954 0.9945 0.7725 -2.3372 -0.7712 -1.3893 1.2233 -0.0164	0.9830 0.9893 0.7640 -2.1740 -0.5640 -1.2226 1.2100 -0.0163	$\begin{array}{c} 0.8841 \\ 0.5784 \\ 0.5619 \\ -1.2040 \\ -0.7011 \\ -1.0243 \\ 0.9930 \\ -0.0796 \end{array}$		0.9465 0.8566 0.6587 -1.7795 -0.4920 -1.0357 1.1707	$\begin{array}{c} 0.8080\\ 0.4482\\ 0.4739\\ -0.9727\\ -0.6314\\ -0.8826\\ 0.8764\\ -0.1030\end{array}$		0.2058
PBINJ	PBINJ.1 PBINJ.2 PBINJ.3 PBINJ.4 PBINJ.5 PBINJ.6 PBINJ.7 PBINJ.8	0.4130 0.6203 0.4497 0.8363 0.8077 0.7690 0.5778	$\begin{array}{c} 0.4180 \\ 0.6158 \\ 0.4474 \\ 0.8289 \\ 0.8003 \\ 0.7629 \\ 0.5725 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.0491 \\ 0.2517 \\ 0.1118 \\ 0.4440 \\ 0.4193 \\ 0.3762 \\ 0.1826 \end{array}$	0.0732	Reference 0.1852 0.4455 0.2753 0.6858 0.6503 0.5959 0.4060	$\begin{array}{c} -0.0165\\ 0.1787\\ 0.0546\\ 0.3534\\ 0.3332\\ 0.2875\\ 0.0976\end{array}$	1.2396	0.1220 0.0631

Table 5. Coefficient estimates of the training data for different logistic regression models (continued)

3.2 Prediction performance comparison

A comparison analysis was conducted between the standard and regularized logistic regression models that were used in this study to determine the best model to predict the severity of non-fatal construction accident data. Several model performance comparison criteria were utilized to compare the models. Table 6 depicts model comparison AIC values for these prediction models.

Table 6. AIC values for the prediction models

Model	AIC
Binary logistic	19,020
Firth's logistic	19,022
Ridge logistic lambda.min	19,126
Ridge logistic lambda. 1se	19,206
Lasso logistic lambda.min	19,660
Lasso logistic lambda. 1se	19,822
Elastic net logistic lambda.min	18,998
Elastic net logistic lambda. 1se	19,598

According to the AIC values, Elastic net logistic with lambda.min has the lowest AIC score. Besides, it was also observed that there was a very minimal difference between the AIC values of the models. Therefore, it is understood that different model comparison criteria should also be considered.

Confusion matrices were used as another approach to evaluate the models' performances. The cut-off value was taken as 0.50, which is commonly used, to construct confusion matrices on the training and test data and to obtain the performance values of the standard and regularized logistic regression models. Table 7 provides the accuracy, balanced accuracy, F1-score, G-mean, ROC AUC and PR AUC values of each model for both the training and test dataset. These metrics are selected because they are appropriate for binary classification [51-56].

The rates of correctly predicting the case of losing more than 3 working days are 27.38%(1329/1329 + 3525 = 27.38) and 25.14%(523/523 + 1557 = 25.14) on the training and test data, respectively. However, when it comes to 3 or fewer working days, the rates are 93.48% (12439/12439 + 868 = 93.48) on the training set and 93.48% (5331/5331 + 372 = 93.48) on the test set. Thus, although the accuracy rates of the standard binary logistic regression model are high in the confusion matrices obtained on both training and test data, the rates of correctly predicting the positive class are lower than those of negative ones. This result is due to the imbalanced distribution among the categories of the dependent variable "LWD". It is, thus, preferable to assess models through balanced accuracy, F1-score, G-mean and PR AUC values instead of the accuracy and ROC AUC values commonly used.

The balanced accuracy value obtained is lower than the accuracy value since the weights of the positive and negative classes of the dependent variable are taken to be equal. Besides, F1, G-mean and PR AUC values focus on the positive class that is less frequently in the dependent variable and thus, they give a more unbiased result like the balanced accuracy metric.

It was observed that the performance results on training and test data sets were close to each other and were good. This means that there is no overfitting or underfitting problem and a successful prediction can be obtained when new data are used in the prediction models. According to the performance results on the training data, it is determined that Firth's logistic regression model had better performance values (bolded) in predicting the LWD. However, this case changes on the test data based on the performance metrics. The performance results of the test set show that while the Lasso logistic with lambda.min fits the data better in terms of balanced accuracy, F1-score, and G-mean values, the Elastic net logistic with lambda.min gives better result based on the PR AUC performance metric.

Furthermore, the ROC AUC and PR AUC curves for comparing all models visually in the training and test data sets are depicted in Figure 2 and Figure 3.

Table 7	Performance	measurements for	or the	prediction	models
---------	-------------	------------------	--------	------------	--------

		Confusion	1 matrix						
Data	Madal	TN	FP	A	Balanced	E1 seems	C maan	DOC AUC	DD AUC
set	Wodel	FN	TP	Accuracy	Accuracy	F1-score	G-mean	RUC AUC	PKAUC
Train	Binary logistic	12439	3525	0.7581	0.6043	0.3770	0.5059	0.7235	0.4934
set		868	1329						
	Firth's logistic	12438	3523	0.7582	0.6045	0.3774	0.5063	0.7236	0.4936
		869	1331						
	Ridge logistic. lambda.min	12597	3697	0.7573	0.5925	0.3443	0.4750	0.7217	0.4899
		710	1157						
	Ridge logistic. lambda. 1se	12703	3840	0.7553	0.5818	0.3134	0.4466	0.7199	0.4881
		604	1014						
	Lasso logistic. lambda. min	12380	3511	0.7556	0.6035	0.3771	0.5074	0.6813	0.4575
		927	1343						
	Lasso logistic. <i>lambda</i> . 1 <i>se</i>	12431	3578	0.7547	0.5985	0.3643	0.4956	0.6748	0.4500
		876	1276		0.0010	0.0.00	0.4000	0.500.6	0.4005
	Elastic net logistic. lambda.min	12471	3568	0.7575	0.6010	0.3687	0.4983	0.7226	0.4907
		836	1286	0 7 5 2 0	0.500.6	0.0.400	0.4764	0.0005	0.4622
	Elastic net logistic. lambda. 1se	12504	3682	0.7530	0.5906	0.3433	0.4/64	0.6885	0.4622
T+	Din and la sistis	803	11/2	0.7522	0.5021	0.2516	0 49 49	0 (0(0	0.4622
Test	Binary logistic	222	1557	0.7522	0.5951	0.3516	0.4848	0.0909	0.4622
sei	Firth's logistic	5220	525 1557	0.7510	0.5020	0.2514	0 4847	0.6070	0 4622
	Fitti s logistic	3329	522	0.7519	0.3929	0.3314	0.4647	0.0970	0.4023
	Pidge logistic lambda min	5304	1627	0.7513	0.5818	0.3188	0.4530	0 6057	0.4613
	Ruge logistic. tumbuu. min	309	1027	0.7515	0.5818	0.5188	0.4559	0.0957	0.4015
	Ridge logistic lambda 1se	5435	1679	0 7498	0 5729	0 2917	0 4286	0 6942	0 4607
	Ruge logistic. tumbuu. 13c	268	401	0.7190	0.5725	0.2917	0.1200	0.0912	0.1007
	Lasso logistic, lambda, min	5322	1539	0.7533	0.5966	0.3604	0.4927	0.6739	0.4427
		381	541		0.000	010001			
	Lasso logistic, lambda, 1se	5353	1557	0.7550	0.5950	0.3542	0.4858	0.6667	0.4398
		350	523						
	Elastic net logistic. lambda. min	5352	1574	0.7527	0.5909	0.3446	0.4778	0.6993	0.4631
		351	506						
	Elastic net logistic. lambda. 1se	5377	1603	0.7522	0.5861	0.3309	0.4650	0.6831	0.4469
	e e	326	477						



Figure. 2. Comparison of (a) ROC curve (b) PR curve on the training data set

As it can be seen from the graphs, the ROC AUC values of all models are higher than the baseline random prediction value of 0.50. Additionally, the baseline random prediction value for the PR curve was computed as 0.2672 by dividing the actual positive events by the sum of actual positive and negative events ([4854/(4854 + 13307)]) for training and [2080/(2080 + 5703)] for test sets) in this study. The

PR AUC values of all models are greater than 0.2672 on both the training and test sets. Thus, the results indicate that the performance of the models constructed for LWD is good.



Figure. 3. Comparison of (a) ROC curve (b) PR curve on the test data set

All in all, using the training data to construct models, and test data to validate the models built, Firth's logistic model can be proposed as the best alternative for prediction purposes after all the results have been considered and interpreted.

In the "Victim-related variable group, within the age (AGE GR), education (EDU), and vocational education (VOCEDU) subcategories, the relationship between LWD and the variables of age groups of 45-54 (AGE_GR.4), secondary school (EDU.4) and high school graduates (EDU.5), and lack of vocational education (VOCEDU.2) are positive, respectively. It means that if one of related variable is chosen and others held constant (taking the value of 0) in the model, the probability of having more than three LWD accidents will increase with the chosen variable. In the AGE_GR subcategory, the probability of having more than three LWD accidents in AGE_GR.4 was 1.2482 times higher than in the age range between 14 and 24 (AGE_GR.1). For the EDU subcategory, EDU.4 and EDU.5 were 1.3227 and 1.3996 times, respectively, higher than workers that had an undergraduate degree (EDU.6). Besides, VOCEDU.2 was 1.1014 times more likely than for vocational training (VOCEDU.1). The fact that some physiological states seen in advanced ages negatively affect the healing time of injuries, most construction workforce in Türkiye has high school diploma or less and starts to work without completing their vocational training or has problems in understanding and applying the vocational education given due to low education level may cause an increase in the LWD.

In the "Workplace-related" variable group, within the size of the workplace (SIZW) and working environment (WOE) subcategories, there is a negative relationship between the LWD and the variables of having 1000 or above workers in the workplace (SIZW.9), the working environments of construction site, construction, opencast quarry and mine (WOE.2), health establishment (WOE.5) and underground (WOE.10). Thus, the probability of having greater than three LWD will reduce with SIZW.9, WOE.2,

WOE.5, and WOE.10. On the other hand, within the project type (PRT) subcategory, there is a positive relationship between LWD and the variables of construction of roads and railways (PRT.2) and construction of utility projects (PRT.3). The probability of having more than three LWD will increase with PRT.2 and PRT.3. In the SIZW subcategory, the probability of having more than three LWD accidents in SIZW.9 vs. the reference category of 10 fewer workers (SIZW.1) 1.5013 was or (1/Exp(-0.4063)) times lower. For the PRT subcategory, PRT.2 and PRT.3 were 1.2370 and 1.1854 times, respectively, higher than construction of building (PRT.1). This probability in the WOE.2, WOE.5 and WOE.10 were 1.2156 (1/Exp(-0.1952)), 6.1252 (1/Exp(-1.8124)),and 3.8636 (1/Exp(-1.3513)) times, respectively, less likely than for industrial site (WOE.1). The fact that most of construction companies operating in the construction industry are small and medium-sized and there is an increase in roads and railways and utility projects in the region compared to other projects can be causes of these results.

Under the "Accident time-relate" variable group, within the month (MTH) and year (YEAR) subcategories, the relationship between LWD and the variables of month of August (MTH.8), the month of September (MTH.9), 2014 (YEAR.2), 2016 (YEAR.4) and 2017 (YEAR.5) are negative, respectively. The probability of experiencing more than three LWD will decrease with MTH.8, MTH.9, YEAR.2, YEAR.4, and YEAR.4. In the MTH subcategory, the probability of experiencing more than three LWD accidents in MTH.8 and MTH.9 were 1.3546 (1/Exp(-0.3035)) and 1.2909 (1/Exp(-0.2553))times, respectively, less than January (MTH.1). In the YEAR subcategory, the probability for YEAR.2, YEAR.4 and YEAR.5 was 1.1964 (1/Exp(-0.1793)), 1.4219 (1/Exp(-0.3520)), and 1.4057 (1/Exp(-0.3405))times, respectively lower than the year of 2013 (YEAR.1). These outcomes may have resulted from the low number of construction projects in the relevant months and the effect of safety precautions taken in construction workplaces due to sanctions and occupational safety awareness over time.

In the "Accident and sequence of events-related" variable group, within the general activity (GENAC) and material agent of the deviation (MAT_DEV) subcategories, there is positive a relationship between LWD and the variables of movement-related activity (GENAC.6) and machines and equipment (MAT DEV.8). The probability of having more than three LWD will increase with GENAC.6 and MAT_DEV.8. On the contrary, within the specific acitiviy (SPECAC) subcategory, there is a negative relationship between LWD and the variables of activity of presence (SPECAC.7) and other specific physical activities (SPECAC.8). In the GENAC subcategory, the probability of three LWD accidents in GENAC.6 was 1.4098 times more likely than the production, manufacturing, processing, and storing activity (GENAC.1). Besides, this probability in SPECAC.7 and SPECAC.8 vs. the operating machine activity (SPECAC.1) were 1.4528 (1/Exp(-0.3735)), and 1.3872 (1/Exp(-0.3273)) times lower, respectively. For the MAT_DEV subcategory, MAT_DEV.8 had 1.2618 times riskier than without having material agent (MAT_DEV.1). This result may have arisen from the occurrence of more frequent accidents in movement and operationing machines and equipments.

In the "Post-accident state-related" variable group, within the type of injury (TINJ) and part of body injured (PBINJ) subcategories, the relationship between LWD and the variables of having bone fractures (TINJ.2), dislocations, sprains and strains (TINJ.3), traumatic amputations (TINJ.4), concussion and internal injuries (TINJ.5), burns, scalds and frostbites (TINJ.6), multiple injuries (TINJ.10), injury in neck part (PBINJ.2), back part (PBINJ.3), torso and organs (PBINJ.4), upper extremities (PBINJ.5), lower extremities (PBINJ.6), whole body and multiple sites (PBINJ.7) and other parts of the body injured (PBINJ.8) are positive, respectively. The probability of having more than three LWD will increase with TINJ.2, TINJ.3, TINJ.4, TINJ.5, TINJ.6, TINJ.10, PBINJ.2, PBINJ.3, PBINJ.4, PBINJ.5, PBINJ.6, PBINJ.7 and PBINJ.8. Conversely, within the TINJ subcategory, the relationship between LWD and the variables of poisoning and infections (TINJ.7), getting shocked (TINJ.9) are negative. The probability of experiencing more than three LWD will reduce with TINJ.7 and TINJ.9. In the TINJ subcategory, the probability of experiencing more than three LWD accidents occasioned by accidents related to TINJ.2, TINJ.3, TINJ.4, TINJ.5, TINJ.6 and TINJ.10 were 4.4234, 1.6394, 2.6725, 2.6894, 2,1468 and 3.3533 times, respectively, more likely than those related to wounds and superficial injuries (TINJ.1). On the other hand, the probability for TINJ.7 was 8.7936 (1/Exp(-2.1740)) and for TINJ.9 (1/Exp(-1.2226)) was 3.3958 times lower than TINJ.1. For the PBINJ subcategory, the probability of experiencing more than three LWD accidents increased in all subcategories compared with the head (PBINJ.1). This probability in PBINJ.2, PBINJ.3, PBINJ.4, PBINJ.5, PBINJ.6, PBINJ.7 and PBINJ.8 were 1.5189,1.8512, 1.5642, 2.2907, 2.2263, 2.1445 and 1.7728 times, respectively, higher than for PBINJ.1. The injury type and its location on the body has a great impact on the LWD since they affect the healing time and back to work status.

In general, increasing age, low education level, problems in obtaining vocational education due to low education level, increasing utility and road and railway projects in recent years, moving with vehicles, and use of machines and equipments are considered as cases that increase the occurrence risk of occupational accidents in the literature. Compared to the findings of this study, it is not surprising that in the presence of the stated cases, the probability of having more than three LWD accidents is increased. Besides, considering the effect of the safety precautions taken, it is expected that the probability of LWD decreases as time passes. The top determinants for having more than three days LWD at construction industry due to construction accidents are related to post-accident state. It can be concluded that the greater the impact of the occupational accident, the higher the loss of working days. However, in this study, contrary to what is known, it has been determined that despite the increases in the number of workers and construction projects, increasing workplace size, working in the summer months and around the construction site reduce the probability of having more than three LWD accidents. The severity of non-fatal injuries would be diminished in construction industry by focusing on the related variables that significantly trigger to the occurrence of LWD. In this direction, we can apply proactive precautions such as providing and using right and sufficient personal protective equipment, enhancing the content of the training, and teaching style.

4 Conclusions

Construction activities remain one of the most hazardous industries worldwide. Therefore, standard and regularized logistic regression approaches as machine learning classification algorithms are applied to national construction accident data and the results obtained are compared in this study. Based on the model results, it can be concluded that the type of injury and the body part injured have a significant impact on the occurrence of occupational accidents resulting in more than LWD. The prediction performance of all models for non-fatal accidents with more than three LWD is good, with only slight differences in their performance values. The Ridge logistic regression model does not reduce any coefficients to zero, making it difficult to interpret the constructed model. However, Lasso and Elastic net estimators have variable selection capabilities. When all the models are compared, Firth's logistic model was found to display the best performance in predicting the LWD resulting from nonfatal occupational accidents in the training set. However, this shouldn't imply the overall superiority of the model in all cases of occupational accidents phenomenon, and additional care should be given to each dataset to understand its nature and identify any problems in the data. When there is no regularization requirement, standard binary logistic regression can be used. However, some form of regularization is usually necessary, particularly with large

sample sizes and categorical data. Therefore, other prediction approaches should be considered. Firth's logistic regression model is a good alternative for reducing bias caused by imbalance problems, while the Ridge logistic regression is useful in the event of a multicollinearity problem, and all variables are necessary for the determination of presence of a relationship with LWD. Lasso and Elastic net logistic become the tools of choice in cases of multicollinearity issues and when there is a need to eliminate irrelevant variables. In this way, the best model which fits the data well can be determined.

This study analyzes, for the first time, occupational accidents that occurred in the "construction of buildings", "civil engineering" and "specialized construction activities" sectors in the Central Anatolia region. The study considers accident variables that have not been previously covered in the literature. Moreover, this study demonstrates how standard binary logistic regression and regularized logistic regression models can be applied in a machine learning classification context in a large categorical occupational accident dataset. The study has the potential to advance the current knowledge of data analysis techniques for predicting the severity of non-fatal construction accidents using more innovative and interpretable machine learning tools. The use of regularized models on occupational accidents in the study opens new doors for researchers working in this field. Additionally, this study also shines a spotlight to the OSH professionals responsible for the implementation of OSH activities in workplaces in performing such analysis to model their historical accident records. Furthermore, the findings of this study provide vital information for assessing the occurrence of LWD risk at construction industry. These findings can be used to develop more appropriate safety precautions in the construction industry.

As mentioned above, Firth's logistic decreases bias, while Ridge, Lasso and Elastic net logistic models stabilizes the prediction in case of multicollinearity. However, none of the models deal with both problems. Future studies could develop a double regularized model integrating Firth's logistic regression with a ridge, lasso, or elastic net parameter. As a potential next step, synthetic data could be generated to increase the performance of the models applied. In this study, dummy-coded categorical variables were used to build all models, but different coding strategies, such as one-hot encoding and contrast coding could be used to reveal how the coding choices affect the prediction results. Additionally, the occupational accident data used in this study could be subjected to analysis for prediction purposes using other machine learning methods, and the models in this study could also be applied in different fields.

Acknowledgement

Authors would like to thank SSI for providing the data. This research is supported by the Scientific Research Projects Committee of Eskisehir Technical University under the Doctor of Philosophy dissertation grant 1705F427. This work is also a part of Ph.D. thesis, which is named as 'Prediction of occupational accidents, risk analysis and prioritization of precautions to be taken by house of quality in construction industry' [59] prepared by Şura Toptancı and supervised by Nihal Erginel and Ilgın Acar.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): 19%

References

- J.P. Leigh, S.B. Markowitz, M. Fahs and P. Landrigan, Costs of Occupational Injuries and Illnesses. University of Michigan Press, Ann Arbor, Mich., 2000.
- [2] L.I. Boden, E.A. Biddle and E.A. Spieler, Social and economic impacts of workplace illness and injury: current and future directions for research. American Journal of Industrial Medicine, 40, 398-402, 2001. https://doi.org/10.1002/ajim.10013.
- [3] S. Linacre, Australian social trends 2007. Australian Bureau of Statistics. ABS catalogue no. 4102. https://www.abs.gov.au/AUSSTATS/abs@.nsf/allpri marymainfeatures/3550D34DA999401ECA25748E0 0126282?opendocument, Accessed 01 March 2021.
- [4] D.L. Goetsch, Occupational Safety and Health for Technologists, Engineers, and Managers. 6th ed. Pearson Prentice Hall, 2008.
- [5] International Labour Organization (ILO), Databases and subjects: labour force by sex and age-2020. https://ilostat.ilo.org/topics/population-and-labourforce/#, Accessed 23 May 2021.
- [6] International Labour Organization (ILO), Safety and health at work. https://www.ilo.org/global/ topics/safety-and-health-at-work/lang--en/index.htm , Accessed 5 December 2020.
- [7] P. Hämäläinen, J. Takala and T.B. Kiat, Global estimates of occupational accidents and work-related illnesses 2017. https://www.icohweb.org/site/images/ news/pdf/Report%20Global%20Estimates%20of%20 Occupational%20Accidents%20and%20Workrelated%20IIlnesses%202017%20rev1.pdf, Accessed 5 December 2020.
- [8] Bureau of Labor Statistics (BLS), Census of fatal occupational injuries - 2018. https://www.bls.gov/ iif/oshcfoi1.htm, Accessed 7 December 2020.
- [9] SGK, SGK İstatistik Yıllıkları- 2018. http://www.sgk.gov.tr/wps/portal/sgk/tr/kurumsal/ista tistik/sgk_istatistik_yilliklari, 8 December 2020.
- [10] H. Cakan, Analysis and modeling of roofer and steel worker fall accidents. Ph.D. Thesis, Wayne State University, Michigan, USA, 2012.
- [11] S. Onder, Evaluation of occupational injuries with lost days among opencast coal mine workers through logistic regression models. Safety Science, 59, 86-92, 2013, http://dx.doi.org/10.1016/j.ssci.2013.05.002.
- [12] Ö. Akboga, Modeling of construction accident severity using logistic regression. Ph.D. Thesis, Ege University, İzmir, Türkiye, 2014.

- [13] A. Bilim, Analysis and modeling of occupational accidents occurring in highway and railway constructions. Ph.D. Thesis, Konya Technic University, Konya, Türkiye, 2018.
- [14] A.J. Tixier, M.R. Hallowell, B. Rajagopalan and D. Bowman, Application of machine learning to construction injury prediction. Automation in Construction, 69, 102-114, 2016. https://doi.org/10.1016/j.autcon.2016.05.016.
- [15] K. Yang, C.R. Ahn, M.C. Vuran and S.S. Aria, Semisupervised near-miss fall detection for ironworkers with a wearable inertial measurement unit. Automation in Construction, 68, 194-202, 2016. https://doi.org/10.1016/j.autcon.2016.04.007.
- [16] K. Kang and H. Ryu, Predicting types of occupational accidents at construction sites in Korea using random forest model. Safety Science, 120:226-236, 2019. https://doi.org/10.1016/j.ssci.2019.06.034.
- [17] B.U. Ayhan and O.B. Tokdemir, Safety assessment in megaprojects using artificial intelligence. Safety Science, 118:273-287, 2019. https://doi.org/ 10.1016/j.ssci.2019.05.027.
- [18] J.Y. Lee, Y.G. Yoon, T.K. Oh, S. Park and S.I. Ryu, A study on data pre-processing and accident prediction modelling for occupational accident analysis in the construction industry. Applied Sciences, 10(21), 7949, 2020. https://doi.org/10.3390/app10217949.
- [19] J. Choi, B. Gu, S. Chin and J.S. Lee, Machine learning predictive model based on national data for fatal accidents of construction workers. Automation in Construction, 110, 102974, 2020. https://doi.org/ 10.1016/j.autcon.2019.102974.
- [20] F. Recal and T. Demirel, Comparison of machine learning methods in predicting binary and multi-class occupational accident severity. Journal of Intelligent & Fuzzy Systems, 40(6), 10981-10998, 2021. https://doi.org/10.3233/JIFS-202099.
- [21] Y.Ö. Tetik, Ö. Akboğa Kale, I. Bayram and S. Baradan, Applying decision tree algorithm to explore occupational injuries in the Turkish construction industry. Journal of Engineering Research, 10(3), 59-70, 2022. https://doi.org/10.36909/jer.12209.
- [22] K. Koc, Ö. Ekmekcioğlu and A.P. Gurgun, Prediction of construction accident outcomes based on an imbalanced dataset through integrated resampling techniques and machine learning methods. Engineering, Construction and Architectural Management, (ahead-of-print), 2022. https://doi.org/ 10.1108/ECAM-04-2022-0305.
- [23] J.M. Pereira, M. Basto and A.F. da Silva, The logistic lasso and ridge regression in predicting corporate failure. Procedia Economics and Finance, 39, 634-641, 2016. https://doi.org/10.1016/S2212-5671(16)30310-0.
- [24] R. Gavanji, Penalized regression methods for modelling rare events data with application to occupational injury study. Master Thesis, University of Saskatchewan, Canada, 2019.

- [25] S. Sarkar and J. Maiti, Machine learning in occupational accident analysis: A review using science mapping approach with citation network analysis. Safety science, 131, 104900, 2020. https://doi.org/10.1016/j.ssci.2020.104900.
- [26] M. Gonzalez-Delgado, H. Gómez-Dantés, J.A. Fernández-Niño, E. Robles, V.H. Borja and M. Aguilar, Factors associated with fatal occupational accidents among Mexican workers: a national analysis. PloS one, 2015. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0121490.
- [27] S.S. Uysal, Comparison of The Logistic Elastic Net Method with Alternative Methods. Master Thesis, Eskisehir Osmangazi University, Türkiye, 2020.
- [28] V. Gallego, A. Sánchez, I. Martón and S. Martorell, Analysis of occupational accidents in Spain using shrinkage regression methods. Safety Science, 133, 105000, 2021. https://doi.org/10.1016/j.ssci.2020.105000.
- [29] D.W. Hosmer, S. Lemeshow and R.X. Sturdivant, Applied Logistic regression. 3rd ed. Hoboken, New Jersey: Wiley, 2013.
- [30] A. Agresti, An introduction to categorical data analysis. 3rd ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2019.
- [31] S.A. Czepiel, Maximum likelihood estimation of logistic regression models: theory and implementation. czep. net/stat/mlelr.pdf. Accessed 20 August 2022.
- [32] B.G. Tabachnick and L.S. Fidell, Using multivariate statistics. 6th ed. Boston: Pearson, 2013.
- [33] G. Kemalbay and B.N. Alkış, Borsa endeks hareket yönünün çoklu lojistik regresyon ve k-en yakın komşu algoritması ile tahmini. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 27(4), 556-569, 2020. https://doi.org/10.5505/pajes.2020.57383.
- [34] D.N. Gujarati and D.C. Porter, Basic econometrics. 5th ed. New York: McGraw-Hill/Irwin, 2009.
- [35] G. King and L. Zeng, Logistic regression in rare events data. Political Analysis, 9, 137-163, 2001. https://doi.org/10.1093/oxfordjournals.pan.a004868.
- [36] C.F. İşçen, S.S. Uysal and A.A. Yavuz, Su kalitesi değişimine etki eden değişkenlerin lojistik regresyon, lojistik-ridge ve lojistik lasso yöntemleri ile tespiti. Biyoloji Bilimleri Araştırma Dergisi, 14(1), 1-12, 2021. https://bibad.gen.tr/ index.php/bibad/article/ view/375.
- [37] Z.Y. Algamal and M.H. Lee, Applying penalized binary logistic regression with correlation based elastic net for variables selection. Journal of Modern Applied Statistical Methods, 14(1), 168-179, 2015. https://doi.org/10.22237/jmasm/1430453640.
- [38] S. Doerken, M. Avalos, E. Lagarde and M. Schumacher, Penalized logistic regression with low prevalence exposures beyond high dimensional settings. PLoS One, 14(5), e0217057, 2019. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0217057.
- [39] D. Firth, Bias reduction of maximum likelihood estimates. Biometrika, 80, 27–38, 1993. https://doi.org/10.2307/2336755.

- [40] M.S. Rahman and M. Sultana, Performance of Firthand logF-type penalized methods in risk prediction for small or sparse binary data. BMC Medical Research Methodology, 17(1), 1-15, 2017. https://doi.org/ 10.1186/s12874-017-0313-9.
- [41] R.L. Schaefer, L.D. Roi and R.A. Wolfe, A ridge logistic estimator. Communications in Statistics -Theory and Methods, 13(1), 99-113, 1984. https://doi.org/10.1080/03610928408828664.
- [42] D.E. Duffy and T.J. Santne, On the Small Sample Properties of Norm-Restricted Maximum Likelihood Estimators for Logistic Regression Models. Communications in Statistics - Theory and Methods, 18, 959-980, 1989. https://doi.org/ 10.1080/03610928908829944.
- [43] S. Le Cessie and J.C. Van Houwelingen, Ridge estimators in logistic regression. Journal of the Royal Statistical Society: Series C (Applied Statistics), 41(1), 191-201, 1992. https://doi.org/10.2307/2347628.
- [44] W.J. Fu, Penalized regressions: the bridge versus the lasso. Journal of Computational and Graphical Statistics, 7(3), 397-416, 1998. https://doi.org/ 10.2307/1390712.
- [45] G. James, D. Witten, T. Hastie, and R. Tibshirani, Linear model selection and regularization. In: An Introduction to Statistical Learning, Springer Text in Statistics, 225-288, Springer, New York, NY, 2021.
- [46] R. Tibshirani, Regression Shrinkage and Selection via the LASSO. Journal of Royal Statistical Society B, 58, 267–288, 1996. https://doi.org/10.1111/j.2517-6161.1996.tb02080.x.
- [47] H. Zou and T. Hastie, Regularization and variable selection via the elastic net. Journal of the royal statistical society: series B (statistical methodology), 67(2), 301–320, 2005.
 - https://doi.org/10.1111/j.1467-9868.2005.00503.x.
- [48] T. Hastie, R. Tibshirani and M. Wainwright, Statistical learning with sparsity. Monographs on statistics and applied probability, 143, CRC Press, 2015.
- [49] B. Jason, A Gentle Introduction to k-fold Cross-Validation. https: //machinelearningmastery.com/kfold-cross-validation/, Accessed 1 August 2021.
- [50] T. Hastie, R. Tibshirani, and J.H. Friedman, The elements of statistical learning: data mining, inference, and prediction. New York: Springer, 2001.
- [51] M. Grandini, E. Bagli and G. Visani, Metrics for multiclass classification: an Overview. A white paper,

https://arxiv.org/pdf/2008.05756.pdf, Accessed 8 May 2021.

- [52] T. Saito and M. Rehmsmeier, The precision-recall plot is more informative than the ROC plot when evaluating binary classifiers on imbalanced datasets. PLoS ONE, 10(3), e0118432, 2015. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0118432.
- [53] D. Chicco, N. Tötsch and G. Jurma, The Matthews correlation coefficient (MCC) is more reliable than balanced accuracy, bookmaker informedness, and markedness in two-class confusion matrix. BioData Mining, 14(13), 1-22, 2021. https://doi.org/ 10.1186/s13040-021-00244-z.
- [54] H. Guo, H. Liu, C. Wu, W. Zhi, Y. Xiao and W. She, Logistic discrimination based on G-mean and Fmeasure for imbalanced problem. Journal of Intelligent & Fuzzy Systems, 31(3), 1155-1166, 2016. https://doi.org/10.3233/IFS-162150.
- [55] J. Davis and M. Goadrich, The relationship between Precision-Recall and ROC curves. In Proceedings of the 23rd international conference on Machine learning, pp. 233-240, Pittsburgh, PA, 2006.
- [56] H.R. Sofaer, J.A. Hoeting and C.S. Jarnevich, The area under the precision-recall curve as a performance metric for rare binary events. Methods in Ecology and Evolution, 10(4), 565-577, 2019. https://doi.org/ 10.1111/2041-210X.13140.
- [57] Eurostat. European Statistics on Accidents at Work (ESAW), Summary methodology 2013. https://ec.europa.eu/eurostat/documents/3859598/592 6181/KS-RA-12-102-EN.PDF/56cd35ba-1e8a-4af3-9f9a-b3c47611ff1c, Accessed 1 August 2020.
- [58] W. Jiang, P. Lakshminarayanan, X. Hui, P. Han, Z. Cheng, M. Bowers, I. Shpitser, S. Siddiqui, R.H. Taylor, H. Quon and T. McNutt, Machine learning methods uncover radiomorphologic dose patterns in salivary glands that predict xerostomia in patients with head and neck cancer. Advances in radiation oncology, 4(2), 401-412, 2019. https://doi.org/ 10.1016/j.adro.2018.11.008.
- [59] Ş. Toptancı, Prediction of occupational accidents, risk analysis and prioritization of precautions to be taken by house of quality in construction industry (Doctoral dissertation). Available from Turkish Council of Higher Education Thesis Center (Thesis No: 694456), 2021.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 799-809 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Galileo uydu sisteminin nokta konumlamaya etkisi

The effect of Galileo satellite system on point positioning

Cevat İnal^{1,*} (b), Tunahan Gündoğan² (b), Sercan Bülbül³ (b)

^{1,3} Konya Teknik Üniversitesi, Harita Mühendisliği Bölümü, 42250, Konya, Türkiye
² Harita Genel Müdürlüğü, 06590, Ankara, Türkiye

Öz

Küresel konumlama çalışmalarında GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou, bölgesel olarak ise IRNSS ve QZSS uydu sistemleri kullanılmaktadır. Yakın zamana kadar nokta konumları GPS ve GLONASS, BeiDou uydu sistemleri kullanılarak belirlenmiştir. 2020 yılından itibaren Galileo uydu sistemi de kullanılmaya başlanmıştır. GNSS ile nokta konumlarının belirlenmesindeki doğruluk kullanılan uydu sistemine, değerlendirme yazılımına, veri toplama süresine/kayıt aralığına vb. etkilere bağlı olarak değişmektedir. Bu çalışmada, Galileo uydu sisteminin nokta konumlamaya etkisi, ölçü süresine bağlı olarak araştırılmıştır. Bu kapsamda, 15.10.2020-13.11.2020 tarihleri arasında seçilen 7 adet TUSAGA istasyonun günlük RINEX verileri, 14 adet IGS istasyonuna ait RINEX verilerinden yararlanılarak, 2, 4 ve 12 saatlik dilimlere ayrılmış ve çözümler GAMIT/GLOBK ile GPS (G), GLONASS (R), Galileo (E) ve GPS+GLONASS+Galileo (GRE) ile değerlendirilmiştir. Değerlendirmeler sonucunda sadece GPS ile elde edilen günlük koordinatlar esas alınarak diğer uydu kombinasyonlarının bu koordinatlara yaklaşımı analiz edilmiştir. Yapılan analizlerde, ölçü süresi arttıkça doğruluğun arttığı, GPS koordinatlarına en iyi yaklaşımı sırasıyla, GRE., Galileo ve GLONASS uydu kombinasyonlarının sağladığı sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: Galileo, GLONASS, GPS, GAMIT/GLOBK

1 Giriş

Günümüzde küresel konumlama çalışmalarında Amerika Birleşik Devletleri'nin Global Positioning System (GPS)'i, Rusya'nın Global Navigation Satellite System (GLONASS)'ı, European Space Agency (ESA)'nın Galileo'su (E), Çin'in BeiDou uyduları kullanılmakta ve bu uydu sistemlerinin bütünü GNSS olarak adlandırılmaktadır. Bu uydu sistemlerinin dışında bölgesel kapsama alanı içinde Hindistan'ın Indian Regional Navigational Satellite System (IRNSS)' i ve Japonya'nın Quasi-Zenith Satellite System (QZSS)'i kullanılmaktadır.

GNSS uydu tabanlı bir navigasyon ve konum belirleme sistemidir. GNSS alıcısı kullanan herkes konum belirleme uydularından alınan sinyaller yardımıyla istenilen konum bilgisini elde edebilir. Uydu sinyalleri sayesinde konum bilgisi elde edilirken hava koşullarına, zamana ve bulunan yere bağlılık yoktur. Son yıllarda teknolojideki ilerlemeler sayesinde neredeyse herkes elindeki akıllı telefon/saatler

Abstract

GPS, GLONASS, Galileo, BeiDou are used in global positioning studies, while IRNSS and QZSS are used regionally. Until recently, point positions were determined using GPS, GLONASS, and BeiDou satellite systems. Since 2020, the Galileo satellite system has also been used. The accuracy of point positioning with GNSS depends on the satellite system used, processing software, data collection time/interval, etc. In this study, the effect of the Galileo satellite system on point positioning was investigated depending on the data logging time. For this purpose, daily RINEX data of 7 selected TUSAGA stations between October 15, 2020, and November 13, 2020, were analyzed in 2, 4, and 12-hour increments using 14 IGS station RINEX data, and the solutions were evaluated with GAMIT/GLOBK according to GPS (G), GLONASS (R), Galileo (E), and GPS+GLONASS+Galileo (GRE). As a result of the evaluations, the approaches of other satellite combinations to the daily coordinates obtained using only GPS were analyzed. In the analyses conducted, it was concluded that the accuracy increases as the measurement time increases and that GRE, Galileo, and GLONASS satellite combinations provide the best approximation to GPS coordinates, respectively.

Keywords: Galileo, GLONASS, GPS, GAMIT/GLOBK

sayesinde bir GNSS alıcısı kullanmaktadır. Bu alıcılar sayesinde kullanıcılar; kara, deniz ve hava ulaşımı, askeri operasyonlar, afet yardımı, çeşitli mühendislik hizmetleri gibi birçok alanda GNSS teknolojisinden yararlanmaktadır.

Çoklu GNSS uydularının kullanılması ve bu uyduların sayısının arttırılması sonucu doğruluk ve güvenilirliğin artması birçok mühendislik hizmetlerinde birden fazla uydu sisteminin kullanılmasına olanak sağlamıştır.

Uluslararası GNSS Servisi (IGS), GPS (G) ve GLONASS (R) uydularının ardından çeşitli ülkelere ait küresel ve bölgesel konum belirleme uydularını da kullanıcılara çoklu GNSS hizmeti sunmak için IGS ağına katmıştır.

Son yıllarda, GNSS ile konum belirlemeye yönelik birçok bilimsel çalışma yapılmıştır. GNSS ölçümleri ve analizleri ile uyduların ve istasyonların hareketleri modellenip, elde edilen sonuç dosyaları zaman serileri ile birleştirilerek hız alanları araştırılmıştır [1]. GPS Analysis at

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: cinal@ktun.edu.tr (C. İnal) Geliş / Recieved: 15.02.2023 Kabul / Accepted: 26.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1250019

MIT (GAMIT) bilimsel veri değerlendirme yazılımıyla ilgili kampanya çözümleri öncesi yapılması gereken ve kampanya ile ilgili oluşturulacak dosyaların nasıl hazırlandığı, günlük çözümlerin nasıl yapıldığı [1], GLOBK çözümünde, girdi dosyalarının hazırlanması, çalıştırılması gereken komutlar ve elde edilen çıktı dosyaları açıklanmıştır [2]. Galileo Uydu sisteminin Küresel Konum Belirlemede sağladığı faydalar ve görünen uvdu savılarının az olduğu ortamlarda Galileo uyduları sayesinde konum doğruluğunun arttığı ifade edilmiştir [3]. Galileo'nun GPS, GLONASS ve Beidou uydu sistemleriyle birlikte kullanılabilirliği araştırılmış, bu dört uydu sistemi kullanılarak yörünge ve saat çözümleri yapılmıştır [4]. Sıfır farklar (zero differences) yöntemiyle GPS uydularına ait L1, L2, L5 frekansları ve Galileo uydularına ait E1, E5a, E5b, E6 frekanslarıyla performans analizi gerçekleştirilmiştir [5]. GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou uydularıyla yapılan araştırmalarda sonuc koordinatlarına ait konum doğruluğu ve çözümleme başarısı araştırılmıştır [6]. GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou sistemlerinin her birinin ayrı ayrı kullanılmasıyla elde edilen doğruluk araştırılmış ve elde edilen koordinatlar, GPS ile elde edilen koordinatlarla karşılaştırılmıştır [7]. GNSS GPS, GLONASS ve Galileo sistemindeki küresel konumlama uydularının çeşitli parametrelere göre performansları incelenmiş ve sonuçta çoklu sistemin tekli sisteme göre konum belirlemede daha başarılı olduğu ortaya konulmuştur. [8]. GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou uyduları ayrı ayrı incelenmiş ve dünyada hangi bölgede ne kadar uydu görüldüğü açıklanmıştır [9]. Çoklu küresel konum belirleme uydularının (GPS, GLONASS, Galileo, BeiDou, OZSS) hassas konum belirleme acısından performansları incelenmiştir [10].

Bu çalışmanın yukarda bahsedilen çalışmalardan farkı, Galileo uydu sisteminin nokta konumlamaya etkisinin ölçü süresine bağlı olarak araştırılmasıdır. Bu kapsamda, 15.10.2020-13.11.2020 tarihleri arasında seçilen 7 adet TUSAGA istasyonun (AKHI, BOZU, CINC, ESME, MNTS, SHUT, TVAS) günlük RINEX verileri, 14 adet IGS istasyonuna ait RINEX verilerinden yararlanılarak, 2, 4 ve 12 saatlik dilimlere ayrılmış ve çözümler GAMIT/GLOBK veri değerlendirme yazılımında sadece GPS, sadece GLONASS, sadece Galileo ve GPS+GLONASS+Galileo (GRE) uydu kombinasyonuna göre değerlendirilmiştir.

2 Küresel konum belirleme sistemleri

Günümüzde konum belirleme sistemleri denilince aklımıza Küresel Konum Belirleme Sistemleri olan GPS, GLONASS, Galileo, BeiDou ve Bölgesel Konumlama Sistemleri olan IRNSS ve QZSS gelmektedir. Uydu tabanlı sistemlerin artmasıyla daha hassas ve doğruluğu yüksek konumlandırma yapılabilmektedir [11].

GPS, 1994 yılında tam faaliyet kapasitesine ulaşan ilk uydu tabanlı navigasyon ve küresel konum belirleme sistemidir. GPS uyduları dünyanın herhangi bir yerinde küresel anlamda kapsama sağlayarak minimum uydu sayısının gözlendiği, her türlü hava koşullarında kullanıcılara hizmet veren bir küresel konumlandırma sistemidir. GPS uyduları her bir uydu tarafından iletilen farklı kodlar sayesinde alıcıların uyduları birbirinden ayırmalarını sağlayan CDMA (Code Division Multiple Access) yöntemini kullanır. GPS sinyalleri bir temel frekansın (f_o=10.23 MHz) farklı katsayılarla çarpılarak üretilmesiyle elde edilir. L1 ve L2 taşıyıcı frekansları iki PRN (Pseudo Random Noise) kodu ve navigasyon mesaji edilmiştir. Bu kodlar verileri ile modüle C/A (Coarse/Acquisition) kod ve P (Precision/Protected) kod olarak adlandırılır. GPS L5 sinvali, ulasım güvenliği ve diğer performanslı uygulamalar vüksek icin zorunlu gereksinimleri karşılamak üzere tasarlanmış üçüncü sivil GPS sinyalidir [13]. GPS L5 sinyali, ulaşımın ötesinde, dünya çapındaki kullanıcılara en gelişmiş sivil GPS sinyalini sağlamakta, L1 C/A ve L2C ile birlikte kullanıldığında, oldukça robust bir hizmet sunmaktadır. Trilaning adı verilen bir teknikle, üç GPS frekansının kullanılması metre altı doğruluğa ve çok uzun bazların çözümüne imkân vermektedir [12].

GLONASS, Aralık 1995 yılında tam faaliyet kapasitesine ulaşan ikinci küresel konum belirleme uydu sistemidir. Ancak Sovyetler Birliğindeki mali ve siyasi kriz nedeniyle GLONASS uyduları sayısı azalmış ve 2002 yılındaki uydu sayısı 7 ye kadar düşmüştür. 2003 yılında fırlatılmaya başlanan GLONASS-M uydularının bakımı yapılarak performansları arttırılmıştır. Daha sonra ise 2011 yılında fırlatılmaya başlanan daha yeni ve daha küçük GLONASS-K uyduları uydu sistemine dahil edilmiştir. Uydulardaki yapılan yenileme çalışmaları ve ilave uyduların da uzay sistemine dahil edilmesiyle GLONASS uydularının sayısı tekrar 24 uyduya çıkarılmıştır. GLONASS uyduları, 10 Subat 2023 itibariyle toplamda 25 uydudan (calısır durumda 24 ve devreye alınma aşamasında 1) oluşmaktadır [13]. GLONASS-K uydularının ömürleri yaklaşık 10 yıldır. Rusya ileride uydu sayısını 30'a çıkarmayı hedeflemektedir [15]. GLONASS uyduları, Standart Konum Belirleme Hizmeti (SPS: Standard Positioning Service) ve Yüksek Hassasiyetli Konum Belirleme Hizmeti (HPS: High Positioning Service) olmak üzere iki tür sinyal iletir. SPS ve HPS sinyalleri sırasıyla C/A kodunu kullanarak Standart Konumlandırma Hizmeti ve GPS'in P(Y) kodunu kullanarak Kesin Konumlandırma Hizmeti olarak düşünülebilir.

Galileo uydu sistemi, ESA'nın konum belirleme amacıyla geliştirdiği ve 2020 yılında tam faaliyet kapasitesine ulaşan, 10 Şubat 2023 itibariyle yörüngesinde operasyonel anlamda kullanılabilir toplam 23 uydusu bulunan bir küresel konum belirleme sistemidir [15]. Küresel konum belirleme sisteminin başlangıcı 2005 yılında GIOVE-A ve 2008 yılında GIOVE-B olmak üzere iki uydunun vörüngeye fırlatılmasıyla başlamıştır. Sistemi doğrulamak amacıyla 2 operasyonel uydu 21 Ekim 2011 tarihinde devreye girmiştir. Daha sonra sistem doğruluğunu arttırmak maksadıyla 12 Ekim 2012 tarihinde 2 uydu daha yörüngeye dahil edilmiştir. Yörünge Doğrulama Aşaması (IOV: In-Orbit Validation) tamamlandıktan sonra ilave uydularla üç yörüngede onlu uydu takımı olacak şekilde İlk Operasyonel Yeteneğine (IOC: Initial Operational Capability) ulaşmak için çalıştırılmıştır. Galileo uydularının sinyallerinden iki tanesi GPS sinyalleriyle (L1 ve L5) aynı frekans değerine sahiptir. Bu sinyaller birbiriyle karışmaması için farklı isimlendirmeler kullanılmıştır.

Galileo uydu sisteminden 4 farklı hizmet verilmektedir.

- 1. Açık Hizmet (OS: Open Service)
- 2. Yüksek Doğruluk Hizmeti (HAS: High Accuracy Service)
- 3. Kamu Hizmet (PRS: Public Regulated Service)
- 4. Can Güvenliği Hizmeti (SoL: Safety of Life)

Sistemdeki uyduların kullanımı herkes için ücretsizdir. Galileo uyduları ile alıcılar tek frekanslı ise yatayda 8 metre, düşeyde 35 metre, çift frekanslı ise yatayda 8 metre, düşeyde 15 metre doğruluklu konum bilgisi elde edilebilmektedir. Üçlü frekans kullanımları da şu anda test edilmektedir. Üçlü hizmeti kullanıldığında konum hassasiyeti daha da iyileşmektedir [14].

Galileo uydu sistemi, Avrupa'nın kuzey ülkeleri için GPS'ten daha iyi bir kapsama alanı sağlamaktadır [16]. HAS yaklaşık 1 santimetre doğruluk sunarken, geliştirilmiş performans ve işletim sistemi aracılığıyla daha fazla güvenilir verilere sahip olmasından dolayı ticari ve diğer yazılımların geliştirilmesine olanak vermektedir. HAS hem ücretsizdir ve hem de herkesin kullanımına açıktır. Galileo HAS, E6 bandındaki ve OS E1 bandındaki sinyallerin birleşimini kullanmaktadır. PRS, devlet tarafından yetkilendirilmiş kullanıcılara (polis, ordu, vb.) sınırlı konum ve zamanlama bilgileri sağlamaktadır. SoL hizmeti, bir bütünlük sağlamakta ve konum belirlenmesinde yeterli doğruluk sağlanamadığında kullanıcıların uyarılması anlamına gelmektedir. Galileo uydularının menzili dünya capında olduğundan uluslararası uydu destekli arama ve kurtarma girişimi olan Cospas-Sarsat'tan gelen arama ve kurtarma (sar: search-and-rescue) isaretlerinin sinvallerini test edip raporlavabilmektedir. Cospas-Sarsat, 1979 yılında Kanada, Fransa, Amerika Birleşik Devletleri ve Sovyetler Birliği (eski) tarafından kurulmuş uluslararası uydu tabanlı bir arama ve kurtarma, tehlike uyarısı tespit ve bilgi dağıtım merkezidir. Bu sayede Galileo uyduları, Cospas-Sarsat sistemine katkı sağlamaktadır ve acil durum işaretçilerinden gelen sinvalleri alıp ulusal kurtarma merkezine iletmektedir. Acil durum işaret sinyalleri bir gemiden, uçaktan, hatta bireylerden iletilebilir ve sinyalin geldiği yerin kesin

konumunun belirlenmesini sağlamaktadır. SoL hizmeti, E1 ve L6 bantlarını kullanmaktadır.

Galileo, kullanıcıların diğer mevcut sistemler tarafından sunulanlardan daha büyük doğrulukta gerçek konumlarını belirleme imkânı sağlamaktadır [17]. Galileo uydu sistemi navigasyon ve konumlandırma hizmeti sağlarken diğer GNSS sistemleriyle de uyumlu bir şekilde çalışmaktadır.

Beidou uvdu sisteminde 6 adet GEO (Geostationary Earth Orbit: Jeostatik Dünya Yörüngesi) uydusu, 10 adet IGSO (Inclined Geosynchronous Satellite Orbit: Eğik Jeosenkron Uydu Yörüngesi) uydusu ve 27 adet MEO (Medium Earth Orbit: Orta Dünya Yörüngesi) uydusu bulunmaktadır. Bu sebeple Beidou sistemi, üç çeşit uydulardan oluşan melez bir küresel konumlama sistemidir. Beidou uyduları kullanıcılara hem bölgesel hem de küresel konumlama hizmeti sunmaktadır. Beidou uydularının sinyalleri frekans bakımından GPS ve Galileo' ya benzerdir. Diğer küresel konum belirleme sistemleri ile karsılaştırıldığında; Beidou, özellikle ekvatora vakın bölgelerde performans açısından gözlemlenebilir olmak ve daha iyi sonuçlar sunmak için yüksek yörüngelerde daha fazla uydu çalıştırmaktadır. Beidou uyduları, çoklu frekansların navigasyon sinyallerini kullanarak birden fazla frekans sinyallerini kullanır ve konum doğruluğunu iyileştirebilir. Ayrıca, küresel konumlandırma ve iletişim işlevini birlikte kullanarak, navigasyon ve zamanlama, konumlandırma, uluslararası arama ve kurtarma, kısa mesaj iletisimi, uvdu tabanlı büyütme, yer büyütme ve hassas nokta konumlandırma vb. gibi çoklu hizmet yeteneklerine sahiptir. İzleme istasyonları Beidou uydularını sürekli olarak takip ederek ana kontrol istasyonuna bilgileri aktarır. Ana kontrol istasyonunda bu bilgiler daha sonra uydu yörünge bilgisine ve uydu saati düzeltmelerine eklenir. Ana kontrol istasyonları getirilecek düzeltme verilerini yükleme istasyonlarına iletir. Yükleme istasyonları ise bu düzeltme verilerini tüm uydulara en az günde bir kez iletir. Bu sayede uydular yörünge bilgilerini radyo sinyalleri sayesinde GNSS alıcılarına aktarır [14]. Tablo 1'de 20.02.2023 tarihi itibariyle küresel konum belirleme uydularının genel özellikleri verilmiştir.

Tablo 1. 20.02.2023 tarihinde küresel konum belirleme uydularının özellikleri

	GPS	GLONASS	Galileo	BeiDou
Uydu Sayısı	31	25	23	27 (MEO)
Yörünge Düzlemi	6	3	3	3
Yörünge Yarıçapı (km)	20200	19100	23222	21528
Yörünge Eğim Açısı	55°	64.8°	56°	55°
Yaklaşık Yörünge Periyodu	11sa 58dk	11sa 16dk	14sa 04dk	12sa 54dk
Sinyal Ayırma Tekniği	CDMA	FDMA, CDMA	CDMA	CDMA
Koordinat Sistemi	WGS-84	PZ-90	GTRF	CGCS
Zaman Ölçeği	GPS Zamanı	GLONASS Zamanı	GST	BDT

3 GAMIT/GLOBK yazılımı

GAMIT (GNSS at MIT) / GLOBK (Global Kalman filter VLBI and GPS analysis program), veri değerlendirme yazılımı Harvard-Smithsonian Center'daki MIT (Massachusetts Institute of Technology)'de geliştirilmiş kapsamlı bir GNSS analiz paketidir. Yazılımın kurulum amacı;

- 1. İstasyon koordinatlarını ve hızlarını,
- 2. Deprem sonrası deformasyonun stokastik (değişken) veya işlevsel temsillerini,
- 3. Atmosferik gecikmeleri,
- 4. Uydu yörüngelerini,
- 5. Yer Dönme Parametrelerini (ERP: Earth Rotation Parameters) tahmin etmek için tasarlanmıştır.

GAMIT'in erken gelişmesi için gerekli finansman, Hava Kuvvetleri Jeofizik Laboratuvarı ve NASA (National Aeronautics and Space Administration) tarafından sağlanmıştır. GAMIT yazılımı, X-Windows destekleyen herhangi bir LINUX işletim sistemi altında çalışacak şekilde tasarlanmıştır. Değerlendirilecek ağ yapısında en fazla 99 adet istasyon veya noktaya izin vermektedir [18]. GAMIT/GLOBK yazılımındaki iş akış şeması Şekil 3'te verilmiştir.

4 Uygulama

Uygulama alanı olarak 30 Ekim 2020 tarihindeki Ege Denizi depreminin olduğu bölgedeki TUSAGA noktaları seçilmiştir (Şekil 1). Bununla hem Galileo uydu sisteminin ölçü süresine bağlı olarak nokta konumlamaya etkisi hem de depremin TUSAGA noktalarında oluşturduğu değişimin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu çalışmada ise sadece Galileo uydu sisteminin nokta konumlamaya etkisi araştırılmıştır. Uygulamada kullanılan AKHI, TVAS, BOZU istasyonları 28/03/2022 tarihi ile TUSAGA-Aktif olarak faaliyet göstermektedir.



Şekil 1. Ege Denizi Depremi ve uygulamada kullanılan TUSAGA istasyonlarının dağılım haritası

Nokta Adı	Nokta kısaltması	Enlem (°)	Boylam (°)	Yükseklik (h) (m)	Alıcı	Anten
Akhisar	AKHI	38.9620	28.0096	841.757	LEICA GR30	LEIAR10 NONE
Bozüyük	BOZU	39.8809	30.0487	842.528	LEICA GR30	LEIAR10 NONE
Çine	CINC	37.6288	27.9598	227.331	LEICA GR30	LEIAR10 NONE
Eșme	ESME	38.5051	28.9938	884.346	LEICA GR30	LEIAR10 NONE
Menteş	MNTS	38.4265	26.7174	59.195	Trimble NETR9	TRM115000.00 NONE
Şuhut	SHUT	38.5339	30.4676	1337.436	LEICA GR30	LEIAR10 NONE
Tavas	TVAS	37.4099	29.1353	1126.771	Trimble NETR9	TRM115000.00 NONE

 Tablo 2. İstasyonlara ait tanımlayıcı bilgiler [19]

Seçilen bölgedeki; Akhisar (AKHI), Bozüyük (BOZU), Çine (CINC), Eşme (ESME), Menteş (MNTS), Şuhut (SHUT) ve Tavas (TVAS) TUSAGA istasyonlarında toplanan 2, 4, 12 saatlik RINEX verileri ile Galileo uydu sisteminin ölçü süresine bağlı olarak nokta konumlamaya etkisinin araştırılmasında kullanılmıştır. Kullanılan TUSAGA istasyonlara ait tanımlayıcı bilgileri Tablo 2'de verilmiştir. Seçilen TUSAGA istasyonlarının analizinde; ARTU, BUCU, KIT3, MATE, NICO, NOT1, ONSA, PENC, POLV, POTS, RAMO, VILL, WSRT ve YIBL IGS istasyonları referans olarak kullanılmıştır (Şekil 2). Kullanılan IGS istasyonlarına ait tanımlayıcı bilgiler Tablo 3'te verilmiştir.



Şekil 2. Uygulamada kullanılan IGS istasyonlarının dağılım haritası

Tablo 3. Kullanılan IGS	istasyonlarına ait t	tanımlayıcı bilgiler [20]
-------------------------	----------------------	---------------------------

Nokta Adı	Nokta Kısaltması	Enlem (°)	Boylam (°)	Yükseklik (h) (m)	Alıcı	Anten
Arti	ARTU	56.430	58.560	248	JAVAD TRE_G3TH DELTA	ASH700936D_M
Bucuresti	BUCU	44.464	26.126	143	LEICA GR50	LEIAR25.R4
Kitab	KIT3	39.135	66.885	623	SEPT ASTERX4	SEPCHOKE_B3E6
Matera	MATE	40.649	16.704	536	LEICA GR30	LEIAR20
Nicosia	NICO	35.141	33.396	192	LEICA GR50	LEIAR25.R4
Noto	NOT1	36.876	14.990	126	LEICA GR30	LEIAR20
Onsala	ONSA	57.395	11.926	46	SEPT POLARX5TR	AOAD/M_B
Penç	PENC	47.790	19.282	292	LEICA GRX1200GGPRO	LEIAT504GG
Poltava	POLV	49.603	34.543	178	LEICA GR50	LEIAR20
Potsdam	POTS	52.379	13.066	144	JAVAD TRE_3	JAVRINGANT_G5T
Mitzpe Ramon	RAMO	30.598	34.763	893	JAVAD TRE_G3TH DELTA	ASH701945B_M
Villafranca	VILL	40.444	-3.952	647	SEPT POLARX5	SEPCHOKE_B3E6
Westerbork	WSRT	52.915	6.604	86	SEPT POLARX5	AOAD/M_T
Yibal	YIBL	22.186	56.112	95	TRIMBLE NETR9	ASH701945C_M
TUSAGA istasyonlarındaki değişimleri ve Galileo uydu sisteminin nokta konumlamaya etkisini araştırmak amacıyla 15/10/2020 (2020 yılının 289. günü) -13/11/2020 (2020 yılının 318. günü) tarihleri arasında deprem saatini esas alarak 2, 4, 12 saatlik RINEX verileri elde edilmiştir. Elde edilen RINEX verileri GPS, GLONASS, Galileo ve GRE uydu kombinasyonlarında günlük olarak GAMIT/GLOBK bilimsel veri değerlendirme yazılımı ile değerlendirilmiştir. Değerlendirmelerde izlenen çözüm stratejisi;

- IGS hassas yörünge (sp3)
- usno_bull_b yörünge parametresi,
- 14 adet IGS istasyonu,
- Referans Çerçevesi: ITRF 2014,
- Okyanus yükleme etkisi: FES2004,
- Zenit gecikmesi: PWL (piecewise linear),
- Kuru/ ıslak atmosfer için: VMF1 (Vienna Mapping Function 1),
- Öncül Troposfer Modeli: Global Pressure Temperature Model (GPT 50)

olarak seçilmiştir. Toplam 360 değerlendirme yapılmış, her bir değerlendirme ölçü süresine bağlı olarak ~20 dk ile ~60 dk arasında değişmektedir [21].

Çözümlerde GPS uydu sistemlerinden elde edilen günlük koordinatlar esas alınarak diğer uydu sistemleri ile x, y ve h yönündeki farklar;

$$dx_{y\"ontem} = x_{y\"ontem} - x_{GPS}$$

$$dy_{y\"ontem} = y_{y\"ontem} - y_{GPS}$$

$$dh_{y\"ontem} = h_{y\"ontem} - h_{GPS}$$
(1)

ile hesaplanmıştır. Eşitlikte alt indis yöntem: GRE, GLONASS, Galileo uydu kombinasyonlarını ifade etmektedir. Elde edilen maksimum ve minimum farklar ile, farkların ortalaması ve karesel ortalama hatalar (koh) Tablo 4-6 'da verilmektedir.



Şekil 3. Çözümde kullanılan GAMIT/GLOBK iş akış şeması

Nokta	İstatistik	GRE-GPS			GLONASS-GPS			GALILEO-GPS		
Adı	Değerler	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)
AKHI	Maks.	23.0	30.0	111.8	921.1	419.4	352.8	63.7	71.8	160.4
	Min.	-112.8	-17.4	-28.8	-87.4	-192.3	-105.3	-92.6*	-85.4	-123.8
	Ort.	-8.3	4.1	20.4	57.6	17.0	28.0	7.5	-6.4	9.8
	koh	26.7	13.0	39.0	223.9	89.3	81.0	40.0	33.2	62.5
	Maks.	23.1	28.2	126.0	817.4	1097.3	1512.1*	68.7	90.0	130.9
POZU	Min.	-114.6	-15.4	-37.1	-754.5	-2785.9*	-155.9	-36.2	-47.8	-120.4
BOZU	Ort.	-7.9	3.5	16.9	-0.9	-63.5	123.2	9.5	1.0	-9.4
	koh	26.1	12.3	34.7	215.0	557.6	355.9	29.2	25.5	53.1
	Maks.	25.2	31.8	118.0	427.3	825.3	1151.0	70.4	29.3	96.9
CDIC	Min.	-113.5	-14.4	-41.3	-394.2	-1022.1	-876.4	-67.2	-45.0	-143.8
CINC	Ort.	-7.3	3.5	17.5	2.8	2.3	43.0	9.0	1.0	-13.4
	koh	26.2	11.4	38.0	163.8	249.8	353.2	35.3	19.3	61.4
	Maks.	23.8	29.8	82.6	51.2	38.2	87.9	66.4	25.8	72.1
ESME	Min.	-50.3	-13.6	-38.5	-94.9	-23.2	-41.2	-67.4	-48.9	-125.3
LOWIE	Ort.	-4.8	2.6	10.6	-15.7	8.4	19.3	8.0	-2.1	-5.3
	koh	16.0	10.9	27.3	33.1	17.6	38.7	30.5	19.0	44.4
	Maks.	27.2	31.8	122.3	54.7	39.9	160.3	67.0	28.3	140.4
MNITS	Min.	-109.9	-13.1	-47.1	-129.3	-25.4	-112.2	-63.1	-51.5	-190.8
WIN15	Ort.	-9.5	4.1	23.2	-19.9	10.2	31.2	6.1	-0.6	3.4
	koh	26.7	11.8	42.6	40.4	19.7	61.1	34.5	20.8	72.6
	Maks.	22.8	34.1	134.0*	33.5	49.6	147.8	63.7	39.4	157.1
CULIT	Min.	-122.0	-12.3	-38.5	-131.6	-25.3	-66.4	-71.6	-49.1	-99.1
5001	Ort.	-10.3	4.6	22.0	-23.2	12.2	30.1	5.9	2.1	1.7
	koh	28.4	13.0	41.5	41.4	21.8	57.5	30.1	22.1	63.6
	Maks.	26.5	31.9	121.5	25.4	38.6	123.7	67.8	38.2	208.1*
TVAS	Min.	- 124.0*	-14.7	-39.1	-134.9	-18.0	-81.4	-74.2	-51.4	-121.3
1 1 7 3 3	Ort.	-9.9	5.4	21.2	-24.0	10.9	27.7	8.3	-1.6	9.9
	koh	29.1	13.4	41.9	41.6	19.7	51.4	33.9	23.1	78.6

2 saatlik ölçülerin analizinde; y ve x koordinat eksenleri yönünde maksimum fark *GRE*-GPS, GLONASS-GPS ve Galileo-GPS'e göre sırasıyla, 124.0 mm, 2785.9 mm, 92.6 mm, h yönünde maksimum farklar ise sırasıyla, 134.0 mm, 1512.1 mm, 208.1 mm olarak hesaplanmıştır.

Nokta	İstatistik	GRE-GPS			GI	GALILEO-GPS				
Adı	Değerler	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)
AKHI	Maks.	7.2	26.2*	17.5	858.2	930.3	1214.5	0.3	7.3	41.7
	Min.	-4.4	-3.5	-45.2*	-2125.6*	-919.1	-1238.4	-7.0	-6.6	-27.8
	Ort.	-1.0	2.5	-0.4	-43.8	42.1	26.7	-2.4	1.1	2.6
	KOH	2.4	5.6	12.5	425.5	273.3	382.9	3.1	3.6	14.1
	Maks.	3.7	6.5	14.1	117.4	94.5	935.3	5.8	9.3	23.7
BOZLI	Min.	-5.3	-3.5	-12.6	-460.4	-838.4	-176.6	-8.5	-7.7	-25.7
BOZU	Ort.	-1.1	0.8	1.7	-34.2	-40.0	62.5	-1.9	0.3	4.0
_	KOH	1.9	2.1	6.3	111.4	163.9	213.7	3.4	3.2	12.7
	Maks.	6.7	5.9	15.1	496.5	1641.9	132.6	13.3*	7.5	42.3
CINC	Min.	-4.8	-1.9	-17.7	-237.1	-70.1	-1989.6*	-8.5	-5.4	-43.9
	Ort.	-0.8	0.8	0.6	22.4	66.0	-58.4	-1.5	0.0	1.4
	КОН	2.1	1.9	6.5	113.8	298.9	364.8	3.9	2.9	16.1
	Maks.	4.5	4.6	15.6	9.7	27.3	35.6	7.4	5.4	31.7
EGME	Min.	-3.9	-6.8	-9.0	-23.4	0.0	-14.4	-6.9	-7.6	-6.3
ESME	Ort.	-0.8	1.1	1.3	-6.8	11.6	9.3	-0.6	-0.7	6.8
	КОН	1.7	2.5	5.0	11.2	15.0	15.7	2.8	3.0	11.7
	Maks.	1.0	4.6	12.3	8.6	27.1	55.5	2.4	9.9	30.7
MNTC	Min.	-6.0	-1.7	-7.4	-21.9	-5.3	-30.2	-13.0	-4.8	-18.5
MINIS	Ort.	-1.9	1.2	2.6	-7.5	10.9	20.2	-3.6	0.2	7.3
	КОН	2.6	2.0	5.6	10.7	13.0	28.1	5.1	3.5	13.5
	Maks.	2.3	5.1	14.7	12.1	31.5	53.0	3.1	9.2	54.2*
CIUT	Min.	-3.6	-2.2	-17.1	-22.4	-8.0	-12.9	-8.5	-6.7	-42.2
SHUT	Ort.	-1.2	1.6	1.6	-7.7	13.3	17.8	-2.3	0.6	5.2
	КОН	2.0	2.4	6.4	11.7	16.0	23.6	3.9	3.6	16.5
	Maks.	2.2	4.7	13.1	15.6	29.1	68.6	3.5	5.2	30.3
TVAC	Min.	-4.4	-2.0	-4.6	-35.3	-6.7	-6.9	-11.2	-6.2	-13.0
IVAS	Ort.	-1.3	1.3	2.8	-7.2	10.9	21.1	-2.8	0.5	9.0
	KOH	2.1	2.1	5.1	13.5	14.1	27.5	4.5	3.2	15.6

4 saatlik ölçülerin analizinde; y ve x koordinat eksenleri yönünde maksimum fark *GRE*-GPS, GLONASS-GPS ve Galileo-GPS'e göre sırasıyla, 26.2 mm, 2125.6 mm, 13.3 mm, h yönünde maksimum farklar ise sırasıyla, 45.2 mm, 1989.6 mm, 54.2 mm olarak hesaplanmıştır.

Nokta	İstatistik	GRE-GPS			GLONASS-GPS			GALILEO-GPS		
Adı	Değerler	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)	dy (mm)	dx (mm)	dh (mm)
AKHI	Maks.	1.1	3.3	3.8	28.7	48.0	57.7	1.4	3.0	13.2
	Min.	-2.6	-1.8	-6.7	-193.4*	-13.0	-147.2*	-6.2	-5.7	-15.0
	Ort.	-0.7	1.0	-1.3	-6.9	9.3	-7.9	-2.1	-0.2	-0.9
	КОН	1.2	1.4	3.1	40.3	14.6	37.5	2.8	1.8	6.3
	Maks.	0.0	2.0	8.7	20.1	35.9	26.1	0.1	2.2	17.5
DOZU	Min.	-4.1*	-1.5	-6.4	-53.8	-16.6	-40.1	-6.6	-5.6	-17.1
BOZU	Ort.	-1.2	0.5	2.2	-1.0	8.5	2.9	-2.6	-0.9	6.0
	КОН	1.5	1.0	3.8	12.3	12.1	15.4	3.2	2.1	9.3
	Maks.	1.4	1.7	7.6	117.3	62.9	47.9	3.0	0.9	16.0
CRIC	Min.	-3.6	-3.2	-6.1	-46.0	-11.4	-80.8	-7.4	-5.2	-17.0
CINC	Ort.	-1.0	-0.1	1.8	2.9	7.9	4.9	-2.3	-1.6	4.2
	КОН	1.6	1.1	3.6	25.6	14.4	23.3	3.1	2.4	8.7
	Maks.	1.2	3.3	4.4	15.8	17.9	16.2	0.8	2.8	16.1
FOME	Min.	-3.5	-2.2	-6.6	-13.9	0.0	-9.5	-6.8	-7.4	-5.4
ESME	Ort.	-0.7	0.8	0.2	0.2	8.9	1.1	-1.7	-1.0	4.8
	КОН	1.4	1.3	2.3	5.7	10.4	6.8	2.5	2.2	7.0
	Maks.	0.7	2.9	9.9	13.0	15.9	27.1	0.0	3.1	16.4
MNITC	Min.	-3.7	-1.4	-3.7	-10.1	0.0	-12.8	-8.7*	-4.1	-4.9
MNIS	Ort.	-1.6	0.7	1.2	0.2	9.6	9.4	-3.7	-1.1	4.1
	КОН	1.9	1.2	2.9	5.7	10.3	12.9	4.3	2.2	6.8
	Maks.	0.7	3.0	16.1*	13.9	17.6	38.2	0.0	3.2	28.6*
CILLT	Min.	-3.4	-1.1	-7.2	-12.1	0.0	-7.6	-5.7	-5.8	-11.9
3001	Ort.	-1.2	1.0	0.6	-0.4	10.1	5.0	-2.9	-0.8	4.6
	КОН	1.6	1.4	4.3	6.0	10.9	10.8	3.3	2.2	9.3
	Maks.	1.3	4.0	10.3	12.2	16.0	24.3	1.0	6.0	20.7
TVAC	Min.	-3.9	-1.3	-5.6	-13.0	0.0	-20.8	-7.2	-4.9	-10.4
1 v A3	Ort.	-1.2	1.0	-0.3	2.1	10.1	4.4	-3.1	-0.4	2.6
	КОН	1.7	1.5	3.2	6.8	10.9	10.5	3.8	2.2	6.9

12 saatlik ölçülerin analizinde; y ve x koordinat eksenleri yönünde maksimum fark GRE-GPS, GLONASS-GPS ve Galileo-GPS'e göre sırasıyla, 4.1 mm, 193.4 mm, 8.7 mm, h yönünde maksimum farklar ise sırasıyla, 16.1 mm, 147.2 mm, 28.6 mm olarak hesaplanmıştır. Tablo 4-6 incelendiğinde, ölçü süresi arttıkça farkların ve ortalama hataların küçüldüğü görülmektedir. Bu nedenle, sadece 12 saatlik ölçülere ait ortalama hatalar Şekil 4'te verilmiştir.

Şekil 4 incelendiğinde, GLONASS-GPS karşılaştırmasındaki ortalama hataların bütün koordinat eksenleri yönünde diğerlerine göre daha büyük olduğu görülmektedir.



Şekil 4. 12 saatlik ölçülere ait koordinat eksenleri yönündeki ortalama hatalar

5 Sonuçlar

Galileo uydu sisteminin Bu çalışmada, nokta konumlamaya etkisi, ölçü süresine bağlı olarak arastırılmıstır. Bu kapsamda, 15.10.2020-13.11.2020 tarihleri arasında seçilen 7 adet TUSAGA istasyonun günlük RINEX verileri, 14 adet IGS istasyonuna ait RINEX verilerinden yararlanılarak, 2, 4 ve 12 saatlik dilimlere ayrılmış ve çözümler GAMIT/GLOBK veri değerlendirme yazılımında sadece GPS, sadece GLONASS, sadece Galileo ve GRE uydu kombinasyonuna göre değerlendirilmiştir. Toplam olarak 360 değerlendirme yapılmıştır. Her bir değerlendirme ölçü süresine bağlı olarak ~20 dakika ile ~60 dakika arasında değişmektedir. Değerlendirme sonuçları kullanılarak oluşturulan Çizelge 4-6 dikkate alındığında;

- 2 saatlik ölçülerin analizinde; y ve x koordinat eksenleri yönünde maksimum fark GRE-GPS, GLONASS-GPS ve Galileo-GPS'e göre sırasıyla, 124.0 mm, 2785.9 mm, 92.6 mm, h yönünde maksimum farklar ise sırasıyla, 134.0 mm, 1512.1 mm, 208.1 mm olduğu,
- 4 saatlik ölçülerin analizinde; y ve x koordinat eksenleri yönünde maksimum fark GRE-GPS, GLONASS-GPS ve Galileo-GPS'e göre sırasıyla, 26.2 mm, 2125.6 mm, 13.3 mm, h yönünde maksimum farklar ise sırasıyla, 45.2 mm, 1989.6 mm, 54.2 mm olduğu,

- 12 saatlik ölçülerin analizinde; y ve x koordinat eksenleri yönünde maksimum fark GRE-GPS, GLONASS-GPS ve Galileo-GPS'e göre sırasıyla, 4.1 mm, 193.4 mm, 8.7 mm, h yönünde maksimum farklar ise sırasıyla, 16.1 mm, 147.2 mm, 28.6 mm olduğu

görülmektedir. Çizelge 4-6 ve Şekil 4 birlikte değerlendirildiğinde, GPS+GLONASS+Galileo çözüm olarak ifade edilen GRE çözümünün en iyi sonucu verdiği bunu sırasıyla Galileo ve GLONASS çözümlerinin izlediği görülmektedir.

Teşekkür

Bu çalışma, Konya Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Harita Mühendisliği Ana Bilim Dalında, Prof. Dr. Cevat İNAL danışmanlığında, Tunahan GÜNDOĞAN tarafından hazırlanan "Galileo Uydu Sisteminin Nokta Konumlamaya Etkisi" konulu Yüksek Lisans Tezinden üretilmiştir.

Çıkar çatışması

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Benzerlik oranı (iThenticate): %4

Kaynaklar

- [1] T. A. Herring, R. W. King, M. A. Floyd, S. C. McClusky, GAMIT (GPS Analysis at MIT) Reference Manual Release 10.7, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Amerika Birleşik Devletleri, 2018.
- [2] T. A. Herring, M. A. Floyd, R. W. King, S. C. McClusky, GLOBK Reference Manual: Global Kalman filter VLBI and GPS Analysis Program, Release 10.6, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Amerika Birleşik Devletleri, 2015.
- [3] X, Luo., S, Schaufler., M, Branzanti., J, Chen., Assessing the benefits of Galileo to high-precision GNSS positioning – RTK, PPP and post-processing, Advances in Space Research, 68, 4916–4931, 2021.
- [4] W. Zhou, H. Cai, G. Chen, W. Jiao, Q. He, Y. Yang, Multi-GNSS Combined Orbit and Clock Solutions at Sensors, 22, 457, 2022. https://doi.org/10.3390/s2 2020457
- [5] L. Zhao, P. Blunt, L. Yang, 2022, Performance Analysis of Zero-Difference GPS L1/L2/L5 and Galileo E1/E5a/E5b/E6 Point Positioning Using CNES Uncombined Bias Products, Remote Sensing, 14, 650, 2022. https://doi.org/10.3390/rs14030650
- [6] F. Mirmohammadian, J. Asgari, S. Verhagen, A. A. Simkooei, Improvement of Multi-GNSS Precision and Success Rate Using Realistic Stochastic Model of Observations, Remote Sensing, 14(1), 60, 2022. https://doi.org/10.3390/rs14010060
- [7] I. Ashour, M, E. Tokhey, Y. Mogahed, A. Ragheb, erformance of global navigation satellite systems (GNSS) in absence of GPS observations, Ain Shams

Engineering Journal 13, 2, 101589, 2022. https://doi.org/10.1016/j.asej.2021.09.016

- [8] A. Angrisano, G. Dardanelli, A. Innac, A. Pisciotta, Performance Assessment of PPP Surveys with Open Source Software Using the GNSS GPS–GLONASS– Galileo Constellations, Appl. Sci. 10(16), 5420, 2020. https://doi.org/10.3390/app10165420
- [9] H. Karimi, An analysis of satellite visibility and single point positioning with GPS, GLONASS, Galileo, and BeiDou-2/3, Applied Geomatics, 13, 781-791, 2021. https://doi.org/10.1007/s12518-021-00391-2
- [10] J. Chen, X. Zhao, C. Liu, S. Zhu, Z. Liu, D. Yue, Evaluating the Latest Performance of Precise Point Positioning in Multi-GNSS/RNSS: GPS, GLONASS, BDS, Galileo and QZSS, The Journal of Navigation, 74(1), 247-267, 2021. http://doi:10.1017/S037 3463320000508
- [11] A. Pırtı, R. G. Hoşbaş, B. Şenel, M. Köroğlu, S. Bilim, Galileo Uydu Sistemi ve Sinyal Yapısı. Geomatik 6(3), 207-216. 2021. http://doi:10.29128/geomatik.750469
- [12] https://www.gps.gov/systems/gps/modernization/ civilsignals/#L5, Accessed 18 May 2023
- [13] https://www.glonass-iac.ru/en/sostavOG/, Accessed 18 May 2023

- [14] B. Bhatta, Global Navigation Satellite Systems: New Technologies and Applications Second Edition, Taylor & Francis Group, Boca Raton, London, New York, 2021.
- [15] https://www.gsc-europa.eu/system-service-status/co nstellation-information, Accessed 18 May 2023
- [16] N. Samama, Global Positioning: Technologies and Performances, John Wiley ve Sons, Amerika Birleşik Devletleri, 2008.
- [17] https://www.euspa.europa.eu/european-space/galil eo/What-Galileo, Accessed 18 May 2023
- [18] M.A. Floyd, T.A. Herring, R.W. King, S.C. McClusky, GAMIT/GLOBK Quick Start Guide, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, USA, 2022.
- [19] https://www.harita.gov.tr/public/sunum/, Accessed 18 May 2023
- [20] https://igs.org/network, Accessed 18 May 2023
- [21] T. Gündoğan, Galileo Uydu sisteminin Nokta Konumlamaya Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Konya Teknik Üniversitesi, Konya, 2023.





Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Büyük depremler sonrası kadastral noktalardaki değişimlerin izlenmesi: 30.10.2020 Sisam depremi (Mw:6.9) örneği

Monitoring changes in coordinates of cadastral sites after major earthquakes: The example of 30.10.2020 Samos earthquake (Mw:6.9)

Erdi Yenice¹, İbrahim Tiryakioğlu^{2,*}, Mustafa Yılmaz³ Halil İbrahim Solak⁴

1.2.3.4 Afyon Kocatepe Üniversitesi, Harita Mühendisliği Bölümü, 03200, Afyonkarahisar Türkiye

Öz

NÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ

Bu araştırmada 30 Ekim 2020 (Mw:6.9) Sisam depremi sonrasında İzmir bölgesi sınırları içerisinde yer alan ve periyodik olarak ölçümleri yapılan 18 adet kadastro noktasının (C1 ve C2) koordinatlarındaki değişim incelenmiştir. Deprem sonrası bölgedeki hız alanlarında 2020-2021 ve 2021-2022 yıllarında sırasıyla 1-35 mm ve 1-40 mm arasında koordinat değişimleri hesaplanmıştır. Maksimum koordinat farkları depreme yakın olan SFRH (~35 mm) ve KBR5 (~40mm) noktalarında gözlenmiştir. Bu noktaların hareketlerinin D-KD yönlü olduğu görülmektedir. BSYL noktası ise deprem merkez üssüne en uzak nokta olmasına rağmen bu noktada yaklaşık 38 mm KD yönlü bir hareket görülmektedir. Bu durum, depremden etkilenen noktaların deprem öncesi hızlarla koordinat taşınarak kadastral çalışmalarda kullanılması durumunda farklı sonuçlar elde edilebileceğini göstermektedir.

Anahtar kelimeler: Sisam depremi, GNSS, Koordinat değişimi, GAMIT/GLOBK

1 Giriş

Ülkemizde ilk kadastral çalışmalar ulusal ve uluslararası bir koordinat sistemine bağlı olmayıp lokal koordinat sistemleri oluşturularak yapılmıştır. Bu çalışmalara 1950'li yıllardan sonra ED50 (Eurepan Datum) datumunda devam edilmiş, 1980 li yılların sonlarına doğru ise uydu teknolojisi ile birlikte ITRF-96 (International Terrestrial Reference Frame-1996) datumunda devam edilmiştir. ITRF sisteminde kadastral çalışmaların ülke genelinde uygulanabilmesi için Uzay ve Uydu teknikleriyle oluşturulan üç boyutlu ağlar oluşturulmuştur. Bu ağlar Türkiye Yatay Kontrol (Nirengi) Ağı ve bu ağa dayalı olarak yersel tekniklerle üretilen ağlar ve Türkiye Ulusal Düşey Kontrol (Nivelman) Ağı ve bu ağa dayalı olarak oluşturulan düşey kontrol ağlarıdır. Bu kontrol ağları için oluşturulan noktaların başında Türkiye Ulusal Temel GNSS Ağı (TUTGA) noktaları gelmektedir. Diğer tüm alt noktaların koordinatları TUTGA noktalarından ya da TUTGA noktalarından üretilen alt noktalara dayanarak hesaplanır [1].

Abstract

In this study, the changes in the coordinates of 18 cadastral sites (C1 and C2) located within the borders of İzmir after the 30 October 2020 (Mw: 6.9) Samos earthquake were investigated. Coordinate changes of the post-earthquake periods (2020-2021 and 2021-2022) were calculated as 1-35 and 1-40 mm, respectively. Maximum coordinate changes are at SFRH (~35 mm) and KBR5 (~40 mm) sites close to the earthquake. Although the BSYL site is the farthest site from the earthquake epicenter, it shows a 38 mm change in NE direction. When the results are examined, it is evaluated that both the establishment of new sites should be avoided and updates should be made in the cadastral sites due to the velocity differences in the postearthquake periods. This shows that different results can be obtained if the sites affected by the earthquake are used in cadastral studies by transforming coordinates with preearthquake velocities.

Keywords: Samos earthquake, GNSS, Coordinate changes, GAMIT/GLOBK



Şekil 1. Anadolu plakası ve çevresinde yer alan plakalar

Ülkemiz Alp-Himalaya kuşağında bulunan önemli tektonik bölgelerinden birinde yer almaktadır. Bulunduğu coğrafi konum dolayısıyla Avrasya, Arap ve Afrika levhalarının yer değiştirme hareketleri etkisi altında kalmaktadır (Şekil 1).

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: itiryakioglu@aku.edu.tr (İ. Tiryakioğlu) Geliş / Recieved: 21.03.2023 Kabul / Accepted: 08.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1268589

Bu hareketler ise noktasal koordinat değişimlerine sebep olmaktadır. Bu değişimler genellikle TUTGA noktalarında zamana bağlı olarak hesaplanarak her bir noktanın koordinat ve hız verisi üretilmektedir. Bu hız verisi özellikle ülkemizin ulusal datumu olarak kullanılan Türkiye Ulusal Referans Çerçevesi (TUREF) 2005.00 epoğu ve ITRF-96 datumu için yapılacak koordinat ötelemeleri için önemlidir. Türkiye Ulusal Yatav Kontrol Ağına alternatif olarak Harita Genel Komutanlığı tarafından 1997 ve 1999 yılları arasında gözlem yapılması sonucunda ITRF-96 datumunda üretilen koordinat sisteminin de temelimi olușturan Türkiye Ulusal Temel GPS Ağı (TUTGA-99) üretilmiştir. Ancak 17 Ağustos 1999 İzmit, 12 Kasım 1999 Düzce ve 6 Haziran 2000 Çerkeş/Çankırı depremleri sonrası, deprem bölgelerindeki TUTGA noktalarındaki yer değiştirmeden dolayı TUTGA-99 güncellenerek TUTGA-99A oluşturulmuştur. 1992 yılı ve 2001 yıları arasında GPS kampanyaları ve deprem sonrası TUTGA-99A nokta koordinatlarının hesabı ile depremler öncesi ve sonrası inter-sismik hız alanı ve oluşan ko-sismik yer değiştirmeler elde edilmiştir [2-3].

Tarihte birçok kez yıkıcı depremlerin meydana geldiği bu coğrafyada son 5 yılda M≥6 olmak üzere toplam 7 deprem meydana gelmiştir (Afet ve Acil Durum Yönetimi Başkanlığı (AFAD) Deprem Katalogu, 2023). Bu depremler hem önemli can ve mal kayıplarına neden olmuş hem de ilgili bölgelerde kadastral altyapılarda büyük hasarlar meydana getirmiştir. Ülkemizde bu tip depremler sonrası kadastral alt yapının yenilenmesi için önemli çalışmalar yapılmaktadır. Ülkemizi de kapsayan ilk çalışma ve yapılan birçok çalışmaya altık olan McClusky vd. (2000)'dir [4]. Bu çalışma ile Avrasya plakası, Anadolu plakası, Arap Plakası ve Afrika plakasına kadar olan bölgede uzun süre GNSS (Global Navigation Satelline Systems) gözlemleri yapılmıştır. Yapılan çalışmada 189 noktanın hızları hesaplanarak Arap plakasının yıllık 18 mm/yıl hareket ile Avrupa plakasına doğru hareketinin olduğu görülmüş olup, Anadolu plakasının ise ortalama 20 mm/yıl ile batıya yöneliminin olduğu görülmüştür.

Son yıllarda Tapu Kadastro Genel Müdürlüğü ve Harita Genel Müdürlüğü tarafından aktif hale getirilen TUSAGA-Aktif (CORS-TR) sistemi kadastral çalışmalar yanı sıra tektonik hareketliliğin incelenmesinde de büyük rol oynamaktadır. Bu istasyonlar sayesinde özellikle depremlerden sonra bölgede meydana gelen deformasyonları belirlemeyi amaçlayan birçok çalışma yapılmıştır [5-11]. Tiryakioğlu (2017)'de [5] 23 Ekim 2011'de meydana gelen aletsel büyüklüğü 7.1 (Mw) olan Van depremi sonrasında 21 adet TUSAGA-Aktif istasyonlarındaki deformasyonun tespiti için 2012 ve 2015 yılları arasındaki veriler ile değerlendirme yapılarak deprem merkezine daha yakın ettiği istasyonlardaki deformasyonların devam gözlemlenmiştir. Yalvaç (2020)'de [12] 20 Ocak 2020 yılında meydana gelen Elazığ ili Sivrice ilçesinde meydana gelen Mw:6.8 büyüklüğündeki deprem sonrasında bölgede bulunan adet TUSAGA-Aktif verilerinin 11 GAMIT/GLOBK ile değerlendirilmesi sonucunda 30 km uzaklıktaki noktanın güneybatı yönünde 57 mm'lik yatay yer değiştirmenin olduğu deprem merkezinden uzaklaştıkça yer değiştirmenin azaldığı gözlenmiştir [12].

(TGFZ) Tuz Gölü Fay Zonu'nun güncel deformasyonunun incelenmesi ve blok modelinin üretilebilmesi için toplam 44 noktadan oluşan bir GNSS ağı (24 adet Tuz Gölü Tektonik GNSS Ağı (TUZGA), 16 adet TUTGA noktası ve 4 adet TUSAGA-Aktif noktası) oluşturulmuştur. Zonda yapılan GNSS çalışmalarından elde edilen sonucların önceki calısmalarla uyum icerisinde olduğu belirtilmis ve daha vüksek hız doğrulukları GNSS ölçümlerin devam edilmesi değerlendirilmiştir [10]. Son olarak Eyübagil vd. (2023)'de [11] ülkemizde asrın felaketi olarak nitelendirilen 6 Şubat 2023 Kahramanmaraş depremleri (Mw:7.7 ve 7.6 (AFAD Deprem Katalogu 2023) sonucunda bölgede 4.6 metreye varan atımların olduğu ifade edilmistir.

GNSS tekniği ile kabuk deformasyonu belirleme çalışmaları sürekli istasyonlara ek olarak kampanya tipi noktalarda gerçekleştirilen ölçümlerle de yapılmaktadır. Kampanya tipi istasyonlar ile daha düşük maliyet ile daha büyük zonları inceleme olanağı bulunmaktadır. Örneğin [13-16] tarafından İzmir'de bulunan Güzelbahçe fayının incelenmesi için fayı temsil edecek şekilde Karaburun, Çeşme ve Urla ilçelerinde bulunan 17 noktalı bir GNSS ağı oluşturulmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda Avrasya sabit yaklaşık yıllık olarak 20-25 mm'lik batı ve güneybatı yönünde hareket söz konusu olduğu anlaşılmıştır.

Bu çalışmada 30 Ekim 2020 tarihinde meydana gelen Mw:6.9 Sisam depreminden sonra bölgede yer alan noktalardaki koordinat değişimlerinin incelemek için 18 noktalık bir GNSS ağı oluşturulmuştur (Şekil 2). Bu noktalardan 4'ü kayada bronz (CKOY, CTAL HZUR, ZEYT) 14'ü ise (SASA, ORHL, SFRH, TURG, SIGA, DMRC, UZUN, GBHC, KBR1, KBR3, KBR5, KBR4, ILPN, BSYL) pilye tipi tesise sahip olup İzmir Foça ile Çeşme arasında bulunmaktadır (Şekil 2).

2 Materyal ve metot

Ülkemizde kadastral yapının güncellenmesi sürekli yapılmamaktadır. Ancak Türkiye, bulunduğu coğrafya itibariyle tektonik açıdan aktif bir konumdadır. Bu nedenle kadastral-mühendislik çalışmalarında kullanılan ölçüm noktalarının koordinatlarının güncellenmesi ve koordinat doğruluklarının arttırılması yapılan çalışmaların güvenilir sonuçlar sunması açısından önem arz etmektedir. Bölgede 30 Ekim 2020 yılında Ege denizinde Sisam adası kuzeyinde meydana gelen Mw:6.9 büyüklüğündeki deprem sonrasında Karaburun yarımadası, Çeşme, Seferihisar, İzmir bölgelerindeki noktalarda kalıcı yer değiştirmeler meydana gelmiştir. Bu nedenle bu bölgelerde yer alan noktaların koordinatlarının güncellenmesi ve yıllara göre deformasyon tespiti yapılması önem arz etmektedir. Bu kapsamda İzmir sınırlarında yer alan ve deprem öncesine ait en az 1 kampanya GNSS ölçüsü bulunan 18 adet kadastral nokta kullanılarak bir GNSS ağı oluşturulmuştur (Şekil 2).

Çalışma bölgesinde bulunan 18 noktalı GNSS ağında 30.10.2020 Mw:6.9 Sisam depremi öncesinde arasında farklı çalışmalar kapsamında GNSS ölçüleri yapılmıştır [13-16]. Daha sonra çalışma bölgesinde 30.10.2020 tarihinde Mw:6.9 büyüklüğünde Sisam depremi meydana gelmiştir.



Şekil 2. Oluşturulan GNSS ağındaki noktalar ve coğrafi dağılımları (Faylar Emre vd. 2011 [17] den alınmıştır.) (Sarı kareler pilye, mavi daireler kayada bronz tipi noktalar) (AF: Alaçatı Fayı, MoF: Mordoğan Fayı, KF: Kenelidağ Fayı, GF: Gülbahçe Fayı, YF: Yağcılar Fayı, KuF: Kuşçular Fayı, SF: Seferihisar Fayı, TF: Tuzla Fayı, GuF: Gümüldür Fayı, MF: Menemen Fayı, YFF: Yenifoça Fayı, GhF: Güzelhisar Fayı)

Deprem sonrası bölgedeki noktalarda meydana gelen deformasyonları belirlemek için 6-9 Kasım 2020 tarihleri arasında arazi çalışmaları gerçekleştirilmiş ve ağda TÜBİTAK 1002C projesi desteği ile 1 kampanya GNSS ölçüsü yapılmıştır [18]. Tüm ölçüler minimum 8 saat ve 30 saniye kayıt aralığı ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. GNSS ölçümlerine ait görüntü

Elde edilen veriler GAMIT (GPS Analysis at MIT) / GLOBK (Global Kalman Filter) v10.71 yazılımı ile değerlendirilmiştir [19]. Tüm değerlendirmeler hassas uydu yörünge bilgileri (IGS Final) ile gerçekleştirilmiş olup değerlendirmeye zaman serilerinde sorun olmayan 22 adet stabil IGS istasyonu dahil edilerek global çözümler elde edilmiştir. GAMIT/GLOBK v10.71 yazılımı ile yapılan çözümlerde kullanılan, çözüm stratejileri Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Değerlendirme stratejisi ve parametreleri [13-15].

Veri Toplama Aralığı	15 saniye
Uydu Yükseklik Açısı	10°
Yörünge Bilgisi	IGS Final
Anten Faz Merkezi Bilgisi	Yüksekliğe Bağlı Model (IGS14_2022_plus.atx)
Yer Dönme Parametre Bilgisi	USNO_bull_b
Çözüm İçin İterasyon Sayısı	4
Kullanılan Troposfer Model	Sastamoinen öncül standart modele dayalı olarak 2 saat
Taşıyıcı Dalga Faz	İyonosferden Bağımsız (Ionosphere-
Belirsizliği Çözümü	free)

3 Bulgular ve tartışma

Çalışma kapsamında ağda verilen noktalarda deprem sonrası hareketleri belirmek için 2021-2022 yıllarında 2 kampanya ölçü yapılmıştır. 2021 yılındaki kampanya ölçüleri 19.06.2021 ile 27.12.2021 tarihleri arasında, 2022 yılı ölçüleri ise 25.03.2022 ile 02.12.2022 tarihleri arasında gerçekleştirilmiştir. Her iki kampanyada da pilye tipi noktalarda minimum 8 saat, kayada bronz tipi noktalarda ise 2 gün tekrarlı minimum 8 saat 30 saniye kayıt aralıklı GNSS ölçüsü gerçekleştirilmiştir (Şekil 3). Bu ölçüler Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) 121Y259 numaralı proje tarafından desteklenmiştir. Bu ölçülerden elde edilen veriler de yukarıda açıklanan ve Tablo 1'de yer alan strateji ile değerlendirilmiştir.

Yıkıcı büyüklükteki (M≥6) depremlerde binalar değil kadastral yapılar da zarar görmektedir. 2020 yılı deprem sonrası yapılan ölçüler değerlendirmeleri yapıldıktan sonra hesaplanan depremin atım miktarları Aktuğ vd. (2021)'de vayımlanmıştır (Aktuğ vd. 2021) (Sekil 4). Bu atımlar incelendiğinde Sığacık civarında 130 mm kuzey ve 25 mm doğu yönlü deformasyonlar belirlenmiştir (Şekil 3). Depremden etkilenen bir noktanın deprem sonrası davranışı (hızının yönü ve büyüklüğü) deprem öncesine göre farklılık göstermektedir. Çünkü deprem sonrası dönem olan postsismik dönemlerde noktalar geçmiş hızlarından farklı lineer ya da parabolik olarak hareket ederler [20]. Buna bağlı olarak bir noktanın hem deprem sonrası (post-sismik dönem) ile deprem öncesi (pre-sismik dönem) arasındaki hareketi hem de deprem sonrasında farklı zaman aralıklarındaki hareketleri birbirlerinden farklı olabilmektedir [5]. Bu dönem deprem büyüklüğüne göre 10 yıla kadar sürebilmektedir. Bu nedenle deprem sonrası bölgedeki deformasyonlar periyodik olarak incelenmelidir.

Bu çalışma kapsamında yapılan GNSS ölçülerinden 2020-2021 ve 2021-2022 yılları arasındaki ITRF sisteminde koordinat farkları hesaplanmıştır (Şekil 5a, 5b). Ölçü zamanları arasındaki farklar 1 yıl olmadığı için elde edilen koordinat farkları birim zamana dönüştürülmüş ve deprem öncesi yıllık değişimler ile karşılaştırılmıştır. Şekil 5a'da gösterilen 2020-2021 koordinat farkları ~40 mm, Şekil 5b'de gösterilen 2021-2022 koordinat farkları ~35 mm civarındadır. Elde edilen sonuçlar deprem sonrasında 1 yıl arayla hesaplanan toplam koordinat değişimlerinin büyüklük ve yönlerinin belirgin şekilde farklı olduğunu göstermektedir. Bu farkların, ilgili noktalar kullanılarak gerçekleştirilecek kadastral çalışmalarda hatalı sonuçlar elde edilmesine yol açabileceği değerlendirilmektedir. Elde edilen koordinat farkları kullanılarak SURFER v20 programında bileşen bazında yüzey geçirilmiştir (Şekil 6a, 6b, 7a, 7b). Şekil 6a, 6b, 7a ve 7b incelendiğinde KBR5, SFRH ve SIGA noktalarındaki koordinat değişimlerinin yüksekliği görülmektedir.





Şekil. 5. TUREF koordinat farkları. (a) 2020-2021 yılı (b) 2021-2022 yılı



Şekil. 6. 2020-2021 yılı deformasyon yüzey haritası. (a) Yukarı bileşen farkına ait (b) Sağa bileşen farkına ait



Şekil. 7. 2021-2022 yılı deformasyon yüzey haritası. (a) Yukarı bileşen farkına ait (b) Sağa bileşen farkına ait

4 Sonuçlar

Bu çalışmada 30 Ekim 2020'de Mw:6.9 büyüklüğündeki Sisam depremi sonrası bölgedeki koordinatların zamansal değişimi incelenmiştir. Aktuğ vd. (2021) tarafından depremden sonra yapılan 2020 yılı ölçüleri ile depremin kosismik etkisi hesaplanmıştır. Bu hesaplamalarda bölgede deprem merkez üssüne en yakın nokta olan SIGA ve DMRC istasyonlarında kuzey yönlü yaklaşık 130 mm ve doğu yönlü yaklaşık 25 mm koordinat değişimleri (atım) hesaplanmıştır. Depremin merkez üssünden uzaklaştıkça koordinat değişiminin miktarlarında azalma görülmekle beraber genel olarak kuzey (yukarı) bileşende 5-90 mm arasında, doğu (sağa) bileşende ise 1-65 mm arasında değişmektedir (Şekil 4).

Sonraki yıllarda yapılan ölçülerden elde edilen koordinatlardan 2020-2021 ve 2021-2022 yılları koordinat farkları hesaplanmıştır (Şekil 4,5,6). Depremden hemen sonrasındaki yıl olan 2020-2021 yıllarındaki koordinat değişimleri incelendiğinde 1-40 mm'ye varan farklar hesaplanmıştır. Maksimum koordinat farkları deprem merkez üssüne en yakın noktalardan olan SFRH, SIGA ve KBR5 noktalarındadır. Bu noktaların hareketleri D-KD yönlü olduğu görülmektedir. BSYL noktası deprem merkez üssüne en uzak nokta olmasına rağmen yaklaşık 38 mm KD yönlü bir hareket görülmektedir (Şekil 6). 2021-2022 yılları arasındaki farklar incelendiğinde benzer şekilde deprem merkez üssü yakınlardaki noktalarındaki değişimlerin büyüklük olarak yaklaşık 35 mm civarında olduğu ancak bazılarında yönsel farklılıklar (SFRH noktasında K-KB) görülmektedir. BSYL noktasında ise yine benzer büyüklükte

ancak GB yönlü hareket görülmüştür. Bu durum özellikle BSYL noktasında lokal deformasyonlar olabileceğini düşündürmektedir (Şekil 7).

Büyük depremlerden sonra post sismik dönemlerde noktaların hareketlerinin deprem öncesi hareketlerden farklı olduğu bilinmektedir. Bu hareketlerin deprem öncesi hareketlerine dönebilmesi için deprem büyüklüğüne göre değişmekle birlikte uzun zaman (10 yıla kadar) geçmesi gerekmektedir [5]. 30 Ekim 2020 tarihinde Sisam depremi sonrası İzmir civarında meydana gelen deformasyonların 2 yıllık sürede farklı yön ve büyüklüklerde olduğu görülmektedir. Bu durum, özellikle kadastral çalışmalar için deprem öncesi hızlar ile post sismik dönemden koordinat tasınmasında farklı sonuclar elde edilebileceğini göstermektedir. Bu nedenle özellikle büyük depremler sonrası yapılacak kadastral çalışmalarda post sismik dönemlerde sabit noktaların koordinatlarının belirli periyotlarda kontrol edilmesi gerekmektedir.

Teşekkür

Bu çalışma 121Y259 numaralı TÜBİTAK Projesi tarafından desteklenmiştir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %16

Kaynaklar

 B. Aktuğ, S. Seymen, M. Kurt, E. Parmaksız, O. Lenk, S. Sezer ve S. Özdemir, ED-50 (European datum-1950) ile TUREF (Türkiye Ulusal refarans çerçevesi) arasında datum dönüşümü, Harita Dergisi, 77(146), 8-17, 2011a.

- [2] B. Aktuğ, S. Sezer, S. Özdemir, O. Lenk ve A. Kılıçoğlu, Türkiye Ulusal Temel GPS Ağı güncel koordinat ve hızlarının hesaplanması, Harita Dergisi, 145, 1-14, 2011b.
- [3] A. İ. Kurt, A. Cingöz, S. Özdemir, S. Peker, Ö. Özel ve M. Simav, Türkiye Ulusal Temel GNSS Ağı (TUTGA) Güncel Koordinat ve Hızlarının GNSS Verilerinin Yeniden Değerlendirilmesi Kapsamında Hesaplanması. Harita Dergisi, 86(164), 1-17, 2020.
- [4] S. McClusky, S. Balassanian, A. Barka, C. Demir, S. Ergintav, I. Georgiev, O. Gurkan, M. Hamburger, K. Hurst, H. Kahle, K. Kastens, G. Kekelidze, R. King, V. Kotzev, O. Lenk, S. Mahmoud, A. Mishin, M. Nadariya, A. Ouzounis, D. Paradissis, Y. Peter, M. Prilepin, R. Reilinger, I. Sanli, H. Seeger, A. Tealeb, M. N. Toksöz and G. Veis, Global Positioning System Constraints on Plate Kinematics And Dynamics in the Eastern Mediterranean and Caucaus, Journal of Geophysical Research, 5695-5719, 2000. https://doi.org/10.1029/1999JB900351
- [5] I. Tiryakioğlu, H. Yavaşoğlu, M. A. Uğur, Ç. Özkaymak, M. Yılmaz, H. Kocaoğlu and B. Turgut, Analysis of October 23 (Mw 7.2) and November 9 (Mw 5.6), 2011 Van Earthquakes Using Long-Term GNSS Time Series, 2017.Earth Science Research Journal, 21, (3), 147-156, 2017. https://doi.org/10.15446/esrj.v21n3.62812
- [6] F. Poyraz, K. O. Hastaoğlu, F. Koçbulut, İ. Tiryakioğlu, O. Tatar, M. Demirel, H. Duman, C. Aydın, A. F. Ciğer, O. Gursoy, T. Turk and R. Sıgırcı, Determination Of The Block Movements In The Eastern Section Of The Gediz Graben (Turkey) From Gnss Measurements, (2019). Journal of Geodynamics, 123, 38–48, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jog.2018.11.001
- [7] İ. Tiryakioğlu, C. O. Yiğit, Ç. Özkaymak, T. Baybura, M. Yılmaz, M. A. Uğur, M. A. Yalçın, F. Poyraz, H. Sözbilir and E. Gülal, Active Surface Deformations Detected By Precise Levelling Surveys In The Afyon-Akşehir Graben, Western Anatolia, Turkey GEOFIZIKA, VOL. 36, NO. 1, 33–52, 2019. https://doi.org/10.15233/gfz.2019.36.4
- [8] H. H. Yavasoglu, I. Tiryakioglu, M. F. Karabulut, E. E. Eyübagil, A. Ozkan, F. Masson, E. Klein, V. E. Gulal, R. M. Alkan, M. N. Alkan, M. Isiler and A. E. Arslan, New Geodetic Constraints to Reveal Seismic Potential of Central Marmara Region, Turkey, "Bollettino di Geofisica Teorica ed Applicata, Vol. 62, n. 3, pp. 513-526, 2021. https://doi.org/10.4430/bgta0351
- [9] O. Doğan, H. İ. Solak, E. E. Eyübagil, Ç. Özkaymak ve
 İ. Tiryakioğlu, Bozkurt (Denizli) Depremi Sonrası (Mw=6.0, 08.08.2019) GNSS Ölçüleri ile Kosismik Deformasyonların Belirlenmesi, AKÜ FEMÜBİD 21 025502 (362-373), 2021. https://doi.org/10.35414/akufemubid.864937
- [10] C. Gezgin, S. Ekercin, İ. Tiryakioğlu, B. Aktuğ, H. Erdoğan, E. Gürbüz, O. Orhan, S. S. Bilgilioğlu, A. T.

Torun, H. İ. Gündüz, O. Oktar, C. Türkmen and E. Kaya, Determination Of Recent Tectonic Deformations Along The Tuz Gölü Fault Zone In Central Anatolia (Turkey) With Gnss Observations, Turkish J Earth Sci, 31, 20-33, 2022. https://doi.org/10.3906/yer-2108-10

- [11] E. E. Eyübagil, Ş. Şafak Yaşar, E. B. Çakanşimşek, H. Duman, H. İ. Solak, A. Özkan, C. Gezgin, H. H. Yavaşoğlu, İ. Tiryakioglu, F. Poyraz, B. Aktuğ, C. Ö. Yiğit, Ç. Özkaymak, ve H. Özener, 6 Şubat 2023 Sofalaca-Şehitkamil Gaziantep (Mw:7.7) ve Ekinözü Kahramanmaraş (Mw:7.6) Depremlerinin GNSS Gözlemlerine Bağlı Öncül Sonuçları. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 23 (1), 160-176, 2023. https://doi.org/10.35414/akufemubid.1251601
- [12] S. Yalvaç, Determining the Effects of the 2020 Elazığ-Sivrice/Turkey (Mw 6.7) Earthquake from the Surrounding CORS-TR GNSS Stations, Turkish Journal of Geosciences, 1(1), 15-21, 2020.
- [13] E. E. Eyübagil, GNSS Ölçüleri ile Tektonik Hareketlerin Modellenmesi: Gülbahçe Fayı Örneği. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar, 2020.
- [14] S. Kavak, GNSS Ölçüleriyle Fayların İzlenmesi: Karaburun Fayı Örneği. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar, 2020.
- [15] H. İ. Solak, 2020, İzmir-Balıkesir Transfer Zonu ve Çevresindeki Güncel Deformasyonların GNSS Yöntemi ile Güncellenmesi, Doktora Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar, 2020.
- [16] E. E. Eyübagil, H. İ. Solak, U. S. Kavak, İ. Tiryakioğlu, H. Sözbilir, B. Aktuğ and Ç. Özkaymak, Present-Day Strike-Slip Deformation Within The Southern Part Of İzmir Balıkesir Transfer Zone Based On GNSS Data And İmplications For Seismic Hazard Assessment, Western Anatolia, Turkish Journal of Earth Science, (2021) 30: 143-160, 2021. https://doi.org/10.3906/yer-2005-26
- [17] Ö. Emre, S. Özalp, 1: 250,000 Ölçekli Türkiye Diri Fay Haritası, Urla (NJ 35-7) Paftası, Seri No: 5, Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü, Ankara, Türkiye, 2011.
- [18] B. Aktuğ, I. Tiryakioğlu, H. Sözbilir, H. Özener, Ç. Özkaymak, C. O. Yiğit, H. İ. Solak, E. E. Eyübagil, B. Gelin, O. Tatar and M. Softa, GPS Derived Finite Source Mechanism of the 30 October 2020 Samos Earthquake, Mw=6.9 in Aegean extensional region. Turkish J Earth Sci. (2021) 30: 718-737, 2021. https://doi.org / 10.3906/yer-2101-18
- [19] T. A. Herring, King, R. W., & McClusky, S. C. (2010). Introduction to gamit/globk (Vol. 37).
- [20] C. Gezgin 2020, GNSS ve INSAR Teknikleri İle Tuz Gölü Fay Zonu'nun (TGFZ) Kinematik Analizi. Doktora Tezi, Aksaray Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Aksaray.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 816-826



Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Net_Diff ile PRIDE yazılımlarının hassas nokta konumlama-belirsizlik çözümü (PPP-AR) performanslarının karşılaştırılması

Comparison of precise point positioning-ambiguity resolution (PPP-AR) performances of Net_Diff and PRIDE software

Nezih Furkan Erbaş^{1*} 🔟, Haluk Balı² 🔟

^{1,2} Necmettin Erbakan Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Harita Mühendisliği Anabilim Dalı, 42090, Konya, Türkiye

Öz

Mutlak konum belirleme tekniği olan Hassas Nokta Konum Belirleme (Precise Point Positioning, PPP) yöntemi tek bir Küresel Navigasyon Uydu Sistemleri (Global Navigation Satellite Systems, GNSS) alıcısıyla konum bilgisi elde etmeye olanak sağlamaktadır. Bu durumun maliyet ve zaman tasarrufu, gözlem süresine bağlı olarak yüksek konum doğruluğu, pratik çözümler sunmasının yanı sıra yüksek hassasiyeti de beraberinde getirmesi son yıllarda PPP ve Hassas Mutlak Konum Belirleme-Belirsizlik (PPP-Ambiguity Resolution. PPP-AR) Cözümü vöntemlerine olan ilgivi arttırmış ve bu sayede çok sayıda yazılım üretilmiştir. Bu çalışmada son yıllarda geliştirilmiş PPP-AR tekniği ile konum bilgisi elde etmeye imkân tanıyan Net Diff ve PRIDE yazılımları kullanılarak yazılımların konum belirleme performansı incelenmiştir. Bu amaçla ISTA ve MERS Uluslararası GNSS Hizmeti (International GNSS Service, IGS) istasyonlarının yirmi günlük (29.10.2022-17.11.2022) gözlem verileri analiz edilmiştir. Değerlendirmelerde GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou uydu sistemleri kullanılmıştır. Yazılımlardan elde edilen sonuçlar istasyonların referans (IGS günlük çözüm) koordinat değerleriyle karşılaştırılmıştır. Çalışmada, Net_Diff yazılımı ile yatayda ortalama 6.2 mm ve düşeyde 12.9 mm konum doğruluğuna ulaşılırken, PRIDE yazılımında sırasıyla 2.7 mm ve 5.3 mm düzeyinde konum doğruluğu elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlar PRIDE yazılımının, Net_Diff yazılımına göre daha yüksek nokta konumlandırma doğruluğuna ve hassasiyete sahip olduğunu açıkça ortaya koymaktadır.

Anahtar kelimeler: Net_Diff, PPP-AR, PRIDE

1 Giriş

Son yıllarda teknolojinin gelişmesiyle birlikte Küresel Navigasyon Uydu Sistemleri (Global Navigation Satellite Systems, GNSS) tekniği; deformasyonların izlenmesi, jeodezik ağların ölçülmesi gibi yüksek doğruluk ve hassasiyet gerektiren uygulamalarda kullanılabilir duruma gelmiştir [1]. Bu bağlamda, GNSS yöntemi ile elde edilen konum doğruluğunu artırmak için yeni algoritmalar ve yazılımlar geliştirilmiş, konum belirleme sistemleri için hassas uydu yörünge ve saat düzeltmelerindeki doğruluğun arttırılmasına ek olarak maliyet ve zamandan tasarruf

Abstract

Precise Point Positioning (PPP) method, which is an absolute positioning technique, allows to obtain position information with a single Global Navigation Satellite Systems (GNSS) receiver. This situation has increased the interest in PPP and Precise Point Positioning-Ambiguity Resolution (PPP-Ambiguity Resolution, PPP-AR) methods in recent years, as it offers cost and time savings, high positional accuracy depending on the observation time, practical solutions, resulting in the development of numerous software programs. In this study, the location determination performance of the software was examined by using Net_Diff and PRIDE software, which allows to obtain location information with the PPP-AR technique developed in recent years. For this purpose, twenty-day (29.10.2022-17.11.2022) observation data of ISTA and MERS International GNSS Service (International GNSS Service, IGS) stations were analyzed. GPS, GLONASS, Galileo and BeiDou satellite systems were used in the evaluations. The results obtained from the software were compared with the reference (IGS daily solution) coordinate values of the stations. In the study, while an average location accuracy of 6.2 mm horizontally and 12.9 mm vertically was achieved by Net_Diff software, location accuracy of 2.7 mm and 5.3 mm was obtained by PRIDE software respectively. The obtained results clearly demonstrate that PRIDE software has higher point location accuracy and sensitivity than Net_Diff software.

Keywords: Net_Diff, PPP-AR, PRIDE

sağlanmasıyla birlikte Hassas Mutlak Konum Belirleme (Precise Point Positioning, PPP) yöntemi ile ilgili çalışmalar da ortaya çıkmıştır. Bu nedenle özellikle tarım, madencilik, jeololojik-jeodezik çalışmalar, deformasyon bilgileri, oşinografi, inşaat, atmosferik araştırmalar vb. gibi uygulamalarda tercih edilmektedir [2, 3]. PPP yöntemi ilk olarak 1976'da Anderle tarafından yapılmış olsa da, asıl olarak günümüzde 1997 yılında Zumberge vd. [4] tarafından yapılan çalışmayla geniş kullanıma sahip olmaya başlamıştır. Bu tarihten itibaren yöntem tüm dünyada birçok farklı bilimsel uygulamalarda tercih edilmiştir [4, 5, 6, 7-17].

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: furkanerbas999@gmail.com (N. F. Erbaş) Geliş / Recieved: 21.01.2023 Kabul / Accepted: 23.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1240321

PPP yönteminin birkaç dezavantajı vardır. Bunlardan en önemlisi tam sayı belirsizliğinin (float ambiguity) bilinmeyen olarak başka bir deyişle faz belirsizliğinin kesirli sayı olarak kabul edilmesidir [7, 18]. Bu bağlamda tamsayı belirsizliği çözümünde yakınsama süresi uzun olacağı için gerçek zamanlı PPP yöntemi kısıtlanmıştır [19]. PPP vönteminde tamsayı belirsizlik cözümü, GNSS'nin meydana getirdiği hatalar sebebiyle bilinmeyen olarak kabul edilir [20]. PPP-AR yönteminin, PPP yönteminden farkı başlangıç tamsayı belirsizliğinin kesirli (bilinmeyen) olarak değil, tamsayı olarak çözülmesidir. PPP-AR yönteminin üzerine çalışılmasıyla konum doğruluğu ve PPP'nin temel kısıtlaması olan yakınsama süresi bakımından güncel verileri ve araştırmaları da içermeye başlamıştır [21]. GNSS servis ve yazılımların, yapılan araştırmalarda genel olarak Hassas Nokta Konumlama-Belirsizlik Çözümü (Precise PPP-Ambiguity Resolution, PPP-AR) yönteminin PPP'ye göre yüksek konum doğruluğu elde etmesi, PPP yönteminin dezavantajı olan yakınsama süresinde iyileştirme sağlaması, daha iyi performans göstermesi gibi sebeplerle üstünlükleri belirtilmiştir.

Atiz [20] PPP-AR çözümünün DSC (Decoupled Satellite Clock) modeli yardımıyla konum doğruluğuna etkisini gözlemlemiş, kuzey ve doğu bileşenlerde 1.7 mm/1.4 mm, yukarı bileşende 4.6 mm büyüklükte karesel ortalama hata değeri (KOH) elde etmiştir. Diğer taraftan çalışmada PPP-AR vöntemiyle troposferik gecikme farklarının 6.0 mm den az bulunmasıyla troposfer kestiriminde de ivilestirme sağladığı sonucuna ulaşmıştır. Li vd. [21] çoklu-GNSS PPP-AR vöntemini GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou uydu gözlemlerine dayalı olarak incelemiş ve çoklu-GNSS PPP-AR yönteminin tekli ve ikili uydu kombinasyonlarına kıyasla, daha hassas konum bilgisi sağladığı sonucuna ulaşmışlardır. Hu vd. [22] çalışmalarında altı adet IGS istasyonu seçerek, PPP-AR tekniğini kullanıp madencilikte deformasyon izleme çalışmasında tamsayı belirsizliklerin kısa süre içerisinde düzelebileceğini belirtmişlerdir. Tamsayı belirsizlik çözümü yapıldıktan sonraki konum doğrulukları ise, özellikle kuzey ve doğu yönlerinde mm seviyesine ulaştığı, yukarı yönde ise cm seviyesine ulaşarak arttığı ve yakınsama süresinde de etkili olduğunu yorumlamışlardır. Bezcioğlu vd. [23] Antarktika Yarımadası'nda yer alan Livingston adası etrafında iki farklı güne ait ölçümler gerçekleştirmiş, PPP ve PPP-AR yöntemlerini bağıl yöntemle kıyaslayarak PPP-AR yönteminin PPP'ye göre üstün olduğu sonucuna varmışlardır. Tegedor vd. [24] Norveç yakınlarında hareket halinde bulunan bir geminin konum bilgisini gercek zamanlı kinematik (Real-Time Kinematic, RTK) ve PPP-AR vöntemleri kullanarak elde etmişlerdir. PPP-AR yönteminde kullanılan faz bias bilgileri iki farklı istasyondan elde edilerek PPP-AR çözümünün %10 iyileşme sağladığını ortalama olarak ortaya koymuşlardır. Katsigianni vd. [25] sadece-GPS, sadece-Galileo ve çoklu-GNSS gözlemlerinin kinematik PPP ve PPP-AR yöntemlerine olan etkisini araştırmışlardır. Araştırmada sadece-GPS ve sadece-Galileo yöntemlerinden elde edilen konum doğruluğunun benzer seviyede olduğu, GPS uydu sistemine Galileo sisteminin eklenmesiyle birlikte PPP ve PPP-AR vöntemlerinden elde edilen konum

doğruluğunun artacağı belirtmiştir. Geng vd. [26] PPP-AR yöntemindeki başlangıç faz belirsizliğinin çözüm süresini üçlü frekans gözlemlerine dayalı ile GPS, Galileo, BeiDou kombinasyonlarını QZSS uydu kullanarak ve incelemişlerdir. Sonuç olarak üçlü frekans gözlemlerine dayalı PPP-AR yöntemine çoklu-GNSS gözlemlerinin eklenmesiyle başlangıç faz belirsizliğinin tam sayı olarak cözülme süresinin kısaldığını belirtmislerdir. Du vd. [27] PPP-AR yönteminin yakınsama süresini kısaltsa da faz kesikliklerinden dolayı gözlemlerin tekrarlı olarak yenilenmesi gerektiğini yorumlamışlardır. Çalışmalarında çoklu-GNSS ve INS (Inertial Navigation System)'nin faz kesikliği esnasında tamsayı belirsizlik çözümüne katkısını kıyaslamışlardır. Sonuçlar incelendiğinde tamsayı belirsizlik çözümü yapılmadan çoklu-GNSS sisteminin INS'deki tamsayı belirsizlik düzeltmesine katkısının az olduğunu, INS'nin ise GNSS kesintileri esnasında belirsizlik çözümünü sağlayarak konum doğruluğunda iyileşme sağladığını belirtmişlerdir. Naciri ve Bisnath [28] üçlü frekans gözlemlerine dayalı PPP-AR tekniğinin çift frekanslı gözlemlere kıyasla daha yüksek konum doğruluğu sağladığını belirtmiş ve üçlü frekans gözlemlerinin yakınsama süresini kısalttığı sonucuna ulaşmışlardır. Yigit vd. [29] GPS ve GLONASS uydu sistemlerine bağlı PPP ve PPP-AR yöntemlerinin dinamik hareketleri tespit edebilme yeteneklerini araştırarak PPP-AR yönteminin PPP yöntemine olan üstünlüğünü göstermişlerdir. Bezcioğlu vd. [30] PPP ve PPP-AR vöntemlerinin performanslarını değerlendirmek amacıyla PPP yönteminde Net Diff yazılımını ve PPP-AR tekniği içinse PRIDE yazılımı kullanılarak çoklu-GNSS gözlemlerinin PPP-AR ve PPP yöntemlerine olan etkisini ve açıkça göstermişlerdir. Wang vd. [31] birleştirilmemiş PPP modelini kullanan IGMAS (International GNSS Monitoring & Assessment System) gözlemlerinden çoklu-GNSS hassas uydu yörünge ve saat düzeltmelerine dayanan FCB (Fractional Cycle Bias) tahmin yöntemini sunmuşlardır. FCB ürünleri tahmin edildikten sonra, GPS, BDS-2 ve Galileo gözlemleri ile PPP-AR tekniğini, statik ve kinematik ölçüm modunda analiz etmişlerdir. Statik ölçüm modunda tamsayı belirsizlik çözümlerinde önemli düzeyde iyileşmeler görülmezken, kinematik ölçüm modunda gerçekleştirilen PPP-AR çözümleri ile konumlandırma doğruluklarında iyileşme olduğunu belirtmişlerdir. Ogutcu vd. [32] BDS-3 uydu sisteminin belirsizlik çözümünün (AR), statik ve kinematik modda gerçekleştirilen çoklu-GNSS PPP-AR tekniğine olan katkısını üç farklı uydu yükseklik açısı (7°, 30° ve 45°) ve farklı gözlem sürelerini dikkate alarak incelemislerdir. Uvgulama sonucunda statik modda gerceklestirilen BDS-3 sisteminin çoklu-GNSS PPP-AR tekniğinde elde edilen vatay ve düsey konum doğruluğunu bozarak kötü performans ortaya koyduğunu, kinematik modda ise BDS-3 sisteminin çoklu-GNSS PPP-AR tekniğinin 30° ve 45° uydu yükseklik açıları altında sağladığı doğruluğa önemli ölçüde katkı sağladığını belirtmişlerdir. Wang vd. [33] çalışmalarında UPD (Uncalibrated Phase Delay) tabanlı PPP-AR yönteminin ayrıntılı bir algoritması anlatılmıştır. Ardından, performansı belirlemek için gölgeli/engellenmiş bir gözlem ortamında kinematik PPP-AR tekniğinin sayısal

deneyleri yapılmıştır. UPD tabanlı PPP-AR yöntemi geleneksel yöntemlerle karşılaştırıldığında her sistem için yalnızca üç uydunun gözlemlendiği bir ortamda kullanılmış ve düzeltme oranının ortalama %83'ten %100'e yükseldiği sonucuna ulaşmışlardır.

İlgili literatür çalışmaları incelendiğinde Net Diff ve PRIDE yazılımlarının PPP-AR yöntemine dayalı konum belirleme performanslarının arastırmacılar tarafından henüz karşılaştırmalı olarak detaylı bir şekilde incelenmediği veya herhangi bir çalışma yapılmadığı görülmektedir. Bu çalışmada Türkiye'de bulunan 2 IGS istasyonu (ISTA ve MERS) seçilerek PPP-AR yöntemiyle 20 güne ait (29.10.2022-17.11.2022) koordinat değerleri elde edilmiştir. Elde edilen bu koordinatlar çoklu-GNSS (GPS, GLONASS Galileo ve BeiDou) uydu sistemleriyle, statik ölçüm modunda, 24 saatlik ve 30 saniyelik örnekleme aralıklarında değerlendirilmiştir. Değerlendirme sonucunda Net Diff ve yazılımlarının nokta konum PRIDE doğrulukları, hassasiyetleri ve performansları belirlenerek karşılaştırmalı bir yaklaşımla incelenmiştir.

2 Materyal ve metot

2.1 Hassas mutlak konum belirleme (PPP)

Mutlak konumlama tekniği olan PPP yöntemi, diğer vöntemlerle kıyaslandığında hassas uydu yörünge ve uydu saat bilgileri tek bir GNSS alıcısıyla santimetre seviyesinde konum doğruluğu elde ederek koordinatı bilinen bir ya da daha fazla referans istasyona, eş zamanlı gözleme ihtiyaç duymadan kullanım imkânı sunan, taşıyıcı dalga faz gözlemleri ve kod gözlemlerinin kullanıldığı, zaman-maliyet açısından tasarruf/avantaj sağlayan, mesafe kısıtlamasının olmadığı bir tekniktir [5, 6, 19, 34, 35]. PPP deformasyon izleme, jeodezik ve jeodinamik uygulamalarda kullanılmasının yanı sıra gerçek zamana yakın GPS hava şartları bilgisinde, Dünya yörüngesindeki uyduların tayini ve hareketli nesnelerin hassas konumlanmasında da kullanılabilir [4, 5, 36-49]. PPP tekniğinde işlemler navigasyon mesajından yayınlanan uydu ve saat efemeris bilgisini kullanmayıp, bunun yerine hassas saat ve efemeris bilgileri tercih edilir [19].

2001 yılında Kouba ve Héroux, PPP yöntemindeki kod ve faz gözlemlerinin, IGS'den meydana gelen hassas uydu yörünge ve saat bilgilerini kullanarak iyonosferden bağımsız (ionosphere-free, IF) kombinasyonlarla PPP'nin matematiksel modelini elde etmişlerdir. Matematiksel modelde hem faz hem kod gözlemlerinden yararlanılması yüksek konum doğruluğu açısından önemli bir yere sahiptir.

Eşitlik (1)'de Kouba ve Hèroux'un ortaya koyduğu kod ve faz gözlemlerinin kullanıldığı PPP yönteminin matematiksel modeli verilmektedir [35].

$$\ell_{P} = \rho + c(dT - dt) + T_{r} + \varepsilon_{p}$$

$$\ell_{\phi} = \rho + c(dT - dt) + T_{r} + N\lambda + \varepsilon_{\phi}$$
(1)

Burada ℓ_P ve ℓ_{ϕ} ; sırasıyla iyonosfer bağımsız (Ionosphere Free, IF) kod ve faz gözlemlerini, ρ ; uydu ve alıcı arasındaki geometrik mesafeyi, dT; uydu alıcı hatasını, dt; uydu saat hatasını, c; boşluktaki ışık hızını, T_r ; troposferik gecikmeyi, N; faz gözlemlerindeki başlangıç tamsayı belirsizliğini ε_p ve ε_{ϕ} ; kod ve faz gözlemlerindeki ölçü gürültülerini ifade etmektedir [35].

Uydu ve alıcı arasındaki geometrik mesafe olarak tanımlanan ρ , bir t epoğundaki uydu konumu ($X_S Y_S, Z_S$) ile alıcı (Xr, Yr, Zr) konumunun denklemi eşitlik (2)'de gösterilmektedir.

$$\rho = \sqrt{(X_s - X_r)^2 + (Y_s - Y_r)^2 + (Z_s - Z_r)^2}$$
(2)

Eşitlik (1) ve (2)'e ilişkin detaylı matematiksel model Erdoğan vd. [35]'te detaylı olarak ifade edilmiştir.

PPP-AR yöntemi için ise; IRC (Integer Recovery Clock), DSC (Decoupled Satellite Clock), UPD (Uncalibrated Phase Delay) ve FCB (Fractional Cycle Bias) modeli gibi farklı yaklaşımlar yer almaktadır [20]. Eşitlik (3)'te PPP-AR yönteminin DSC modeli, eşitlik (4)'te ise IRC modelinin IF kod ve faz gözlemleri verilmektedir.

$$P_{IF} = \rho + c * (dt^{r} - dt^{s}) + d_{trop} + b_{P,IF}^{r} - b_{P,IF}^{s} + \epsilon_{P,IF}$$

$$\phi_{IF} = \rho + c * (dt^{r} - dt^{s}) + d_{trop} - \lambda_{IF} * N_{IF} + b_{\phi,IF}^{r} - b_{\phi,IF}^{s} + \epsilon_{\phi,IF}$$

$$\lambda_{IF} = \frac{f_{1}^{2}}{f_{1}^{2} - f_{2}^{2}} * \lambda_{1} - \frac{f_{2}^{2}}{f_{1}^{2} - f_{2}^{2}} * \lambda_{2}$$

$$N_{IF} = \frac{f_{1}^{2} * N_{1}}{f_{1}^{2} - f_{2}^{2}} * \lambda_{1} - \frac{f_{2}^{2} * N_{2}}{f_{1}^{2} - f_{2}^{2}} * \lambda_{2}$$
(3)

Burada P_{IF} ve ϕ_{IF} ; sırasıyla IF kod ve faz gözlemlerini $b_{P,IF}^r$ ve $b_{P,IF}^s$; sırasıyla alıcı ve uydu için IF kod bias (code bias), $b_{\phi,IF}^r$ ve $b_{\phi,IF}^s$; alıcı ve uydu için IF faz bias (phase bias) λ_{IF} ; dalga boyunu, N_{IF} ise gerçek değerli tamsayı belirsizliğini ifade etmektedir [20]. Eşitlik (3)'e ait detaylı matematiksel model Atiz [20]'de detaylı olarak ifade edilmiştir.

$$P_{3} = \rho + c * (dt_{r,G} - dt_{G}^{s}) + T + (d_{r,3} - b_{r,3} - d_{3}^{s} + b_{3}^{s})$$

$$L_{3} = \rho + c * (dt_{r,G} - dt_{G}^{s}) + T + (\lambda_{n}N_{1} - \beta_{1}\lambda_{2}N_{w})$$

$$N_{w} = N_{1} - N_{2}$$

$$dt_{r,G} = dt_{r} + \frac{b_{r,3}}{c}$$

$$dt_{G}^{s} = dt^{s} + \frac{b_{3}^{s}}{c}$$

$$\lambda_{n} = \frac{c}{f_{1} + f_{2}}$$
(4)

Burada, $dt_{r,G}$; kullanıcı tarafından tahmin edilen alıcı saat ofseti (receiver clock offset), dt_G^s ; uydu saat ofseti (satellite clock offset), c; ışığın boşluktaki hızı, N_w ; geniş şeritli belirsizliği, λ_n ; dar şeritli dalga boyunu, f_1 ve f_2 taşıyıcı faz frekansını ifade edip, $(d_{r,3} - b_{r,3} - d_3^s + b_3^s)$ ise kod gözlemlerinin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır [50]. Eşitlik (4)'e ait detaylı matematiksel model Liu ve Yuan [50]'de detaylı olarak ifade edilmiştir.

Uydu alıcısı ile GNSS alıcısı arasında kaç adet tamsayı faz döngüsü olduğu belirlenememektedir. İletisimi kurulan faz ölcüsü ilk olarak tam bir dalga boyunun kesirli kısmına karşılık gelmektedir. Bu nedenle de başlangıçta ölçülen dalga boyunda belirsizlik meydana gelir [18, 51-54]. RTKLIB, Bernese, MagicGNSS gibi çeşitli PPP yazılımları tamsayı belirsizlik çözümünü uygular [55]. PPP yönteminde tamsayı belirsizliği kesirli olarak elde edildiği için hesaplanan kartezyen koordinatların doğruluğu bağıl yönteme göre daha düşüktür. PPP-AR tekniğinin PPP tekniğinden bir diğer farkı ise bir ağ yapısı içerisinde UHD'lerin giderilerek kullanıcılara sunulmasıdır. [9, 56]. PPP belirsizlik çözümü (AR)'nü engelleyen temel sebep, tamsayı olmayan kalibre edilmemiş donanım gecikmesidir (Determination of uncalibrated hardware delays, UHD). Bu gecikmede hem alıcılardan elde edilen hem de uydulardan meydana gelen bağıl konumlandırmada çift fark algoritmasıyla yok edilir [57]. Son olarak PPP, yapılan ölçümlerin statik ve kinematik ürünlerde kullanılarak elde edilebilmesinin yanı sıra her iki üründe de gerçek zamanlı hassas uvdu vörünge ve saat ürünleri olusturulur. [58]. GNSS donanımında gerçek zamanlı uygulamaların artan kullanımına eşdeğer olarak 2013 yılında IGS gerçek zamanlı hizmetini başlatmıştır [59]. Bu hizmet yoluyla hassas uydu yörünge ve saat bilgileriyle gerçek zamanlı PPP çözümü kullanılabilir duruma gelmiştir. PPP yöntemi kullanılarak troposferik gecikme ile ilgili çalışmalar da yapılmıştır [60-62].

2.2 Net Diff yazılımı

Net Diff yazılımı, masaüstü versiyonu olarak MATLAB R2017a-MATLAB Runtime version 9.2 (R2017a) programi aracılığıyla, çevrimiçi olarak ise [63] adresinden kullanılabilen, PPP, RTK, PPP-AR gibi konum belirleme yöntemlerini işleyerek kullanıcılara sunan, GNSS verilerinin yüklendiği ve analiz işlemlerinin yapıldığı kolay, modern ve pratik bir yazılımdır [64-66]. Net Diff yazılımı Şanghay Astronomik Gözlemevi Çin Bilimler Akademisi (Shanghai Astronomical Observatory Chinese Academy of Sciences) ve Tokyo Üniversitesi Deniz Bilimi ve Teknolojisi (TUMSAT) kurumlarında araştırmacı Dr. Yize Zhang tarafından geliştirilmiştir. İlk sürümü 2018 yılında piyasaya sürülmüştür. Bu nedenle de kullanıcılar tarafından pek yaygın kullanılmamıştır [66]. Ayrıca yazılım küresel (GPS, Galileo, GLONASS ve BeiDou) ve bölgesel (QZSS, IRNSS) sistemlerini desteklemektedir. Konumlandırma uvdu bölümünde değerlendirmeler sonucunda herhangi bir yazılıma ihtiyaç duymadan noktaların ECEF (Earth Centered EarthFixed) ve ITRF-2014 (International Terestrial Reference Frame-2014) datumlarındaki konum zaman grafiği, noktaların KOH ve standart sapma gibi değerler elde edilmektedir. Yazılım, uydu görünürlük değerleri, uydu saat tahmini, uydu sayısı gibi birçok bilgiyi de sağlamaktadır. Koordinatların karşılaştırılması, uydu sayısı ve numarası, PDOP (Position Dilution of Precision), uydu görünür değeri, troposfer, iyonosfer, gözlem düzeltme, RINEX (Receiver Independent Exchange Format) düzenleme, konumlandırma çizimi ve dosyayı yazma dâhil olmak üzere verilerin analizini yapan bir yazılımdır [30, 66-68]. Net_Diff yazılımının veri ve ürünleri hesaplarken MATLAB-R2017a programıyla birlikte çalışıp işlemleri hızlıca kullanıcıya sunabilmesi bir avantaj olarak görülebilecek iken, her bilgisayar donanımının MATLAB-R2017a programını desteklemede yeterli niteliğe sahip olamaması ihtimali (çevrimiçi kullanım hariç) gibi durumları da Net_Diff yazılımı için dezavantaj sayılmaktadır [66]. Net_Diff yazılımına ait matematiksel model olarak PRIDE yazılımında yapılan eşitlik (5)'e benzer matematiksel model kullanılmıştır.

2.3 PRIDE yazılımı

PRIDE yazılımı, Cin'in Wuhan Üniversitesi GNSS Arastırma Merkezi'ndeki PRIDE Laboratuvarı tarafından geliştirilen, PPP ve PPP-AR tekniklerini kullanarak çözümler sunan açık kaynak kodlu bir yazılımdır. modülerlik, genişletilebilirlik Okunabilirlik, ve sürdürülebilirlik ilkelerine göre tasarlanmıştır. Bu sayede kullanıcılara daha esnek ve rahat bir kullanım sağlar. PRIDE yazılımı Linux, Mac OS işletim sistemini desteklemekle birlikte Windows işletim sisteminde çalışan bir modülü de bulunmaktadır [17, 30, 69, 70]. Özellikle sayısal ve bilimsel hesaplamalar için uygun bir programlama dili olan FORTRAN-95 kullanılmıştır [17]. Eşitlik (5)'te PRIDE yazılımının matematiksel modeli verilmektedir [17].

$$P_{IF,r}^{s} = \rho + c * (dt_{r} - dt^{s}) + d_{trop} + HD_{P,r,IF} - HD^{P,s,IF} + \epsilon_{P,IF}^{s} = (f_{1}^{2}P_{1} - f_{2}^{2}P_{2})/(f_{1}^{2} - f_{2}^{2})$$

$$\emptyset_{IF,r}^{s} = \rho + c * (dt_{r} - dt^{s}) + d_{trop} + \lambda_{IF}^{s}N_{r,IF}^{s} + HD_{\phi,r,IF} - HD^{\phi,s,IF} + \epsilon_{\phi,IF}^{s} = (f_{1}^{2}\phi_{1} - f_{2}^{2}\phi_{2})/(f_{1}^{2} - f_{2}^{2})$$

$$HD_{P,r,IF} = (f_{1}^{2} * HD_{r,1} - f_{2}^{2} * HD_{r,2})/(f_{1}^{2} - f_{2}^{2})$$

$$HD^{P,s,IF} = (f_{1}^{2} * HD^{s,1} - f_{2}^{2} * HD^{s,2})/(f_{1}^{2} - f_{2}^{2})$$

$$UHD_{IF,r} = (f_{1}^{2} * UHD_{r,1} - f_{2}^{2} * UHD_{r,2})/(f_{1}^{2} - f_{2}^{2})$$

$$UHD^{IF,s} = (f_{1}^{2} * HD^{s,1} - f_{2}^{2} * UHD^{s,2})/(f_{1}^{2} - f_{2}^{2})$$

Burada, *s* ve *r*; sırasıyla uydu ve alıcıyı $P_{IF,r}^{s}$ ve $\emptyset_{IF,r}^{s}$; sırasıyla iyonosferden bağımsız kod ve faz gözlemini, ρ ; uydu ve alıcı arasındaki geometrik mesafeyi, dt_r ve dt^s ; sırasıyla alıcı ve uydu saat ofseti, d_{trop} ; ıslak ve kuru bileşenleri içeren troposferik gecikmeyi, λ_{IF}^{s} ve $N_{r,IF}^{s}$; sırasıyla IF dalga boyu ve IF taşıyıcı faz belirsizliği, $HD_{P,r,IF}$ ve $HD^{P,s,IF}$; sırasıyla uydu ve alıcı donanım kod gecikmesi, $\epsilon_{P,IF}^{s}$ ve $\epsilon_{\emptyset,IF}^{s}$; kod ve taşıyıcı faz ölçümleri için IF'nin modellenmemiş hataları, f_1 ve f_2 ; frekansları, $UHD_{IF,r}$ ve $UHD^{IF,s}$; sırasıyla alıcı ve uydu donanım faz gecikmesini, P_1 , P_2 , \emptyset_1 ve \emptyset_2 ise frekanslardaki kod ve faz gözlemlerini ifade etmektedir [17, 20]. Eşitlik (5)'e ait detaylı matematiksel model Atiz vd. [17] ve Atiz [20]'de detaylı olarak ifade edilmiştir. PRIDE yazılımı esas olarak farkları alınmamış işlem ve başlangıç faz belirsizliği modüllerinden oluşmaktadır. Farkları alınmamış işlem modülü, veri temizleme ve parametre tahminlerini içermekte olup, aynı zamanda geniş ve dar bantlardaki faz belirsizliklerini belirlemekten sorumludur. PPP çözümleri bu aşamadan sonra elde edilebilir. Elde edilen belirsizlik tahminlerini kullanan başlangıç faz belirsizliği modülü ise daha sonrasında bu belirsizlikleri tam sayı olarak çözmek ve sabitlemek için faz kayıklığı ürünlerini kullanmaktadır [17, 30, 69].

3 Uygulama

3.1 Test alanı

Bu çalışmada çoklu-GNSS gözlemleri ile PPP-AR yöntemi kullanılarak Net_Diff ve PRIDE yazılımlarının konum belirleme doğruluklarını karşılaştırmak ve performanslarını test etmek amaçlanmıştır. Bu bağlamda GPS, Galileo, GLONASS ve BeiDou uydu verilerini gözlemleyebilen Türkiye'den İstanbul'da bulunan ISTA ve Mersin'de bulunan MERS istasyonu olmak üzere 2 IGS istasyonu seçilmiştir. İstasyonların Türkiye'deki dağılımı Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Çalışmada kullanılan istasyonlar ve konumları

Tablo 1.	Çalışmada	kullanılan	istasyonlara	ait	tanımlayıcı
bilgiler					

İstasvon	Enlem (°)	Boylam (°)	Elipsoidal Yükseklik (m)	Uydular	Alıcı	Anten	Radom
ISTA	41.104	29.019	147.2	GPS GLO GAL BDS SBAS	LEICA GR25	LEIAR 25.R4	LEIT
MERS	36.566	34.256	38.5	GPS GLO GAL BDS QZSS SBAS	LEICA GR50	LEIAR 10	NONE

Türkiye'den bu IGS istasyonlarının seçilmesinin iki temel sebebi olup, bunlardan birincisi seçilen istasyonların çoklu-GNSS gözlemlerine sahip olmaları, ikincisi ise CDDIS (The Crustal Dynamics Data Information System) web arşivinde [71] referans koordinatlarının bulunmasıdır. ISTA ve MERS istasyonlarına ilişkin temel bilgiler ve coğrafi koordinatlar Tablo 1'de verilmiştir.

4 Bulgular ve tartışma

Çalışma kapsamında Net_Diff ve PRIDE yazılımlarının performansı, 29.10.2022 tarihinden 17.11.2022 tarihine kadar 20 günlük bir gözlem veri seti kullanılarak statik ölçüm modunda PPP-AR yöntemi ile değerlendirilmiştir.

Tablo 2. Çalışmada	kullanılan	yazılımlar	ve parametre
değerleri [67,70]			

Parametreler	Net_Diff	PRIDE	
Yükseklik açısı	10°	10°	
Uydu Sistemi	GPS+GLO+GAL+ BDS	GPS+GLO+GAL+ BDS	
Gözlemler	Code+Phase	Code+Phase	
Gözlem Süresi	24 saat	24 saat	
Örneklem Aralığı	30 saniye	30 saniye	
Ölçüm Modu	Statik	Statik	
Anten faz merkezi düzeltmesi	igs14.atx	igs14.atx	
Troposferik model	GPT2_5w+SAAS+VMF1	GMF	
Gözlemlerin stokastik modeli	Ele depend	Ele depend for 0-30 degree cutoff, for 30-90 cutoff, uniform weighting	
Yöntem	PPP-AR	PPP-AR	
Process Modu	Forward	Batch Least-Square Processing	
Faz sıçrama methodu	GF+MW	GF+MW	
AR Modu	Continuous	Continuous	
Kısmi AR	Data Based	Data Based	
Islak zenit gecikmesi	7200 saniye	7200 saniye	
Parametre Dengeleme Yöntemi Saat ye uydu	Kalman Filter (KF)	Batch Least-Square Processing	
yörünge ürünleri için Analiz Merkezi	CNES	WUHAN RAPID	
ve saat ürünleri	GBM Final Ürünleri	WUHAN RAPID	
Kod ve faz kavıklığı (bias)	GBM Final Ürünü	WUHAN RAPID	

20 günlük ölçümlerin kullanılmasının nedeni de sonuçların istatistiki anlamda yeterli olması, aynı zamanda her iki istasyon için CDDIS arşivindeki RINEX verisi doluluk oranının %100 olmasıdır. Net_Diff ve PRIDE yazılımlarının 30 saniyelik örnekleme aralığında ve statik ölçüm modunda, çoklu-GNSS (GPS, GLONASS, Galileo ve BeiDou) uydu gözlemleri kullanılarak PPP-AR yöntemi ile çözümler gerçekleştirilerek kartezyen koordinatlar elde edilmiştir. Net_Diff ve PRIDE yazılımındaki örnekleme aralığı, yükseklik açısı, uydu sistemi, troposferik model gibi temel parametreler ve değişkenler Tablo 2'de verilmiştir.

Tabloda verilen parametreler dısındakiler icin vazılımların varsavılan standart secenekleri kullanılmıştır. referans olarak IGS Ardından günlük çözümler kullanılmıştır. Seçilen istasyonlar için yazılımlardan elde edilen X, Y, Z yer merkezli kartezyen koordinat sisteminden kuzey(n), doğu(e) ve yukarı(u) bileşenleri ile ifade edilen koordinat toposentrik sistemine dönüsüm gerçekleştirilmiştir. Bu dönüşümün kullanılmasının sebebi ise yatay ve düşey değişimin tam olarak yansıtılmak istenmesi, ayrıca referans kabul edilen değerlerden olan farklar hata miktarını temsil ederek doğruluk değerlerini vermesidir. Literatür çalışmalarında toposentrik koordinatlar dikkate alındığından dolayı bu çalışma kapsamında da toposentrik koordinatlar tercih edilmiştir.

Şekil 2 ve Şekil 3'te ISTA ve MERS istasyonlarının 20 güne ait her iki yazılım seçeneği için yatay ve düşey bileşenlerden elde edilen ve referans değerlerden olan farkları gösteren toposentrik koordinat bileşenleri verilmektedir. Bu bileşenler referans değerlerden olan farkları temsil ettiğinden sonuçlara ait doğruluk değerlerini de yansıtmaktadır.



Şekil 2. Her iki yazılım için ISTA istasyonuna ait yatay ve düşey bileşenlerden elde edilen hata değerleri

Şekil 2'de görülebileceği üzere Net_Diff yazılımından elde edilen hata değerleri -27.5 ile 18.2 mm arasındadır. PRIDE yazılımı için ise bu değerler -3.8 ve 8.7 mm 'dir. istasyonundan elde edilen ISTA 20 günlük değerlendirmelerden "n" bileşeninin 304., 306., 307., 308., 309., 310. ve 311. günler haricindeki diğer günlerde, "e" bileseninin 305., 307., 309. ve 318. günlerde, "u" bileseninin ise 308. ve 315. günlerde benzer sonuçlar verdiğini açıkça göstermektedir. Ayrıca her üç bileşen içerisinden "u" bileşeninin birbirinden daha uzak ve dalgalı sonuçlar ortaya koyduğu da görülmektedir.



Şekil 3. Her iki yazılım için MERS istasyonuna ait yatay ve düşey bileşenlerden elde edilen hata değerleri

Şekil 3'te de görülebileceği üzere Net_diff yazılımından elde edilen hata değerleri -17.9 ile 18.5 mm arasında değişmektedir. Bu değerler PRIDE yazılımı için -8.7 ve 10.5 mm'dir. MERS istasyonundan elde edilen 20 günlük değerlendirmelerden yapılan sonuçlar n, e ve u bileşeni için her iki yazılımın sırasıyla 309., 310., 314., 315. ve 319. günlerde benzer doğruluk sağladığını açıkça göstermektedir. Her üç bileşen içerisinden "u" bileşeninin birbirinden daha uzak ve dalgalı sonuçlar ortaya koyduğu da görülmektedir. Diğer taraftan Şekil 2 ve Şekil 3'te grafikler incelendiğinde her üç bileşen için Net_Diff yazılımından elde edilen hata zaman serileri oldukça dalgalı ve birbirinden uzak olmakla birlikte, PRIDE yazılımından elde edilen hata değerlerinin sıfır etrafında toplanması ve bu durumun Gauss hata dağılımına uyması PRIDE yazılımından elde edilen PPP-AR çözümlerinin daha yüksek konum doğruluğu sağladığını açıkça göstermektedir. Bu sonuçlar farklı IGS istasyonlarından elde edilen gözlem verileri ile doğrulanmalı ve genişletilmelidir.

ISTA ve MERS istasyonlarına ait 20 günlük gözlem veri seti dikkate alınarak Net_Diff ve PRIDE yazılımlarından elde edilen temel istatistiki değerler (mutlak maksimum, mutlak minimum, ortalama ve KOH) sırasıyla Tablo 3 ve Tablo 4'te verilmiştir. Ayrıca Tablo 5'te ise her iki yazılımdan elde edilen yatay ve düşey bileşenlerin ortalama doğruluk değerleri verilmiştir.

Yazılımların her iki istasyona ilişkin KOH değerleri eşitlik (6)'da hesaplanmıştır.

$$KOH = \sqrt{\frac{\Sigma(x)^2}{n}}$$
(6)

Burada x; ilgili toposentrik koordinata ait bileşeni, n ise toplam ölçü sayısını ifade etmektedir [20].

Tablo 3. Her iki yazılım için ISTA istasyonundan elde edilen temel istatistiki değerler

Yazılım	Temel İstatistikler	n(mm)	e(mm)	u(mm)
	Maksimum	8.6	18.2	27.5
	Minimum	0.5	2.3	0.4
Net_Diff	Ortalama	-2.3	5.3	-11.2
	КОН	4.1	7.7	15.1
	Maksimum	3.8	4.4	8.7
	Minimum	0.0	0.0	0.6
PRIDE	Ortalama	-1.0	0.0	3.0
	КОН	1.7	1.9	4.5

Tablo 4. Her iki yazılım için MERS istasyonundan elde

 edilen temel istatistiki değerler

Yazılım	Temel İstatistikler	n(mm)	e(mm)	u(mm)
	Maksimum	13.3	18.5	17.9
	Minimum	0.2	0.0	1.2
Net_Diff	Ortalama	-4.9	3.8	-4.9
	КОН	6.3	6.6	10.7
	Maksimum	3.2	8.7	10.5
PRIDE	Minimum	0.1	0.7	1.9
	Ortalama	-1.0	-5.3	3.0
	КОН	1.5	5.6	6.1

Tablo 5. Her iki yazılım için yatay ve düşey bileşenlerin ortalama doğruluk değerleri

Yazılım	Yatay Bileşenler (mm)	Düşey Bileşen (mm)	
Net_Diff	6.2	12.9	
PRIDE	2.7	5.3	

Mutlak maksimum değerler incelendiğinde en yüksek değerin ISTA istasyonunun "u" bileşeninde elde edildiği, bu değerin 27.50 mm ile Net_Diff yazılımında olduğu görülmektedir. Mutlak minimum değerler incelendiğinde ISTA istasyonunun PRIDE yazılımındaki "n" bileşeni ve "e" bileşeninde, MERS istasyonunun Net Diff yazılımındaki "e" bileseninde elde edildiği ve bu değerlerin 0.0 mm büvüklükte olup avnı sonuclar verdiği acıkca görülmektedir. Hesaplanan ortalama değerler incelendiğinde "n" ve "e" bileşeninde en iyi değerler ISTA istasyonunun sırasıyla PRIDE yazılımında -1.0 mm ile 0.0 mm büyüklükte olduğu, "u" bileşeninde ise ISTA ve MERS istasyonlarının sadece PRIDE yazılımında aynı sonuçlar verdiği ve bu değerin 3.0 mm büyüklükte olduğu açıkça görülmektedir. KOH değerleri incelendiğinde ISTA istasyonunun PRIDE yazılımında tüm bileşenlerde 5 mm'nin altında olduğu, MERS istasyonunun Net Diff yazılımında ise tüm bileşenlerde 5 mm'nin üzerinde olduğu görülmektedir. Her üç bileşen için en iyi değerin PRIDE yazılımına ait olduğu ve bu yazılımın "n" bileşenindeki en iyi değerin 1.5 mm ile MERS istasyonu, "e" bileşeninde 1.9 mm ile ISTA istasyonu, "u" bileşeninde 4.5 mm ile ISTA istasyonunda olduğu açıkça görülmektedir. Net_Diff yazılımı ile elde edilen mutlak minimum ve mutlak maksimum değerler incelendiğinde ISTA istasyonunun yatay bileşenlerde 0.5 mm ve 18.2 mm, düşey bileşende 0.4 mm ve 27.5 mm arasında değiştiği görülürken; MERS istasyonunun yatay bilesenlerde 0.2 mm ve 18.5 mm, düsev bilesende 1.2 mm ve 17.9 mm arasında değiştiği görülmektedir. İstasyon bazlı incelemelerde ise KOH değerlere bakıldığında Net_Diff yazılımı ile elde edilen "n" ve "u" bileşenlerinin MERS istasyonuna ait sonuçların daha yüksek olduğu, "e" bileşeninde ise ISTA istasyonuna ait sonucun daha yüksek olduğu (7.7 mm) görülmektedir.

5. Sonuçlar

Bu çalışmada çoklu-GNSS ile PPP-AR yöntemi ile konum elde etmeye olanak sağlayan Net_Diff ve PRIDE yazılımlarının doğrulukları test edilmiştir. Bu amaçla IGS ağına bağlı ISTA ve MERS istasyonlarının 24 saatlik gözlem verileri değerlendirilmiş ve her iki yazılımdan elde edilen koordinatlar IGS günlük çözümleri referans kabul edilerek karşılaştırılmıştır. Çalışmada elde edilen bulgular, KOH değerleri göz önüne alındığında, Net_Diff yazılımının yatay ve düşey bileşenlerde ortalama olarak sırasıyla 6.2 mm ve 12.9 mm düzeyinde konum doğruluğu sağladığını açıkça ifade etmektedir. Bu değerler PRIDE yazılımı için sırasıyla 2.7 mm ve 5.3 mm'dir. Elde edilen sonuçlar PRIDE yazılımının, Net_Diff yazılımından daha yüksek hassasiyette konum doğruluğu sağladığını net bir şekilde ortaya koymaktadır.

Teşekkür

Çalışma kapsamında kullanılan ISTA ve MERS istasyonlarına ait veriler için IGS (International GNSS Service)'e, Net_Diff yazılımı için Dr. Yize Zhang'a, PRIDE yazılımı için Wuhan Üniversitesindeki PRIDE Laboratuvarına teşekkür ederiz. Ayrıca makalede yaptıkları yorumları ile katkıda bulunan hakemlere teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %11

Kaynaklar

- S. Alçay, Farklı gözlem sürelerinde GPS-PPP ve GPS/GLONASS-PPP yöntemlerinin konum belirleme performanslarının incelenmesi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 16(2), 292-302, 2016. https://doi.org/10.5578/fmbd.28120.
- [2] S. Bisnath and Y. Gao, Precise point positioning, a powerful technique with a promising future. GPS World, 20 (4), 44–50, 2009. https://gge.ext.unb.ca/Resources/gpsworld.april09.pdf
- [3] L. A. Lipatnikov and S. O. Shevchuk, Cost effective precise positioning with GNSS. The International Federation of Surveyors (FIG), No: 74, 2019. https://www.researchgate.net/publication/332329222_ Cost_Effective_Precise_Positioning_with_GNSS
- J. F. Zumberge, M. B. Heflin, D. C. Jefferson, M. M. Watkins and F. H. Webb, Precise point positioning for the efficient and robust analysis of GPS data from large networks. Journal of Geophysical Research, 102, No. B3, 5005-5017, 1997. https://doi.org/10.1029/96JB03860
- [5] J. Kouba and P. Heroux, Precise point positioning using IGS orbit and clock products. GPS Solutions, 5(2), 12– 28, 2001. https://doi.org/10.1007/PL00012883
- [6] N. F. Erbaş, Hassas nokta konumlama (PPP) hata kaynaklarının konum doğruluğuna etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, 2021. https://hdl.handle.net/20.500.12452/8029
- [7] C. Rizos, V. Janssen, C. Roberts and T. Grinter, Precise Point Positioning: Is the Era of Differential GNSS Positioning Drawing to an End?. FIG Working Week 2012, 1-17, 2012. http://www.fig.net/pub/fig2012/techprog.htm
 - C O Vigit V Gikas S Alcay and A
- [8] C. O. Yigit, V. Gikas, S. Alcay and A. Ceylan, Performance evaluation of short to long term GPS, GLONASS and GPS/GLONASS post-processed PPP. Survey Review, 46(3), 155-166, 2014. https://doi.org/10.1179/1752270613Y.0000000068
- [9] S. Choy, S. Bisnath and C. Rizos, Uncovering common misconceptions in GNSS Precise Point Positioning and its future prospect. GPS Solutions, 21, 13-22, 2017. https://doi.org/10.1007/s10291-016-0545-x
- [10] B. Bahadur and M. Nohutcu, Comparative Analysis of MGEX Products for Post-Processing Multi-GNSS PPP. Measurement, 145, 361-369, 2019. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2019.05.094
- [11] K. Dawidowicz, Sub-hourly Precise Point Positioning Accuracy Analysis – Case Study For Selected ASG-EUPOS Stations, Survey Review. Cilt 52(4), 341-351, 2020. https://doi.org/10.1080/00396265.2019.1579988
- [12] Y. Facio and M. Berber, Subsidence is Determined in the Heart of the Central Valley Using Post Processed

Static and Precise Point Positioning Techniques. Journal of Applied Geodesy, 14(1), 113-118, 2020. https://doi.org/10.1515/jag-2019-0043

- [13] D. Kiliszek and K. Kroszczyński, Performance of the Precise Point Positioning Method Along with the Development of GPS, GLONASS and GALILEO Systems. Measurement, 164, 1-26, 2020. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2020.108009
- [14] R. Liu, B. Guo, A. Zhang and B. Yimwadsana, Research on GPS Precise Point Positioning Algorithm with a Sea Surface Height Constraint. Ocean Engineering, 197, 2020. https://doi.org/10.1016/j.oceaneng.2019.106826
- [15] S. Alçay ve Ö. F. Atiz, Farklı yazılımlar kullanılarak gerçek zamanlı hassas nokta konum belirleme (RT-PPP) yönteminin performansının incelenmesi. Geomatik Dergisi, 6(1), 77-83, 2021. https://doi.org/10.29128/geomatik.687709
- [16] S. Alcay and M. Turgut, Evaluation of the positioning performance of multi-GNSS RT-PPP method. Arabian Journal of Geosciences, 14(3), 1-19, 2021. https://doi.org/10.1007/s12517-021-06534-4
- [17] O. F. Atiz, S. Ogutcu, S. Alcay, L. Pan and I. Bugdayci, Performance investigation of LAMBDA and bootstrapping methods for PPP narrow-lane ambiguity resolution. Geo-spatial Information Science, 24(4), 604-614, 2021. https://doi.org/10.1080/10095020.2021.1042226

https://doi.org/10.1080/10095020.2021.1942236

- [18] M. Ge, G. Gendt, M. Rothacher, C. Shi and J. Liu, Resolution of GPS carrier-phase ambiguities in Precise Point Positioning (PPP) with daily observations. Journal of Geodesy, 82, 389-399, 2008. https://doi.org/10.1007/s00190-007-0187-4
- [19] M. Hamed, A. Abdallah and A. Farah, Kinematic PPP using mixed GPS/GLONASS single-frequency observations. Artifical Satellites, 54, No:3, 2019. https://doi.org/DOI: 10.2478/arsa-2019-0008
- [20] Ö. F. Atiz, PPP yönteminde AR yaklaşımının konum doğruluğuna etkisinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, 2021. https://hdl.handle.net/20.500.12452/8028
- [21] X. Li, X. Li, Y. Yuan, K. Zhang, X. Zhang and J. Wickert, Multi-GNSS phase delay estimation and PPP ambiguity resolution: GPS, BDS, GLONASS, GALILEO. Journal of Geodesy, 92, 579-608, 2018. https://doi.org/10.1007/s00190-017-1081-3
- [22] H. Hong, G. Jingxiang, Y. Yifei, Land deformation monitoring in mining area with PPP-AR. International Journal of Mining Science and Technology, 24(2), 2014. https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2014.01.011
- [23] M. Bezcioglu, C. O. Yigit ve M. N. Bodur, Kinematik PPP-AR ve geleneksel PPP yöntemlerin performanslarının değerlendirilmesi: Antarktika yarımadası örneği. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 19(1), 162-169, 2019. https://doi.org/10.35414/akufemubid.467336
- [24] J. Tegedor, X. Liu, O. Ørpen, M. E. D. Goode, O. Ovstedal and N. Treffers, Comparison between multi-

constellation ambiguity-fixed PPP and RTK for maritime precise navigation. Journal of Applied Geodesy 9(2):73-80, 2019. https://doi.org/10.1515/jag-2014-0028

- [25] G. Katsigianni, S. Loyer and F. Perosanz, PPP and PPP-AR kinematic post-processed performance of GPS-Only, GALILEO-Only and Multi-GNSS. Remote Sensing, 11(21), 2477, 2019. https://doi.org/10.3390/rs11212477
- [26] J. Geng, J. Guo, X. Meng, and K. Gao, Speeding up PPP ambiguity resolution using triple-frequency GPS/BeiDou/Galileo/QZSS data, Journal of Geodesy, 94(6), 1-15, 2020. https://doi.org/10.1007/s00190-019-01330-1.
- [27] Z. Du, H. Chai, G. Xiao, X. Yin, M. Wang and M. Xiang, Analyzing the contributions of multi-GNSS and INS to the PPP-AR outage re-fixing. GPS Solutions, 25(2), 2021. https://doi.org/10.1007/s10291-021-01121-2
- [28] N. Naciri and S. Bisnath, An uncombined triplefrequency user implementation of the decoupled clock model for PPP-AR. Journal of Geodesy, 95(5), 2021. https://doi.org/10.1007/s00190-021-01510-y
- [29] C. O. Yigit, A. El-Mowafy, A. A. Dindar, M. Bezcioglu M and I. Tiryakioglu, Investigating Performance of High-Rate GNSS-PPP and PPP-AR for Structural Health Monitoring: Dynamic Tests on Shake Table. Journal of Surveying Engineering, 147(1), 05020011:1-14, 2021. https://doi.org/10.1061/(ASCE)SU.19435428.0000343
- [30] M. Bezcioğlu, C. O. Yiğit, A. A. Dindar ve Ö. Avcı, Yüksek zamansal çözünürlüklü çoklu-GNSS PPP-AR yönteminin yatay yönlü dinamik davranışları tespit edebilme yeteneğinin değerlendirilmesi. Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 11(4), 952-960, 2022. https://doi.org/10.28948/ngumuh.1141383
- [31] J. Wang, Q. Zhang and G. Huang, Estimation of fractional cycle bias for GPS/BDS-2/Galileo based on international GNSS monitoring and assessment system observations using the uncombined PPP model. Satellite Navigation, 2(1), 1-11, 2021. https://doi.org/10.1186/s43020-021-00039-x
- [32] S. Ogutcu, S. Alcay, B. N. Ozdemir, P. Li, Y. Zhang, C. Konukseven and O. F. Atiz, Assessing the performance of BDS-3 for multi-GNSS static and kinematic PPP-AR. Advances in Space Research, 71(3), 1543-1557, 2023. https://doi.org/10.1016/j.asr.2022.10.016
- [33] S. Wang, R. Tu, B. Li, R. Zhang, L. Fan, J. Han and X. Lu, Tight Integration Kinematic PPP-AR Using GPS/Galileo/QZSS Overlapping Frequency Signals and Its Performance in High-Shade Environments. Remote Sensing, 15(2), 485, 2023. https://doi.org/10.3390/rs15020485
- [34] Y. Gao, Precise point positioning and its challenges, aided-gnss and signal tracking. Inside GNSS,1, 16–18, 2006.

https://doi.org/insidegnss.com/auto/NovDec06GNSSS olutions.pdf

- [35] B. Erdoğan, O. Kayacık ve A. H. Doğan, Hassas mutlak nokta konumlamada GIPSY-OASIS II v6. 4 yazılımı ile elde edilen varyans kovaryans matrisinin güvenirliğinin araştırılması. Jeodezi ve Jeoinformasyon Dergisi, 6(2), 75-86, 2019. https://doi.org/10.9733/JGG.2019R0007.T
- [36] B. M. Azúa and C. DeMets, Crustal velocity field of Mexico from continuous GPS measurements, 1993 to June 2001: Implications for the neotectonics of Mexico. Journal of Geophysical Research, 108, No. B9, 2450, 2003. https://doi.org/10.1029/2002JB002241
- [37] J. C. Savage, W. Gan, WH. Prescott and J. L. Svarc, Strain accumulation across the coast ranges at the latitude of San Francisco 1994–2000. Journal of Geophysical Research, 109(B03413), 1-11, 2004. https://doi.org/10.1029/2003JB002612
- [38] W. C. Hammond and W. Thatcher, Northwest Basin and Range tectonic deformation observed with the global positioning system: 1999–2003. Journal of Geophysical Research Letters, 110(B10405), 1-12, 2005. https://doi.org/10.1029/2005JB003678
- [39] N. D'Agostino, D. Cheloni, S. Mantenuto, G. Selvaggi, A. Michelini and D. Zuliani, Strain accumulation in the Southern Alps (NE Italy) and deformation at the Northeastern Boundary of Adria observed by CGPS measurements. Geophysical Research Letters, 32(19): L19306, 2005. https://doi.org/10.1029/2005GL024266
- [40] E. Calais, C. JH. Harthnady, J.-M. Nocquet and C. Ebinger, Kinematics of the East African Rift from GPS and earthquake slip vector data. Geological Society London Special Publications, 259(1), 9-22, 2006. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.2006.259.01.03
- [41] G. Gendt, G. Dick, C. Reigber, M. Tomassini and Y. Liu (2004). Demonstration of NRT GPS water vapor monitoringfor numerical weather prediction in Germany. J Meteo Societ Jap, 82(1B), 360–370, 2004.
- [42] C. Rocken, T. Van Hove and R. Ware, Near real-time GPS sensing of atmospheric water vapour. Geophysical Research Letters, 24(24), 3221-3224, 1997. https://doi.org/10.1029/97GL03312
- [43] H. Bock, U. Hugentobler and G. Beutler, Kinematic and Dynamic Determination of Trajectories for Low Earth Satellites Using GPS. In First CHAMP Mission Results for Gravity, Magnetic and Atmospheric Studies, 65–69, 2003. https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-540-38366-6 10
- [44] S. Zhu, C. Reigber and R. König, Integrated Adjustment of CHAMP, GRACE, and GPS Data. Journal of Geodesy, 78 (1), 103–108, 2004. https://doi.org/10.1007/s00190-004-0379-0
- [45] Y. Gao and X. Shen, A new method for carrier-phasebased precise point positioning. Navigation - Journal of The Institute of Navigation, 49(2), 109-116, 2002. https://doi.org/10.1002/j.2161-4296.2002.tb00260.x
- [46] X. Zhang and O. B. Andersen, Surface ice flow velocity and tide retrieval of the Amery ice shelf using precise

point positioning. Journal of Geodesy, 80, 171–176, 2006. https://doi.org/10.1007/s00190-006-0062-8

- [47] S. Jin, X. Qian and X. Wu, Sea level change from BeiDou Navigation Satellite System-Reflectometry (BDS-R): first results and evaluation. Global and Planetary Change, 149, 20-25, 2017. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2016.12.010
- [48] M. Wang, J. Wang, Y. Bock, H. Liang, D. Dong and P. Fang, Dynamic mapping of the movement of landfalling atmospheric rivers over southern California with GPS data. Geophysical Research Letters, 46(6), 3551-3559, 2019. https://doi.org/10.1029/2018GL081318
- [49] A. Wang, J. Chen, Y. Zhang, L. Meng, B. Wang and J. Wang, Evaluating the impact of CNES real-time ionospheric products on multi-GNSS single-frequency positioning using the IGS real-time service. Advances in Space Research, 66(11), 2516-2527, 2020. https://doi.org/10.1016/j.asr.2020.09.010
- [50] S. Liu and Y. Yuan, Generating GPS decoupled clock products for precise point positioning with ambiguity resolution. Journal of Geodesy, 96(6), 2022. https://doi.org/10.1007/s00190-021-01593-7
- [51] D. Laurichesse, F. Mercier, J. P. Berthias, P. Broca and L. Cerri, Integer ambiguity resolution on undifferenced GPS phase measurements and 151 its application to PPP and satellite precise orbit determination. Navigation - Journal of The Institute of Navigation, 56(2), 135-149, 2009. https://doi.org/10.1002/j.21614296.2009.tb01750.x
- [52] P. Collins, F. Lahaye, P. Héroux and S. Bisnath, Precise Point Positioning with Ambiguity Resolution using the Decoupled Clock Model. Proceedings of the 21st International Technical Meeting of the Satellite Division of The Institute of Navigation (ION GNSS 2008), 1315-1322, 2008. https://www.researchgate.net/publication/287080939_ Precise_point_positioning_with_ambiguity_resolution _using_the_decoupled_clock_model
- [53] J. Geng, X. Meng, F. N. Teferle and A. H. Dodson, Performance of precise point positioning with ambiguity resolution for 1- to 4-hour observation periods. Survey Review, 42(316), 155–165, 2010. https://doi.org/10.1179/003962610X12572516251682
- [54] D. Arıkan ve R. A. Abbak, Elipsoidal yükseklik değişiminin hassas nokta konumlamaya etkisi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 19(1), 140-151, 2019. https://doi.org/10.35414/akufemubid.496252
- [55] S. Ogutcu, Performance analysis of ambiguity resolution on PPP and relative positioning techniques: Consideration of satellite geometry. International Journal of Engineering and Geosciences, 5(2), 73-93, 2020. https://doi.org/10.26833/ijeg.580027
- [56] PJG. Teunissen and A. Khodabandeh, Review and principles of PPP-RTK methods. Journal of Geodesy. 89(3), 217-240, 2015. https://doi.org/10.1007/s00190-014-0771-3

- [57] J. Geng, F. N. Teferle, C. Shi, X. Meng, A. H. Dodson and J. Liu, Ambiguity resolution in precise point positioning with hourly data. GPS Solutions, 3(4), 263-270, 2009. https://doi.org/10.1007/s10291-009-0119-2
- [58] S. Bisnath and Y. Gao, Current state of precise point positioning and future prospects and limitations. International Association of Geodesy Symposia, 133, 615-623, 2008. https://doi.org/10.1007/978-3-540-85426-5_71
- [59] T. Hadas and J. Bosy, IGS RTS precise orbits and clocks verification and quality degradation over time. GPS Solut, 19(1), 2015. https://doi.org/10.1007/s10291-014-0369-5
- [60] J. Dousa and P. Vaclavovic, Real-time zenith tropospheric delays in support of numerical weather prediction applications. Advances in Space Research, 53(9), 1347-1358, 2014. https://doi.org/10.1016/j.asr.2014.02.021
- [61] T. Hadas, F. N. Teferle, K. Kazmierski, P. Hordyniec and J. Bosy, Optimum stochastic modeling for GNSS tropospheric delay estimation in realtime. GPS Solutions, 21(3), 1069-1081, 2017. https://doi.org/10.1007/s10291-016-0595-0
- [62] Q. Zhao, Y. Yao, W. Yao and Z. Li, Real-time precise point positioning-based zenith tropospheric delay for precipitation forecasting. Scientific Reports, 8(1), 7939, 2018. https://doi.org/10.1038/s41598-018-26299-3
- [63] http://129.211.69.159:8090/Main.aspx (Erişim Tarihi: 21 Kasım 2022)
- [64] J. Chen, A. Wang, Y. Zhang, J. Zhou & C. Yu, BDS satellite-based augmentation service correction parameters and performance assessment. Remote Sensing, 12(5), 766, 2020. https://doi.org/10.3390/rs12050766
- [65] Y. Zhang, J. Chen, X. Gong X and Q. Chen Q (2020). The update of BDS-2 TGD and its impact on positioning. Advances in space research, 65(11), 2645-2661, 2020. https://doi.org/10.1016/j.asr.2020.03.011
- [66] M. A. Jurin, R. Fadly and E. Rahmadi, Kajian pengaruh panjang baseline terhadap pengolahan data GPS metode static radial menggunakan perangkat lunak net diff. Journal of Geodesy and Geomatics, 1, No:2, 18-22, 2021.

https://journal.eng.unila.ac.id/index.php/jgg/article/vie w/2089

- [67] https://github.com/YizeZhang/Net_Diff (Erişim Tarihi: 21 Aralık 2022)
- [68] B. Karadeniz, M. Bezcioğlu, Ö. F. Bilgen, ve C. Ö. Yiğit, GPS/GALILEO PPP-AR ve PPP yöntemlerinin gözlem doğruluklarının süresi ve uydu kombinasyonları açısından incelenmesi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 1377-1392, 2021. 21(6),https://doi.org/10.35414/akufemubid.1003382
- [69] J. Geng, X. Chen, Y. Pan, S. Mao, C. Li, J. Zhou and K. Zhang, PRIDE PPP-AR: an open-source software for GPS PPP ambiguity resolution. GPS Solutions,

23(4), 2019. https://doi.org/10.1007/s10291-019-0888-1

- [70] https://github.com/prezi/pride (Erişim Tarihi: 21 Aralık 2022
- [71] https://cddis.nasa.gov/archive/gnss/products/ (Erişim Tarihi: 22 Aralık 2022)







ÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ

Araştırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Farklı oranlardaki poliolefin polimer karışımları ve SBS kopolimerinin bitümün viskozitesine ve sıcaklık hassasiyetine etkilerinin karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi

Comparatively evaluation of the effects of polyolefin polymer blends in different ratios and SBS copolymer on viscosity and temperature susceptibility of bitumen

Neslihan Atasağun^{1,*} 匝

¹ Konya Teknik Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 42250, Konya, Türkiye

Öz

Bu calışmada, farklı oranlardaki poliolefin karışımlarının (polipropilen(PP):polietilen(PE)) saf bitümün viskozitesine ve sıcaklık hassasivetine etkisinin belirlenmesi ve SBS modifive (stiren-butadiven-stiren) bitümler ile karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, saf bitüm farklı oranlardaki poliolefin karışımları (PP:PE) ve ayrıca %2SBS, %4SBS ve %4PP ile modifiye edilmiştir. Polimerlerin saf bitüm üzerindeki etkilerini değerlendirmek için tüm bağlayıcıların viskozite, yumuşama noktası, penetrasyon, sıcaklık hassasiyeti ve karıştırma-sıkıştırma sıcaklık değerleri belirlenmiştir. 135°C'deki deney sonuçları, 3:1 PP:PE ve 1:3 PP:PE katkılı bitümlerin viskozitelerinin, %2SBS ve %4PP modifiye bitümlerin viskozite değerlerinden daha yüksek olduğunu göstermiştir. %4 SBS katkılı bitümün en az sıcaklık hassasiyetine ve 135°C'de en yüksek viskozite değerine sahip bağlayıcı olduğu görülmüştür. 135°C'de tüm bağlayıcıların viskozitelerinin 3 Pa s şartname kriterini aşmadıkları tespit edilmiştir. 3:1 PP:PE modifiye bitümün diğer poliolefin katkılı bitümlerden ve %2SBS modifiye bitümden daha az sıcaklık hassasiyetine sahip bağlayıcı olduğu belirlenmistir. Sonuclar, tüm polimer modifiye bitümler arasında %2SBS katkılı bitümün en düşük bağlayıcı karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarına sahip olduğunu göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Bitüm modifikasyonu, Polimer, Poliolefin, SBS, Viskozite

1 Giriş

Petrol ürünü olarak ya da doğal olarak elde edilen bitüm [1] genellikle esnek kaplamalarda bağlayıcı olarak kullanılmaktadır. Gün geçtikçe artan trafik yüküne bağlı olarak esnek kaplamalarda oluşan deformasyonlar da artmaktadır. Deformasyonları azaltarak uzun ömürlü yollar elde etmek ve bakım-onarım maliyetlerini azaltmak amacıyla, bitüm çeşitli katkı maddeleri ile modifiye edilmektedir [2, 3]. Bu katkı maddeleri arasında plastomerik polimerler ve termoplastik elastomerler bitüm modifikasyonunda yaygın olarak kullanılmaktadır [2]. Çeşitli polimerlerin, bitümün reolojik ve fiziksel özelliklerini

Abstract

In this study, it was aimed to detect the effects of different polyolefin mixtures (polypropylene(PP): polyethylene(PE)) on the viscosity and temperature susceptibility of pure bitumen and was also aimed to comparatively evaluate with SBS (styrene-butadienestyrene) modified bitumens. For this purpose, bitumen was modified with different polyolefin mixtures (PP:PE) and was also modified with 2%SBS, 4%SBS and 4%PP. To evaluate the effects of polymers on pure bitumen, viscosity, softening point, penetration, temperature susceptibility and mixing-compaction temperature values of all bituminous binders were detected. The test results at 135°C showed that, the viscosities of 3:1 PP:PE and 1:3 PP:PE modified bitumens were higher than the viscosities of 2%SBS and 4%PP modified bitumens. It was seen that, 4%SBS modified bitumen was the binder with the lowest temperature sensitivity and the highest viscosity at 135°C. It was detected that the viscosities of all binders at 135°C did not exceed the 3 Pa s specification criterion. It was determined that, 3:1 PP:PE modified bitumen was a binder with a lower temperature sensitivity than other polyolefin modified bitumens and 2%SBS modified bitumen. Results showed that 2%SBS modified bitumen was the binder with the lowest mixing-compaction temperatures among all of the polymer modified binders.

Keywords: Bitumen modification, Polymer, Polyolefin, SBS, Viscosity

gelistirerek deformasyon direncini arttırdığı görülmüstür [2, 4-6]. Bitüm içerisinde en çok kullanılan plastomer polimerler arasında PP (polipropilen), PE (polietilen), EBA (etilen butil akrilat), EVA (etilen vinil asetat) ve en çok kullanılan elastomerler arasında ise SBS (stiren butadiyen stiren), SEBS (stiren etilen/butilen stiren), SIS (stiren SBR butadiyen isopiren stiren), (stiren kaucuk) kopolimerleri yer almaktadır [2, 4].

PE ve PP plastomer polimerleri en yaygın poliolefinlerdir. PE, etilen monomerinin polimerizasyonu sonucu elde edilir. PE türlerinden yüksek yoğunluklu polietilen yaklaşık 0.957-0.965 gr/cm3 ve düşük yoğunluklu polietilen ise 0.922-0.942 gr/cm³ yoğunluğa sahiptir. Yüksek

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: natasagun@ktun.edu.tr (N. Atasağun) Geliş / Recieved: 27.08.2022 Kabul / Accepted: 20.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1167716

yoğunluklu polietilen ve düşük yoğunluklu polietilenin erime sıcaklıkları sırasıyla yaklaşık 130-149°C ve 98-120°C dir [4, 7, 8]. PP, propilen monomerinin polimerizasyonu sonucu elde edilir. Yoğunluğu 0.90-0.91 gr/cm³ ve erime sıcaklığı yaklaşık 160-175°C dir [4, 7, 8].

Bitüm modifikasyonunda yaygın olarak kullanılan termoplastik elastomer katkı maddesi SBS ise, blok zincirlerden oluşan kopolimerdir. SBS kopolimerinin yapısındaki polistiren uç bloklar mukavemet kazandırırken, kauçuksu polibutadiyen orta bloklar ise elastikiyet sağlamaktadır. SBS bitüm ile karıştırıldığında, SBS kopolimerinin elastomerik fazı bitümdeki maltenleri emer ve hacmi başlangıçtaki hacminin yaklaşık dokuz katı artabilmektedir [9, 10].

Lineer ve radyal türleri bulunan SBS kopolimeri, yapısındaki polistiren/polibutadiyen oranına, molekül yapısına ve molekül ağırlığına göre farklılıklar göstermektedir [11, 12, 13]. SBS blok kopolimerinin özgül ağırlığı yaklaşık 0.94 olarak belirlenmiştir [13, 14]. %30 oranında polistiren içeren radyal SBS kopolimeri türünün saf bitümün özelliklerini, aynı oranda polistiren içeren lineer SBS kopolimerinden daha çok geliştirdiği belirlenmiştir [11]. Literatürde, SBS katkı maddesinin bitümün yüksek sıcaklıklarda oluşan deformasyonlara karşı dayanımını arttırdığı ve düşük sıcaklık performansını geliştirdiği tespit edilmiştir [2, 6, 10]. Bununla birlikte, SBS katkı maddesinin yol yapım maliyetlerini arttırması sebebiyle [2, 5, 15], bitüm modifikasyonunda atık plastomerik polimerler kullanılmakta ve böylece çevresel ve ekonomik olarak fayda sağlanması amaclanmaktadır [5, 15, 16].

Literatürde, poliolefinler ile bitüm modifikasyonunun, polimerin türüne ve boyutlarına da bağlı olarak, çeşitli modifikasyon şartlarında, farklı karıştırma hızlarında, farklı sürelerde ve farklı sıcaklıklarda gerçekleştirildiği görülmektedir [4,6,17,21,22].

Polipropilen polimerinin, molekül ağırlıkları, kristalleşme özellikleri ve taktisite yapılarındaki farklılıklara bağlı olarak, izotaktik-polipropilen (iPP), sindiyotaktikpolipropilen (sPP) ve ataktik-polipropilen (aPP) türleri bulunmaktadır [8, 18, 28].

PE, etilen monomerinin polimerizasyonu sonucu elde edilen uzun zincirli hidrokarbon molekülüdür [4, 7, 8]. Yüksek yoğunluklu PE, lineer zincir yapısına sahip olup nispeten daha yüksek kristalleşme özelliği göstermektedir. Düşük yoğunluklu PE ise, dallanmış yapıya sahiptir ve fiziksel özellikleri, kristalleşme derecesine, moleküler ağırlığına ve molekül ağırlığı dağılımına bağlıdır. Dallanma yapısı ve özellikleri, kristalleşme derecesini ve yoğunluğunu etkileyen özelliklerdendir [7, 8, 19].

Daha az moleküler ağırlığa sahip olan düşük yoğunluklu PE türünün, daha yüksek moleküler ağırlığa sahip diğer PE türleriyle karşılaştırıldığında, daha az faz ayrışması göstermesi sebebiyle, bitümle daha uyumlu olduğu belirlenmiştir [2, 4, 20].

Atık polietilenlerin bitüm içerisinde %5 katkı maddesi olarak kullanıldığı bir çalışmada [17], polietilen katkılarının saf bitümün yüksek sıcaklık performansını geliştirdiği, yumuşama noktasını ve viskozitesini arttırdığı görülmüştür. Kimyasal özelliklerine göre, iki farklı düşük yoğunluklu polietilen polimerinin bitüm içerisinde %1, %2, %3 ve %4 oranlarında katkı maddesi olarak kullanıldığı bir çalışmada [16], düşük yoğunluklu polietilen katkılarının, saf bitümün yumuşama noktasını ve viskozitesini arttırdığı, penetrasyon değerini ise düşürdüğü belirlenmiştir. Bir diğer çalışmada [5], düşük yoğunluklu polietilenin bitümün işlenebilirlik ve fiziksel özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Calışmada, %2.5 oranında trietanolamin katkılı bitüme %1, %2, %3, %4 ve %5 oranlarında düşük yoğunluklu polietilen eklenerek modifikasyon işlemi yapılmıştır. Düşük yoğunluklu polietilen katkısının bitümün kıvamını sertleştirdiği, sıcaklık hassasiyetini azalttığı, karıştırma-sıkıştırma sıcaklığını arttırdığı belirlenmiştir. Katkı maddesi olarak geri dönüştürülmüş polipropilenin bitüm içerisinde kullanıldığı bir çalışmada [15], polimer katkısının saf bitümün viskozitesini ve yumuşama noktasını arttırdığı, penetrasyon değerini düşürdüğü ve sıcaklık hassasiyetini azalttığı sonucu elde edilmiştir. Zhao vd. [21], %80-85 PP ve %10-15 PE ile oluşan bir PP:PE kopolimerini bitüm içerisinde katkı maddesi olarak kullanmışlar ve PP:PE kopolimerinin bitümün viskozitesini ve tekerlek izi direncini arttırdığını tespit etmislerdir.

Literatürde, PP ve PE polimerlerinin bitüm içerisinde ayrı ayrı katkı maddesi olarak kullanıldığı birçok çalışma [2, 4, 5, 15] bulunmakla birlikte, poliolefinlerin kopolimer olarak bitüm içerisinde kullanıldığı bir çalışma [21] da bulunmaktadır.

Farklı poliolefinlerin (PP ve PE) bitüm icerisinde ayrı avrı tek bir katkı maddesi olarak kullanıldığı calısmalarda bitümün özelliklerini gelistirdikleri bilinmektedir [2, 5, 15-17]. Fakat, bu poliolefinlerin bitüm içerisine farklı oranlarda art arda eklenmesi yöntemiyle bitümün modifiye edildiği bir çalışmaya literatürde rastlanmamış olup, (PP:PE) karışımlarının ne oranda bitüm özelliklerini geliştireceği belirlenmemiştir. Bu çalışmada, saf bitüm daha önce literatürde rastlanmamış olan farklı oranlardaki poliolefin karışımları (PP:PE) ile, poliolefinlerin bitüm içerisine art arda belirlenen şartlarda eklenmesiyle modifiye edilmiştir. Ayrıca, saf bitüm PP ve SBS katkıları ile modifiye edilerek, elde edilen sonuçlar poliolefin karışımı modifiye bitümler ile karşılaştırılmıştır. Böylece, farklı oranlardaki poliolefin karışımlarının (PP:PE), saf bitümün bazı özelliklerine etkisinin belirlenmesi, sonuçların SBS ve PP katkılı bitümler ile karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi ve literatüre katkı sağlanması amaçlanmıştır.

2 Materyal ve metot

2.1 Materyal

Bu çalışmada, SBS kopolimeri ve PP polimeri Konya Sanayi bölgesinden temin edilmiştir. Yüksek yoğunluklu polietilen (PE-YY) ve düşük yoğunluklu polietilen (PE-DY) ise evsel plastik atıklardan temin edilmiştir. Çalışmada kullanılan polimerler Şekil 1'de görülmektedir.

SBS blok kopolimerinin özgül ağırlığı yaklaşık 0.94 olarak belirlenmiştir [13, 14]. PE-YY yaklaşık 0.957-0.965 gr/cm³ yoğunluğa ve 130-149°C erime sıcaklığına sahiptir. PE-DY ise yaklaşık olarak 0.922-0.942 gr/cm³ yoğunluğundadır ve erime sıcaklığı 98-120°C dir.



Şekil 1. SBS ve Poliolefin polimer katkıları

PP polimerinin yoğunluğu yaklaşık 0.90-0.91 gr/cm³ ve erime sıcaklığı ise 160-175°C dir [4, 7, 8]. Bu çalışmada, SBS kopolimeri 5 mm çapında ve poliolefinler ise yaklaşık 5 mm ve daha küçük çaptaki parçacık boyutlarında kullanılmıştır.

PP ve PE poliolefinlerinin farklı oranlardaki karışımları, 50/70 saf bitüm içerisinde katkı maddesi olarak kullanılmıştır. Poliolefin modifiye bitümler, %2 SBS ve %4 SBS modifiye bitümler ile karşılaştırılarak elde edilen sonuçlar değerlendirilmiştir.

2.1.1 Bitüm modifikasyonu

Bu çalışmada, modifikasyon şartları ve polimer katkı oranları literatürdeki polimer modifiye bitüm çalışmaları [2,15-17,21,22] dikkate alınarak belirlenmiştir. 50/70 saf bitüm 3:1 ve 1:3 oranlarındaki poliolefin (PP:PE) karışımları ve PP ile ağırlıkça %4 oranında modifiye edilmiştir. Buna ek olarak, saf bitüm ağırlıkça %2 SBS ve %4 SBS ile modifiye edilerek, elde edilen sonuçlar poliolefin modifiye bitümler ile karşılaştırılmıştır. Bitüm modifikasyonu Şekil 2' de görüldüğü gibi gerçekleştirilmiştir. Her karışımda kullanılan PE miktarı, eşit oranlardaki PE-YY ve PE-DY karışımından oluşmaktadır. Bitüm modifikasyonunda, katkılar bitüm içerisine düşük hızda ve yavaş yavaş eklenmiştir. Katkıların eklenmesinden SBS bitüme sonra, ile bitüm modifikasyonları 180°C sıcaklıkta, 2000 rpm hızında ve 2 saat sürede gerçekleştirilirken, poliolefinler ile bitüm modifikasyonları 187±2 °C sıcaklıkta, 2000 rpm hızında ve toplam 2 saat sürede gerçekleştirilmiştir. Poliolefin karışımları ile bitüm modifikasyonunda, bitüm içerisine ilk olarak PP polimeri eklenerek 1 saat modifiye edilmiş, daha sonra sırasıyla PE-YY eklenerek 30 dakika süre ve PE-DY eklenerek 30 dakika süre olmak üzere toplam 2 saat süre modifiye edilmiştir.



Şekil 2. Bitüm modifikasyonu

Bu çalışmada, polimerler ile modifiye edilen bitümlü bağlayıcılar ve saf bitüm şu şekilde tanımlanmıştır:

0	: Saf Bitüm
2S	: Saf Bitüm + %2 SBS
4S	: Saf Bitüm + %4 SBS
4PP	: Saf Bitüm + %4 PP
3:1 PP:PE	: Saf Bitüm + %4 (3:1 PP:PE)
1:3 PP:PE	: Saf Bitüm + %4 (1:3 PP:PE)

2.2 Metot

Polimerlerin saf bitüm üzerindeki etkilerini değerlendirmek için tüm bağlayıcıların viskozite, yumuşama noktası, penetrasyon, penetrasyon indeksi (PI) değerleri ile sıcaklık hassasiyetleri ve karıştırma-sıkıştırma sıcaklık değerleri belirlenmiştir.

2.2.1 Penetrasyon deneyi

ASTM D5 [23] standardına uygun olarak yapılan ve bitümlü bağlayıcıların kıvamının belirlenmesinde kullanılan deney yöntemlerinden biri olan penetrasyon deneyi, 25°C sıcaklıkta, 100 gr lık yükün 5 sn süreyle uygulanmasıyla standart penetrasyon iğnesinin bitüm içerisine girme miktarının 0.1 mm olarak belirlenmesidir.

2.2.2 Yumuşama noktası deneyi

Bitümlü bağlayıcıların kıvamının belirlenmesinde kullanılan bir diğer yöntem, yumuşama noktası deneyidir. ASTM D36 [24] standardına uygun olarak yapılan bu deney sıvı içerisinde yapılmaktadır. Deney, 5°C deki suyun dakikada 5°C artacak şekilde ısıtılmasıyla, üzerinde 3.5 gr ağırlığındaki bilyeler bulunan standart deney halkaları içerisindeki bağlayıcının yumuşayarak 2.5 cm aşağıdaki plakaya değdiği andaki sıcaklık değerinin belirlenmesidir. İki halka içerisindeki bağlayıcı için okunan sıcaklık değeri arasındaki fark 1°C den fazla ise deney tekrar edilir. Deneyde, yumuşama noktası 80°C den daha yüksek olan bağlayıcılar için su yerine gliserin kullanılmaktadır.

2.2.3 PI ve bağlayıcıların sıcaklık hassasiyetleri

Polimer modifiye bitümlerin ve saf bitümün sıcaklık hassasiyetleri Denklem (1)' deki formül kullanılarak PI değerleri ile belirlenmiştir. PI değerinin belirlenmesinde yumuşama noktası ve penetrasyon deney sonuçları kullanılmaktadır. Denklem (1)' de, bağlayıcının penetrasyon değeri '(Pen)' ile yumuşama noktası değeri ise '(SP)' ile simgelenmektedir [1].

$$PI = \frac{1952 - 500.\log(Pen) - 20.SP}{50.\log(Pen) - SP - 120}$$
(1)

2.2.4 Dönel viskozite deneyi

Bitümlü bağlayıcıların yüksek sıcaklıklardaki akışkanlıkları ve işlenebilirlikleri ASTM-D4402 [25] standardına uygun olarak yapılan dönel viskozite (RV) deneyi kullanılarak belirlenebilmektedir. Deneyde, bitümlü bağlayıcının viskozitesi, belirlenen sabit sıcaklıktaki bağlayıcı numunesi içerisindeki silindirik milin, sabit dönme hızında elde edilen torku sonucunda ölçülmektedir. Bağlayıcıların karıştırma ve sıkıştırma için yeterli akışkanlığa sahip olabilmeleri için 135°C' deki viskozitenin şartname kriteri olan 3Pa s değerini aşmaması gerekmektedir [26].

2.2.5 Karıştırma – sıkıştırma sıcaklıkları

Bağlayıcıların karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının belirlenmesi için, 135°C ve 165°C sıcaklıklardaki RV deneyi sonucunda elde edilen viskozite değerleri kullanılmaktadır. Bu sıcaklıklardaki viskozite değerleri viskozite – sıcaklık grafiğine işaretlenerek çizilen doğrudan karıştırma-sıkıştırma sıcaklık değerleri belirlenmektedir. Karıştırma sıcaklık aralığı için 0.17 ± 0.02 Pa s ve sıkıştırma sıcaklık aralığı için ise 0.28 ± 0.02 Pa s değerlerine karşılık gelen sıcaklık aralıkları belirlenmiştir [26].

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Yumuşama noktası ve penetrasyon deney sonuçları

Bağlayıcıların kıvamının belirlenmesinde kullanılan yumuşama noktası ve penetrasyon deney sonuçlarına göre, tüm polimer katkılarının beklenildiği gibi, saf bitümün penetrasyon değerini azalttığı ve yumusama noktası değerini arttırarak bitümü sertleştirdiği ve literatürle [2,6,15,17] uyumlu sonuçlar elde edildiği görülmektedir. Şekil 3'deki yumuşama noktası deney sonuçlarına göre; %4 SBS modifiye bitümün diğer modifiye bitümler arasında en yüksek yumuşama noktası değerine sahip bitümlü bağlayıcı olduğu tespit edilmiştir. %4 oranında bitüme ilave edilen PP katkısının ve poliolefin karışımı katkılarının tümünün, %2 SBS katkılı bitümden daha yüksek yumuşama noktası değerine ve daha düsük penetrasyon değerine sahip oldukları görülürken. %4 SBS katkılı bitümden daha düsük vumusama noktası değerine sahip oldukları görülmüştür. 3:1 PP:PE modifiye bitümün, diğer poliolefin katkılı bitümlerden daha yüksek yumuşama noktası değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Şekil 4'deki penetrasyon değeri sonuçlarına göre, 4PP katkılı modifiye bitümün en düşük penetrasyon değerine sahip bitümlü bağlayıcı olduğu belirlenmiştir.

Sonuçlar incelendiğinde, %2 SBS katkılı modifiye bitümün, diğer modifiye bitümlerden daha düşük yumuşama noktası ve daha yüksek penetrasyon değerine sahip olması, katkının %2 oranında kullanılması sebebiyle, beklenen bir sonuçtur. Diğer taraftan, %4 SBS katkılı modifiye bitüm, aynı orandaki (%4) poliolefin katkılı modifiye bitümlerden daha yüksek yumuşama noktası değerine sahiptir. Bu sonucun elde edilmesinde, kullanılan katkıların farklı yapısal özelliklere sahip olmaları ve bitüm üzerinde de farklı oranlarda farklı etki göstermeleri [27, 28, 29] etkili olabilir. Polimerlerin molekül ağırlığı, zincir yapısı ve zincir uzunluğu, bitüm içerisindeki dağılımını, ağ oluşumunu ve modifiye bitümün özelliklerini etkilemektedir [10,11,20,27-29].



Şekil 3. Yumuşama noktası deney sonuçları

PE, etilen monomerinin polimerizasyonu sonucu elde edilen uzun zincirli hidrokarbon molekülüdür. PP, propilen monomerinin polimerizasyonu sonucu elde edilen, termoplastik lineer hidrokarbondur [2, 7].





Diğer taraftan, SBS, blok zincirlerden oluşan kopolimerdir. SBS kopolimeri mukavemetini ve esnekliğini üç boyutlu bir ağa fiziksel olarak çapraz bağlanmasından alır [2, 9, 10]. SBS kopolimerinin yapısındaki polistiren uç bloklar mukavemet kazandırırken, kauçuksu polibutadiyen orta bloklar ise elastikiyet sağlamaktadır. SBS bitüm ile karıştırıldığında, SBS kopolimerinin elastomerik fazı bitümdeki maltenleri emer ve hacmi başlangıçtaki hacminin yaklaşık dokuz katı artabilmektedir [9, 10]. Polimerlerin aromatikleri absorbe ederek şişmesi sonucu artan asfalten konsantrasyonu matrisin sertleşmesini sağlamaktadır. Polimerlerin yapısı ve şişme oranları polimer modifiye bitümün özelliklerini etkilemektedir [2, 10, 27, 29]. Katkı maddelerinin yapısal özelliklerindeki farklılıklar, modifiye bitüm özellikleri üzerinde de farklı etki göstermelerine sebep olabilir.

3.2 Bitümlü bağlayıcıların sıcaklık hassasiyetleri

Sıcaklık hassasiyetinin belirlenmesinde kullanılan PI değerleri incelendiğinde (Şekil 5), tüm polimer katkılarının saf bitümün PI değerini arttırarak sıcaklık hassasiyetini azalttığı belirlenmiştir. %4 SBS modifiye bitümün en yüksek PI değerine ve en az sıcaklık hassasiyetine sahip bitümlü bağlayıcı olduğu tespit edilmiştir (Şekil 5). Literatürde de benzer şekilde, SBS katkı maddesinin sıcaklık hassasiyetini azalttığı [2, 9] ve SBS katkı miktarı arttıkça PI değerinin artarak sıcaklık hassasiyetinin azaldığı görülmektedir [9].



Şekil 5. Bitümlü bağlayıcıların PI değerleri

Bu çalışmada, tüm poliolefin katkılı bitümlü bağlayıcıların %2 SBS katkılı bitümden daha az sıcaklık hassasiyetine sahip oldukları Şekil 5'den görülmektedir. %4 SBS modifiye bitümün ise en düşük sıcaklık duyarlılığına sahip bağlayıcı olduğu belirlenmiştir.

Buna ek olarak, 3:1 PP:PE modifiye bitümün diğer poliolefin katkılı bitümlerden ve %2 SBS katkılı bitümden daha az sıcaklık hassasiyetine sahip bağlayıcı olduğu belirlenmiştir. Bu sonucun elde edilmesinde 3:1 PP:PE katkısının yumuşama noktası değerinin diğer poliolefin katkılı bitümlerden daha yüksek olması etkili olmuştur.

4PP ve 1:3 PP:PE katkılarının ise saf bitümün sıcaklık hassasiyetini aynı oranda azalttıkları görülmüştür. Bu katkılar, saf bitümün yumuşama noktası ve penetrasyon değerleri üzerinde farklı oranlarda etki göstermelerine rağmen, PI değeri üzerinde aynı etkiyi göstermişlerdir. PI değerinin belirlenmesinde yumuşama noktası önemli oranda etkili olmakla birlikte, penetrasyon değerinin etkisiyle bu sonuç elde edilmiştir.

Bitümün davranışı, viskoelastik bir malzeme olması sebebiyle, sıcaklığa ve yükleme süresine bağlı olarak değişmektedir [1, 27, 29]. Bitümlü bağlayıcıların sıcaklık hassasiyetleri, sıcaklık değişimlerine karşı gösterdikleri direncin bir ölçüsüdür. PI değerinin artması, bağlayıcının sıcaklık hassasiyetinin azalmasının ve deformasyonlara karşı direncinin artmasının bir göstergesidir [1, 6, 27, 29].

Elastomerik ve plastomerik katkı maddelerinin bitümün sertliğini arttırdığı ve sıcaklık hassasiyetini azaltarak bazı özelliklerini olumlu yönde etkilediği bilinmektedir [2, 9, 10, 15, 29]. Bununla birlikte, polimer modifiye bitümün sıcaklık hassasiyetindeki azalma miktarı, kullanılan katkı maddelerinin yapısına ve katkı miktarına bağlı olarak, bitümlü bağlayıcının kıvamına ve modifiye bitümün özelliklerine bağlıdır. Poliolefin türü polimerlerin çoğu kristalleşme özelliği göstermektedir ve kristalleşme dereceleri yapısal özelliklerine göre değişmektedir [7, 8, 10]. SBS kopolimerinin yapısındaki kauçuksu polibutadiyen bloklar ise elastikiyet sağlamaktadır. Polimerlerin yapısı ve şişme oranları polimer modifiye bitümün özelliklerini etkilemektedir [10, 27, 29].

%4 SBS modifiye bitümün en yüksek yumuşama noktası değerine sahip olması (Şekil 3), PI değeri en yüksek ve sıcaklık hassasiyeti en az olan modifiye bitüm olmasını sağlamıştır (Şekil 5).

3.3 Bitümlü bağlayıcıların viskozite deney sonuçları

Bitümlü bağlayıcıların akmaya karşı direncinin göstergesi olan viskozite değerleri incelendiğinde, tüm katkıların, beklenildiği gibi, saf bitümün viskozitesini arttırdığı görülmektedir. Viskozite artış oranlarının polimer türlerine göre değişimi Şekil 6' da görülmektedir. Deney sonuçları incelendiğinde, tüm katkıların beklenildiği gibi ve literatürdeki çalışmalarla [2, 4, 9, 17] uyumlu olarak saf bitümün viskozitesini arttırdığı tespit edilmiştir. Çalışmada kullanılan tüm bitümlü bağlayıcıların viskozite değerlerinin 3 Pa s şartname kriterini aşmadığı ve işlenebilirlik açısından uygun oldukları belirlenmiştir. Şekil 7' de bitümlü bağlayıcıların 135°C' deki viskozite değerleri görülmektedir. Şekil 7' deki deney sonuçlarına göre, %4 SBS katkılı bitümün en yüksek viskozite değerine sahip bağlayıcı olduğu görülürken, tüm poliolefin katkılı bitümlerin %2 SBS katkılı bitümden daha yüksek viskozite değerine sahip oldukları tespit edilmiştir. Bu sonucun, yumuşama noktası deney sonuçları ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Poliolefin katkılı bitümlerden, 3:1 PP:PE ve 1:3 PP:PE katkılı bitümlerin viskozitelerinin birbirine oldukça yakın olduğu ve ayrıca %4PP ve %2 SBS katkılı bitümlerden daha yüksek viskozite değerlerine sahip oldukları belirlenmiştir.

Bu sonucun elde edilmesinde, katkı maddelerinin yapısal özelliklerindeki farklılıklar ve bitüm ile farklı etkileşimleri sonucu, farklı özelliklere sahip modifiye bitümler elde edilebilirliği etkili olabilir.

PE-YY polimeri kristalleşme eğilimi yüksek polimerdir [2, 7, 8, 27]. Bu tür polimerler bitümü sertleştirmekte, viskoziteyi arttırmakta ve bitümün yüksek sıcaklık performansını geliştirebilmektedir [2, 10, 27]. Şekil 7 incelendiğinde, poliolefin karışımlarının bitüm viskozitesi üzerinde PP nin tek başına kullanılmasından daha etkili olduğu görülmüştür. Polimerlerin molekül ağırlığı, zincir yapısı ve zincir uzunluğu, bitüm içerisindeki dağılımını, ağ oluşumunu ve modifiye bitümün özelliklerini etkilemektedir [10,11,20,27-29].



Şekil 6. Bitümlü bağlayıcıların viskozite değerleri

Yüksek yoğunluklu PE, lineer zincir yapısına sahip olup yüksek kiristalleşme özelliği göstermektedir. Düşük yoğunluklu PE ise, dallanmış yapıya sahiptir. Dallanma yapısı ve özellikleri, kristalleşme derecesini ve yoğunluğunu etkileyen özelliklerdendir [7, 8, 19]. Daha az moleküler ağırlığa sahip olan düşük yoğunluklu PE türünün, daha yüksek moleküler ağırlığa sahip diğer PE türleriyle karşılaştırıldığında, daha az faz ayrışması göstermesi sebebiyle, bitümle daha uyumlu olduğu belirlenmiştir [2, 4, 20].



Şekil 7. Bağlayıcıların 135°C deki viskozite değerleri

SBS kopolimeri ise, blok zincirlerden oluşan termoplastik elastomerdir. Bitüm ile karıştırıldığında, SBS kopolimerinin elastomerik fazı bitümdeki maltenleri emer ve hacmi başlangıçtaki hacminin yaklaşık dokuz katı artabilmektedir [9, 10, 29]. Polimerlerin aromatikleri absorbe ederek şişmesi sonucu artan asfalten konsantrasyonu matrisin sertleşmesini sağlamaktadır. Polimerler ile bitüm modifikasyonunda, polimerlerin yapısı ve şişme oranları polimer modifiye bitümün özelliklerini etkilemektedir [2, 10, 27, 29]. SBS katkı maddesinin elastomerik fazı olan butadiyenler, bitümdeki maltenleri absorbe ederek elastik bir ağ oluşumuna ve viskozitenin artmasına neden olabilmektedir [9, 10, 27]. Bu sebeple, bu çalışmada bitümün %4 SBS ile modifiye edilmesi sonucu en yüksek modifiye bitüm viskozite değeri elde edilebilir (Şekil7).

3.4 Bitümlü bağlayıcıların karıştırma-sıkıştırma sıcaklıkları

Bitümlü bağlayıcıların karıştırma-sıkıştırma sıcaklıkları Şekil 8'de görülen viskozite-sıcaklık grafiği ile Tablo 1'de görüldüğü şekilde belirlenmiştir. Çalışmada, elde edilen tüm bitümlerin karıştırma-sıkıştırma polimer modifiye sıcaklıklarının, beklenildiği gibi saf bitümün karıştırmasıkıstırma sıcaklıklarından yüksek daha olduğu belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde (Şekil 8), %4 SBS katkılı bitümün en yüksek karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarına sahip bağlayıcı olduğu ve elde edilen sonuçların yumusama noktası ve viskozite deney sonuçlarıyla uyumlu olduğu görülmektedir.

Poliolefin katkılı bitümlerden, 4PP ve 1:3 PP:PE katkılı bitümlerin karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarının birbirine oldukça yakın olduğu tespit edilmiştir. %2 SBS katkılı bitümün karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarının diğer tüm polimer katkılı bitümlerin karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarından daha düşük olduğu belirlenmiştir.

Bu çalışmada, farklı poliolefin polimerler farklı oranlarda bitüm içerisinde katkı maddesi olarak kullanılmış ve saf bitümün kıvamı, viskozitesi, sıcaklık hassasiyeti, karıştırma-sıkıştırma sıcaklıkları üzerine etkileri SBS modifiye bitümler ile karşılaştırılarak incelenmiştir. Literatürde, polimerlerin bitüm ile kimyasal etkileşimini sağlamak için çeşitli katkılar kullanılmaktadır [5, 6]. İleride yapılacak çalışmalarda, bitüm modifikasyonunda farklı oranlardaki farklı polimer karışımları ile birlikte çeşitli reaktif katkıların kullanılmasıyla daha etkili sonuçlar elde edilebileceği düşünülmektedir.



Şekil 8. Bağlayıcıların karıştırma-sıkıştırma sıcaklıkları

BİTÜMLÜ	VİSKO	DZİTE (cP)	KARIŞTIRMA SICAKLIK	SIKIŞTIRMA SICAKLIK ARALIĞI (°C)	
BAĞLAYICILAR	135°C	C 165°C	ARALIĞI (°C)		
0	388.80	111.2	150.5-156	139.25-144.50	
28	620	185	163-170	151-157	
48	832.50	261.30	175-182.40	160-166.5	
4PP	775	218.80	168.5-175	155.30-161.30	
3:1 PP:PE	792.5	207.50	166.5-173.5	154.5-160.5	
1:3 PP:PE	795	220	168.30-175.60	156.25-162	

Tablo 1. Bağlayıcıların karıştırma- sıkıştırma sıcaklık aralıkları

4 Sonuçlar

Bu çalışmada, saf bitüm farklı oranlardaki PP:PE karışımları ve %4 PP ile modifiye edilmiştir. Buna ek olarak, saf bitüm %2 SBS ve %4 SBS ile modifiye edilerek, elde edilen sonuçlar poliolefin modifiye bitümler ile karşılaştırılmıştır. Elde edilen deney sonuçlarına göre;

 %4 oranında bitüme ilave edilen PP ve poliolefin polimer karışımı katkılarının tümünün %2 SBS katkılı bitümden daha yüksek yumuşama noktası değerine ve daha düşük penetrasyon değerine sahip oldukları tespit edilmiştir.

• %4 SBS katkılı bitümün sıcaklık hassasiyeti en az olan bağlayıcı olduğu görülürken, poliolefin katkılı bitümlü bağlayıcıların %2 SBS katkılı bitümden daha az sıcaklık hassasiyetine sahip oldukları belirlenmiştir.

• 135°C'de, %4 SBS katkılı bitümün en yüksek viskozite değerine sahip bağlayıcı olduğu görülürken, tüm poliolefin katkılı bitümlerin %2 SBS katkılı bitümden daha yüksek viskozite değerine sahip olduğu sonucu elde edilmiştir.

• 135°C'de, 3:1 PP:PE ve 1:3 PP:PE katkılı bitümlerin 4PP katkılı bitümden ve %2 SBS katkılı bitümden daha yüksek viskozite değerine sahip oldukları tespit edilmiştir.

• Poliolefin katkılı bitümlerden, 4PP ve 1:3 PP:PE katkılı bitümlerin karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarının birbirine oldukça yakın olduğu belirlenmiştir. %2 SBS katkılı bitümün karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarının tüm poliolefin katkılı bitümlerin karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarından daha düşük olduğu sonucu elde edilmiştir.

Çalışma sonucunda, poliolefinlerin farklı oranlardaki karışımlarının bitüm içerisinde kullanılması halinde, tek başlarına kullanıldıklarından daha etkili olabileceği belirlenmiştir. Çalışmada kullanılan tüm katkı maddelerinin saf bitümü sertleştirdiği ve viskozitesini arttırdığı, bununla birlikte 135°C'deki viskozitelerinin 3 Pa s şartname kriterini aşmadıkları ve tüm modifiye bitümlerin işlenebilirlik açısından uygun oldukları tespit edilmiştir. Atık polimerlerin bitüm içerisinde katkı maddesi olarak kullanılmasıyla bitüm performansının geliştirilebileceği ve aynı zamanda yol yapım maliyetlerini azaltacağı ve çevreye olumlu etkisi olacağı düşünülmektedir.

Çıkar çatışması

Yazar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %5

Kaynaklar

- [1] D. Whiteoak, J. Read, Shell bitumen handbook. Fifth edition, London, 2003.
- [2] A. Behnood and M. M. Gharehveran, Morphology, rheology, and physical properties of polymer-modified asphalt binders. European Polymer Journal, 112, 766 -791,2019.https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2018.10. 049.
- [3] B. Furtana, E. Yalçın, B. V. Kök, and M. Yılmaz, Laboratory comparison of EVA based resin and SBS modified bituminous binder. Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 9 (1), 358 - 365, 2020. https://doi.org/10.28948/ngumuh.561615.
- [4] Y. Ma, H. Zhou, X. Jiang, P. Polaczyk, R. Xiao, M. Zhang and B. Huang, The utilization of waste plastics in asphalt pavements: A review. Cleaner Materials 2, 100031,2021.https://doi.org/10.1016/j.clema.2021.100 031.
- [5] T. Geçkil and C. B. İnce, Atık LDPE' nin asfaltın fiziksel ve işlenebilirlik özelliklerine etkisi. Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(4), 1103 -1114,2021. https://doi.org/ 10.17714/gumusfenbil.931151.
- [6] P. Ahmedzade, The investigation and comparison effects of SBS and SBS with new reactive terpolymer on the rheological properties of bitumen, Construction and Building Materials 38, 285–291, 2013. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.07.090.
- [7] D. Jubinville, E. Esmizadeh, S. Saikrishnan, C. Tzoganakis, T. Mekonnen, A comprehensive review of global production and recycling methods of polyolefin (PO) based products and their post-recycling applications. Sustainable Materials and Technologies, 25, e00188, 2020. https://doi.org/10.1016/j.susmat.2020.e00188.
- [8] R. O. Ebewele, Polymer Science and Technology. CRC Press LLC, New York, 2000.
- [9] G. D. Airey, Rheological properties of styrene butadiene styrene polymer modified road bitumens. Fuel, 82, 1709 -1719, 2003. https://doi.org/10.1016/S0016-2361(03)00146-7.
- [10] G. Polacco, S. Filippi, F. Merusi, G. Stastna, A review of the fundamentals of polymer-modified asphalts:

Asphalt/polymer interactions and principles of compatibility. Advances in Colloid and Interface Science, 224, 72-112, 2015. http://dx.doi.org/10.1016/j.cis.2015.07.010.

- [11] Q. Zhang, T. Wang, W. Fan, Y. Ying, Y. Wu, Evaluation of the properties of bitumen modified by SBS copolymers with different styrene–butadiene structure, Journal of Applied Polymer Science, 40398, 1-7, 2014, https://doi.org/10.1002/app.40398.
- [12] L.B. Canto, G.L. Mantovani, E.R. deAzevedo, T.J. Bonagamba, E. Hage and L.A. Pessan, Molecular characterization of styrene-butadiene-styrene block copolymers (SBS) by GPC, NMR, and FTIR. Polymer Bulletin,57,513–524,2006,
- https://doi.org/10.1007/s00289-006-0577-4. [13] KRATON™ D1192 A Polymer, Kraton data documan.
- KRATON M D1192 A Polymer, Kraton data documan. K0017 Europe 2/24/2022, https://kraton.com/products/ KRATON_D_SBS_SBS_OE.php. 07.02.2023.
- [14] J.G. Drobny, Handbook of Thermoplastic Elastomers. Second Edition, Elsevier, 2014.
- [15] P. Ahmedzade, A. Fainleib, T. Günay and O. Grigoryeva, Geri dönüştürülmüş atık polipropilenin bitümlü bağlayıcılarda kullanılması. İMO Teknik Dergi, 7497-7513, Yazı 456, 2016.
- [16] İ. Bektaş, E. Yalçın, Ö. E. Yamaç and M. Yılmaz, İki farklı düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) plastik atığın bitüm modifikasyonunda kullanımı. Fırat Üniversitesi Müh. Bil. Dergisi, 33(1), 339-346, 2021. https://doi.org/10.35234/fumbd.868039.
- [17] M. R. Kakar, P. Mikhailenko, Z. Piao, M. Bueno and L. Poulikakos, Analysis of waste polyethylene (PE) and its by-products in asphalt binder. Construction and Building Materials, 280, 122492, 2021. https://doi.org/ 10.1016/j.conbuildmat.2021.122492.
- [18] A. Eckstein, J. Suhm, C. Friedrich, R.D. Maier, J. Sassmannshausen, M. Bochmann and R. Mulhaupt, Determination of plateau moduli and entanglement molecular weights of isotactic, syndiotactic, and atactic polypropylenes synthesized with metallocene catalysts. Macromolecules, 31, 1335-1340, 1998. https://doi.org/10.1021/ma971270d
- [19] X.M. Zhang, S. Elkoun, A. Ajji, M.A. Huneault, Oriented structure and anisotropy properties of polymer blown films: HDPE, LLDPE and LDPE. Polymer 45, 217–229,2004.

https://doi.org/10.1016/j.polymer.2003.10.057.

- [20] S. Ho, R. Church, K. Klassen, B. Law, D. MacLeod, and L. Zanzotto, Study of recycled polyethylene materials as asphalt modifiers. Canadian Journal of Civil Engineering,33,968–981,2006. https://doi.org/10.1139/L06-044.
- [21] X. Zhao, M. U. Rahman, T. Dissanayaka, F. Gharagheizi, C. Lacerda, S. Senadheera, R. C. Hedden and G. F. Christopher, Rheological behavior of a low crystallinity polyolefin-modified asphalt binder for flexible pavements. Case Studies in Construction Materials 15, e00640, 2021. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00640.
- [22] İ. Gökalp, H.M. Çetin, Y. Özinal, H. Gündoğan, V.E. Uz, Polimer modifiye bitüm modifikasyonuna etki eden parametreler üzerine bir literatür araştırması, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi,8(2),954-964,2019. https://doi.org/ 10.28948/ngumuh.479148.
- [23] ASTM-D5, Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials, West Conshohocken, 2006.
- [24] ASTM-D36, Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus), West Conshohocken, 2006.
- [25] ASTM-D-4402. Standard Test Method for Viscosity Determination of Asphalt at Elevated Temperatures Using a Rotational Viscometer, 2002.
- [26] J. P. Zaniewski and M. E. Pumphrey, Evaluation of performance graded asphalt binder equipment and testing protocol, West Virginia, Technical Report, April 2004.
- [27] D. Lesueur, The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. Advances in Colloid and Interface Science145,42–82,2009. https://doi.org/10.1016/j.cis.2008.08.011.
- [28] A. Schaur, S.H. Unterberger, R. Lackner, Impact of molecular structure of PP on thermo-rheological properties of polymer-modified bitumen. Construction and Building Materials, 287, 122981, 2021. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122981.
- [29] T. McNally, Polymer Modified Bitumen, Properties and characterisation. Woodhead Publishing Limited, Canada, 2011.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 835-843 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Uçucu kül, cam tozu ve çimento esaslı hibrit geopolimer harçların mekanik özelliklerine yüksek sıcaklığın etkisi ve yaşam döngüsü analizi (YDA)

Effect of high temperature on mechanical properties of fly ash, glass powder, and cement-based hybrid geopolymer mortars and life cycle assessment (LCA)

Bilal Baran^{1,*}, Serhat Çelikten², İsmail İsa Atabey³

1.2.3 Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 50300, Nevşehir Türkiye

Öz

Bu çalışmada, havada kür edilen uçucu kül (UK) ve atık cam tozu (CT) esaslı geopolimer harçlar ile Portland çimentosu (PÇ) içeren geleneksel ve hibrit (UK+PÇ, CT+PÇ, UK+CT+PÇ) geopolimer harçların mekanik özelliklerine yüksek sıcaklığın etkisi araştırılmıştır. Harç numunelerine yüksek sıcaklık öncesi ve 400 °C, 600 °C ve 800 °C sonrası ayrı ayrı eğilme ve basınç deneyleri uygulanmıştır. Ayrıca üretilen harçlara Yaşam Döngüsü Analizi (YDA) uygulanarak karışımların Küresel Isınma Potansiyeli (KIP, eşdeğer CO₂ emisyonları) değerleri hesaplanmıştır. Geopolimer ve hibrit harç karışımlarında alkali aktivatör olarak sodyum silikat (SS) ve sodyum hidroksit (SH) kullanılmıştır. UK, CT ve PÇ'nin eşit miktarda kullanıldığı hibrit geopolimer karışımda, bu üç malzemenin bir arada kullanıldığı diğer hibrit geopolimer harçlara göre daha yüksek dayanımlar elde edilmiştir. Üç malzemenin de eşit miktarda kullanılması hem malzemelerin etkin kullanımı hem de performans açısından sinerjik bir etki görülmesini sağlamıştır. Hibrit geopolimer harçlarda 800 °C'de deney öncesine göre %280'e varan dayanım artışları tespit edilmiştir. %100 PÇ içeren kontrol karışımına göre CO2 emisyonlarında, sadece UK veya CT içeren geopolimer harçlarda % 47.7'ye, UK, CT ve PÇ'nin beraber kullanıldığı hibrit geopolimer harçlarda ise %31'e varan azalmalar kaydedilmiştir.

Anahtar kelimeler: Hibrit geopolimer, Yaşam Döngüsü Analizi (YDA), Yüksek sıcaklık, Cam tozu, Çimento

1 Giriş

Geleneksel Portland cimentosu (PC) üretiminde atmosfere CO₂ salınımı meydana gelir [1]. Bu sebeple, PC malzemesine alternatif daha düşük CO2 salınımına sahip cimento esaslı malzemelerin gelistirilmesi için çalışmalar yapılmaktadır. Bu alternatiflerden bazıları alkali ile aktive olan malzemeler, geopolimerler ve hibrit çimento esaslı malzemelerdir. Bu malzemeler çoğunlukla endüstriyel yan ürünler olan hammaddeler, atıklar ve ticari değeri olmayan malzemelerden meydana gelmektedir. Ayrıca, bu malzemelerin üretimleri için enerji gereksinimleri düşüktür; buna bağlı olarak karbon ayak izleri de düşüktür. [2]. Alkali aktif malzemelerin üretiminde harcanan enerji çimento

Abstract

In this study, the effect of high temperature on the mechanical properties of air-cured fly ash (FA) and waste glass powder (GP) based geopolymer mortars and conventional and hybrid (FA+GP, GP+PC, FA+GP+PC) geopolymer mortars containing Portland cement (PC) were investigated. Flexural and compressive tests were applied to the mortar samples separately before high temperature and after 400 °C, 600 °C, and 800 °C. In addition, the Global Warming Potential (GWP, equivalent CO₂ emissions) values were calculated by applying the Life Cycle Assessment (LCA). Sodium silicate (SS) and sodium hydroxide (SH) were used as alkali activators in geopolymer and hybrid mortar mixtures. In the hybrid geopolymer mixture, in which FA, GP, and PC were used in equal amounts, higher strengths were obtained than that of the other hybrid geopolymer mortars in which these three materials were used together. The use of equal amounts of all three materials provided a synergistic effect regarding both the effective use of materials and performance. Compressive strength increases of up to 280% were determined at 800 °C compared to before the test in hybrid geopolymer mortars. Compared to the control mixture containing 100% PC, reductions in CO2 emissions were obtained by up to 47.7% in geopolymer mortars containing only FA or GP, and up to 31% in hybrid geopolymer mortars in which FA, GP, and PC were used together.

Keywords: Hybrid geopolymer, Life Cycle Assessment (LCA), High temperature, Glass powder, Cement

üretiminde harcanan enerjiye kıyasla genellikle daha azdır [3]. Üretim süreçlerindeki çevresel avantajlara ek olarak, alkali ile aktive olan malzemeler, geopolimerler ve hibrit çimento esaslı malzemelerden oluşan ürünler mekanik performans, asit direnci, yüksek ısıya karşı direnç ve düşük ısı iletkenliği gibi üstün özellikleri nedeniyle hizmet ömründe ilave değerler sağlanabilir [4,5].

Yenilikçi bir yapı malzemesi olan geopolimer bağlayıcılar çeşitli alumino-silikat içerikli puzolanların alkali eriyiklerle aktivasyonu ile elde edilmektedir. Bu bağlayıcı malzemeler genellikle endüstriyel atıklardan elde edilirken; bu durum geopolimerleri çevresel etki bakımından çimentoya üstün kılmaktadır. Bununla birlikte, geopolimer

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / bilalbaran@nevsehir.edu.tr (B. Baran) Geliş / Recieved: 24.02.2023 Kabul / Accepted: 16.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1256043

bağlayıcı kullanılan karışımlarda ısıl kür gereksinimi bulunması, bu bağlayıcıları enerji tüketimi ve yapılarda yerinde üretilebilirlik açısından çimentoya göre dezavantajlı duruma getirmektedir.

Hibrit geopolimerler, çeşitli aktivatör kombinasyonları kullanılmasına rağmen özellikle ortam koşullarında istenilen mekanik özelliklerin elde edilemediği geopolimerlerin düşük oranlarda çimento içeriği ile ortam koşullarında üretilebilirliği düşüncesiyle ortaya çıkmıştır. Bu sayede geopolimerlerin ısıl kür ihtiyacı ortadan kalkabilir ve çok düşük çimento içeriği ile çevreci ve ekonomik bir bağlayıcı elde edilebilir. Son zamanlarda hibrit geopolimer üretimi ve bu bağlayıcıların özelliklerinin ortaya konması üzerine yapılmış çalışmalar olsa da bu konuda literatürde kısıtlı sayıda çalışma bulunmaktadır.

Uçucu kül (UK), termik santrallerdeki elektro filtreler tarafından tutulan çok ince taneciklerdir [6]. UK malzemesinin yaygın olarak kullanıldığı sektörlerden biri de çimento sanayisidir. UK çimento yerine katkı malzemesi olarak kullanılırken; UK kullanımı sonucunda ekonomi [7], permeabilite [8], alkali agrega gelişimi [9], kimyasal direnç [10], atık kullanımı [11, 12] ve rötre [13] gibi parametrelerde avantajlar sağlanabilmektedir.

Dünyada her yıl büyük miktarlarda atık cam ortaya çıkmaktadır. Birleşmiş Milletler, dünyada ortaya çıkan katı atıkların yıllık 200 milyon ton olduğunu, bu atıkların %7'sinin cam olduğunu tahmin etmektedir. Türkiye için ise bu miktarın 120000 ton olduğu, atıkların ancak 80000 tonunun geri dönüştürülebildiği belirtilmektedir [14]. Atık cam geri dönüstürülebilir olmakla birlikte; toplanan atık camın kaliteleri ve renkleri farklı olduğundan üretilecek olan yeni camda öngörülemeyen renk ve özelliklere sebep olmaktadır [15, 16]. Atık camlar geri dönüştürülemez ise depolama alanlarında bekletildiğinden; silis bakımından zengin atık camlardaki renk farkının önemli bir faktör olmadığı inşaat vb. alanlarda atık camların agrega [17], dolgu malzemesi [18], alkali ile aktifleştirilmiş bağlayıcı üretimi [16, 19] ve katkı malzemesi olarak [20] kullanılabileceği göz önünde bulundurulmalıdır.

Literatür incelendiğinde UK ve CT ile üretilen geopolimer ve hibrit bağlayıcılar ile ilgili yapılmış bazı çalışmalar özetlenmiştir. Jiang vd. [21], farklı koşullarda kürlenen CT ve öğütülmüş yüksek fırın cürufu esaslı numunelerin boyutunun fiziksel özellikleri ve mikro özellikleri üzerindeki etkilerini incelemiştir. Çalışma sonucunda numune boyutu etkisinin geopolimerlerde önemli olduğunu ve numune boyutunun artmasıyla basınç dayanımının azaldığı belirtilmistir. Mikroyapı incelemesinde daha küçük boyutlu geopolimer vüksek numunelerinde daha reaksivon derecesi gözlemlenmiştir. Yüksek kür sıcaklığı ve yüksek bağıl nemde daha iyi mekanik performans elde edilmiştir.

Schwarz vd. [22], CT, UK ve PÇ içeren beton karışımları üzerinde yaptıkları çalışmalarında, CT ve UK ile modifiye edilmiş çimento esaslı betonların dayanım ve dayanıklılık özelliklerini araştırmıştır. Dayanım için çimento ile %10 CT ikamesinin etkin olduğu belirtilirken, genleşme azaltmada %20'ye kadar UK-CT karışımının etkili olduğu ifade edilmiştir.

Duan vd. [23], çalışmalarında içme suyu arıtma çamuru ve öğütülmüş granüle yüksek fırın cürufu atık malzemelerini kullanarak çevre dostu bir alkali aktif malzeme geliştirmiştir. Tasarladıkları karışımlarda kum/bağlayıcı oranı 2.75'tir. Her karışım için ağırlıkça farklı sodyum silikat (SS)/sodyum hidroksit (SH) oranlarına sahip üç grup aktivatör değerlendirilmiştir. Bir grup numune plaştik örtü ile kaplanmıs ve 60 °C sıcaklıkta 24 saat kürlenirken: diğer grup numuneler 28 gün süreyle 23 °C kür odasında kürlenmiştir. Deneyler sonucunda en yüksek basınç dayanımını (67 MPa), 40/60 arıtma çamuru/fırın cürufu ve 1.5 SS/SH içeren alkali aktif malzeme ile yapılan harç numunelerinde tespit edilmiştir. %40 arıtma çamuru içeriğinin numunelerin gözenek yapısını iyileştirebileceğini ve geopolimerizasyonu destekleyebileceğini belirtilmiştir. %60'tan fazla arıtma çamuruna sahip numunelerde ise aşırı alüminanın eksik reaksiyona ve gözenekli jel yapısına yol açtığını tespit edilmiştir.

Sun vd. [24], alkali ile aktive edilmiş hibrit beton üretmek için yüksek firin cürufunun uçucu kül ile değiştirilmesi durumunda karışımların reaksiyonu, taze ve sertleşmiş özelliklerini araştırmışlardır. SH ve SS'i beraber kullanarak hibrit bir aktivatör elde etmişlerdir. 2 farklı alkali aktif malzeme betonu üretmişlerdir. Numunelerdeki uçucu kül oranları %10-40 arasında değiştirilmiştir. Betonda uçucu kül içeriği artırıldığında reaksiyon kinetiği üzerinde geciktirme etkisi olduğu; düşük silikat modülüne (0.25) sahip karışımlarda ise basınç mukavemetinde azalma olduğu tespit edilmiştir.

Huang vd. [25], mukavemet değerlerini artırmak için az miktarda sodyum veya potasyum sitratın eklendiği sodyum veya potasyum karbonat tarafından aktive edilen hibrit alkali çimentonun mukavemet gelişimini araştırmıştır. Hibrit karışımlarında kütlece %72 uçucu kül, %20 çimento ve %8 cüruf kullanılmıştır. Hibrit alkali karışımda sodyum karbonat veya potasyum karbonat miktarı toplam bağlayıcının %4,75'ine sabitlenmiştir. Mukavemete etkisini kontrol etmek amacıyla katkı maddesi olarak %1 SS, sodyum sitrat veya potasyum sitrat kullanılmıştır. Karısıma %1 sodyum veya potasyum sitrat eklendiğinde 28 günlük basınç dayanımının, 38,5 MPa'dan 72,4 MPa'ya yükseltilebileceği tespit edilmiştir. Buna ek olarak, sodyum veya potasyum sitrat kullanımının daha yoğun C-S-H yapısının oluşmasına katkı sağladığı belirtilmiştir. Hibrit alkali çimento esaslı karışımlar, sadece PÇ kullanılan karışımlar ile karşılaştırıldığında emisyonların %73, maliyetlerin ise %28'e kadar azaltılabileceği belirtilmiştir.

Onaizi vd. [26], çalışmalarında CT, UK ve PÇ içeren beton karışımı geliştirmiştir. Su/çimento (s/ç) oranı 0,50 ve 0,45 olacak şekilde iki grup oluşturulmuştur. Deneyler sonucunda CT malzemesinin betonun işlenebilirliğini azalttığı tespit edilmiştir. %5 CT içeren betonların basınç dayanımları, kontrol beton numunesine göre daha yüksek elde edilmiştir.

Lan vd. [27], çalışmalarında alüminosilikat tamamlayıcı çimento esaslı malzemeler olarak UK, metakaolin ve silis dumanı kullanmış ve alkali ile aktive edilmiş geopolimer hibrit bağlayıcı sentezi için UK ile karıştırmıştır. Bu karışımın mineral bileşimi ve yüzey morfolojisinin yanı sıra basınç dayanımını artıran mekanizmalar incelenmiştir. Alkali aktivatör olarak SS ve SH kullanılmıştır. Kalıplar 50 °C ve >%90 nemde 24 saat bekletilmiştir. Yaptıkları çeşitli deneyler sonucunda karışımın katı atık külündeki ağır metalleri hareketsiz hale getirdiği ve basınç dayanımının artmasına katkıda bulunduğu belirtilmiştir. Katı atık külü, UK ve metakaolin içeren karışımlarda basınç dayanımı 9.06 MPa değerine kadar ulaşmıştır. 70:30 kütle oranında katı atık külü ve silis dumanının 1,6 M alkali aktivatör modülü ile karıştırılmasıyla sentezlenen karışımın basınç dayanımının, 11.2 MPa değerine ulaştığı tespit edilmiştir.

Tho-In vd. [28], çimentosuz CT ve UK içeren geopolimer harçların basınç dayanımlarını ve mikro yapılarını incelemiştir. Alkali aktivatör olarak sodyum hidroksit ve sodyum silikat kullanılmıştır. Numuneler 60±2 °C'de 48 saat kür edilmiştir. CT malzemesinin, 34-48 MPa'lık 7 günlük basınç dayanımlarına sahip geopolimer harçlar üretmek için UK yerine kullanılabileceği tespit edilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu ve cıva intrüzyon porozimetrisi ile karakterize edilen yoğun mikro yapının, basınç mukavemeti ile ilişkili olduğu; UK malzemesini %10-20 oranlarında CT ile değiştirmenin optimum sonuçları verdiği belirtilmiştir.

Soares vd. [29], ultra yüksek performanslı çimento esaslı kompozitlerde %10, %20, %30 ve %50 CT ile PÇ ikamesinin mekanik özellikler üzerindeki etkisini değerlendirmiştir. Karışımlarda kütlece sabit silis dumanı kullanılmıştır. Numuneler kirece doygun suda kür edilmiştir. Çalışma sonucunda, Portland çimentosunun %50'sine kadar ikame olarak cam tozu kullanımının 28 günlük mekanik parametreleri önemli ölçüde etkilemediği tespit edilmiştir.

Atabey ve Ay [30], atık cam tozu kullanarak ürettikleri geopolimer harçların fiziksel ve mekanik özelliklerine kalsiyum alüminat çimentosunun farklı kür koşullarında etkisini araştırmıştır. Atık cam tozu ve farklı oranlarda kalsiyum alüminat çimentosu içeren geopolimer harçlar üretmişlerdir. Ürettikleri geopolimer harçları etüv ve hava + etüv olmak üzere 2 farklı yöntem ile kürlemişlerdir. Numuneler üzerinde yayılma tablası, su emme-boşluk oranı, eğilme ve basınç dayanımı deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneyler sonucunda, en yüksek basınç dayanımları, hava+etüv küründe %5 kalsiyum alüminat çimentosu ile üretilen harçlardan elde edilmiştir.

Turgut [31], karışımlarında UK, kireç ve CT kullanmıştır. Üç malzemeyi farklı oranlarda kullanarak, ısıl kür ile 180 adet numune üretmiştir. Numunelerin yoğunluk, su emme, basınç dayanımı, yarmada-çekme dayanımı ve kılcal su emme deneylerini yapmıştır. Deneyler sonucunda, 72 saatlik ısıl kür sonunda, CT ve kireç içeren numunelerin kılcal su emme değerlerinde azalma, basınç dayanımı ve yarmada-çekme dayanımında ise artış tespit etmiştir.

Bu çalışmada, havada (20±5 °C, %65 nem) kür edilen UK ve CT esaslı geopolimer, CEM I 42.5R çimento esaslı geleneksel harçlar ve hibrit (UK+PÇ, CT+PÇ, UK+CT+PÇ) geopolimer harçların mekanik özelliklerine yüksek sıcaklığın etkisi araştırılmıştır. Çalışma kapsamında üretilen çimento esaslı ve geopolimer karışımlara 400 °C, 600 °C ve 800 °C yüksek sıcaklık deneyleri, eğilme ve basınç deneyleri uygulanmıştır. Ayrıca üretilen karışımlar için Yaşam Döngüsü Analizi (YDA) yapılarak karışımların Küresel Isınma Potansiyeli (KIP, eşdeğer CO₂ emisyonları) değerleri hesaplanmıştır. Hesaplanan KIP değerlerine göre çimento esaslı, geopolimer ve hibrit geopolimer harçların çevresel etkileri değerlendirilmiş ve karşılaştırılmıştır.

2 Materyal ve metot

Çalışmada bağlayıcı malzeme olarak CT, UK ve PÇ kullanılmıştır. CT, UK ve PÇ malzemelerinin kimyasal özellikleri Tablo 1'de verilmiştir. CT, geri dönüşüm camın mikronize boyutta öğütülmesi ile elde edilmiştir. F sınıfı UK Sugözü Termik Santrali'nden (Adana, Türkiye) temin edilmiştir. Kullanılan UK malzemesinin 45 µm elek üzerindeki kalıntısı %21 ve özgül ağırlığı 2.30 g/cm³'dür. Hibrit harç karışımlarında CEM I 42.5R Portland çimentosu kullanılmıştır. Alkali aktivatör olarak Sodyum silikat (SS) ve Sodyum hidroksit (SH) kullanılmıştır.

Deneysel çalışmada 1 adet PÇ ile üretilen kontrol grubu harç (K1), 2 adet sadece UK veya CT ile üretilen geopolimer harç (K2, K3) ve 5 adet de PÇ, UK ve CT malzemelerinin ikili veya üçlü karışımları ile üretilen hibrit geopolimer harç (K4-K5-K6-K7-K8) karısımları oluşturulmuştur. Oluşturulan karışımlar Tablo 2'de sunulmuştur. Karışımlarda kullanılan dere kumunun su emme oranı %1.96, özgül ağırlığı 2.69 g/cm3'dür. Dere kumunun tane dağılımı Tablo 3'te verilmiştir. Her karışımdan 6 adet 3 gözlü 4x4x16 cm prizma kalıp olmak üzere toplam 144 adet numune üretilmistir. Geleneksel harçlar standart koşullarda (sıcaklığı 21±1 °C olan kür havuzunda) diğer harçlar ise havada (20±5 °C, %65 nem) kür edilmiştir. Havada kür edilen harçlar üzerinde TS EN 196-1 [32] standardına göre 7, 28 ve 56 günlük eğilme ve basınç dayanımı deneyleri yapılmıştır. Yüksek sıcaklık deneylerinde fırın hedef sıcaklığa ulaşıncaya kadar 5 °C/dk hızla ısıtılmıştır. Numuneler hedef sıcaklıkta 1 saat bekletilmiş olup, daha sonra yavaşca soğumaya bırakılmıştır.

Tablo 1. Atık cam tozu, uçucu kül ve çimentonun kimyasal kompozisyonu

			,		•	-	•			
Oksit (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	К. К.	Yoğ. (g/cm³)
СТ	62.40	0.89	0.42	7.31	3.71	-	11.07	-	14.20	2.57
UK	61.40	21.68	7.82	1.85	1.83	0.72	1.19	0.29	3.22	2.30
PÇ	17.02	3.94	4.82	61.98	2.99	3.87	0.62	0.92	3.84	3.11

Yüksek sıcaklık deneyleri 400 °C, 600 °C ve 800 °C sıcaklık değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Yüksek sıcaklık deneyleri sonucunda ağırlık kayıpları ölçülmüş olup, eğilme ve basınç dayanımı deneyleri yapılmıştır. Ayrıca üretilen karışımlar için Yaşam Döngüsü Analizi (YDA) yapılarak karışımların Küresel Isınma Potansiyeli (KIP, eşdeğer CO₂ emisyonları) değerleri hesaplanmıştır. Atık malzemeler kullanılarak üretilen karışımların çevreye olan etkilerini incelemek için Küresel Isınma Potansiyeli (KIP, eşdeğer CO₂ emisyonları) yöntemi kullanılmıştır. Denklem 1, Toplam KIP değerini tahmin etmek için kullanılmaktadır [33]. Denklem 1'de, KIP (kg CO_2/m^3), küresel ısınma potansiyelini temsil etmektedir. L_k (km) malzemenin taşınma mesafesidir, e_k ve e_{ulaşım}, belirli bir hammadde taşıma türü için emisyon katsayılarıdır.

$$\operatorname{KIP}_{k} = \sum k \ddot{u} t le_{k} \left[e_{k} + (L_{k} \cdot e_{ulasim}) \right]$$

$$k = \operatorname{Atik \ cam, \ Cam \ tozu, \ Portland \ Gimentosu, \ Ucucu \ K \ddot{u}l, \ Su, \ NaOH,$$

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Eğilme dayanımı

Tüm harç numunelerinin 7, 28 ve 56 günlük eğilme dayanımları Şekil 1(a)'da verilmiştir. Kontrol grubu K1 harcının 7, 28 ve 56 günlük eğilme dayanımları sırasıyla 6.97, 7.60, 8.32 MPa elde edilmiştir. Sadece UK içeren K2 numunelerinde 28 günlük eğilme dayanımı 1.19 MPa elde edilirken; sadece CT içeren K3 numunesinde 0.99 MPa olarak tespit edilmiştir. K2 ve K3 numunelerinde havada kür ile yeterli eğilme dayanımı elde edilememiştir. Hibrit geopolimer K4, K5, K6, K7 ve K8 numunelerinde havada kür sonucunda 28 günlük eğilme dayanımları sırasıyla 4.40, 3.60, 2.92, 3.18 ve 3.35 MPa olarak tespit edilmiştir. Aynı miktarda PÇ içeren K4, K5 karışımlarının 28 günlük eğilme dayanımları incelendiğinde, UK içeren K4 karışımı, CT içeren K5 karışımına göre %22 daha yüksek eğilme dayanımı kazanmıştır. K6, K7 karışımlarının 28 günlük eğilme dayanımları incelendiğinde ise UK:CT oranı 1:4 olan K7 karısımında, UK:CT oranı 4:1 olan K6 karısımına göre %9 daha yüksek eğilme dayanımı elde edilmiştir. UK, CT ve PÇ'nin eşit miktarda kullanıldığı K8 harcının 28 günlük eğilme dayanımları değerlendirildiğinde, bu üç malzemenin bir arada kullanıldığı diğer hibrit geopolimer harçlara göre daha yüksek eğilme dayanımları elde edilirken; K8 numunesinin eğilme dayanımı, K6 ve K7 numunelerinin dayanımlarına göre sırasıyla %14.7 ve %5.3 daha yüksektir.

Tüm harç numunelerinin 400 °C, 600 °C, 800 °C yüksek sıcaklık altındaki eğilme dayanımları Şekil 1(b)'de verilmiştir. Yüksek sıcaklık deneyi sonuçları değerlendirildiğinde, 28 günlük eğilme dayanımına göre; çimentonun geleneksel davranışa uygun olarak kontrol grubu K1 harcında 400 °C'de %27, 600 °C'de %71 ve 800 °C'de %91 eğilme dayanımı kaybı tespit edilmiştir. Sadece UK içeren K2 karışımında 400 °C'de %80, 800 °C'de %42 dayanım artışı elde edilirken; 600 °C'de %32 düşüş tespit edilmiştir. Sadece CT içeren K3 karışımında deney öncesine göre 400 °C'de %45, 600 °C'de %23 ve 800 °C'de %231 dayanım artışı görülmüştür. K4 harcında 400 °C, 600 °C ve

800 °C'de sırasıyla %61, %79 ve %81 dayanım düşüşü tespit edilmiştir. K5 harcında da 400 °C ve 600 °C'de benzer davranış gözlenirken; 800 °C'de %66 dayanım düşüşü meydana gelmiştir. UK:CT oranı 4:1 olan K6 karışımında deney öncesine göre 400 °C ve 600 °C'de sırasıyla %56, %80 dayanım düşüşü görülürken; 800 °C'de %30 mertebesinde daha sınırlı bir dayanım düşüşü meydana gelmiştir. UK:CT oranı 1:4 olan K7 karışımında ise 400 °C ve 600 °C'de sırasıyla %56, %73 dayanım düşüşü görülürken; 800 °C'de %45 eğilme dayanımı artışı gerçekleşmiştir. UK, CT ve PÇ'nin eşit miktarda kullanıldığı K8 harcında, 400 °C, 600 °C ve 800 °C'de deney öncesine göre sırasıyla %76, %72 ve %62 dayanım düşüşü gözlenmiştir.

Tablo 2. Hibrit harç karışımları, gr

Karışım	UK	СТ	PÇ	Na ₂ SiO ₃	NaOH	Su	Kum
K1	0	0	450	0	0	202.5	1300
K2	450	0	0	120	60	130	1300
К3	0	450	0	120	60	130	1300
K4	300	0	150	120	60	130	1300
К5	0	300	150	120	60	130	1300
K6	300	75	75	120	60	130	1300
K7	75	300	75	120	60	130	1300
K8	150	150	150	120	60	130	1300

Fablo 3.	Dere	kumuna	ait tane	dağılımı
----------	------	--------	----------	----------

Geçen, %
99.3
64.9
40.3
21.4
10.0
3.4
1.1

3.2 Basınç dayanımı

Tüm harç numunelerinin 7, 28 ve 56 günlük basınç dayanımları Şekil 2(a)'da verilmiştir. Kontrol grubu K1 harcında su havuzu kürü sonucunda 7, 28 ve 56 günlük basınç dayanımları sırasıyla 39.05, 48.20, 49.05 MPa elde edilmiştir. Sadece UK içeren K2 numunelerinde 7, 28 ve 56 günlük basınç dayanımları sırasıyla 6.38, 11.40 ve 16.10 MPa elde edilirken; sadece CT içeren K3 numunelerinde sırasıyla 4.30, 5.58 ve 9.38 MPa olarak tespit edilmiştir. Hibrit karışım olmayan bu numunelerin havada kür ile yeterince dayanım kazanmadıkları görülmüştür. Hibrit geopolimer K4, K5, K6, K7 ve K8 numunelerinde havada kür sonucunda 28 günlük basınç dayanımları sırasıyla 31.98, 14.65, 21.02, 13.80 ve 24.45 MPa olarak tespit edilmiştir. Aynı miktarda PC içeren K4, K5 karışımlarının 28 günlük basınc dayanımları incelendiğinde, UK içeren K4 karısımı, CT içeren K5 karışımına göre %118 daha yüksek dayanım kazanmıştır. K6, K7 karışımlarının 28 günlük basınç dayanımları incelendiğinde ise UK:CT oranı 4:1 olan K6 karışımında, UK:CT oranı 1:4 olan K7 karışımına göre %52



Şekil 1. (a) Harçların havada kür sonrası 7, 28 ve 56 günlük eğilme dayanımları ve (b) yüksek sıcaklık (400 °C, 600 °C, 800 °C) deneyi sonrası eğilme dayanımları

daha yüksek dayanım elde edilmiştir. K4 (2:1, UK:PC) karışımında K5 (2:1, CT:PÇ) karışımından, K6 (4:1:1, UK:CT:PÇ) karışımında ise K7 (4:1:1, CT:UK:PÇ) karışımından daha yüksek basınç dayanımı elde edilmesi, uçucu külün cam tozuna göre kullanılan aktivatör içeriği ile daha reaktif olduğunu ve çimento ile ikili karışım durumunda daha iyi etkileşim göstermiştir. UK, CT ve PC'nin eşit miktarda kullanıldığı K8 harcında, bu üç malzemenin bir arada kullanıldığı diğer hibrit geopolimer harçlara göre daha yüksek dayanımlar elde edilmiştir. 28 günlük basınç dayanımları değerlendirildiğinde K8 numunesinin basınç dayanımı, K6 ve K7 numunelerinin dayanımlarına göre sırasıyla %16 ve %66 daha yüksektir. K8 karışımı, üç malzemeden de eşit miktarda içerdiğinden hem malzemelerin etkin kullanımı hem de performans açısından sinerjik bir etki görülmesini sağlamıştır. Literatürde Schwarz vd. [22], bu çalışma kapsamındaki K3 ve K4 karışımına benzer olarak, CT ve UK'yı ayrı ayrı kullanmış ve suda kür ile 40 MPa basınç dayanımı elde etmişlerdir. Onaizi vd. [26], suda kürlenen 10:1 UK-CT içeren karışımında yaklaşık 45 MPa, 10:2 UK-CT içeren karışımında yaklaşık 35 MPa basınç dayanımı elde etmiştir. Tho-In vd. [28], UK ve CT'yi beraber kullandığı karışımlarında ısıl kür ile 33-47 MPa aralığında basınç dayanımları elde etmişlerdir. Literatürde hibrit geopolimer harçlarla ilgili çalışmalarda havada kür işlemine rastlanmamıştır.

Tüm harç numunelerinin 400 °C, 600 °C, 800 °C yüksek sıcaklık altındaki basınç dayanımları Şekil 2(b)'de verilmiştir.



Şekil 2. (a) Harçların havada kür sonrası 7, 28 ve 56 günlük basınç dayanımları ve (b) yüksek sıcaklık (400 °C, 600 °C, 800 °C) deneyi sonrası basınç dayanımları
Yüksek sıcaklık deneyi sonuçları değerlendirildiğinde, 28 günlük basınç dayanımına göre; kontrol grubu K1 harcında 400 °C'de %18, 600 °C'de %32 ve 800 °C'de %61 dayanım kaybı tespit edilmiştir. Bu davranış çimentonun geleneksel davranışa uygundur. 400 °C'de Ca(OH)₂ cözünmüs 570 °C civarında silis esaslı kum genlesmis ve bu sıcaklığın üzerinde de CSH jelleri bozunması belirgin olmaya başlamıştır [34]. Sadece UK içeren K2 karışımında 400 °C'de %45, 600 °C 'de %28 ve 800 °C'de deney öncesine göre %79 dayanım artışı elde edilirken; sadece CT içeren K3 karışımında 400 °C'de %247, 600 °C'de %226 ve 800 °C'de %129 dayanım artışı görülmüştür. Bu karışımlar sadece CT ve UK ile üretildiklerinden yüksek sıcaklık bu karışımlarda ısıl kür etkisi yapmış ve 400 °C'de dayanımları % 247'ye varan oranlarda artmıştır. Ancak daha yüksek sıcaklıklarda mikro çatlak oluşumu ve özellikle cam tozlu numunede serbest NaOH'ın genleşmesinden kaynaklı dayanım kayıpları gözlenmiştir. Geopolimerik reaksiyonlar için gerekli ısıl kür olmadığından NaOH ortamda serbest kalmıştır. K4 karışımı da dayanım düşüşünde kontrol grubu ile benzer davranış göstermiştir. K5 harcında ise dayanım düşüşleri daha sınırlı kalırken; 400 °C, 600 °C ve 800 °C'de deney öncesine göre sırasıyla %1, %22 ve %14 dayanım düşüşü tespit edilmiştir. K4 ve K5 karışımlarında, CaO içeriğinin yüksekliği sıcaklığa karşı direnci düşürdüğünden 1/3 oranında çimento içeriği, sıcaklıkla beraber dayanım kaybında etkin olabilmektedir [34]. UK:CT oranı 4:1 olan K6 karışımında 400 °C ve 800 °C'de deney öncesine göre sırasıyla %24 ve %77 dayanım artısı görülürken; 600 °C'de %23 dayanım düşüşü tespit edilmiştir. UK:CT oranı 1:4 olan K7 karışımında ise tüm sıcaklık değerlerinde artış görülmüştür. K7 harcında 400 °C, 600 °C ve 800 °C'de deney öncesine göre sırasıyla %19, %17 ve %280 dayanım artışı elde edilmiştir. K6 ve K7 numunelerinde 400 °C'de ısıl kürlenme nedeniyle dayanım artışı görülürken; 600 °C' de sıcaklık etkisi fazla olduğundan dayanım artışı azalmış ve malzemedeki aşırı su kaybı mikro çatlak oluşumuna yol açmıştır. 800 °C'de ise muhtemelen malzeme içerisinde yeni kristal faz oluşumları meydana gelmiş ve bu fazlar yüksek

400 °C 12.02 600 °C 12 52 800 °C 8.11 9.20 9.37 10 Ağırlık Kaybı, % 8.56 8 5.98 4 2 0 K2 K3 K4 K5 K7 K8 K1 K6 (a)

sıcaklıktan deney öncesi içeriğe göre daha az etkilenmiştir. Deney sonuçlarına uygun olarak, literatürde başka ham maddeler ile üretilmiş geoplimerlerdeki yüksek sıcaklık etkisinde nefelin ve zeolit faz oluşumları bulunmaktadır [35-37]. UK, CT ve PÇ'nin eşit miktarda kullanıldığı K8 harcında, 400 °C, 600 °C ve 800 °C'de deney öncesine göre sırasıvla %35, %46 ve %21 davanım düsüsü gözlenmistir. K8 harcındaki CT ve UK'nın 400 °C'de ısıl kür etkisi ile dayanım artışı 1/3 çimento içeriği sebebiyle kısıtlanmıştır. Bu nedenle 400 °C ve 600 °C'de dayanım düşmüş, 800 °C'de ise K6 ve K7 karışımlarında olduğu gibi muhtemel yeni oluşumlarından dolayı dayanım artışı kristal faz görülmüştür. Yüksek sıcaklıklarda dayanım sonuçlarındaki artışın, geo-polimerizasyondaki artıştan ve bağlayıcı matriste daha fazla uçucu külün aktivasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir. Önceki çalışmalarda, artan sıcaklıkla uçucu kül bazlı geopolimerlerin dayanım sonuçlarındaki artış, reaksiyona girmemiş uçucu kül parçacıklarının sinterleme reaksiyonlarına bağlanmıştır [38, 39, 40].

3.3 Ağırlık kayıpları

Tüm harç numunelerinin 400 °C, 600 °C ve 800 °C yüksek sıcaklık deneyi sonrası ağırlık kaybı yüzdeleri Şekil 3(a)'da verilmiştir. Kontrol grubu K1 numunelerindeki ağırlık kayıpları yüzde olarak K2-K8 numunelerine göre daha yüksektir. En düşük ağırlık kaybı yüzdeleri, sadece UK içeren K2 ve sadece CT içeren K3 harçlarında elde edilmiştir. Hibrit geopolimer harçlardan K4, K6 ve K7'de benzer yüzdelerde ağırlık kaybı oluşurken; K5 ve K8 harçlarında %1-2 daha yüksek ağırlık kayıpları görülmüştür. Düşük Ca içerikli geopolimerlerde görülen N-A-S-(H) jel yapılarında su zayıf bağlı ve ikincil bir bileşik olarak tarif edilmektedir [41]. Bu nedenle düşük Ca içerikli geopolimerlerde kimyasal bağlı su miktarının az olması bu bağlayıcılarda yüksek sıcaklık etkisinde daha az su kaybının görülmesine yol açmaktadır.



Şekil 3. (a) Harçların yüksek sıcaklık (400 °C, 600 °C, 800 °C) deneyi sonrası ağırlık kayıpları ve (b) Harçların Küresel Isınma Potansiyeli (kg CO₂/m³)

3.4 Karışımların yaşam döngüsü analizi

Çevresel etkiler göz önünde bulundurulduğunda performansın yanı sıra, atık malzemelerin daha fazla kullanılmasının sürdürülebilirlik açısından son derece olumlu etkileri bulunmaktadır. Atık malzemeler kullanılarak üretilen karışımların çevreye olan etkilerini incelemek için Küresel Isınma Potansiyeli (KIP, esdeğer CO₂ emisyonları) yöntemi kullanılmıştır. Yasam döngüsü hesaplarını gerçekleştirebilmek için gerekli olan harç bileşenlerinin CO₂ emisvonları Tablo 4'te verilmistir. Hesaplarda hammaddelerin üretimi, atık camın öğütülmesi işlemi ve ulaşım dikkate alınmıştır. CT, KIP değeri sıfır veya ihmal edilebilir olarak bilinen bir atıktır [42]. Bu sebeple yalnızca atık camın kırma ve öğütme işlemi enerji harcamaktadır.

Bu çalışmada üretilen harçların hesaplanan CO2 emisyonları Şekil 3(b)'de verilmiştir. Şekil 3(b) incelendiğinde, karışımların KIP değerleri 547.43 ile 285.82 kg CO₂/m³ arasında değişmektedir. %100 çimento esaslı K1 harcının KIP'si 547.43 kg CO₂/m³ olup, %100 UK içeren K2 ve %100 CT içeren K3 numunelerinin KIP'leri, K1 numunesinin KIP'sine göre sırasıyla %44.5 ve %47.7 daha düşüktür. Tüm harç grupları arasında en düşük KIP'ye sahip harç grubu K3'tür. Hibrit geopolimer harçlardan PÇ ve UK içeren K4 karışımı kontrol grubuna göre %15, CT ve PÇ içeren K5 karışımı ise %17 daha az emisyon değerlerine sahiptir. UK, CT ve PC'den oluşan K6 ve K7 numuneleri kontrol grubuna göre %31 daha az CO₂ emisyonuna sahiptir. Hibrit geopolimer harclar arasında en az CO₂ emisyonuna sahip karışım K7'dir. Üç malzemenin eşit miktarda kullanıldığı K8 karışımında ise kontrol grubuna göre %16 daha az CO2 emisyonu elde edilmiştir. PÇ yerine atık malzemelerin kullanımı KIP değerlerini düşürmektedir.

Malzeme	KIP (kg CO ₂ /ton)	L_{k} (km)
Atık cam	0	200
Cam tozu	54	0
Portland Çimentosu	896.6	180
Uçucu Kül	27	650
Su	0.318	0
NaOH	1200	500
Na_2SiO_3	780	500
Kum	2.46	20
Ulaşım (t.km)	0.128	

Not: L_k değerleri belirlenen konuma göre gidiş-dönüş olarak hesaplanmıştır.

4 Sonuçlar

Uçucu kül (UK), cam tozu (CT) ve Portland çimento (PÇ) içeren hibrit harç karışımları ile ilgili deneysel çalışmalardan elde edilen bulgular aşağıdaki gibi özetlenebilir; - Sadece UK veya CT içeren geopolimer karışımlarda maksimum 11.40 MPa 28 günlük basınç dayanımı elde edilmiş olup, havada kür ile yeterince dayanım elde edilememiştir.

- UK+PÇ içeren karışım, CT+PÇ içeren karışıma göre daha yüksek dayanım kazanmıştır. Kullanılan aktivatör ve ortam koşullarında UK malzemesi CT malzemesine göre çimento ile daha etkin reaksiyon yapmıştır.

- UK, CT ve PÇ'nin eşit miktarda kullanıldığı karışımda, bu üç malzemenin bir arada kullanıldığı diğer hibrit geopolimer harçlara göre daha yüksek dayanımlar elde edilmiştir. Üç malzemenin de eşit miktarda kullanılması hem malzemelerin etkin kullanımı hem de performans açısından sinerjik bir etki görülmesini sağlamıştır.

- %100 PÇ içeren kontrol grubu harcında 400 °C'de %18, 600 °C'de %32 ve 800 °C'de %61 dayanım kaybı tespit edilmiştir. Bu davranış çimentonun geleneksel davranışa uygundur.

- Sadece UK veya CT ile üretilen karışımlarda yüksek sıcaklık altında ısıl kür etkisi meydana gelmiş olup; 400 °C'de dayanımları %247'ye varan oranlarda artmıştır.

- UK+PÇ ve CT+PÇ içeren hibrit geopolimer karışımlarda artan sıcaklıkla beraber dayanım kayıpları meydana gelmiştir. Bu karışımlardaki 1:3 (PÇ:(UK+CT+PÇ)) oranında CaO içeriği yüksek olan çimento içeriği, sıcaklığa direnci düşürdüğünden dayanım kaybında etkin olabilir.

- 1:6 (PÇ:(UK+CT+PÇ)) oranında PÇ içeren hem CT hem de UK malzemelerinin kullanıldığı hibrit geopolimer karışımlarda 400 °C'de ısıl kürlenme gerçekleşirken; 600 °C'de sıcaklık etkisi nedeniyle dayanım artışı azalmıştır. 800 °C'de ise %280'e varan dayanım artışları tespit edilmiştir.

- 1:3 (PÇ:(UK+CT+PÇ)) oranında PÇ içeren CT ve UK malzemelerinin beraber kullanıldığı hibrit geopolimer karışımlarda ise çimento içeriğinin artması sebebiyle CT ve UK malzemelerinin 400 °C'deki ısıl kür etkisi ile dayanım artışı kısıtlanmıştır. Bu nedenle 400 °C ve 600 °C'de dayanım düşerken; 800 °C'de ise yeni kristal faz oluşumlarından dolayı dayanım artışı görülmüştür.

- Yapılan Yaşam Döngüsü Analizi ile karışımların KIP (kg CO2/m3) değerleri değerlendirildiğinde; %100 PÇ içeren kontrol karışımına göre CO2 emisyonlarında, sadece UK veya CT içeren geopolimer harçlarda % 47.7'ye, UK, CT ve PÇ'nin beraber kullanıldığı hibrit geopolimer harçlarda ise %31'e varan düşüşler elde edilmiştir. PÇ yerine atık malzemelerin kullanımı CO2 emisyon değerlerini düşürmektedir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %11

Kaynaklar

 C. Bataille, Low and zero emissions in the steel and cement industries: Barriers, technologies and policies. OECD Green Growth Papers, OECD Publishing, No. 2020/02, Paris, 2020. https://doi.org/10.1787/ 5ccf8e33-en.

- C. Li, X.Z. Gong, S.P. Cui, Z.H. Wang, Y. Zheng, B.C. Chi, CO₂ Emissions due to Cement Manufacture. Mater. Sci. Forum, 685, 181–187, 2011.https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF. 685.181.
- J. S. J. V. Deventer, J. L. Provis, P.Duxson, D. G. Brice, Chemical research and climate change as drivers in the commercial adoption of alkali activated materials. Waste Biomass Valorization, 1 (1), 145–155, 2010.https://doi.org/10.1007/s12649-010-9015-9.
- [4] L. N. Assi, K. Carter, E. Deaver, P. Ziehl, Review of availability of source materials for geopolymer/sustainable concrete. J. Clean. Prod. 263,121477,2020.https://doi.org/10.1016/j.jclepro.202 0.121477.
- [5] Z. Ji, Y. Pei, Bibliographic and visualized analysis of geopolymer research and its application in heavy metal immobilization: a review. J. Environ. Manag. 231,256– 267,2019.https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.10.0 41.
- [6] H. Y. Aruntaş, Uçucu küllerin inşaat sektöründe kullanım potansiyeli. Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 21 (1), 193-203, 2006.
- [7] E. Worrel, N. Martin, L. Price, Potentials for energy efficiency improvement in the US cement industry. Energy, 25 (12), 1189-1214, 2000. https://doi.org/ 10.1016/S0360-5442(00)00042-6.
- [8] S. Li, D. M. Roy, Investigation of relations between porosity, pore structure, and C1– diffusion of fly ash and blended cement pastes. Cement and Concrete Research, 16 (5), 749-759, 1986. https://doi.org/ 10.1016/0008-8846(86)90049-9.
- [9] F. Canpolat, K. Yılmaz, Doğal zeolit ve uçucu kül katkılı ve katkısız harçların sülfat dayanıklılığı. Osmangazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 2, 1- 15, 2002.
- [10] V. Saraswathy, S. Muralidharan, K. Thangavel, S. Srinivasan, Influence of activated fly ash on corrosionresistance and strength of concrete. Cement and Concrete Composites, 25 (7), 673- 680, 2003. https://doi.org/10.1016/S0958-9465(02)00068-9
- [11] X. Fu, Y. Wang, S. Huang, X. Hou, W. Hou, The influences of siliceous waste on blended cement properties. Cement and Concrete Research, 33 (6), 851-856, 2003. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)01095-5
- [12] X. Fu, Z. Wang, W. Tao, C. Yang, W. Hou, Y. Dong, X. Wu, Studies on blended cement with a large amount of fly ash. Cement and Concrete Research, 32 (7), 1153-1159, 2002. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00757-3
- [13] P. Chindaprasirt, S. Homwuttiwong, V. Sirivivatnanon, Influence of fly ash fineness on strength, drying shrinkage and sulfate resistance of blended cement mortar. Cement and Concrete Research, 34 (7), 1087-1092, 2004. https://doi.org/ 10.1016/j.cemconres.2003.11.021
- [14] I. B. Topçu and M. Canbaz, Properties of concrete containing waste glass. Cem. Concr. Res., 34(2), 267–

274, 2004. https://doi.org/ 10.1016/j.cemconres.2003.07.003

- [15] Y. Jani and W. Hogland, Waste glass in the production of cement and concrete - A review. J. Environ. Chem. Eng., 2(3), 1767–1775, 2014. https://doi.org/10.1016/ j.jece.2014.03.016
- [16] M. Vafaei and A. Allahverdi, High strength geopolymer binder based on waste-glass powder. Adv. Powder Technol., 28(1), 215–222, 2017. https://doi.org/10.1016/j.apt.2016.09.034
- [17] T. M. Borhan, Properties of glass concrete reinforced with short basalt fibre. Mater. Des., 42, 265–271, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.05.062.
- [18] V. Vaitkevičius, E. Šerelis, and H. Hilbig, The effect of glass powder on the microstructure of ultra high performance concrete. Constr. Build. Mater., 68, 102– 109, 2014. https://doi.org/10.1016/ j.conbuildmat.2014.05.101
- [19] H. Du and K. H. Tan, Properties of high volume glass powder concrete. Cem. Concr. Compos., 75, 22–29, 2017.https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.10.0 10
- [20] M. Mirzahosseini and K. A. Riding, Influence of different particle sizes on reactivity of finely ground glass as supplementary cementitious material (SCM). Cem. Concr. Compos., 56, 95–105, 2015. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.10.004
- [21] X. Jiang, Y. Zhang, Y. Zhang, J. Ma, R. Xiao, F. Guo, Y. Bai, B. Huang, Influence of size effect on the properties of slag and waste glass-based geopolymer paste. Journal of Cleaner Production, 383, 2022. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.135428.
- [22] N. Schwarz, H. Cam, N. Neithalath, Influence of a fine glass powder on the durability characteristics of concrete and its comparison to fly ash. Cement and Concrete Composites, 30(6), 486-496, 2008. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.02.001
- [23] W. Duan, Y. Zhuge, C. W. Chow, A. Keegan, Y. Liu, R. Siddique, Mechanical performance and phase analysis of an eco-friendly alkali-activated binder made with sludge waste and blast-furnace slag. Journal of Cleaner Production, 374, 134024, 2022. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.134024
- [24] Y. Sun, Z. Liu, S. Ghorbani, G. Ye, G. De Schutter, Fresh and hardened properties of alkali-activated slag concrete: The effect of fly ash as a supplementary precursor. Journal of Cleaner Production, 370, 133362, 2022. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.133362
- [25] Q. Huang, Z. Tao, Z. Pan, R. Wuhrer, M. Rahme, Use of sodium/potassium citrate to enhance strength development in carbonate-activated hybrid cement. Construction and Building Materials, 350, 128913, 2022.https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.1289 13
- [26] A. M. Onaizi, N. H. A. S. Lim, G. F. Huseien, M. Amran, C. K. Ma, Effect of the addition of nano glass powder on the compressive strength of high volume fly ash modified concrete. Materials Today, Proceedings,

48, 1789-1795, 2022. https://doi.org/ 10.1016/j.matpr.2021.08.347

- [27] T. Lan, Y. Meng, T. Ju, M. Song, Z. Chen, P. Shen, J. Jiang, Manufacture of alkali-activated and geopolymer hybrid binder (AGHB) by municipal waste incineration fly ash incorporating aluminosilicate supplementary cementitious materials (ASCM). Chemosphere, 134978, 2022. https://doi.org/10.1016/ j.chemosphere.2022.134978
- [28] T. Tho-In, V. Sata, K. Boonserm, P. Chindaprasirt, Compressive strength and microstructure analysis of geopolymer paste using waste glass powder and fly ash. Journal of cleaner production, 172, 2892-2898, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.11.125
- [29] S. M. Soares, T. O. G. Freitas, A. Oliveira Júnior, F. G. S. Ferreira, and J. A. A. Salvador Filho, Assessment of properties of ultrahigh performance cementitious composites with glass powder waste. Rev. IBRACON Estrut. Mater., 15(6), e15612, 2022. https://doi.org/10.1590/S1983-41952022000600012
- [30] İ. İ. Atabey, C. Ay, Kalsiyum Alüminat Çimentosunun Farklı Kür Koşullarında Atık Cam Tozu Esaslı Geopolimer Harçların Fiziksel ve Mekanik Özelliklerine Etkisi. Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi, Ejosat Special Issue 2021 (ARACONF), 184-189, 2021. https://doi.org/10.31590/ejosat.899513
- [31] P. Turgut, Uçucu kül, kireç ve cam tozu kullanarak blok üretimi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 24(3), 413-418, 2018. https://doi.org/10.5505/ pajes.2016.70048.
- [32] TS EN 196 -1, Çimento Deney Metotları Bölüm 1: Dayanım Tayini. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, 2016
- [33] K.R. O'Brien, J. M'enach'e, L.M. O'Moore, Impact of fly ash content and fly ash transportation distance on embodied greenhouse gas emissions and water consumption in concrete. Int. J. Life Cycle Assess. 14 (7), 621–629, 2009. https://doi.org/10.1007/s11367-009-0105-5.
- [34] S. Çelikten, M. Sarıdemir, İ. Ö. Deneme, Mechanical and microstructural properties of alkali-activated slag and slag+ fly ash mortars exposed to high temperature. Construction and Building Materials, 217, 50-61, 2019. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.05.055.
- [35] A. Buchwald, M. Vicent, R. Kriegel, C. Kaps, M. Monzó, A. Barba, Geopolymeric binders with different fine fillers—Phase transformations at high temperatures. Applied Clay Science, 46(2), 190-195, 2009. https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.08.002.
- [36] M. W. Hussin, M. A. R. Bhutta, M. Azreen, P. J. Ramadhansyah, J. Mirza, Performance of blended ash geopolymer concrete at elevated temperatures. Materials and Structures, 48(3), 709-720, 2015. https://doi.org/10.1617/s11527-014-0251-5.
- [37] A. Gultekin, K. Ramyar, Investigation of hightemperature resistance of natural pozzolan-based

geopolymers produced with oven and microwave curing. Construction and Building Materials, 365, 130059, 2023. https://doi.org/10.1016/ j.conbuildmat.2022.130059

- [38] M. Guerrieri, J. G. Sanjayan, Behavior of combined fly ash/slag-based geopolymers when exposed to high temperatures. Fire and Materials: An International Journal, 34(4), 163-175, 2010. https://doi.org/ 10.1002/fam.1014
- [39] Z. Pan, J. G. Sanjayan, B. V. Rangan, An investigation of the mechanisms for strength gain or loss of geopolymer mortar after exposure to elevated temperature.Journal of Materials Science, 44, 1873-1880, 2009. https://doi.org/10.1007/s10853-009-3243-Z.
- [40] S. Celikten, M. Sarıdemir, K. Akçaözoğlu, Effect of calcined perlite content on elevated temperature behaviour of alkali activated slag mortars. Journal of Building Engineering, 32, 101717, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101717.
- [41] L. John, S. Provis, A. Bernal, Geopolymers and related alkali-related materials. Annu. Rev. Mater. Res., 44, 2014. https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113515.
- [42] Y. Deng, C. Yan, J. Zhang, L. Yin, S. Liu, Y. Yan, Preparation and mechanical characterization of engineered cementitious composites with high-volume fly ash and waste glass powder. Journal of Cleaner Production, 333, 13022, 2022. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.130222.
- [43] M.H. Samarakoon, P.G. Ranjith, W.H. Duan, V.R.S. De Silva, Properties of onepart fly ash/slag-based binders activated by thermally-treated waste glass/NaOH blends: a comparative study. Cement Concr. Compos. 103679, 2020. https://doi.org/ 10.1016/j.cemconcomp.2020.103679
- [44] V. Shobeiri, B. Bennett, T. Xie, P. Visintin, Mix design optimization of concrete containing fly ash and slag for global warming potential and cost reduction. Case Studies in Construction Materials, e01832, 2023. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e01832
- [45] B. Chiaia, A.P. Fantilli, A. Guerini, G. Volpatti, D. Zampini, Eco-mechanical index for structural concrete. Construct. Build. Mater. 67, 386–392, 2014. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.090
- [46] M. Sandanayake, C. Gunasekara, D. Law, G. Zhang, S. Setunge, Greenhouse gas emissions of different fly ash based geopolymer concretes in building construction. Journal of Cleaner Production,204, 399-408, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.08.311
- [47] P. Perez-Cortes, J. I. Escalante-Garcia, Alkali activated metakaolin with high limestone contents–Statistical modeling of strength and environmental and cost analyses. Cement and Concrete Composites, 106, 103450, 2020. https://doi.org/10.1016/ j.cemconcomp.2019.103450





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 844-852 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Merkezi ters V ve X çaprazlı çerçeveli yüksek katlı çelik yapıların mod birleştirme yöntemi ile yapısal analiz sonuçlarının karşılaştırılması

Comparison of structural analysis results of central inverted V and X braced frames high-rise steel structures using modal combine method

Oğuz Düğenci^{1,} ⁽¹⁾, Hüseyin Hilmi Aslanbay^{2*(1)}, Selçuk Serdar Serpil³

1.2.3 Erciyes Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 38030, Kayseri Türkiye

Öz

Çalışma kapsamında, yüksek katlı çelik yapılarda yapı planının çekirdek bölümünde ve planın dış açıklıklarında ters V çaprazların veya X çaprazların kullanılmasının yapının performansı üzerindeki etkileri incelenmiştir. TBDY-2019 ve ÇYTHYE-2018 dikkate alınarak Etabs programı kullanılarak modellenen 35 katlı çelik yapı modelinde 4 farklı tipte yapı modellenerek ters V ve X çaprazların farklı konumlandırılmasının etkisi incelenmiştir. Yapısal davranış mod birleştirme yöntemi kullanılarak analiz edilmiştir. Yapısal analiz sonucunda farklı tip bina modellerinin ağırlıkları, perivotları ve ver değerleri karşılaştırılmıştır. Çaprazların değiştirme çekirdek bölümünde modellenmesi çaprazları çevreleyen kolonlarda eksenel kuvvette zorlanmaya sebebiyet verdiğinden yapı ağırlıkları dış açıklardaki çapraz modellerine kıyasla daha fazladır. Çekirdek bölümündeki çaprazları çevreleyen kolon profilleri büyütülmüştür. Bu değişiklik diğer modellere kıyasla %40-50 oranında yapı ağırlığında artışa sebebiyet vermiştir. Çalışma kapsamında capraz profil değişiminin analiz sonuçlarına etkişi az iken çaprazların konumunun analiz sonuçlarına büyük etkisi mevcuttur. Çaprazların çekirdekte konumlandığı modeller için ters V çaprazlı model X çaprazlı modele kıyasla %4.9 oranında daha fazla deplasman gerçekleştirmiştir. Çaprazların dış açıklıklarda konumlandığı modeller için X çaprazlı model ters V çaprazlı modele kıyasla %0.57 oranında daha fazla yatay deplasman gerçekleştirmiştir.

Anahtar kelimeler: Yüksek çelik yapılar, Merkezi çaprazlı çelik çerçeveler, Ters V çaprazlı çerçeveler, X çaprazlı çerçeveler, Mod birleştirme yöntemi

1 Giriş

Ülkemizin büyük bir bölümünün deprem bölgesinde yer alması sebebiyle yapıların tasarımında deprem etkisi büyük önem teşkil etmektedir. Deprem etkisi altında yapı performansı ve süneklik açısından özellikle yüksek katlı yapılarda çelik sistemler günümüzde daha çok yaygınlaşmıştır. Çelik yapıların malzeme sünekliğinden ötürü deprem etkileri altında enerji tüketme kapasiteleri yüksektir. Yüksek çelik yapılarda rüzgar ve deprem gibi yatay yükler altında yanal rijitliğin sağlanabilmesi için

Abstract

Within the scope of the study, the effects of using inverted V braces or X braces on the performance of the structure have been investigated in the core section and outer centers of the building plan in high-rise steel structures. Considering the TBDY-2019 and ÇYTHYE-2018, 4 different types of structures were modeled in the 35-storey steel structure model, which was using the Etabs program, and the effect of different positioning of the inverted V and X braces was examined. Structural behavior was analyzed using the modal combine method. As a result of the structural analysis, different types of building models were compared over their weights, periods and displacement values. Since the modeling of the braces in the core section causes strain in the axial force in the columns surrounding the braces, the structural weights are higher than the bracing models in the outer openings. The column profiles surrounding the braces in the core section have been enlarged. This change has resulted in an increase in the weight of the structure by 40-50% compared to other models. Within the scope of the study, the cross profile change has little effect on the analysis results, while the position of the crosses has a great effect on the analysis results. For models in which the braces are located in the core, the inverted V braced model performed 4.9% more displacement than the X braced model. For the models in which the braces are located in the outer openings, the X braced model performed 0.57% more horizontal displacement than the inverted V braced model.

Keywords: High-rise steel structures, External steel braced frames, Eccentrically braced frame, Concentrically braced frame, Mod combine method.

moment aktaran yapı elemanları ve çelik çapraz sistemleri tercih edilmektedir. Çelik çapraz sistemler merkezi ve dış merkez çaprazlar olmak üzere iki gruba ayrılır. Kolon, kiriş ve çapraz elemanlardan oluşan merkezi çaprazlı çelik çerçeveler (MÇÇÇ) TBDY 2019'da belirtildiği üzere Şekil 1'de gösterilen tiplerle gruplandırılmıştır [1]. Merkezi çaprazlı çelik çerçeve sistemler yatay yükler altında enerji tüketme kapasitesi farklı olan çapraz elemanlarının basınç etkisi altında burkulma oluşturarak akma noktasına

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: aslanbay@erciyes.edu.tr (H. H. Aslanbay) Geliş / Recieved: 31.01.2023 Kabul / Accepted: 29.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1244391

ulaşmasıyla ve çekme etkisinde akma noktasına ulaşmasıyla enerji tüketimini sağlamaktadırlar.



Şekil 1. TBDY-2019 yönetmeliğinde bulunan merkezi çaprazlı sistemler

Şekil 2.'de gösterilen dışmerkez çelik çaprazlı çerçeveler moment aktaracak şekilde ve süneklik düzeyi yüksek olarak boyutlandırılmalıdır. Dış merkez çaprazlı çerçevelerde çapraz eleman kuvvetini kesme ve eğilme yoluyla aktarabilmesi için bağ kirişlerine her çaprazın en az bir ucunun bağlanması gerekmektedir. Dışmerkez çaprazlı çelik çerçeve sistemler özelliği ile merkezi çaprazlı çelik çerçeve sistemlerin rijitlik özelliği ile moment aktaran çerçeve sistemlerin sünekliğini bir arada bulunduran sistemlerdir. Bu sebeple, dışmerkez çaprazlı çerçeveler çevrimsiz yatay yükler altında sabit bir elastik ötesi davranışa, yüksek elastik rijitliğe ve yüksek düzeyde enerji tüketme kapasitesine sahiptir. Bu nedenle özellikle deprem etkisinin yüksek düzeyde görüldüğü bölgelerde kullanılması uygun olan sistemlerdir. Burulma etkilerinin hesaba katılmadan oluşturulduğu sistemlerde şiddetli depremler etkisi altında yapı ağır hasar görebilir hatta göçme durumuna ulaşabilmektedir.



Şekil 2. TBDY-2019 yönetmelikte bulunan dışmerkez çaprazlı çelik çerçeveler

Literatürde çelik çaprazlarla ilgili olarak birçok çalışma mevcuttur. Merkezi çelik çaprazlarla ilgili yapısal performans dikkate alındığında ilk çalışmalar 1970' li yıllara dayanmaktadır. X çapraz konfigürasyonu kullanılarak tasarlanan tek kat ve tek açıklıktan oluşan planlar üzerinden nümerik araştırmalar yapılmıştır [2]. Bir çalışmada ise eksantrik desteklenmiş çerçeveler ve moment etkisinde dayanıklılık gösteren çerçevelerden oluşan sistemlerin sismik davranışları tasarım ilkelerine uyarak incelenmiştir [3]. Akbaş B. çalışmasında merkezi çelik çerçevelerin sünek tasarım ilkelerini açıklamıştır [4]. Elastik ötesi burulmalı davranışın yapılar üzerinde çözümlenmesi oldukça karmaşıktır. Birçok araştırma mevcut olsa da genel çıkarımlar konusunda eksikler mevcuttur [5,6]. Goel ve Hanson çalışmalarında çok katlı ve tek açıklıklı diyagonal caprazlardan olusan celik cerceve sistemini incelemislerdir Çelik yapıların gerçekçi olarak davranısının [7]. belirlenebilmesi için birleşim elemanlarının dışında malzeme ve geometrik özelliklerinde dikkate alınması gerektiği vurgulanmıştır [8]. Shen J. ve arkadaşları ise ters V çaprazlarla oluşturulmuş çerçeveleri 6 ve 12 katlı yapılar için farklı deprem kayıtları etkisi altında incelemişlerdir [9]. Bir başka çalışmada çaprazsız ve dışmerkez ters V çaprazlı çerçeve sistemlerde burulma etkisinin analizi yapılmıştır [10]. Lee ve Brunea Merkezi çelik çaprazlı sistemlerle alakalı deneysel çalışmalarda basınca maruz kalmış çapraz elemanların enerji tüketme kapasitesini incelemişlerdir [11]. Çavdar ise çalışmasında farklı türde çapraz elemanlar kullanarak oluşturduğu üç farklı yapıyı eşdeğer deprem yükü yöntemini kullanarak analiz etmiştir [12]. Nassani ve ark. farklı olarak oluşturdukları merkezi ve dışmerkez çaprazlı çelik çerçeveleri farklı kat yükseklikli yapılar için incelemiş ve modellere ait kapasite eğrileri ve deplasman değerleri elde etmişlerdir [13]. Roeder ve ark. X tipi çaprazları kullanılan MÇÇÇ sistemlerde guse plakasının ve çaprazların yapısal performansa etkisini deneysel olarak analiz etmişlerdir [14]. Bir baska calısmada ise emniyet gerilmeleri yöntemi kullanılarak çaprazlı yüksek kartlı çelik yapılar için ikinci mertebe analizleri yapılmıştır [15]. Bir diğer çalışmada farklı kat yüksekliği ve planlara göre oluşturulan X, ters V ve parçalı-X çapraz konfigürasyonlarının kullanıldığı MÇÇÇ yapısal sistemlerde doğrusal elastik analizler gerçekleştirilmiştir. Çapraz konfigürasyonlarının MÇÇÇ sistemlerin tasarımına ve dinamik performansına etkisi analiz edilmiştir [16]. Bu çalışmada ise amaç, yüksek katlı çelik yapılarda merkezi çelik çapraz kullanarak X çapraz ve ters V çapraz kullanımının yapısal davranış üzerindeki etkilerini incelemektir. Çaprazların plan üzerinde farklı noktalarda konumlandırılmasının yapının periyodu, sünekliği ve yatay deplasman değerlerindeki değişimini analiz etmektir.

2 Materyal ve metot

30.337° enleminde ve 40.755° boylamında plan ebatları 36x36 m, olarak 35 katlı ofis binası olarak tasarlanan yapının planı Şekil 3'de gösterilmiştir. Çalışma kapsamında ETABS sonlu elemanlar programı kullanılmıştır. Yapıda herhangi bir burulma düzensizliği gözlenmemesi bakımından X ve Y yönünde eşit sayıda açıklık planlanmış olup kolonların ve çaprazların yerleşimlerinin simetrik olmasına dikkat edilmiştir.

Çalışma kapsamında 4 farklı türde yapı modellenmiştir. Yapı modelleri X çapraz ve Ters V çaprazlarının kullanımına bağlı olarak çekirdek ve dış açıklıkların merkezlerinde modellenmiştir. Tüm modellere ait özellikler Tablo 1'de verilmiştir. Tablo 1' de verilen özellikler TBDY 2019 esasları dikkate alınarak belirlenmiştir.



Şekil 3. Bina kat planı

Tablo 1. Modellerin özellikleri

Özellikler	Model 1	Model 2	Model 3	Model 4
Kat Sayısı	35	35	35	35
Deprem Hareket Düzeyi	DD2	DD2	DD2	DD2
Yerel Zemin Sınıfı	ZC	ZC	ZC	ZC
S _{DS}	1.992	1.992	1.992	1.992
<i>S</i> _{D1}	0.6825	0.6825	0.6825	0.6825
Bina Kullanım Sınıfı	İş Yeri	İş Yeri	İş Yeri	İş Yeri
I (Bina Önem Katsayısı)	1	1	1	1
Deprem Tasarım Sınıfı	1	1	1	1
Bina Yükseklik Sınıfı	1	1	1	1
Tasarım Yaklaşımı	Dayanıma Göre Tasarım	Dayanıma Göre Tasarım	Dayanıma Göre Tasarım	Dayanıma Göre Tasarım
R (Taşıyıcı Sistem Davranış K.)	8	8	8	8
D (Dayanım Fazlalığı Katsayısı)	3	3	3	3
Süneklik Düzeyi	Yüksek	Yüksek	Yüksek	Yüksek
Çelik Tipi	S235	S235	S235	S235
Çapraz Tipi	Х	Х	Ters V	Ters V
Çapraz Konumu	Çekirdek	Dış Açıklık	Çekirdek	Dış Açıklık

Modellere ait düşey taşıyıcı elemanlarda kullanılan çelik profil tipleri Tablo 2'de verilmiştir. Tablo 2' de verilen profiller zemin kattan 15. kata kadar olan profillerdir. 15. Kattan itibaren her 10 katta bir yapı ağırlığının düşürülmesi ve kesit yeterliliğinin sağlanması amaçlanmıştır. Kolon ve çaprazlardaki profil tipleri küçültülmüştür. Bileşik kesitler 20. kata kadar modellenmiştir.

Katlara göre değişen yapı elemanlarının profil tipleri Tablo 3'de verilmiştir. Çelik profil tipleri tüm modeller için aynıdır. Döşemeler betonarme döşeme olarak tanımlanmış olup her kata ayrı ayrı olarak yarı-rijit diyafram ataması yapılmıştır. Döşeme kalınlığı 15 cm olarak belirlenmiştir.

Tablo 2. Yapı elemanlarında kullanılan çelik profil tipleri

Taşıyıcı Sistem Elemanla rı	Model 1	Model 2	Model 3	Model 4
Kolonlar	RHS	RHS	RHS	RHS
	1000x30	1000x30	1000x30	1000x30
Merkez	Bileşik	RHS	Bileşik	RHS
Kolonlar	Kesit	1000x30	Kesit	1000x30
Kirişler	HEB 500	HEB 500	HEB 500	HEB 500
Çaprazlar	RHS	RHS	RHS	RHS
	400x20	400x20	400x20	400x20

Profil tiplerine ait özellikler modellere göre Tablo 4-7'de gösterilmiştir. Tabloda verilen özellikler modellenen yapı elemanları için kullanılan profillere ait özelliklerdir.

Modelde ETABS programında hazır olarak tanımlanan profil tiplerinin kesit analizi yapıldığında yeterli değildir. Bu nedenden ötürü düşey taşıyıcı elemanlar için programda değişken boyutlarda kare kesit olarak yeterli dayanım ve kapasiteyi sağlayan Şekil 4'de gösterilen profiller tanımlanmıştır. Tüm modellerde düşey yükler altında kapasiteyi sağlayacak şekilde kesitler belirlenmiş ve analizler yapılmıştır. Çaprazların merkezde modellenmesi çaprazları çevreleyen merkez kolonlarda çok yüksek eksenel yük meydana getirdiğinden merkez kolonlar için ayrı bir bileşik profil tanımlanmıştır. Bu bileşik profiller model 1 ve model 3'de merkez kolonlarda 20.kata kadar modellenmiştir.

Yapıdaki yüklemeler Tablo 8'de gösterilen prototip binalar için kullanılan değerlerden alınarak tanımlanmıştır. Yapıya etki edecek rüzgar yükleri ise ETABS programında otomatik olarak etki ettirilmiştir.

Modellemede ÇYTHYE-2018'de belirtilen yük ve dayanım katsayıları ile tasarım (YDKT) yöntemi uygulanmıştır. ETABS programında modellenen 4 farklı modele ait kat planları Şekil 5-8'de gösterilmiştir [17]. Yatay yük hesabı yapılarak programa tanımlanan azaltılmış elastik deprem ivme spektrumu Şekil 4'de gösterilmiştir.

Tablo 3. Yapı elemanlarında kullanılan katlara göre değişen çelik profil tipleri

Taşıyıcı Sistem Elemanları	Kat 1-15	Kat 16-25	Kat 26-35
Kolonlar	RHS 1000x30	RHS 700x30	RHS 600x30
Kirişler	HEB 500	HEB 500	HEB 500
Çaprazlar	RHS 400x20	RHS 400x20	RHS 400x20

Tablo 4. Model-1'deki yapı elemanlarında kullanılan çelik profil tiplerinin özellikleri

				-					
Taşıyıcı Eleman Bilgisi	Kat Bilgileri	Kesit Bilgisi	Yükseklik(mm)	Genişlik(mm)	Wt(mm)	Ft(mm)	A(cm ²)	I33(cm ²)	I22(cm ²)
Merkez Dışı Kolonlar	1-15. kat	RHS 1000X30	1000	1000	30	30	1164	1827092	1827092
Merkez Dışı Kolonlar	16-25. kat	RHS 700X30	700	700	30	30	804	602732	602732
Merkez Dışı Kolonlar	26-35. kat	RHS 600X30	600	600	30	30	684	371412	371412
Merkez Kolonlar	1-20. kat	Bileşik Kesit	1500	1500	80	80	10464	27131408	27131408
Merkez Kolonlar	21-25. kat	RHS 700X30	700	700	30	30	804	602732	602732
Merkez Kolonlar	26-35. kat	RHS 600X30	600	600	30	30	684	371412	371412
Kat Kirişleri	1-35. kat	HEB 500	500	300	28	28	239	107200	12620
Merkez X Çaprazlar	1-35. kat	RHS 400X20	400	400	20	20	304	73365	73365

Taşıyıcı Eleman Bilgisi	Kat	Kesit Bilgisi	Yükseklik(mm)	Genişlik(mm)	Wt(mm)	Ft(mm)	A(cm ²)	I33(cm ²)	I22(cm ²)
Tüm Kolonlar	1-15. kat	RHS 1000X30	1000	1000	30	30	1164	1827092	1827092
Tüm Kolonlar	16-25. kat	RHS 700X30	700	700	30	30	804	602732	602732
Tüm Kolonlar	26-35. kat	RHS 600X30	600	600	30	30	684	371412	371412
Kat Kirişleri	1-35. kat	HEB 500	500	300	28	28	239	107200	12620
Merkez X Çaprazlar	1-35. kat	RHS 400X20	400	400	20	20	304	73365	73365

Taşıyıcı Eleman Bilgisi	Kat Bilgileri	Kesit Bilgisi	Yükseklik(mm)	Genişlik(mm)	Wt(mm)	Ft(mm)	A(cm ²)	I33(cm ²)	I22(cm ²)
Merkez Dışı Kolonlar	1-15. kat	RHS 1000X30	1000	1000	30	30	1164	1827092	1827092
Merkez Dışı Kolonlar	16-25. kat	RHS 700X30	700	700	30	30	804	602732	602732
Merkez Dışı Kolonlar	26-35. kat	RHS 600X30	600	600	30	30	684	371412	371412
Merkez Kolonlar	1-15. kat	Bileşik Kesit	1500	1500	80	80	10464	27131408	27131408
Merkez Kolonlar	16-20. kat	RHS 1000X30	1000	1000	30	30	1164	1827092	1827092
Merkez Kolonlar	21-25. kat	RHS 700X30	700	700	30	30	804	602732	602732
Merkez Kolonlar	26-35. kat	RHS 600X30	600	600	30	30	684	371412	371412
Kat Kirişleri	1-35. kat	HEB 500	500	300	28	28	239	107200	12620
Merkez Ters V Çaprazlar	1-35. kat	RHS 400X20	400	400	20	20	304	73365	73365

Tablo 6. Model-3'deki yapı elemanlarında kullanılan çelik profil tiplerinin özellikleri

Tablo 7. Model-4'deki yapı elemanlarında kullanılan çelik profil tiplerinin özellikleri

Taşıyıcı Eleman Bilgisi	Kat Bilgileri	Kesit Bilgisi	Yükseklik(mm)	Genişlik(mm)	Wt(mm)	Ft(mm)	A(cm ²)	I33(cm ²)	I22(cm ²)
Tüm Kolonlar	1-15. kat	RHS 1000X30	1000	1000	30	30	1164	1827092	1827092
Tüm Kolonlar	16-25. kat	RHS 700X30	700	700	30	30	804	602732	602732
Tüm Kolonlar	26-35. kat	RHS 600X30	600	600	30	30	684	371412	371412
Kat Kirişleri	1-35. kat	HEB 500	500	300	28	28	239	107200	12620
Merkez Ters V Çaprazlar	1-35. kat	RHS 400X20	400	400	20	20	304	73365	73365



Şekil 4. Programda tanımlanan azaltılmış elastik deprem ivme spektrumu



Şekil 5. Model-1 plan görünümü



Şekil 6. Model-3 plan görünümü



Şekil 7. Model-2 plan görünümü



Şekil 8. Model-4 plan görünümü

Hedef kütle katılım oranı her iki yön için de %99 olarak belirlenmiştir. TBDY 2018 Madde 4.5.10'a göre kat döşemelerinin rijit diyafram olarak modellenmesi durumunda, kat kütle merkezlerine etkiyen yatay deprem yükleri göz önüne alınan deprem doğrultusuna dik doğrultudaki kat boyu kadar kaydırılması gerektiğinden bu madde doğrultusunda deprem hesapları yapılmıştır. Türkiye Çelik yönetmeliği Madde 5.2.1' e göre tüm depremli ve yük düşey yükler altındaki tanımlamaları ve kombinasyonları tanımlanmış ve uygulanmıştır.

Döşemeler her iki doğrultuda da belli boyutta sonlu elemanlara bölünerek sonlu elemanlar özellikleri tanımlanmıştır. Rijit diyafram atamaları her kat için ayrı ayrı oluşturuldu. Kütle kaynağı tanımlaması yapılarak TBDY 2018'e göre kütle katılım oranları belirlendi ve gerekli atamalar yapıldı. Modal analiz sonucu Modal kütle oranı TBDY 2018'e göre %95'in üstünde olması gerektiğinden hesaba katılacak mod sayısı bu oranı sağlayacak şekilde yükseltilmiştir. 4 farklı modele ait X-Z düzlemindeki görünümleri ve 3 boyutlu görünümleri Şekil 9-12'de gösterilmiştir.



Şekil 9. Model-1 x-z ve 3 boyutlu görünümü

Düzensizlik kontrolleri yapılmış ve düşeyde (B-1, B-2, B-3) ve planda (A-1, A-2, A-3) herhangi bir düzensizlik saptanmamıştır. Göreli kat ötelemeleri kontrolleri yapılmış ve göreli kat ötelemesi sınırını aşan durum saptanmamıştır. 2. mertebe etkileri için gerekli hesaplar yapılmış ve 2. Mertebe etkilerinin gerekmediği belirlenmiştir. R katsayısı kontrolleri yapılmış ve R katsayısı başlangıçta belirlenen değer olan 8 olarak uygulanmıştır. Dayanım fazlalılığı katsayısı (D) 3 olarak programa girilmiştir.



Şekil 10. Model-2 x-z ve 3 boyutlu görünümü



Şekil 11. Model-3 x-z ve 3 boyutlu görünümü



Şekil 12. Model-4 x-z ve 3 boyutlu görünümü

3 Bulgular ve tartışma

Mod Birleştirme Yöntemi ve modal analiz sonucunda model tiplerine göre yapı ağırlığı, yapı periyodu ve yatay yükler altındaki katlara göre deplasman değerleri elde edilmiş ve raporlanmıştır. Çapraz tipinin ve konumunun değişimine bağlı olarak elde edilen sonuçlar üzerinden karşılaştırmalar yapılmıştır. Deplasman ve ötelenme değerleri en dış akstaki kolonların üst düğüm noktalarından alınmıştır. Model 3'de serbest titreşimde 1. Modda burulma meydana gelmiştir. Tablo 9'da modeller ait analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 9. Modellerin analiz sonuçlarının karşılaştırılması

Taşıyıcı Sistem Elemanları	Model 1	Model 2	Model 3	Model 4
Periyot X yönü (sn)	2.71	3.439	2.65	3.425
Periyot Y yönü (sn)	2.71	3.439	2.65	3.425
Yapı Ağırlığı (kN)	118173	78575	105881	75523
Tepe Nokta Deplasman (mm)	42.48	55.18	44.95	54.86

X çaprazlı modeller ve ters v çaprazlı modellerin sonuçları kendi içlerinde benzerlik göstermektedir. Periyot değerleri, yapı ağırlığı ve tepe nokta deplasman değerleri açısından aynı çapraz tipine sahip modeller için çok yakın değerlerdedir. Şekil 13'de gösterilen yapı ağırlık değerlerinden hareketle çaprazların merkezde modellenmesi merkez kolonların profil boyutlarının büyümesine sebebiyet çaprazların vermektedir. Bu nedenle merkezde modellenmesi dış açıklarda modellenmesine kıyasla yaklaşık olarak %40-50 aralığında yapı ağırlığında artışa sebebiyet vermektedir.



Şekil 13. Modellerin yapı ağırlıkları

Her modele ait metraj bilgileri Tablo 10-13'de gösterilmiştir.

Tablo 10. Model-1 yapı elemanlarının metraj bilgileri

	J 1		5	0
Flomon	Elema	Parça	Uzunluk	Ağırlık
Eleman	n Tipi	Sayısı	(m)	(k N)
HE500B	Kiriş	2940	16660	25974
RHS 1000x30	Kolon	615	2193.5	19653
RHS 700x30	Kolon	450	1575	9447
RHS 600x30	Kolon	490	1715	9029
RHS 400x20	Çapraz	770	3427.8	8021
CMP	Kolon	160	568	45749

Tablo 11. Model-2 yapı elemanlarının r	metraj	bilgileri
--	--------	-----------

Eleman	Elema n Tipi	Parça Sayısı	Uzunluk (m)	Ağırlık (kN)
HE500B	Kiriş	2940	16660	26322
RHS 1000x30	Kolon	735	2621.5	23488
RHS 700x30	Kolon	450	1715	10613
RHS 600x30	Kolon	490	1715	9029
RHS 400x20	Çapraz	770	3898.7	9123

Tablo 12. Model-3 yapı elemanlarının metraj bilgileri

Eleman	Elema n Tipi	Parça Sayısı	Uzunluk (m)	Ağırlık (kN)
HE500B	Kiriş	2940	16660	26056
RHS 1000x30	Kolon	655	2333.5	20907
RHS 700x30	Kolon	450	1575	9747
RHS 600x30	Kolon	490	1715	9029
RHS 400x20	Çapraz	560	2422.2	5668
Bileşik Kesit	Kolon	120	428	34473

Tablo 13. Model-4 yapı elemanlarının metraj bilgileri

Eleman	Elema n Tipi	Parça Sayısı	Uzunluk (m)	Ağırlık (kN)
HE500B	Kiriş	2940	16660	26322
RHS 1000x30	Kolon	735	2621.5	23488
RHS 700x30	Kolon	490	1715	10613
RHS 600x30	Kolon	490	1715	9029
RHS 400x20	Çapraz	560	2594.25	6070

Her modele ait yatay deplasman grafikleri Şekil 14'de gösterilmiştir.



Şekil 14. Modellerin yatay deplasman grafikleri

Göreli kat ötelenmeleri grafikleri Şekil 15'de gösterilmiştir. Göreli kat ötelenmeleri hesabı Şekil 4'de gösterilen spektrum yüklemesiyle yapılmıştır. Eşdeğer deprem yükü ile ötelenme hesabı yapılması yüksek katlı bir yapı için yüksek mertebelerde sonuçlar doğuracağından ötürü ötelenme hesabı için spektrum yüklemesi yapılmıştır.

Karşılaştırmalı yatay deplasman ve ötelenme grafikleri Şekil 16-17'de gösterilmiştir. Şekillerden de gözlemlendiği üzere çekirdek bölümünde konumlanan çaprazlı modeller birbirine benzer davranış göstermiştir. Dış açıklarda modellenen çaprazlı modellerin ise grafikleri örtüşmüştür. Maksimum yatay deplasman miktarı 55.18 mm iken maksimum ötelenme miktarı 1.94 mm'dir.



Şekil 15. Modellerin kat yatay ötelenme grafikleri



Şekil 16. Karşılaştırmalı yatay deplasman grafikleri



Şekil 17. Karşılaştırmalı kat yatay ötelenme grafikleri

4 Sonuçlar

Çalışma sonucunda elde edilen sonuçlar ve bu kapsamdaki değerlendirmeler, öneriler aşağıda belirtilmiştir.

•Çaprazların merkezde modellenmesi dış açıklarda modellenmesine kıyasla yaklaşık olarak %40-50 aralığında yapı ağırlığında artışa sebebiyet vermektedir.

•Çalışma kapsamında çapraz profil tipinin değişiminin analiz sonuçlarına etkisi az iken çaprazların konumunun analiz sonuçlarına büyük etki ettiği gözlemlenmiştir.

•Çaprazların çekirdekte konumlandığı modeller için ters V çaprazlı model-3, X çaprazlı model-1'e kıyasla % 4.9 oranında daha fazla yatay deplasman gerçekleştirmiştir. Çaprazların dış açıklıklarda konumlandığı modeller için X çaprazlı model-2, ters v çaprazlı model-4'e kıyasla %0.57 oranında daha fazla yatay deplasman gerçekleştirmiştir.

•Model-1 ve model-2 gerek yatay deplasman davranışında gerekse öteleme davranışında çok büyük oranda benzer davranış göstermiştir. Aynı benzerlik model-3 ve model-4 için geçerlidir.

•Çaprazların çekirdekte modellendiği durumlar için maksimum göreceli kat ötelemesi miktarı 1.46 mm iken dış açıklıklarda modellendiği durumlar için 1.94 mm'dir. Dış açıklıklarda ötelenme miktarlarının fazla olmasının nedeni çekirdek bölgesinde modellenen çaprazları çevreleyen kolonların kesitlerinin büyütülmesidir.

•Model-1 ve model-2 kıyaslamasında kat ötelenmelerinin model-2'de fazla çıkmasının sebebi maaliyetin model-2'de daha düşük olması ile birlikte, model-1 merkez çaprazların kenar kolonlarının özel kesit olma zorunluluğudur. Dayanım açısından ise bu durum yatay rijitliğin dış akslara kaydığı model 2'de daha az maaliyetli kolonlar ile çözümlenmiştir. Benzer durum model-3 ve model-4 kıyaslaması için de mevcuttur.

•Çaprazların çekirdek bölgesinde konumlandığı modellerde çaprazlar eksenel yönde zorlanmasından ötürü çaprazları çevreleyen kolon kesitleri büyütülmüştür. Alternatif çalışma olarak tüm profiller aynı tipte seçilerek deplasman değerleri karşılaştırılabilir.

•Genel olarak değerlendirme yapılacak olursa kesitlerin kapasite açısından yeterli durumu sağladığı modellemelerde yapı ağırlığı açısından daha düşük olmaları sebebiyle dış merkez çaprazların daha az maliyetli ve dolayısıyla ekonomik olduğu sonucuna varılmıştır. Ötelenme ve deplasman değerleri baz alındığında ise çekirdekte oluşturulan çapraz modellerin dış merkez çapraz modellere göre daha düşük değerlerde olduğu saptanmıştır. Ters V ve X çaprazları kendi içinde karşılaştırıldığında ise X çaprazların kullanıldığı modellerin Ters V çaprazların kullanıldığı modellere göre daha az yapı ağırlığı oluşturduğu belirlenmiştir. X çaprazlı modeller Ters V çaprazlı modellere kıyasla daha düşük deplasman ve ötelenme değeri göstermişlerdir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %8

Kaynaklar

- [1] TBDY-2019. Türkiye Bina Deprem Yönetmeliği, Deprem Etkisi Altında Binaların Tasarımı İçin Esaslar. Ankara, 2019.
- [2] E. Bazán and E. Rosenblueth, Seismic response of onestory X-braced frames. Journal of the Structural Division, 100(2), 489-493,1974. https://doi: 10.1061/JSDEAG.0003732.
- [3] M. Bosco, and P.P. Rossi, A design procedure for dual eccentrically braced systems: Analytical formulation. Journal of Constructional Steel Research, 80: 440-452, 2013. https://doi.org/ 10.1016/j.jcsr.2012.08.003
- [4] B. Akbaş, Endüstriyel çelik yapıların sismik detaylandırılması. 1. Türkiye Deprem Mühendisliği ve Sismoloji Konferansı, ODTÜ, Ankara, 2011

- [5] E. Engng, S. Dyn, I. Peruä, and P. Fajfar, On the inelastic torsional response of single-storey structures under bi-axial excitation. Earthquake Engineering & Structural Dynamics, 34.8: 931-941, 2005. https://doi: 10.1002/eqe.462.
- [6] P. Fajfar, D. Marušić, I. Peruš, Torsional effects in the pushover-based seismic analysis of buildings. Journal of Earthquake Engineering, 9.06: 831-854, 2005. https://doi: 10.1080/13632460509350568.
- [7] S. C. Goel and R. D. Hanson, Seismic behavior of multistory braced steel frames. Journal of the Structural Division, 100.1: 79-95,1974. https://doi: 10.1061/JSDEAG.0003706.
- [8] Ö. Bozdağ, M. Seçer, Yarı rijit birleşimli çelik çerçevelerin analizi. Türkiye İnşaat Mühendisliği On yedinci Teknik Kongre ve Sergisi, İstanbul, 2004.
- [9] J. Shen, R. Wen, B. Akbas, B. Doran, Seismic demand on brace-intersected beams in two-story X-braced frames. Engineering Structures, 76: 295-312, 2014. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2014.07.022.
- [10] A. Lucchini, G. Monti, and S. Kunnath, Nonlinear response of two-way asymmetric single-story building under biaxial excitation. Journal of Structural Engineering, 137.1: 34-40, 2011. https://doi:10.1061/ (ASCE)ST.1943541X.0000266.
- [11] K. Lee and M. Bruneau, Energy dissipation of compression members in concentrically braced frames: review of experimental data. Journal of Structural Engineering, 131.4: 552-559, 2005.

https://doi:10.1061/(ASCE)07339445(2005)131:4(552).

- [12] Ö. Çavdar, Farklı çapraz elemanlı çelik yapıların dinamik davranışının incelenmesi. 7. Çelik Yapılar Sempozyumu, Gaziantep, Türkiye, 27-29 Ekim 2017.
- [13] D. E. Nassani, A. K. Hussein, A. H. Mohammed, Comparative response assessment of steel frames with different bracing systems under seismic effect. In Structures, 11: 229-242, 2017. https://doi.org/ 10.1016/j.istruc.2017.06.006.
- [14] C. W. Roeder et al., Influence of gusset plate connections and braces on the seismic performance of X braced frames. Earthquake Engineering & Structural Dynamics, 40.4: 355-374, 2011. https://doi: 10.1002/eqe.1024.
- [15] M. E. Kural and Ö. Zeybek, Merkezi çelik çaprazla teşkil edilmiş çok katli çelik yapilarin ikinci mertebe analizi. Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 10.20: 1-14, 2011.
- [16] M. B. Bozkurt ve Ö. Zeybek, Çapraz konfigürasyonunun merkezi çaprazlı çelik çerçevelerin tasarımına ve dinamik performansına etkisi. Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fen ve Muhendislik Dergisi, 23.68: 399-412, 2021. https://doi: 10.21205/deufmd.2021236805.
- [17] Çelik yapıların tasarım, hesap ve yapımına dair esaslar, Çevre ve Şehircilik Bakanlığı ÇYTHYE-2018, Ankara, 2018.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 853-860



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Yığma yapıların düzlem dışı davranışlarına yan duvarın ve yan duvar boşluğunun etkisi

The effect of side wall and side wall opening on the out-of-plane behavior of masonry structures

Fırat Kıpçak ^{1,*} (D), Barış Erdil ² (D)

¹ Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, İnşaat Bölümü, Van, Türkiye
² Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Van, Türkiye

Öz

Teknik bilgi içermeden yapılan yığma yapılar yaşanan depremler nedeniyle oldukça hasar görmekte ve göçmektedir. Yığma yapıların taşıyıcı sistemini oluşturan duvarlar; malzeme, işçilik, harç, duvar narinliği, duvarda bulunan boşluklar ve düzlem içi/dışı konumu gibi parametrelerden etkilenmektedir. Duvar davranışını etkileyen parametrelerden biri olan destek duvarların varlığı ve duvarda bırakılan boşluklar davranışı oldukça değiştirmektedir. Bu çalışmada tuğla yığma duvarların düzlem dışı davranışları deneysel ve analitik olarak araştırılmıştır. Düzlem dışı konumda bulunan ana duvara dik yerleştirilmiş destek duvarların varlığı ve destek duvarlarda bulunan kapı, pencere boşluklarının ana duvar davranışına etkisi araştırma konusu olmuştur. Bu bağlamda harman tuğlası kullanılarak tek sıra ve düz örgü ile 1/2 ölçekte duvarlar üretilmiştir. Duvarlar tek yönlü hareket eden eğilme masası üzerinde test edilmiştir. Duvarlar tuğla birimleri arasında harç kullanılmadan örülmüş ve 7 farklı duvar modeli göz önüne alınmıştır. Bunlar yan duvarların ve boşlukların etkisinin araştırıldığı 4 adet U ve 3 adet L geometrisinde duvar modelidir. Her modelde doğru sonuca ulaşmak için 3 adet deney tekrarlanmıştır. Duvarlar Abaqus-2019 programında basitleştirilmiş mikro modelleme tekniği ile sadece sürtünme esaslı modellenmiş ve itme analizleri yapılmıştır. Sonuçlara göre yan duvarların bulunması ana duvar rijitliğini ve yatay yük kapasitesini artırmıştır. Yan duvarlarda bulunan kapı ve pencere boşlukları hem bulunduğu duvarın hem de ana duvarın rijitliğini düşürmüştür. Boşluk miktarı artışı ile daha erken ve gevrek göçme görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Düzlem dışı davranış, Eğilme masası, İtme analizi, Tuğla, Yığma yapı

1 Giriş

Yığma yapılar, taşıyıcı sistemi duvarlardan oluşan doğal ya da yapay yığma birimlerinin, harçlı ya da harçsız üretilmesi ile inşa edilir. Yığma birimler gevrek yapıya sahip olmaları nedeniyle bu birimlerden inşa edilen taşıyıcı duvarlar da gevrek yapıdadır. Bu tür yapılar deprem yükleri altında can ve mal kaybına neden olmaktadır. Taşıyıcı duvarların gevrek davranışını sınırlayıp sünek davranışını

Abstract

The masonry structures built without technical knowledge are damaged and collapsed due to earthquakes. The walls forming the structural system of masonry structures are affected by parameters; such as material, labor, mortar, wall slenderness, gaps in the wall and in/out of plane position. The presence of supporting walls and the openings left in the wall, which are one of the parameters affecting the wall behavior, change the behavior considerably. In this study, the out-of-plane behavior of brick masonry walls was investigated experimentally and analytically. The presence of support walls placed perpendicular to the main wall in an out-of-plane position and the effect of door and window openings on the supporting walls on the main wall behavior have been the subject of research. In this context, 1/2 scale walls were produced with a single line and plain bond using harman bricks. The walls were tested on a one-way bending table. The walls were built between brick units without using mortar and 7 different wall models were considered. These are 4 U and 3 L geometry wall models in which the effects of side walls and openings are investigated. Three experiments were repeated in order to reach the correct result in each model. In the Abaqus-2019 program, the walls were modeled only on the basis of friction and pushover analysis were made with the simplified micro modeling technique. According to the results, the presence of side walls increased the stiffness of the main wall and the horizontal load capacity. The door and window openings on the side walls have reduced the rigidity of both the wall and the main wall. Earlier and brittle failure was observed with the increase in the number of openings.

Keywords: Out-of-plane behavior, Bending table, Pushover analysis, Brick, Masonry

artırmaya yönelik birçok çalışma ve yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemlerden biri yığma birimler arasındaki aderansın artırılmasıdır. Aderansa bağlı olarak duvarların düşey ve yatay yük kapasiteleri artırılıp deplasmanları sınırlandırılabilir. Harçlı inşa edilen duvarlarda bu aderans harç ile sağlanırken haçsızlarda aderans doğal sürtünme ile sağlanmaktadır. Birimler arasındaki yük birinden bir diğerine sürtünme direnci ile aktarılmaktadır. Bununla

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: firatkipcak@yyu.edu.tr (F. Kıpçak) Geliş / Recieved: 21.03.2023 Kabul / Accepted: 08.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1268912

birlikte taşıyıcı duvarların davranışını bulundukları konum ve doğrultuları etkilemektedir. Duvar ataletinin yüksek olduğu doğrultu düzlem içi, düşük olduğu doğrultu ise düzlem dışı doğrultuyu ifade etmektedir. Duvarın düzlem içi ve dışı davranışını duvar narinliği, malzeme türü, harç durumu ve kapı, pencere boşlukları etkilemektedir. Yatay yükleme ile düzlem ici hareket eden duvarın direnci vüksektir. Düzlem dısı hareket eden duvar daha vüksek sahip olduğu için daha düsük narinliğe direnc göstermektedir. Duvarların bu tür hareketlerini araştırmak için yapılan birçok çalışmada düzlem dışı duvarın düzlem içi hareket eden duvara göre daha erken hasar aldığı ve göçtüğü görülmüştür [1-5]. Ayrıca düşey ve yatay derzi oluşturan harcın karakteristik dayanımı, duvar rijitliğini etkilediği farklı çalışmalarda belirtilmiştir [6, 7]. Bunlara ek olarak yan duvar mevcudiyetinin düzlem dışı hareket eden duvara destek olduğu ve rijitliğini artırarak daha dirençli hale getirdiği görülmüştür [2, 8, 9, 10]. Yapılan araştırmalarda iki veya bir yan duvara sahip ve düzlem dışı hareket eden duvar modelinin, yan duvarsız modele oranla daha yüksek yatay yük kapasitesine sahip olduğu görülmüştür [10]. Ayrıca duvarda bırakılan kapı ve pencere boşlukları duvarda düzensizlik oluşturmakta ve rijitliği düşürmektedir. Boşluklu duvara etkiyen yükler boşluk çevresinde gerilme yığılmaları oluşturmaktadır. Bu gerilmeler boşluk çevresinde çatlak oluşumuna ve çatlağın duvarın en zayıf noktasına doğru ilerlemesine ve duvarın göçmesine neden olmaktadır [10]. U geometrisine sahip duvarlarda düzlem dışı hareket eden orta duvarda maksimum deplasman üst orta noktada iken L geometrisine sahip duvarlarda serbest üst kösede olduğu görülmüstür [11].

Yığma yapı duvarı yığma birimi ve birimler arasında kullanılan bağlayıcı malzeme ile yapıldığından kompozit bir yapıya sahiptir. Bu nedenle deneysel çalışmaların yanı sıra analitik modelleme ile modellenip analizlerin yapılması için özel programlar gerektirmektedir. Modellemelerde temelde iki farklı teknik kullanılmaktadır bunlar: mikro ve makro modelleme tekniğidir.

Mikro modelleme detaylı mikro modelleme ve basitleştirilmiş mikro modelleme olarak ikiye ayrılmaktadır. Mikro modelleme tekniği kullanılarak kompozit bir duvarın tam anlamıyla gerçek davranışı ve göçme mekanizması belirlenebilir [12]. Detaylı mikro modelleme tekniğinde harçlar ve yığma birimler gerçek boyutları ve mekanik özellikleri ile ayrı ayrı modellenmektedir (Bk. Şekil 1(a)). Birimler arasında düşey ve yatay harç kalınlığı modellemede dikkate alınır. Bu teknik karmaşık ve çözülmesi güç olduğundan dolayı çoğunlukla küçük sistemlerin cözülmesinde kullanılır. Büyük sistemlerin modellenmesi icin zaman acısından cok efektif olmavan bir tekniktir. Harcın gerçek özellikleri ile modellenmesi durumunda hesaba katılacak eleman sayısı artmakta, davranıs karmaşıklaşmakta, çözüm sırasında problemler ortaya çıkmakta ve çözüm süresi uzamaktadır. Bu etkenleri ile birlikte küçük ölçekli birleşimlerde oldukça doğru ve tutarlı sonuç elde edilmektedir [5, 13, 14, 15]. Basitleştirilmiş mikro modelleme tekniğinde ise harç malzemesi ayrı bir katı eleman olarak modellenmemekte, harç malzemesi ile yığma birim malzemesi eşdeğer bir malzemeye dönüştürülmektedir (Bk. Sekil 1(b) ve Sekil 2). Bu teknikte dönüşüm neticesinde eşdeğer malzemenin boyutları yığma birim boyutlarına bir düşey ve bir yatay harç boyutunun eklenmesiyle elde edilir [16]. Yapılan çalışmalarda basitleştirilmiş mikro modelleme analizinde etkili parametrelerin yığma birimler arasında kesme ve çekme gerilmeleri oluşturduğu belirlenmiştir [5]. Ayrıca birimler ve harç ilişkisini içeren; yapışma, ayrılma, kesilme, sürtünme gibi özelliklerin analizde tanımlanması gerekir [17, 18]. Mikro modelleme tekniklerinin dışında kompozit duvarlar tek bir malzemeden oluşuyormuş gibi kabul edilerek makro modelleme tekniği ile de modellenmektedir (Bk. Sekil 1(c)). Bu teknikte yığma birim ve harcın ayrı ayrı mekanik deneyleri yapılır ve bulunan parametreler formüller ile hesaplanarak tek bir katı elemana ve malzeme özelliğine indirgenir. Bu teknik karmaşık, çoğunlukla büyük ve yığma yapının tamamının modellenmesinde çözüm süresini kısaltmak ve hataları önlemek için tercih edilir [5].

Literatürde yığma yapıların yatay yük kapasitelerinin belirlenmesi için başlıca 3 farklı yükleme tekniği bulunmaktadır. İlk teknikte sarsma tablası ile yapı harekete geçirilir ve ivme değerleri ile yatay yükler hesaplanır ve deplasmanlar ölçülür [3, 8, 12, 19, 20].



(a) Yığma duvar görünüşü ve detaylı mikro modelleme



(b) Basitleştirilmiş mikro modelleme



(c) Makro modelleme

Şekil 1. Analitik yığma duvar modelleme teknikleri



Şekil 2. Basitleştirilmiş mikro modellemede eş değer birim boyutları

İkinci teknikte statik eğilme masası üzerinde inşa edilen yapının yatay yük kapasitesi, masanın eğilmesi ve kütle merkezinin yer değiştirilmesiyle ölçülür. Bu teknikte belirli açılarda yatay yük ve hasarlar adım adım kaydedilir [9, 10, 11, 20, 21]. Üçüncü teknikte ise yapıya doğrudan yatay yük uygulanarak yük ve deplasman kapasiteleri ölcülür [1, 6, 22]. Bu makale calısmasında tek vönde eğilme masası üzerinde farklı şekillerde yığma duvarlar inşa edilerek anlık yatay yük ve hasarlar hesaplanmıştır. Yan duvar ya da duvarlarında bırakılan kapı ve pencere boşluklarının düzlem dışı hareket eden ön duvara etkisi araştırılmıştır. Çalışmada öncelikle mevcut yığma yapılarda kullanılan duvar şekilleri, boşluk miktarları ve boyutları referans alınmıştır. Bu doğrultuda laboratuvar koşulları nedeniyle 1/2 ölçekte duvarlar küçültülmüştür. Duvar malzemesi olarak harman tuğlası kullanılmıştır. Duvarlarda en olumsuz durumu ve tarihi yapılarda zamanla meydana gelen harç azalması durumunu temsil etmek için harçsız inşa edilmiştir. Bu durumda birimler arasındaki bağlantı sürtünme ile sağlanmıştır. Böylece duvar narinliği artırmıştır. Ayrıca deney duvarlarının basitleştirilmiş mikro modelleme tekniği ile yalnızca sürtünme esaslı bağlantı ile Abaqus-2019 programında dinamik itme analizleri gerçekleştirilmiş ve deneysel sonuçlar ile karşılaştırılmıştır.

2 Materyal ve metot

Çalışmada 4 adet U ve 3 adet L geometrisinde toplam 7 farklı duvarın modeli bulunmaktadır. U geometrisinde iki van duvara sahip dolu olan U-00, bir van duvarında pencere boşluğu olan U-W0, bir yan duvarında kapı boşluğu olan U-D0 ve bir yan duvarında pencere diğer yan duvarında kapı boşluğu olan U-WD duvarları bulunmaktadır. L geometrisinde boşluksuz tek yan duvara sahip L-00, bir yan duvarında pencere boşluğu olan L-W0 ve bir yan duvarında kapı boşluğu olan L-D0 duvarları bulunmaktadır. Duvar deneyleri laboratuvar kosulları nedeniyle 1/2 ölcekte eğilme masası üzerinde gerçekleştirilmiştir. Duvar yapımında pişirilmiş kilden meydana gelen oluklu harman tuğlası kullanılmıştır. Çalışmada düzlem dışı hareket eden ön duvardan doğrudan yüzeyden ölçüm alınmış yan duvarlardan ölçüm alınmamıştır. Ön duvar genişliği 10 cm, uzunluğu 280 cm ve yüksekliği 140 cm'dir. Yan duvarların ise genişliği 10 cm, uzunluğu 200 cm ve yüksekliği 140 cm'dir. Yan duvarlarda bırakılan boşluklardan pencere boşluğu 50x50 cm, kapı boşluğu 50x100 cm ve duvarların köşe birleşim noktasına uzaklığı dıştan 60 cm'dir. Pencere boşluğu duvarın 45 cm yüksekliğinde iken kapı boşluğu zeminle aynı seviyede yapılmıştır. Birimlerin yaklaşık boyutları 5x10x20 cm'dir. Analitik çalışmada Abaqus-2019 lisanslı programı kullanılmıştır. Duvar boyutları ve mesnet koşulları değiştirilmeden analitik modellemeleri yapılmıştır. Duvar büyüklükleri nedeniyle basitleştirilmiş mikro modelleme tekniği kullanılmıştır. Tam boyutta ve yarı boyutta kullanılan tuğlalara ait boyut ve görseller Tablo 1'de verilmiştir.

Yığma yapılarda yapı davranışını değiştiren birçok etken olması nedeniyle deneysel ve analitik modellemede bazı kabullerin yapılması kaçınılmaz olmuştur. Bunlardan detaylı mikro modelleme yerine basitleştirilmiş mikro modelleme yönteminin kullanılması, birim boyutlarında düzeltmelerin yapılması ve analizlerde malzeme elastisite modülünün yanında duvar elastisite modülünün de dikkate alınması kabulleri yapılmıştır.

Tablo	1.	Deneylerde	ve	mikro	modelleme	tekniğinde
kullanı	lan	tuğla boyutlar	rı			



Analitik çalışmada davranışı değiştirmeyecek ve basitleştirecek şekilde tuğla birimlerinde bulunan boşluklar dolu olarak kabul edilmiştir. Boşluksuz modellenen tuğla birim ağırlığı gerçek ağırlığı ile aynı olması için birim hacim ağırlık 2 t/m³'ten 1.56 t/m³'e düşürülmüştür. Tuğla birimleri 25 mm ile kübik meşlenmiş ve C3D8R etiketli eleman tipi kullanılmıştır. Analitik modellemede alınan değerler Tablo 2'de verilmistir. Modellemede sürtünme katsayısı ile birlikte tanımlanan sıkı temas verisi ve tuğla birimleri arasında yükleme başlangıcından analiz sonuna kadar her temasta yeniden sürtünmenin oluşması parametreleri etkin kılmıştır. Duvar ilk alt sıra tuğla deneyde ankastre sabitlenmiş ve programda ankastre mesnetlenmiştir. Analitik çalışmada duvarın göçmesini zorlayan yatay kuvvet buradan ölçülmüştür. Programda gerçekleştirilen dinamik analiz ile uzun bir süre aralığında çok küçük kuvvet artışlarıyla davranış ölçülmüştür. Buradaki amaç her kuvvet artışında ortaya çıkan taban kesme kuvvetinin büyüklüğü ve deplasmanların doğru elde edilmesindendir. Bu bağlamda analitik modellemede yatay yük tuğla birimlerin 8 köşesine uygulanmıştır. 0 N'dan başlayarak 15 saniye sonunda tam tuğlalar için 0.62 N yarım tuğlalar için 0.31 N yük uygulanmıştır. Deplasmanlar ise tüm birimlerden alınabilmektedir. Ancak maksimum deplasmanlar U duvarlarda duvarın orta üst kısmında, L duvarlarda ise serbest üst köşeden alınmıştır. Genişletilmiş tuğla elastisite modülünün hesaplanmasında H toplam duvar yüksekliği, E_{μ} tuğla birimi elastisite modülü, E_m harç elastisite modülü, ndüşey tuğla sıra sayısı, h_u tuğla yüksekliği, h_m harç yüksekliğidir.

Tablo 2.	Basitleştirilmiş	mikro modelleme	parametreleri
	, ,		1

Parametre	Parametre		Referanslar
	değeri		
Sürtünme	0.82		hosenland
katsayısı, [µt]	0.82		nesapianui
Bağlantı türü	Sıkı temas		
Mesnet koşulu	Alt sıra anka	stre temel	
Modelde	tanımlanan t	tuğla malzeme özellikle	eri
Tuğla elastisite modülü, [MPa]	14000		[23]
Poisson oranı, [v]	0.22		[23]
Birim hacim ağırlığı, [1] [t/m³]	1.56		hesaplandı
Genişletilmiş tuğla elastisite modülü, $[E_{adi}]$ [MPa]	50*	$E_{adj} = \frac{HE_u E_m}{nh_u E_m + (n-1)h_m E_u}$	hesaplandı [24]
Mi	kro modellem	ede tuğla boyutları	
	Yükseklik,	Izunluk mm	Genişlik,
	mm	Ozumuk, mm	mm
Tam tuğla	50	200	100
Yarım tuğla	50	100	100
*Genisletilmis tuğla	elastisite mod	lülünün hesaplanmasınc	la harçsız durum

recenișterilmi tugia elastistie modululul nesapianmasinda narçsiz durum nedeniyle $E_m=1$ MPa ve $h_m=1$ mm varsayıldı.

Deneyler 3.00x3.00 m boyutlarında çelik masa üzerinde yapılmıştır. Masa üst kısmı bir kenarda serbest bırakılmış, diğer kenarda ise alt kısmı ile mafsallı birleşim yapılmıştır. İki yan kenarında bulunan hidrolik kriko vasıtası ile bir doğrultuda kaldırılıp mafsallı birleşim etrafında döndürülmüştür. Düzlem dışı deplasmanları kaydetmek amacı ile eğilme masası üzerine yerleştirilen deney duvarına düşeyde 3 yatayda 5 olmak üzere toplam 15 Lvdt yerleştirilmiştir. Ek olarak, 2 adet Lvdt eğilme masasının düşey deplasmanını kaydetmiş ve buradan masa açısı, kütle ve yatay kuvvet hesaplanmıştır.

Lvdt'leri sabitlemek için ayrı deney sırasında oluşan duvar göçmelerinin masa içerisine düşmesini önlemek için ayrı birer ahşap çerçeve yapılmıştır. Deneysel çalışma sırasında eğilme masası 0.25-0.40 °/s (derece/saniye) hızda sabit tutularak hareket ettirilmiştir. Düşük hızda ayarlanarak duvarların göçme noktası belirlenmek istenmiştir. Deney masası ve ölçüm aletlerinin konumları Şekil 3'te, deney modelleri ise Tablo 3'te verilmiştir.



Şekil 3. Deney masası ve ölçüm konumları şeması.

3 Bulgular ve tartışma

Çalışmada yığma duvarların düzlem dışı davranışını etkileyen faktörlerden, yan duvar etkisi ve yan duvarda bulunan kapı ve pencere boşluğunun etkisi araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar iki başlık altında değerlendirilmiştir. Deney duvarlarını oluşturan tuğla birimleri pürüzlü yüzeye sahip, tek sıra düz örgü ile örüldüğünden ve birimler arasında harç kullanılmadığından duvar rijitliği oldukça düşmüştür. Bu duruma Restrepo-Velez vd. [10] ile Yanan vd. [25] çalışmalarında da rastlanmıştır. Deneylerdeki duvar rijitliğini elde etmek için analitik model tasarlanırken malzemenin elastisite modülü harcın olmaması durumu dikkate alınarak Abbas ve Saeed [12]'de tanımlanan genişletilmiş tuğla elastisite modülü 50 MPa ile hesaplanmıştır. Tablo 4 ve 5'te deney ortamında ve analiz programında duvarların göçme anındaki şekilleri verilmiştir. Ayrıca yatay yük/kütle oranı ile düzlem dışı deplasman ilişkileri dikkate alınarak duvar sistemlerinin kapasiteleri kütleden bağımsız olarak maksimum 30 mm deplasman aralığında dikkate alınmıştır. Duvarların çok narin yapıya sahip olmaları nedeniyle aynı duvar modellerinden 3 tekrar deney yapılmış ve grafikleri verilmiştir. Tablo 4 ve 5'te grafiklerde L noktası hasarın ilk gerçekleştiği noktayı, G noktası ise göçmenin tamamlandığı noktayı göstermektedir. Deney videolarında L ve G noktası arasında duvara herhangi bir kuvvet etki etmese dahi göçmenin gerçekleşeceği ve deplasmanların artacağı görülmüştür.

3.1 U Geometrisindeki duvarlar

Geometrik olarak U şeklinde bulunan 4 modelde düzlem dışı hareket eden ön duvara iki kenarda bulunan duvarlar düzlem içi yönde mesnet oluşturmaktadır. Duvar yıkımlarında ön duvarın orta en üst kısmında maksimum deplasman gerçekleşmiştir. Bu noktadan alınan deplasman değerleri ile tabanda ölçülen kuvvet ilişkilendirilip duvarın vatay yük kapasitesi Tablo 4'teki gibi ölçülmüştür. U seklinde duvarların literatürdeki calısmalarda da benzer şekilde tablo 4'teki gibi göçtüğü ifade edilmiştir [6, 9, 10, 25, 26, 27]. Yan duvarların varlığı genel olarak sistemin rijitliğini artırdığı, davranışa olumlu katkı sağladığı görülmüştür. Yan duvarlarda bırakılan boşluklar ile tüm duvar sisteminin rijitliği düşmüş ve yatay yük kapasitesi azalmıştır. Boşlukların varlığı ön duvarın daha erken ve düzensiz göçmesine sebebiyet vermiştir. Deneysel ve analitik çalışmada tüm duvarlarda göçme şekilleri aynı cıkmıştır. Ön duvarın narin olması erken göçmesine neden olmuş ardından yan duvarların ya tamamı ya da bir kısmı göçmüştür. Duvar modellerinin üçer test edildiği deneysel çalışmada çoğu modelde yan duvarlarında göçtüğü görülmüştür ancak bunlara ait göçme sonrası fotoğraflar tablolarda bulunmamaktadır. Duvarlara ait deneysel ve analitik göçme şekillerinin aynı olduğu ve yük/kütle oranı ile deplasman değerlerinin doğrulandığı görülmüştür (Bk. Tablo 4).

Sonuçlara göre geometrili duvarların başlangıç rijitliklerinin aynı olduğu ve benzer şekilde hasar aldıkları belirlenmiştir. U geometrili duvarlarda başladığı L noktasının G noktasına oranı 0.70-0.80 arasında değiştiği hesaplanmıştır.

Duvar kodu	Tanım	Köşe görünümü-1	Köşe görünümü-2	Analitik görünüm
U-00	Boşluksuz U geometrisi nde			*
U-W0	Pencere boşluklu U geometrisi nde			*
U-0D	Kapı boşluklu U geometrisi nde			*
U-WD	Pencere ve kapı boşluklu U geometrisi nde			*
L-00	Boşluksuz L geometrisi nde			*
L-W0	Pencere boşluklu L geometrisi nde			*
L-0D	Kapı boşluklu L şeklinde			*

Tablo 3. Duvar modelleri, deney ve analitik görünümleri

U-00 modelinde yan duvarlarda boşluk olmaması sebebiyle en yüksek kapasiteye sahip olmuştur. U-WD modeli ise bir kenarda pencere bir kenarda kapı boşluğu bulunması sebebiyle bu gruptaki en düşük kapasiteye sahip olmuştur. U-00 modelde grafik eğrilerinin 0.04 ile 0.065 arasında yatay ilerlediği V/W oranın sabit kaldığı görülmüştür. U-W0'ın U-0D ve U-WD'a göre boşluk miktarının az olması ile V/W oranı daha yüksek bulunmuştur. Boşluğun daha çok bulunduğu U-WD duvarında deney sonuçlarındaki standart sapmanın daha fazla olduğu ölçülmüştür. Benzer literatür çalışmalarında U şeklindeki duvarlarda boşluk sayısının artışı ile yatay yük kapasitelerinin düştüğü ifade dilmiştir [10, 12]. Analitik sonuçlarda da aynı şekilde boşlukların bulunması ile ön duvarın V/W oranı düşmüştür. Tüm duvarlarda yatay yük kapasitesi, kütlenin %2-8 arasında bulunmuştur. U-00'dan U-WD'ye yan duvarda bulunan boşluk sayısı artışı ile sürtünme yüzeyleri arasındaki bağlantı zayıflamış ve ön duvarın rijitliği düşmüştür.

Duvar kodu	Deneysel göçme profili	Analitik göçme profili	Yatay yük/kütle oranı ve tepe deplasmanı
U-00		State of the state	0.12
U-W0		*	0 10 20 30, m 40 50 Tepe Deplasman, m 40 50 −U-W0-1 −U-W0-2 −U-W0-2 −U-W0-3 −
U-0D		Sector S	Tepe Deplasmani, mm -U-00-1 -U-00-2 -U-00-2 -U-00-2 -U-00-2 -U-00-2 -U-00-3
U-WD		E.	Leve Deplasman, mm 0.12 0.10 0.10 0.08 0.08 0.06 0.04 0.02 0.00 0.00 0.02 0.00 0.02 0.00 0.02 0.00 0.02 0.00 0.02 0.00 0.02 0.00 0.02 0.02 0.00 0.02 0.00 0.02

Tablo 4. U geometrisinde deneysel ve analitik yığma duvar modellerinin göçme şekilleri ve yatay yük kapasiteleri

Tablo 5. L geometrisinde deneysel ve analitik yığma duvar modellerinin göçme şekilleri ve yatay yük kapasiteleri

Duvar kodu	Deneysel göçme profili	Analitik göçme profili	Yatay yük/kütle oranı ve tepe deplasmanı
L-00		*	0.12
L-W0		*	0 10 Tepe Deplasman , mm 40 50 0 10 Tepe Deplasman , mm 40 50 0.12
L-0D		*	LoD-1 -L-00-1 -L-00-2 -L-00-2 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-3 -L-00-2 -L-0

3.2 L geometrisindeki duvarlar

Tek yan duvara sahip L geometrisinde bulunan duvarlarda U duvarlarına benzer şekilde boşluklar nedeniyle duvarların düzlem içi ve dışı rijitliği düşmüştür. Bu azalışın ön duvara etkisi kendi rijitliği kadar olmuştur. Tek yan duvarın destek olduğu L duvarlarda kapı ve pencere boşlukları nedeniyle zayıflayan yan duvar tüm sistemin yatay yük kapasitesini düşürmüştür. Maksimum deplasman yan duvarın bulunmadığı serbest kenarın üst noktasında gerçekleşmiştir. Restrepo-Velez vd. [10] çalışmasında L duvarların Tablo 5'teki gibi benzer şekilde göçtüğü ifade dilmiştir. Deneysel çalışmalarla birlikte yapılan analitik modellemede göçme şekilleri ve yük/kütle oranı-deplasman ilişkisi Tablo 5'te verilmiştir.

L duvarlarda tek yan duvarın tek taraflı destek olması nedeniyle iki yan duvarlı U duvarlara oranla dayanım ve rijitlikleri daha düşük bulunmuştur. Göçme şekillerinden de görüleceği üzere L duvarlarda yan duvarın birleştiği üst kenarında lokal hasar oluştuğu ve hasarın yan duvarın tamamına yayılmadığı görülmüştür. Boşluk bulunmayan U-00 duvarının en yüksek kapasiteye sahip olduğu ve sonra pencere boşluklu U-W0'ın ve U-U-0D'nin geldiği görülmüştür. Boşluğun nispeten fazla olduğu U-0D duvarda yan duvarın daha çok hasar aldığı belirlenmiştir. Deneysel ve analitik sonuçlarda 3 duvarda da V/W oranı aynı olduğu görülmüştür. Tüm duvarlarda V/W oranının boşluk artışı ile düstüğü görülmüstür. L-00 duvarında yatay yük kapasitesi kütlenin %3'ü, L-W0'da %2'si ve L-0D'da ise %1.5-%2'si kadar çıkmıştır. L noktasının G noktasına oranı 0.75-0.90 arasında çıkmıştır. Hasarın ilk gerçekleştiği L noktalarından sonra artık duvar göçmeye ilerlemiş ve G noktasında tamamen göçme gerçekleşmiştir.

4 Sonuçlar

Yığma yapılarda düzlem dışı hareket eden duvara yan duvarın etkisi ve yan duvarda bulunan kapı, pencere boşluğunun etkisi deneysel ve analitik olarak araştırılmıştır. Deneyler sırasında düzlem dışı hareket eden yığma duvar üzerinden deplasman verileri anlık kaydedilmiş ve masanın anlık yaptığı eğilme açısı ile ilişkilendirilerek duvarların yatay yük kapasiteleri hesaplanmıştır. Analitik ve deneysel sonuçların örtüştüğü görülmüştür. Analitik çalışmada duvar narinliğinin yansıtılması için birçok ön analiz yapılmış ve basitleştirilmiş mikro modelleme tekniğinin en uygun sonucu vereceği saptanmıştır. İki yan duvara sahip U duvar modelleri tek yan duvara sahip L duvar modellerinden daha rijit ve daha yüksek yatay yük kapasitesine sahip olmuştur. Harman tuğlasının pürüzlü ve tamamen düz yüzeyli olmaması tuğlalar arsındaki bağlantıyı zayıflatmıştır. Bu durum duvar kapasitelerinin düşük çıkmasına neden olmuştur. Analitik modellemede bu durumu yansıtmak zorlaşmış ve davranışın iyi anlaşılmasını gerektirmiştir. Yan duvarların destek oluşturması ile U duvarların ön duvarlarında göçme şekilleri duvarın ilk hareketinde doğrusal bir deplasman profili oluşturduğu görülürken artan deplasman ile bu profil dış bükey olmuştur. Deneysel ve analitik U duvar sonuçlarında iki yan duvarı boşluksuz inşa edilen duvarın pencere boşlukludan %10, pencere boşluklu

duvarın ise kapı boşlukludan %8.1 ve kapı boşluklunun da hem pencere hem de kapı boşluklu olandan %5.1 daha fazla dayanıma sahip olduğu belirlenmiştir. L şeklinde bulunan duvar modellerinde ise deplasman ve göçme şekilleri incelendiğinde düzgün bir formda göçtüğü görülmüştür. L duvarlarda ise van duvar desteğinin bulunmadığı serbest kenarda ilk hasar oluşmuş ve göçme durumuna kadar bir yay şeklinde ilerlemiştir. Göçmeler, destek yan duvara doğru uzanan yaklaşık 20-25 derecelik açı ile plastik mafsal etrafında dönerek gerçekleşmiştir. Yan duvarı boşluksuz duvarın kapı boşlukludan %58, kapı boşluklunun ise pencere boşlukludan %37 daha fazla dayanıma sahip olduğu belirlenmiştir. Ön duvarlar göçmeye geçtikten sonra yan duvarlarında hem deneyde hem de analitikte göçmeye geçtiği gözlenmiştir. Boşluklar ile duvar narinliğinin arttığı ve göçmelerin daha erken gerçekleştiği söylenebilir. Pencere ve kapı boşluğunun bulunduğu duvarlarda boşluk üstünde ve kenarında tuğlalar arasında açılma görülmüştür. Duvar altına doğru gittikçe ağırlığın ve sürtünme direncinin artışıyla tuğla açılmaları azalmıştır. Tüm duvarlarda ilk hasarın görüldüğü noktaya kadar rijit davranış görülmüştür. Ardından göçmeye karşı direncin çok düşük olduğu belirlenmiştir. Yan duvarın bulunması duvar sisteminin dayanım ve rijitliğini artırdığı sonucu çıkarılabilir. Duvarda bulunan boşluk sayısı artışı ile de dayanım ve rijitliğin düştüğü söylenebilir.

Teşekkür

Bu çalışma yüksek lisans tez çalışması kapsamında tezden üretilmiştir. Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 117M316 projesi ile desteklenmiş.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %9

Kaynaklar

- A. B. Mehrabi, P. Benson Shing, M. P. Schuller, and J. L. Noland, Experimental evaluation of masonryinfilled RC frames. Journal of Structural Engineering, 122(3), 228-237, 1996. https://doi.org/10.1061/ (ASCE)0733-9445(1996)122:3(228)
- [2] A. Karaşin ve E. Karaesmen, Bingöl depreminde meydana gelen yapısal hasarların irdelenmesi. Deprem Sempozyumu. Kocaeli, 386:396, 2005.
- [3] A. Turer, S. Z. Korkmaz and H. H. Korkmaz, Performance improvement studies of masonry houses using elastic post-tensioning straps. Earthquake Engineering and Structural Dynamics, 36: 683-705, 2007. https://doi.org/10.1002/eqe.649
- [4] O. A. Shawa, G. de Felice, A. Mauro and L. Sorrentino, Out of plane seismic behaviour of rocking masonry walls. Earthquake Engineering & Structural Dynamics, 41(5): 949-968, 2012. https://doi.org/10.1002/eqe.1168
- [5] P. B. Lourenço and J. G. Rots, Multisurface interface model for analysis of masonry structures. Journal of Engineering Mechanics, ASCE. 123(7): 660-668,

1998. https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(1997)123:7(660)

- [6] H. Maccarini, G. Vasconcelos, H. Rodrigues, J. Ortega, and P. B. Lourenço, Out-of-plane behavior of stone masonry walls: Experimental and numerical analysis. Construction and Building Materials, 179, 430-452, 2018. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05. 216
- [7] V. Akansel, G. Ameri, A. Askan, A. Caner, B. Erdil, Ö. Kale and D. Okuyucu, The 23 October 2011 MW7.0 Van (Eastern Turkey) earthquake: interpretations of recorded strong ground motions and post-earthquake conditions of nearby structures. Earthquake Spectra, 30(2): 657-682, 2014. https://doi.org/10.1193/012912EQS020M
- [8] A. Dazio, The effect of the boundary conditions on the out-of-plane behaviour of unreinforced masonry walls. In 14th World Conference on Earthquake Engineering, 8: Beijing, China, 112-17, 2008.
- [9] C. Casapulla and L. U. Argiento, The comparative role of friction in local out-of-plane mechanisms of masonry buildings. Pushover analysis and experimental investigation. Engineering Structures, Naples, Italy, 126: 158-173, 2016. https://doi.org/10.1016/ j.engstruct.2016.07.036
- [10] L. f. Restrepo-Velez, M. Guido and C. G. Michael, Dry stone masonry walls in bending part 1: static tests. International Journal of Architectural Heritage, 8(1):1-28, 2014. https://doi.org/10.1080/15583058. 2012.663059
- [11] Y. Shi, D. D'Ayala and P. Jain, Analysis of out of plane damage behaviour of unreinforced masonry walls. 14th International Brick & Block Masonry Conference, Bath, England, 02-17, 2008.
- [12] A. L. Abbas, and M. H. Saeed, Representation of the masonry walls techniques by using FEM. Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 11(13), 39-48, 2017. https://doi.org/10.22587/ajbas.2017.11.13.5
- [13] P.B. Lourenço, Analysis of masonry structures with interface elements: Theory and applications, Report 03-21-22-0-01. Delft University of Technology, Delft, Netherlands, 1994.
- [14] S. Ahmad, R. A. Khan and H. Gupta, Seismic performance of a masonry heritage structure. International Journal of Engineering and Advanced Technology, 4(3), 2014.
- S. S. Ali, and A. W. Page, Finite element model for masonry subjected to concentrated loads. Journal of structural engineering, 114(8), 1761-1784, 1988. https://doi.org/10.1061/(ASCE)07339445(1988)114:8(1761)
- [16] P. Shing, M. Schuller and V. Hoskere, In-plane resistance of reinforced masonry shear walls. Journal of Structural Engineering, 116(3): 619–40, 1990.

https://doi.org/10.1061/(ASCE)07339445(1990)116:3(619)

- [17] A. W. Page, Finite element model for masonry. Journal of Structural Engineering, ASCE, 104(8), 1267-1285, 1978. https://doi.org/10.1061/JSDEAG.0004969
- [18] S. K. Arya, and G. A. Hegemier, On nonlinear response prediction of concrete masonry assemblies. Proc., North Am. Masonry Conference, Masonry Society, Boulder, Colo., 19.1-19.24, 1978.
- [19] G. Francesco, U. Tomassetti, A. Penna and G. Magenes, Out-of-plane shaking table tests on URM single leaf and cavity walls. Engineering Structures, 125: 455-470, 2016. https://doi.org/ 10.1016/j.engstruct.2016.07.011
- [20] N. Mendes, P. B. Lourenço and A. Campos-Costa, Shaking table testing of an existing masonry building: assessment and improvement of the seismic performance. Earthquake Engineering & Structural Dynamics, 10: 23-42, 2013. https://doi.org/ 10.1002/eqe.2342
- [21] A. Turer, M. Golalmis, H. H. Korkmaz and S. Z. Korkmaz, Tilting table tests on strengthened masonry houses. Proceedings of the 2013 World Congress on Advances in Structural Engineering and Mechanics (ASEM13), Jeju, Korea, 4084-4099, 2013.
- [22] M. S. Döndüren, Bağlayıcı özelliği artırılan duvar ve sıva harcının düzlem dışı yüklenen tuğla duvarların mekaniksel davranışına etkisi. Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi, Konya, 2008.
- [23] J. M. Nichols, and Y. Z. Totoev, Experimental determination of the dynamic MOE of Masonry Units, 15th Australian Conf. on the Mechanics of Structures and Materials, Melbourne, Vic., 1997.
- [24] K. F. Abdulla, L. S., Cunningham, and M. Gillie, Simulating masonry wall behaviour using a simplified micro-model approach. Engineering Structures, 151, 349-365, 2017. https://doi.org/10.1016/j.engstruct. 2017.08.021
- [25] S. Yanan, D. D'Ayala and J. Prateek, Analysis of out of plane damage behaviour of unreinforced masonry walls. In 14th International Brick and Bock Masonry Conference. 02-17, 2008.
- [26] P. Taforel, F. Dubois and S. Pagano, Evaluation of numerical uncertainties on the modeling of dry masonry structures submitted to out of plane loading, using the NSCD method in comparison with experimental test. European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering (ECCOMAS 2012), Vienna, Austria, 2013.
- [27] A. Giuffrè, A mechanical model for statics and dynamics of historical masonry buildings. In Protection of the Architectural Heritage Against Earthquakes, CISM Courses and Lectures, 359: 71–152, 1996. https://doi.org/10.1007/978-3-7091-2656-1_4







Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllerin sentezi ve karakterizasyonu

Synthesis and characterization of genipin-crosslinked nanocapsules

Şeyma Çağlar¹, Deniz Akın Şahbaz^{2,*}

^{1,2} Pamukkale Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 20070, Denizli Türkiye

Öz

Yapılan çalışmada doğal bir çapraz bağlayıcı olan genipin kullanılarak sığla esansiyel yağının jelatin ve Arap zamkı ile nanoenkapsülasyonu amaçlanmıştır. Sentez sürecinde kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak ilk olarak sığla yağı jelatin ve Arap zamkı duvar materyalleri ile kaplanmış ve daha sonrasında farklı miktarlarda (150, 250, 350 ve 450 mg) genipin kullanılarak çapraz bağlanması sağlanmıştır. Elde edilen nanokapsüllerin toplam yağ, yüzey yağı ve enkapsülasyon etkinlik değerleri analiz edilmiştir. Genipin miktarının artışı ile nanokapsüllerin yüzey yağ miktarlarında azalış gözlenirken, toplam yağ ve enkapsülasyon etkinlik değerlerinde artış gözlemlenmiştir. 450 mg genipin kullanımı ile %91.78 enkapsülasyon etkinlik değerine sahip nanokapsüller elde edilmiş olup, bu nanokapsüllerin yapısal, morfolojik ve termal özelliklerinin incelenmesi için sırasıyla FTIR, FESEM, TGA ve DSC analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar sığla yağının jelatin ve Arap zamkı ile nano boyutta başarılı bir şekilde kaplandığını göstermektedir.

Anahtar kelimeler: Nanoenkapsülasyon, Çapraz bağlanma, Genipin, Kompleks koaservasyon, Sığla yağı

1 Giriş

Esansiyel yağlar, aromatik, antioksidan, antimikrobiyal ve nutrasötik özellikler başta olmak üzere çeşitli biyolojik aktivitelere sahip uçucu ve uçucu olmayan moleküllerin kompleks karışımlarından oluşmaktadır. Bu özellikleri nedeniyle esansiyel yağlar tarım, gıda ve ilaç endüstrilerinde çok sayıda potansiyel uygulama alanına sahiptir. Ancak, hidrofobik yapıları, kimyasal kararsızlıkları ve uçuculukları çoğu uygulama için zorluk teşkil etmektedir. Bu zorluklar genellikle esansiyel yağların kapsüllenmesi ile aşılmaktadır [1].

Kapsülleme, aktif maddelerin çevresel etkenlerden korunması ve salımının kontrol edilebilmesi amacıyla inert bir kaplama materyali içine alma işlemidir. Kapsülleme, ilaç taşıyıcı sistemlerde [2], zirai kimyada [3], gıda endüstrilerinde [4], kozmetik ve kişisel bakım ürünlerinde [5] geniş uygulamaları olan bir teknolojidir. Son yıllarda yapılan araştırmalarda, mikro ve nano olmak üzere iki tip kapsülleme prosesi kullanılmaktadır. Nanoenkapsülasyon, çeşitli maddelerin nano ölçekteki boyutlarda başka bir malzeme ile kaplanması iken, mikroenkapsülasyon ise daha büyük çekirdek materyalin mikro boyutlarda kaplanması

Abstract

In this study, it was aimed to nanoencapsulate sweetgum essential oil with gelatin and gum arabic using genipin, a natural cross-linker. In the synthesis process, firstly, sweetgum oil was coated with gelatin and gum Arabic wall materials using the complex coacervation method, and then cross-linked using different amounts of genipin (150, 250, 350 and 450 mg). Total oil, surface oil, and encapsulation efficiency of the obtained nanocapsules were analyzed. With the increase in the amount of genipin, a decrease was observed in the surface oil content of the nanocapsules, while an increase was observed in the total oil and encapsulation efficiency values. Nanocapsules with an encapsulation efficiency value of 91.78% were obtained by using 450 mg genipin, and FTIR, FESEM, TGA, and DSC analyzes were performed to examine the structural, morphological and thermal properties of these nanocapsules, respectively. The results show that sweetgum oil is successfully coated with gelatin and gum Arabic at nanoscale.

Keywords: Nanoencapsulation, Cross-linking, Genipin, Complex coacervation, Sweetgum oil

işlemidir [6]. Emülsifikasyon [7], kompleks koaservasyon [8], püskürterek kurutma [9], püskürterek soğutma [10], dondurarak kurutma [11], akışkan yataklı kaplama ve ekstrüzyon yöntemleri [12] nano ve mikrokapsüllerin üretiminde sıklıkla kullanılan yöntemlerdir. Bu yöntemler arasından kompleks koaservasyon yöntemi yüksek kapsülleme verimliliği, düşük oranda biyopolimer kullanımı ve proses koşullarının kolaylığı nedeniyle daha çok tercih edilmektedir.

Kompleks koaservasyon, iki veya daha fazla zıt yüklü biyopolimerin (genellikle proteinler ve/veya polisakkaritler) elektrostatik etkileşimler ile koloidal bir yapı oluşturduğu bir prosestir. Bu teknoloji, esansiyel yağlar gibi lipofilik aktif bileşenleri kapsüllemek için endüstriyel olarak yaygın olarak kullanılmaktadır [1].

Nano ve mikrokapsüller genellikle düşük termo-mekanik özellik göstermektedir. Bu nedenle bu hidrofilik kapsüllerin sentez aşamasında çapraz bağlanması gerekir. Ayrıca, polimerik mikro/nanokapsüllerin çeşitli çapraz bağlayıcılar ile çapraz bağlanması, bozunma hızlarını ve hidrasyon potansiyellerini sınırlamakta ve böylece daha uzun süreli salım davranışı sergileyebilmektedir [13]. Literatür

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: dsahbaz@pau.edu.tr (D. Akın Şahbaz) Geliş / Recieved: 31.10.2022 Kabul / Accepted: 04.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1196886

çalışmalarında genellikle formaldehit [14], glutaraldehit [15], glioksal [16], diizosiyanat, epiklorohidrin [17] gibi kimyasal çapraz bağlayıcılar kullanılmakta olup, bu çapraz bağlayıcılar toksik etki göstermesi nedeniyle kapsüllerin biyolojik alandaki uygulamalarını kısıtlamaktadır. Son yıllarda yapılan çalışmalarda, doğal bir çapraz bağlayıcı olan genipin kullanımı dikkat çekmektedir [18].

Genipin, *Gardenia jasminoides* and *Genipa americana* L. meyvelerinin ekstraksiyonu ile ana bileşiği geniposidden elde edilmektedir. Genipin amino asitler ve proteinler ile kendiliğinden reaksiyona girerek koyu mavi pigmentler oluşturmaktadır [19].

Genipin'in biyolojik dokularda çapraz bağlama özelliği ilk olarak 2000 yılında keşfedilmiştir. Biyogüvenirliliği ve spesifik çapraz bağlama yeteneği sayesinde günümüzde önemli bir molekül haline gelmiştir [20]. Literatür çalışmalarında genipin özellikle doku mühendisliği alanında kolajen bazlı biyomalzemelerin sentezinde [21, 22], pervaporasyon uygulamalarına yönelik membran üretiminde [23], kontrollü ilaç salım sistemlerinde [24, 25], biyomedikal malzemelerin üretiminde [26], enzim immobilizasyon uygulamalarında [27, 28] çapraz bağlayıcı olarak kullanılmaktadır. Genipinin sitotoksisitesi sıklıkla kullanılan glutaraldehit çapraz bağlayıcının sitotoksisitesinin sadece %0.01 kadardır ve *in vivo* biyogüvenirliliği literatür çalışmalarında kapsamlı bir şekilde gösterilmiştir [20].

Sığla esansiyel yağı Muğla ilimizde yetişen endemik bir tür olan Günlük ağacı (*Liquidambar orientalis*) balzamının alkol ekstraksiyonu ve ekstraktın destilasyonu yöntemleri ile elde edilmektedir [29]. Çok iyi antiseptik, antibakteriyal, antifungal, antiparazit ve antioksidan özellik göstermektedir [30]. Bu özellikleri nedeniyle deri doku mühendisliği [31], medikal tıp [32,33], kozmetik [34], eczacılık [35] vb. alanlarda kullanım potansiyeline sahiptir.

Literatür çalışmalarında ardıç [36], leylak [37] gül [38], portakal [39], çay ağacı [40], zencefil [41,42], hardal [43], yıldız anason [44], oregano [45], *Thymus capitatus* [46], zufa otu [47] vb. çeşitli bitkilerden elde edilen esansiyel yağların enkapsülasyonuna yönelik çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Ancak sığla yağının enkapsülasyonuna yönelik herhangi bir çalışma bulunmamaktadır.

Sığla yağının mikro/nanoenkapsülasyonu; kimyasal, antimikrobiyal, antioksidan, antifungal ve antitoksijenik özelliklerinin korunması ve çevre koşullarına karşı dayanıklılığının arttırılması açısından önemlidir. Kapsüllenmiş sığla yağı, işlem görmemiş sığla yağına nazaran tekstil, kozmetik, gıda, ilaç vb. birçok sektörde daha geniş kullanım alanı oluşturabilme potansiyeline sahiptir.

Yapılan bu çalışmada doğal bir çapraz bağlayıcı olan genipin kullanılarak ülkemiz için ekonomik bir değere sahip sığla yağının jelatin ve Arap zamkı olan ile nanoenkapsülasyonu gerçekleştirilmiştir. Sentez sırasında farklı miktarlarda kullanılan genipin miktarının nanokapsüllerin yüzey yağı, toplam yağ ve enkapsülasyon etkinliği üzerine etkisi incelenmiştir. Ayrıca elde edilen nanokapsüllerin yapısal, morfolojik ve termal özelliklerinin belirlenmesi amacıyla sırasıyla FTIR, FESEM, TGA ve DSC analizleri yapılmıştır.

2 Materyal ve metot

2.1 Materyal

Nanokapsüllerin sentezinde kaplama materyali olarak jelatin (Alfasol) ve Arap zamkı (Alfasol), çapraz bağlayıcı olarak genipin (%99.85, BLDpham) kullanılmıştır. Çözelti pH'ı hidroklorik asit (HCl, %37, J.T. Baker) ve sodyum hidroksit (NaOH, J.T. Barker) çözeltileri ile ayarlanmıştır. Nanokapsüllerin yüzey yağ ve toplam yağ miktarları belirlenmesinde hekzan (CH₃(CH₂)₄CH₃, Merck) ve izopropanol (CH₃CH(OH)CH₃, Merck) kullanılmıştır.

Çekirdek madde olarak kullanılan sığla (*Liquidambar* orientalis Miller) yağı Muğla Köyceğiz firmasından temin edilmiş olup, %65.58 sinnamil sinnamat, %19.89 m-metil sitiren, %4.57 sinnamik asit, %2.79 asetosinnamon, %2.47 1-fenil-3-trimetilsililoksi, %0.84 3-fenil propanol ve %0.56 4-hidroksi sinnamil alkol içermektedir.

2.2 Genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllerin sentezi

Nanokapsüllerin sentezi için kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmıştır [1]. Sentez aşamasında ilk olarak, %3 (a/a)'lük 200 mL jelatin çözeltisi hazırlanmış ve manyetik karıştırıcı (Isolab Laborgerate GmbH, Almanya) ile 40°C ve 1000 rpm'de karışmakta olan jelatin çözeltisi içerisine 5 g sığla yağı ilave edilmiştir. 10 dakika karıştırma işlemi sonrasında karısım ultrasonikatör (Bandelin, HD4100, Almanya) kullanılarak 20 dakika ultrasonik işleme (20 kHz ve %50 amplitude) tabi tutulmuş ve yağ damlacıklarının sulu faz içerisinde emülsiyonu sağlanmıştır. Ultrasonikasyon sonrası, emülsiyon içerisine ikinci kaplama polimeri olarak %2 (a/a)'lik 50 mL Arap zamkı çözeltisi ilave edilmiş ve karışımın pH değeri HCl çözeltisi (0.5 M) kullanılarak 4.0-4.5 olacak şekilde ayarlanmıştır. pH dengesi sağlandıktan sonra karışımın sıcaklığı buz banyosuna kullanılarak yavaş vavas 10°C'ye kadar düsürülmüstür. 10°C sıcaklığa ulasan karışımın pH'ı %10'luk NaOH çözeltisi ile 10'a ayarlanmıştır. Çapraz bağlama aşamasında karışım içerisine farklı miktarlarda genipin (150 mg, 250 mg, 350 mg ve 450 mg) ilave edilmiştir. Çapraz bağlama işlemi 45°C'de 8 saat çalkalamalı su banyosunda gerçekleştirilerek polimerler arasında çapraz bağların oluşumu sağlanmıştır. Bu sürenin sonunda elde edilen nanokapsüllerin sulu fazdan ayrımı için santrifüj cihazı (Nuve, NF 400, Türkiye) kullanılarak 4000 rpm'de 10 dakika santrifüj işlemi yapılmış ve son olarak elde edilen nanokapsüller etüvde (Natural Convection Oven, JSON-100, Kore Cumhuriyeti) 50°C'de kurutulmuştur. 150 mg, 250 mg, 350 mg ve 450 mg genipin kullanılarak çapraz bağlanan nanokapsüller sırasıyla 150G_nanokapsül, 250G_nanokapsül, 350G_nanokapsül ve 450G_nanokapsül olarak adlandırılmıştır.

2.3 Yüzey yağı, toplam yağ ve enkapsülasyon enkinliğinin belirlenmesi

Nanokapsüllerin içermiş olduğu toplam yağ oranlarının belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmalarda ilk olarak 0.5 g nanokapsül üzerine 4.0 ml HCl ilave edilmiş ve nanokapsül yapılarının parçalanarak sığla yağının serbest kalması amacıyla 10 dakika boyunca şiddetli karıştırma işlemi yapılmıştır. Bu işlem sonrası üzerine 15.0 ml hekzan:izopropanol (3:1 v/v) karışımı eklenerek yağ fazın çözücü faza ekstraksiyonu gerçekleştirilmiş ve sonrasında karışıma 4000 rpm 10 dakika santrifüjleme yapılmıştır. Santrifüj işleminden sonra üst faz (renksiz faz) beher içerisinde toplanmıştır. Nanokapsüller üzerine tekrardan 10 ml hekzan:izopropanol karışımı eklenilmiş ve santrifüjleme yapılmıştır. Santrifüj işleminden sonra üst faz tekrardan beher içerisine alınmıştır. Bu işlem bir kez daha tekrarlanmıştır. Beher içerisinde toplanan solvent 80°C'de buharlaştırılmıştır. Buharlaştırma işlemi sonrası beherin dolu ve boş tartım farkı alınarak toplam yağ miktarı hesaplanmıştır.

Nanokapsüllerin yüzey yağ miktarlarının belirlenmesinde; 0.1 g nanokapsül üzerine 15 ml hekzan eklenmiş ve 2 dakika hafif bir şekilde çalkalama işlemi yapılmıştır. Nanokapsüllerin solvent fazdan ayrımı için süzme işlemi yapılmıştır. Filtre kağıdı üzerindeki numune 2 defa 10 mL hekzan ile yıkanarak süzülmüştür. Bu işlemlerin ardından beher içerisinde toplanan solvent 70°C'de buharlaştırılmıştır. Solvent uzaklaştıktan sonra beher içerisinde kalan yağ miktarı tartılarak yüzey yağ miktarı gravimetrik olarak hesaplanmıştır [8].

Nanokapsüllerin enkapsülasyon etkinliği toplam yağ ve yüzey yağ miktarları kullanılarak Denklem (1)'e göre hesaplanmıştır [48]:

% Enkapsülasyon Etkinliği =
$$\frac{w_t - w_s}{w_t} \times 100$$
 (1)

 w_t ve w_s sırasıyla nanokapsüller içerisindeki toplam yağ ile yüzey yağ miktarını göstermektedir.

2.4 Sığla yağı içeren nanokapsüllerin karakterizasyonu

Sığla yağı içeren nanokapsüllerin karakterizasyon çalışmalarında nanokapsüller arasında en yüksek toplam yağ ve enkapsülasyon etkinlik değerine sahip olan 450Gnanokapsül kodlu nanokapsüller kullanılmıştır.

Çekirdek malzeme, duvar malzemeleri ve nanokapsüllerin (450G-nanokapsül) kimyasal bağ yapılarının incelenmesi için Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR, Thermo Scientific, NICOLET İS50FT-IR) kullanılmıştır. Analizler 400-4000 cm⁻¹ dalga boyu aralığında 4 cm⁻¹ çözünürlükte gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin ısıl davranışlarının belirlenmesi için TGA ve DSC analizleri Simültane Termal Analiz (Simultaneous Thermal Analysis, STA, NETZSCH, STA 449 F3, ABD) ile incelenmiştir. TGA analizleri 25-600°C, DSC analizleri ise 25-400°C sıcaklık aralığında 50 mL/dakika azot gazı akışında 10°C/dakika ısıtma hızında gerçekleşmiştir.

Nanokapsüllerin (450G-nanokapsül) oluşumları ve yüzey morfolojileri Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (Field Emission Scanning Electron Microscopy, FESEM, GEMINI SUPRA 40VP, Zeiss, Almanya) ile incelenmiştir. Analiz öncesi nanokapsüller vakumlu ortamda altın/paladyum (%20/80) alaşımı ile kaplanmıştır. Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra, 20 kV hızlandırma gerilimi altında, 85000x ve 45000x büyütme oranında nanokapsül yapılarına ait görüntüler alınmıştır.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Genipin miktarının toplam yağ, yüzey yağı ve enkapsülasyon etkinliği üzerine etkisi

Enkapsülasyon proseslerinde, yüksek bir enkapsülasyon etkinliği elde edebilmek için duvar materyali tarafından kaplanarak kapsül içerisine alınan esansiyel yağın maksimum seviyede olması istenirken, kaplanmayarak kapsül yapının dış yüzeyinde bulunan yüzey yağının ise minimum seviyede olması istenir.

Tablo 1'de farklı miktarlarda genipin kullanılarak çapraz bağlanan nanokapsüllerin toplam yağ, yüzey yağı ve enkapsülasyon etkinlik değerleri verilmiştir.

Yapılan çalışmada çapraz bağlayıcı olarak kullanılan genipin miktarının artışı ile mikrokapsüllerin yüzey yağı miktarı azalırken, toplam yağ ve enkapsülasyon etkinlik değerleri artış göstermiştir. 450 mg genipin kullanılarak sentezlenen 450G nanokapsül kodlu nanokapsüller %91.78 ile en yüksek enkapsülasyon etkinlik değerine sahiptirler. Benzer sonuçlar literatür çalışmalarında da gözlemlenmiş olup, Maji vd. [49] yapmış oldukları çalışmada, Zanthoxylum limonella yağının jelatin ile mikrokaspülasyonunda kullanılan glutaraldehit çapraz bağlayıcının artışı ile yağ tutma kapasitelerindeki artışa bağlı enkapsülasyon etkinliğinin de arttığını belirtmiştir. Maji ve Hussain [50] yapmış oldukları farklı bir çalışmada ise Zanthoxylum limonella yağının kitosan ve jelatin ile mikroenkapsülasyonunda genipin miktarının artışının enkapsülasyon etkinliğini arttırdığını göstermişlerdir. Devi ve Maji [51] Azadirachta Indica A. Juss. yağı mikroenkapsülasyonunda genipin kontrantrasyonu artışı ile hem toplam yağ miktarının hem de enkapsülasyon etkinliğinin artış gösterdiğini belirtmişlerdir.

Nanokapsül	Yüzey	Toplam	Enakpsülasyon
	yağ (%)	yağ (%)	etkinliği (%)
150G_nanokapsül	2.40	10.83	77.88
	±0.23	±0.17	± 1.95
250G_nanokapsül	1.84	12.03	84.65
	±0.10	±0.40	± 1.34
350G_nanokapsül	1.76 ±0.14	16.17 ±0.34	$\begin{array}{c} 89.09 \\ \pm \ 0.94 \end{array}$

18.22

+0.39

1.50

+0.27

Tablo 1. Farklı miktarlarda genipin kullanılarak çapraz bağlanan nanokapsüllerin toplam yağ, yüzey yağı ve enkapsülasyon etkinlik değerleri

Standart hata (±SH)

450G_nanokapsül

3.2 Karakterizasyon çalışmaları

Farklı oranlarda genipin ile çapraz bağlı nanokapsüller arasından en yüksek enkapsülasyon etkinliğine sahip nanokapsüllerin (450G_nanokapsül) morfolojik yapıları FESEM ile incelenmiş olup, 85000x ve 45000x büyütme oranındaki FESEM görüntüleri Şekil 1'de verilmiştir.

91.78

+1.29



Şekil 1. 450G nanokapsül kodlu genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllerin SEM görüntüleri

Sekil 1'de nanokapsüllerin boyutlarının 50-100 nm aralığında ve aglomera bir yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Bu durumun sentez sonrası santrifüj ve kurutma prosesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Literatür çalışmalarında da aglomerasyon hem kapsülleme işlemi sırasında hem de kapsüllerin izolasyonu aşamasında yaygın karşılaşılan bir sorundur. Kurutma sürecindeki parametreler mikro ve nanokapsül yapısındaki duvar malzemelerinin higroskopik doğasını önemli derecede değiştirmektedir [52]. Bu nedenle enkapsülasyon sürecinde kurutma parametrelerinin optimizasyonu ile nanokapsüllerdeki aglomerasyon sorununun azaltılabileceği düşünülmektedir.

Şekil 2'de sığla yağı, Arap zamkı, jelatin ve nanokapsüllere (450G_nanokapsül) ait FTIR spektrumları verilmiştir.

Jelatin duvar malzemesine ait FTIR spektrumunda yaklaşık olarak 3288.7 cm⁻¹'de gözlemlenen kuvvetli pik, protein yapıdaki amino gruplarına ait karakteristik pik olup koaservasyon sürecinde asidik ortamda pozitif yüklenmektedir [43]. 3100-3500 cm⁻¹ aralığında gözlemlenen Amid A bandı, jelatinin protein yapısındaki birincil amino gruplarının N-H gerilmesinden ve aynı zamanda adsorbe edilmiş suyun O-H gerilmesinden kaynaklanmaktadır [53, 54].

Polisakarit ve glikoprotein yapıda olan Arap zamkına ait FTIR spektrumunda, yaklaşık 3346.6 cm⁻¹'de gözlemlenen pik hidroksil grupları kaynaklıdır. Koaservasyon sürecinde negatif yüklenen Arap zamkı yapısındaki karboksilik gruplara ait karakteristik pik yaklaşık 2932.4 cm⁻¹ dalga boyunda gözlemlenmiştir [43, 55]. Nanokapsüllere ait FTIR spektrumu incelendiğinde, nanokapsül sentezi sırasında hidrojen bağı etkileşimleri nedeniyle hidroksil ve karboksil gruplarına ait piklerin sırasıyla 3295.6 cm⁻¹ ve 2943.7 cm⁻¹'e kaydığı gözlemlenmiştir.

Ayrıca, duvar ve çekirdek malzemenin FTIR spektrumunda gözlemlenmeyip, nanokapsüllerin FTIR spektrumunda 1609.2 cm⁻¹ dalga boyunda gözlemlenen pik jelatin-Arap zamkı polimerlerinin genipin ile çapraz bağlanmsı sonucu oluşan amid bağından kaynaklanmaktadır. Çapraz bağlanma, alkali koşullarda genipinin ester grupları ile jelatinin amino grupları arasında tetiklenen nükleofilik yer değiştirme reaksiyonları sonucu oluşmaktadır [43].

Sığla yağının FTIR spektrumunda 3420.3, 2943.3, 1705.7, 1160.8, 965.5, 766.9, ve 683.4 cm⁻¹'de güçlü ve keskin absorpsiyon pikleri gözlemlenmiştir. 1705.7 cm⁻¹'de gözlemlenen pik ketonların C=O gerilme titreşimlerinden kaynaklanmış olup, aynı pik genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllerde 1707.3 cm⁻¹'de gözlemlenmiştir. 1634.8 ile 1449.3 cm⁻¹ dalga boyu aralığında gözlemlenen pikler ise benzen halkasındaki C=C bağlarının gerilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [56]. Aynı pikler genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllere ait spektrumda 1635.1 ile 1449.3 cm⁻¹ dalga boyu aralığında yer almaktadır. 1300 ile 1150 cm⁻¹ dalga boyu aralığında sığla yağı spektrumunda 1160.8 cm⁻¹ ve genipin ile çapraz bağlı nanokapsüllerde 1161.0 cm-1'de gözlemlenen pikler, esterlerin C-C=O ve O-C-C bağ titreşimlerinin yanı sıra metilen gruplarının belirli bükülme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [57]. Sığla yağının spektrumunda 1000 ile 650 cm⁻¹ aralığında gözlemlenen pikler benzen halkasındaki C-H bağlarının deformasyon titresimleri [58] ve ayrıca birincil ve ikincil alkol gruplarının C-O bağ gerilme titreşimiyle ilgilidir [41]. Aynı pikler genipin ile capraz bağlı nanokapsüllerin FTIR spektrumunda 966.0, 766.8 ve 683.7 cm⁻¹'de gözlemlenmiştir.

Sığla yağının FTIR spektrumunda gözlemlenen karakteristik piklerin, nanokapsüllere ait FTIR spektrumunda da gözlemlenmiş olması sığla yağının jelatin ve Arap zamkı ile başarılı bir şekilde kapsüllendiğini göstermektedir. Ayrıca sonuçlar, sığla yağının kimyasal stabilitesinin enkapsülasyonu sonrası korunduğunu ve sığla yağı ile duvar malzemeler arasında önemli bir kimyasal etkileşim olmadığını göstermiştir.

Nanokapsüllerin ısıl davranışının belirlenmesi amacıyla termogravimetrik analiz gerçekleştirilmiş olup, Şekil 3'te 450G nanokapsül kodlu nanokapsüllere ve nanokapsül yapısında kullanılan çekirdek ve kaplama malzemelerine ait TGA eğrileri verilmiştir.

Sığla yağına ait TGA eğrisi incelendiğinde, 155.5°C'e kadar herhangi bir kütle kaybı gözlemlenmemiş olup, sıcaklık 315°C'e ulaştığında ise %69.6'lık kütle kaybı

gözlemlenmiştir. Bu kütle kaybı sığla yağı içerisindeki sinnamil alkol, stiren, fenil propanol vb. uçucu bileşenlerin ortamdan uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır [30]. Sıcaklığın 315°C'den 415.5°C yükselmesi ile sığla yağı yapısında bulunan sinnamil sinnamat, sinamik asit vb. halkalı daha kompleks yapılı bileşenlerin de ortamdan %30.4'lük uzaklasması sonucu bir kütle kaybı gözlemlenmiştir. Sıcaklık 415.5°C'e ulaştığında ise sığla yağının tamamen bozulduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuç sığla yağının uçuculuğunu ve farklı uygulamalardaki kullanımı için termal kararlılığını arttırmaya yönelik koruyucu kaplamalara ihtiyaç duyduğunu göstermektedir.

Duvar malzemeleri olarak kullanılan jelatin ve Arap zamkına ait TGA eğrileri incelendiğinde, 230 ile 450°C sıcaklık aralığında polimer yapıların büyük oranda termal bozunmaya uğradığı gözlemlenmiştir. Literatür çalışmalarında da jelatin yapısındaki peptit bağlarının termal bozulmasının yaklaşık 250°C ile 425°C sıcaklık aralığında gerçekleştiği belirtilmiştir [59]. Ayrıca, çeşitli endüstriyel zamkların termal bozunmasının iki aşamada gerçekleştiği, polisakkaritlere ait ana termal bozunmanın 200°C üzerinde başladığı ve Arap zamkındaki daha küçük sıcaklıklarda gözlenen ağırlık kaybının sakkarit yapısına hidrojen bağlı su olan nemin desorpsiyonundan kaynaklandığı belirtilmektedir [60].

Nanokapsüllere (450G_nanokapsül) ait TGA eğrisi incelendiğinde 230 ile 450°C sıcaklık aralığında gözlemlenen %89.3 oranındaki kütle kaybının nanokapsül yapısındaki duvar malzemelerin depolimerizasyon ve bozunması kaynaklı olduğu gibi aynı zamanda nanokapsül yapısının bozulması sonucu kaplanmış sığla yağının serbest kalması ile nanokapsül yapısından uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır [61]. 450 ile 600 °C sıcaklık aralığında ise daha yavaş bir ikinci termal bozunma görülmektedir. Sıcaklık 600 °C'ye ulaştığında nanokapsül yapısında geriye kalan kütle miktarı % 6.9'dur.



Şekil 2. Sığla yağı, Arap zamkı, jelatin ve nanokapsüllere (450G_nanokapsül) ait FTIR spektrumları



Şekil 3. Sığla yağı, Arap zamkı, jelatin ve nanokapsüllere (450G_nanokapsül) ait TGA termogramları



Şekil 4. Sığla yağı, Arap zamkı, jelatin ve nanokapsüllere (450G_nanokapsül) ait DSC termogramları

Sığla yağı içeren nanokapsüllerin termal direncinin kaplanmamış sığla yağının termal direncine nazaran oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Bu sonuç, enkapsülasyon işleminin sığla esansiyel yağının termal direncini arttırmada kullanılabilecek başarılı bir yöntem olduğunu göstermektedir.

İnert bir atmosfer altında ısıtma sırasında meydana gelen termal geçişlerin incelenmesi amacıyla DSC diyagramları çizilmiştir (Şekil 4). Duvar ve çekirdek malzemeler ve nanokapsüller (450G_nanokapsül) için termal etkilerin yanı sıra ilgili entalpi değişikliklerinin gözlendiği tepe sıcaklık değerleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. DSC termogramlarında gözlemlenen pik sıcaklıklar ve entalpi değişiklikleri

Numune	Entalpi Değişimi	Pik Sıcaklığı (°C)	Enerji (J/g)
	1	106.7	-551.7
Sığla Yağı	2	215.7	305.2
	3	342.4	-142.0
	1	102.4	37.76
	2	231.1	159.4
Jelatin	3	291.9	49.34
	4	324.1	1.805
	5	343.6	39.45
	1	74.1	0.8387
A	2	220.9	5.609
Arap Zamki	3	257.2	16.26
	4	312.7	14.58
	1	85.4	0.397
Nanokapsül	2	160.5	27.71
(450G_nanokapsül)	3	260.7	-260.3
	4	340	-799.2

Duvar malzemesi olarak kullanılan Arap zamkına ait termogramda 74.1°C, 220.9°C, 257.2°C ve 312.7°C'de olmak üzere dört endotermik pik gözlemlenmiştir. Bu pikler sırasıyla nem olarak bulunan suyun buharlaşması, camsı geçiş sıcaklığı, erime noktası ve polimer yapının termal bozunması kaynaklıdır [62, 63]. Duvar malzemesi olarak kullanılan diğer malzeme jelatin de benzer şekilde yapısında bulunan nemin buharlaşması nedeniyle 102.4°C'de endotermik pik göstermiştir. DSC eğrilerinin çoğunda, oda sıcaklığı ile 150°C sıcaklık aralığında gözlemlenen endotermik pikler, polimerin fonksiyonel gruplarının hidrofilik doğası nedeniyle gerçekleşen su kaybı (ağırlıkça %2-10) kaynaklıdır [60]. Yaklaşık 231.1°C'de gözlemlenen diğer endotermik pik ise kristalin kısımlarının erimesi ve jelatin yapısında bulunan prolin, imino asit vb. yapıların bozulmasından kaynaklanmaktadır [64,65]. Ayrıca moleküller arası yan zincirin parçalanması nedeniyle de 324.1 ve 343.6°C'lerde iki endotermik pik gözlemlenmiştir [64].

Nanokapsüllere (450G_nanokapsül) ait termogramda, 85.4°C'de gözlemlenen pik kapsül yapısında bulunan suyun

uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Nanokapsüllerin yapısındaki polimer zincirlerinin bozunması nedeniyle ana pikler yaklaşık 200 ile 450 °C aralığında gözlemlenen ekzotermik piklerdir [65]. Genel olarak, H₂O, CO, CH₄ oluşumuyla sonuçlanan dehidrasyon, depolimerizasyon ve pirolitik bozulma reaksiyonları bu yüksek sıcaklık aşamalarında gözlemlenmektedir [60].

Sığla yağının DSC eğrisinde ilk pik yaklaşık 106.7°C'de gözlemlenmiştir. Nanokapsüllerin termogramındaki ilk ekzotermik pikin 260.7°C'de gözlemlenmiş olması, sığla yağının enkapsülasyonu ile termal kararlılığının arttırdığını göstermektedir. Sığla yağının içeriğinde bulunan uçucu bileşenlerin ortamdan uzaklaşması ve aynı zamanda yapısal bozulması sebebiyle 215.7°C'de endotermik ve 342.4°C'de ekzotermik pik gözlemlenmiştir [62, 66].

4 Sonuçlar

Enkapsülasyon teknolojisi özellikle çevresel koşullardan kolaylıkla etkilenen esansiyel yağların mikro ve nanoenkapsülasyonunda önemli bir yer tutmakta olup, esansiyel yağların çeşitli alanlarda kullanımını mümkün kılmaktadır. Literatür çalışmalarında enkapsülasyon proseslerinde kullanılan çapraz bağlayıcılar çoğunlukla toksik etki göstermektedir. Bu çalışma kapsamında doğal bir çapraz bağlayıcı olan genipin kullanılarak sığla yağının jelatin ve Arap zamkı ile nanoenkapsülasyonu gerçekleştirilmiştir. Kompleks koaservason yöntemi edilen nanokapsüllerin kullanılarak elde çapraz bağlanmasında farklı oranlarda genipin kullanılmış olup, genipin miktarı artışı ile enkapsülasyon etkinliği değerlerinde gözlemlenmiştir. Karakterizasyon artış calışmalarında SEM analizleri ile morfolojileri incelenen kapsüllerin nano boyutta olup, aglomera olduğu görülmüştür. FTIR analizleri ile hem çapraz bağlanma sonucunda oluşan kimyasal bağlar incelenmiş ve literatür ile karsılaştırılmış hem de sığla yağının jelatin ve Arap zamkı ile kapsüllendiği gösterilmiştir. TGA ve DSC analizleri ile enkapsülasyon işleminin sığla esansiyel yağının termal direncini arttırmada kullanılabilecek başarılı bir yöntem olduğunu gösterilmiştir.

Literatür çalışmalarında çeşitli esansiyel yağların mikroekapsülasyonuna yönelik çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Ancak sığla yağının enkapsülasyonuna yönelik herhangi bir çalışma ile karşılaşılmamıştır. Yapılan bu çalışma ülkemiz için ekonomik bir değere sahip olan sığla yağının enkapsülasyon ile kullanım alanlarını artırması açısından önem taşımaktadır.

Teşekkür

Bu çalışma 2021FEBE074 nolu proje kapsamında Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (PAÜ BAP) tarafından desteklenmiş olup, Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimine teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %8

Kaynaklar

- [1] W. Weisany, S. Yousefi, N. A. R. Tahir, N. G. Zadeh, D. J. McClements, B. Adhikari and M. Ghasemlou, Targeted delivery and controlled released of essential oils using nanoencapsulation: A review. Advances in Colloid and Interface Science, 303, 102655, 2022. https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102655
- [2] P. L. Lam and R. Gambari, Advanced progress of microencapsulation technologies: In vivo and in vitro models for studying oral and transdermal drug deliveries. Journal of Controlled Release, 178, 25-45, 2014. https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2013.12.028
- [3] R. S. Riseh, E. Tamanadar, N. Hajabdollahi, M. Vatankhah, V. K. Thakur and Y. A. Skorik, Chitosan microencapsulation of rhizobacteria for biological control of plant pests and diseases: Recent advances and applications. Rhizosphere, 23, 100565, 2022. https://doi.org/10.1016/j.rhisph.2022.100565
- [4] S. P. Dhakal and J. He, Microencapsulation of vitamins in food applications to prevent losses in processing and storage: A review. Food Research International, 137, 109326, 2020. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020 .109326
- [5] F. Casanova and L. Santos, Encapsulation of cosmetic active ingredients for topical application–a review. Journal of Microencapsulation, 33(1), 1-17, 2016. https://doi.org/10.3109/02652048.2015.1115900
- [6] V. Suganya and V. Anuradha, Microencapsulation and nanoencapsulation: a review. International Journal of Pharmaceutical and Clinical Research, 9(3), 233-239, 2017. https://doi.org/10.25258/ijpcr.v9i3.8324
- [7] C. Camelo-Silva, S. Verruck, A. Ambrosi and M. Di Luccio, Innovation and Trends in Probiotic Microencapsulation by Emulsification Techniques. Food Engineering Reviews, 14, 462–490, 2022. https://doi.org/10.1007/s12393-022-09315-1
- [8] Y. P. Timilsena, T. O. Akanbi, N. Khalid, B. Adhikari, and C. J. Barrow, Complex coacervation: Principles, mechanisms and applications in microencapsulation. International Journal of Biological Macromolecules, 121, 1276-1286, 2019. https://doi.org/10.1016/j.ijbio mac.2018.10.144
- [9] R. D. S. D. Veiga, R. Aparecida Da Silva-Buzanello, M. P. Corso and C. Canan, Essential oils microencapsulated obtained by spray drying: a review. Journal of Essential Oil Research, 31(6), 457-473, 2019. https://doi.org/10.1080/10412905.2019.1612788
- [10] J. de Abreu Figueiredo, C. R. de Paula Silva, M. F. S. Oliveira, L. B. Norcino, P. H. Campelo, D. A. Botrel and S. V. Borges, Microencapsulation by spray chilling in the food industry: Opportunities, challenges, and innovations. Trends in Food Science & Technology, 120, 274-287, 2021. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021 .12.026
- [11] K. Heinzelmann, K. Franke, B. Jensen and A. M. Haahr, Protection of fish oil from oxidation by microencapsulation using freeze-drying techniques.

European Journal of Lipid Science and Technology, 102(2), 114-121, 2000. https://doi.org/10.1002/ (SICI)1438-9312(200002)102:2<114::AID-EJLT114>3.0.CO;2-0

- [12] Y. H. How, K. W. Lai, L. P. Pui and L. L. A. In, Coextrusion and extrusion microencapsulation: Effect on microencapsulation efficiency, survivability through gastrointestinal digestion and storage. Journal of Food Process Engineering, 45(3), e13985, 2022. https://doi.org/10.1111/jfpe.13985
- [13] H. C. Liang, W. H. Chang, K. J. Lin and H. W. Sung, Genipin-crosslinked gelatin microspheres as a drug carrier for intramuscular administration: In vitro and in vivo studies. Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials, 65(2), 271-282, 2003. https://doi.org/10.1002/jbm.a.10476
- [14] J. M. Budincic, L. Petrovic, L. Dekic, J. Fraj, S. Bucko, J. Katona and L. Spasojevic, Study of vitamin E microencapsulation and controlled release from chitosan/sodium lauryl ether sulfate microcapsules. Carbohydrate Polymers, 251, 116988, 2021. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116988
- [15] J. D. Ogilvie-Battersby, R. Nagarajan, R. Mosurkal and N. Orbey, Microencapsulation and controlled release of insect repellent geraniol in gelatin/gum arabic microcapsules. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 640, 128494, 2022. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022 .128494
- [16] B. N. Estevinho, F. Rocha, L. Santos and A. Alves, Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications–A review. Trends in Food Science & Technology, 31(2), 138-155, 2013. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2013.04.001
- [17] G. Hamdi, G. Ponchel and D. Duchêne, Formulation of epichlorohydrin cross-linked starch microspheres. Journal of Microencapsulation, 18(3), 373-383, 2001. https://doi.org/10.1080/02652040010019505
- [18] C. Butstraen and F. Salaün, Preparation of microcapsules by complex coacervation of gum Arabic and chitosan. Carbohydrate Polymers, 99, 608-616, 2014. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.006
- [19] H. C. Liang, W. H. Chang, K. J. Lin and H. W. Sung, Genipin-crosslinked gelatin microspheres as a drug carrier for intramuscular administration: In vitro and in vivo studies. Journal of Biomedical Materials Research Part A, 65(2), 271-282, 2003. https://doi.org/10.1002 /jbm.a.10476
- [20] Z. Wang, H. Liu, W. Luo, T. Cai, Z. Li, Y. Liu, W. Gao, Q. Wan, X. Wang, J. Wang, Y. Wang and X. Yang, Regeneration of skeletal system with genipin crosslinked biomaterials. Journal of Tissue Engineering, 11, 2020. https://doi.org/10.1177/204173 1420974861
- [21] H. Ji, Z. Qiu, Y. Wang, L. Dong, J. Cao, B. Lian and M. Wang, The effect of crosslinking concentration,

time, temperature and pH on the characteristic of genipin-crosslinked small intestinal submucosa. Materials Today Communications, 33, 104482, 2022. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104482

- [22] M. Nair, R. K. Johal, S. W. Hamaia, S. M. Best and R. E. Cameron, Tunable bioactivity and mechanics of collagen-based tissue engineering constructs: A comparison of EDC-NHS, genipin and TG2 crosslinkers. Biomaterials, 254, 120109, 2020. https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2020.120109
- [23] J. R. Du, L. H. Hsu, E. S. Xiao, X. Guo, Y. Zhang and X. Feng, Using genipin as a "green" crosslinker to fabricate chitosan membranes for pervaporative dehydration of isopropanol. Separation and Purification Technology, 244, 116843, 2020. https://doi.org/10. 1016/j.seppur.2020.116843
- [24] W. Samprasit, P. Akkaramongkolporn, S. Jaewjira and P. Opanasopit, Design of alpha mangostin-loaded chitosan/alginate controlled-release nanoparticles using genipin as crosslinker. Journal of Drug Delivery Science and Technology, 46, 312-321, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jddst.2018.05.029
- [25] G. Kaufmann, M. P. Klein, M. I. Goettert and T. A. S. Aguirre, Development and cytotoxicity evaluation of a cylindrical pH-responsive chitosan-genipin hydrogel for the oral delivery of diclofenac sodium. European Polymer Journal, 181, 111649, 2022. https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2022.111649
- [26] Z. Xiao, L. H. Liu, T. Liu, D. Yang, X. Jia, Y. K. Du, S. Q. Li, W. J. Yang, Y. M. Xi and R. C. Zeng, Degradation and biocompatibility of genipin crosslinked polyelectrolyte films on biomedical magnesium alloy via layer-by-layer assembly. Progress in Organic Coatings, 175, 107372, 2023. https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2022.107372
- [27] M. P. Klein, C. R. Hackenhaar, A. S. Lorenzoni, R. C. Rodrigues, T. M. Costa, J. L. Ninow and P. F. Hertz, Chitosan crosslinked with genipin as support matrix for application in food process: Support characterization and β -d-galactosidase immobilization. Carbohydrate Polymers, 137, 184-190, 2016. https://doi.org/10.10 16/j.carbpol.2015.10.069
- [28] M. Kahoush, N. Behary, J. Guan, A. Cayla, B. Mutel and V. Nierstrasz, Genipin-mediated immobilization of glucose oxidase enzyme on carbon felt for use as heterogeneous catalyst in sustainable wastewater treatment. Journal of Environmental Chemical Engineering, 9(4), 105633, 2021. https://doi.org/10.1 016/j.jece.2021.105633
- [29] M. Aydıngöz ve S. Bulut, 2014. Egenin Gizli Kalmış Şifa İksiri: Sığla. Afyon Kocatepe University Journal of Science & Engineering, 14(1), 1-6, 2014. https://doi.org/10.5578/fmbd.7084
- [30] I. Gurbuz, E. Yesilada, B. Demirci, E. Sezik, F. Demirci and K. H. Baser, Characterization of volatiles and anti-ulcerogenic effect of Turkish sweetgum balsam (Styrax liquidus). Journal of Ethnopharmacology, 148(1), 332-336, 2013. https://doi.org/10.1016/j.jep.2013.03.071

- [31] D. Demir, S. Özdemir, S. Ceylan, M. S. Yalcin, B. Sakım and N. Bölgen, Electrospun composite nanofibers based on poly (ε-caprolactone) and styrax liquidus (*Liquidambar orientalis* Miller) as a wound dressing: preparation, characterization, biological and cytocompatibility results. Journal of Polymers and the Environment, 30(6), 2462-2473, 2022. https://doi.org/10.1007/s10924-022-02376-7
- [32] H. Atmaca, C. Camli Pulat and M. Cittan, *Liquidambar orientalis* Mill. gum extract induces autophagy via PI3K/Akt/mTOR signaling pathway in prostate cancer cells. International Journal of Environmental Health Research, 32(5), 1011-1019, 2022. https://doi.org/10.1080/09603123.2020.1818187
- [33] S. Çetinkaya, İ. Çınar Ayan, İ. Süntar, H. G. Dursun, The phytochemical profile and biological activity of *Liquidambar orientalis* Mill. var. *orientalis* via NF-κB and apoptotic pathways in human colorectal cancer. Nutrition and Cancer, 74(4), 1457-1473, 2022. https://doi.org/10.1080/01635581.2021.1952455
- [34] C. Goebel, P. Aeby, N. Ade, N. Alépée, A. Aptula, D. Araki, E. Dufour, N. Gilmour, J. Hibatallah, D. Keller, P. Kern, A. Kirst, M. Marrec-Fairley, G. Maxwell, J. Rowland, B. Safford, F. Schellauf, A. Schepky, C. Seaman, T. Teichert, N. Tessier, S. Teissier, H. U. Weltzien, P. Winkler and J. Scheel, Guiding principles for the implementation of non-animal safety approaches for cosmetics: assessment skin Regulatory sensitisation. Toxicology and Pharmacology, 63(1), 40-52, 2012. https://doi.org/ 10.1016/j.yrtph.2012.02.007
- [35] I. C. L. Licá, A. M. dos Santos Soares, L. S. S. de Mesquita and S. Malik, Biological properties and pharmacological potential of plant exudates. Food Research International, 105, 1039-1053, 2018. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.11.051
- [36] J. Bajac, B. Nikolovski, I. Lončarević, J. Petrović, B. Bajac, S. Đurović and L. Petrović, Microencapsulation of juniper berry essential oil (*Juniperus communis* L.) by spray drying: microcapsule characterization and release kinetics of the oil. Food Hydrocolloids, 125, 107430, 2022. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021 .107430
- [37] W. Yang, L. Wang, Z. Ban, J. Yan, H. Lu, X. Zhang, Q. Wu, M. S. Aghdam, Z. Luo and L. Li, Efficient microencapsulation of Syringa essential oil; the valuable potential on quality maintenance and storage behavior of peach. Food Hydrocolloids, 95, 177-185, 2019. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.04.033
- [38] L. Qiu, M. Zhang, B. Adhikari and L. Chang, Microencapsulation of rose essential oil in mung bean protein isolate-apricot peel pectin complex coacervates and characterization of microcapsules. Food Hydrocolloids, 124, 107366, 2022. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107366
- [39] J. S. F. de Araújo, E. L. de Souza, J. R. Oliveira, A. C. A. Gomes, L. R. V. Kotzebue, D. L. da Silva Agostini, D. L. V. De Oliveira, S. E. Mazzetto, A. L. da Silva and M. T. Cavalcanti, Microencapsulation of sweet orange

essential oil (Citrus aurantium var. dulcis) by liophylization using maltodextrin and mixtures: maltodextrin/gelatin Preparation, characterization, antimicrobial antioxidant and International Journal of Biological activities. Macromolecules, 143, 991-999, 2020. https://doi.org /10.1016/j.ijbiomac.2019.09.160

- [40] Y. Yuan, X. Geng, H. Wu, R. Kumar, J. Wang, J. Xiao, and H. Tian, Chemical composition, antimicrobial activities, and microencapsulation by complex coacervation of tea tree essential oils. Journal of Food Processing and Preservation, 46(7), e16585, 2022. https://doi.org/10.1111/jfpp.16585
- [41] Maulidna, W. Basuki, Tamrin, L. Marpaung, Microencapsulation of ginger-based essential oil (*Zingiber cassumunar roxb*) with chitosan and oil palm trunk waste fiber prepared by spray-drying method. Case Studies in Thermal Engineering, 18, 100606, 2020. https://doi.org/10.1016/j.csite.2020.100606
- [42] R. V. de Barros Fernandes, D. A. Botrel, E. K. Silva, S. V. Borges, C. R. de Oliveira, M. I. Yoshida, J. P. De Andrade Feitosa and R. C. M. de Paula, Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation. Carbohydrate Polymers, 153, 133-142, 2016. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07 .096
- [43] C. Peng, S. Q. Zhao, J. Zhang, G. Y. Huang, L. Y. Chen and F. Y. Zhao, Chemical composition, antimicrobial property and microencapsulation of Mustard (*Sinapis alba*) seed essential oil by complex coacervation. Food Chemistry, 165, 560-568, 2014. https://doi.org/10.1016 /j.foodchem.2014.05.126
- [44] L. Zhang, M. Zhang, R. Ju, B. Bhandari and K. Liu, Antibacterial mechanisms of star anise essential oil microcapsules encapsulated by rice proteindepolymerized pectin electrostatic complexation and its application in crab meatballs. International Journal of Food Microbiology, 384, 109963, 2023. https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2022.109963
- [45] F. Plati and A. Paraskevopoulou, Hemp protein isolategum Arabic complex coacervates as a means for oregano essential oil encapsulation. Comparison with whey protein isolate-gum Arabic system. Food Hydrocolloids, 136, 108284, 2023. https://doi.org/ 10.1016/j.foodhyd.2022.108284
- [46] M. Benjemaa, M. A. Neves, H. Falleh, H. Isoda, R. Ksouri and M. Nakajima, Nanoencapsulation of Thymus capitatus essential oil: Formulation process, physical stability characterization and antibacterial efficiency monitoring. Industrial Crops and Products, 113, 414-421, 2018. https://doi.org/10.1016/j.indcrop .2018.01.062
- [47] M. Hadidi, A. Motamedzadegan, A. Z. Jelyani, and S. Khashadeh, Nanoencapsulation of hyssop essential oil in chitosan-pea protein isolate nano-complex. LWT, 144, 111254, 2021. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021 .111254
- [48] C. O. Sánchez, E. B. Zavaleta, G. U. García, G. L. Solano and M. R. Díaz, Krill oil microencapsulation:

Antioxidant activity, astaxanthin retention, encapsulation efficiency, fatty acids profile, in vitro bioaccessibility and storage stability. LWT, 147, 111476, 2021. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021. 111476

- [49] T. K. Maji, I. Baruah, S. Dube and M. R. Hussain, Microencapsulation of Zanthoxylum limonella oil (ZLO) in glutaraldehyde crosslinked gelatin for mosquito repellent application. Bioresource Technology, 98(4), 840-844, 2007. https://doi.org/ 10.1016/j.biortech.2006.03.005
- [50] T. K. Maji and M. R. Hussain, Microencapsulation of Zanthoxylum limonella oil (ZLO) in genipin crosslinked chitosan–gelatin complex for mosquito repellent application. Journal of Applied Polymer Science, 111(2), 779-785, 2009. https://doi.org/ 10.1002/app.29001
- [51] N. Devi and T. K. Maji, Genipin crosslinked microcapsules of gelatin A and κ-carrageenan polyelectrolyte complex for encapsulation of Neem (*Azadirachta Indica A. Juss.*) seed oil. Polymer Bulletin, 65(4), 347-362, 2010. https://doi.org/ 10.1007/s00289-010-0246-5
- [52] A. P. T. Pierucci, L. R. Andrade, E. B. Baptista, N. M. Volpato and M. H. M. Rocha-Leão, New microencapsulation system for ascorbic acid using pea protein concentrate as coat protector. Journal of Microencapsulation, 23(6), 654-662, 2006. https://doi.org/10.1080/02652040600776523
- [53] C. Zhang, P. Wang, J. Li, H. Zhang and J. Weiss, Characterization of core-shell nanofibers electrospun from bilayer gelatin/gum Arabic O/W emulsions crosslinked by genipin. Food Hydrocolloids, 119, 106854, 2021. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021 .106854
- [54] F. A. Whitehead, S. A. Young and S. Kasapis, Structural relaxation and glass transition in high-solid gelatin systems crosslinked with genipin. International Journal of Biological Macromolecules, 141, 867-875, 2019. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.09.030
- [55] P. Sutaphanit and P. Chitprasert, Optimisation of microencapsulation of holy basil essential oil in gelatin by response surface methodology. Food Chemistry, 150, 313-320, 2014. https://doi.org/10.1016/j.food chem.2013.10.159
- [56] Q. Hu, X. Li, F. Chen, R. Wan, C. W. Yu, J. Li, D. J. McClements and Z. Deng, Microencapsulation of an essential oil (cinnamon oil) by spray drying: Effects of wall materials and storage conditions on microcapsule properties. Journal of Food Processing and Preservation, 44(11), e14805, 2020. https://doi.org /10.1111/jfpp.14805
- [57] K. Gandhi, R. Sharma, R. Seth and B. Mann, Detection of coconut oil in ghee using ATR-FTIR and chemometrics. Applied Food Research, 2(1), 100035, 2022. https://doi.org/10.1016/j.afres.2021.100035
- [58] M. Hovaneissian, P. Archier, C. Mathe and C. Vieillescazes, Contribution de la chimie analytique à l'étude des exsudats végétaux styrax, storax et benjoin.

Comptes Rendus Chimie, 9(9), 1192-1202, 2006. https://doi.org/10.1016/j.crci.2005.12.010

- [59] S. D. Frazier and W. V. Srubar III, Evaporation-based method for preparing gelatin foams with aligned tubular pore structures. Materials Science and Engineering: C, 62, 467-473, 2016. https://doi.org/ 10.1016/j.msec.2016.01.074
- [60] M. J. Zohuriaan and F. J. P. T. Shokrolahi, Thermal studies on natural and modified gums. Polymer Testing, 23(5), 575-579, 2004. https://doi.org/10.1016 /j.polymertesting.2003.11.001
- [61] F. Amani, A. Rezaei, M. S. Damavandi, A. S. Doost and S. M. Jafari, Colloidal carriers of almond gum/gelatin coacervates for rosemary essential oil: Characterization and in-vitro cytotoxicity. Food Chemistry, 377, 131998, 2022. https://doi.org/10.1016 /j.foodchem.2021.131998
- [62] M. Mehran, S. Masoum and M. Memarzadeh, Microencapsulation of Mentha spicata essential oil by spray drying: Optimization, characterization, release kinetics of essential oil from microcapsules in food models. Industrial Crops and Products, 154, 112694, 2020. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112694
- [63] J. S. F. de Araújo, E. L. de Souza, J. R. Oliveira, A. C. A. Gomes, L. R. V. Kotzebue, D. L. da Silva Agostini,

D. L. V. Oliveira, S. E. Mazzetto, A. L. Silva and M. T. Cavalcanti, Microencapsulation of sweet orange essential oil (Citrus aurantium var. dulcis) by liophylization maltodextrin using and maltodextrin/gelatin mixtures: Preparation, characterization, antimicrobial and antioxidant activities. International Journal of Biological Macromolecules, 143, 991-999, 2020. https://doi.org /10.1016/j.ijbiomac.2019.09.160

- [64] A. M. Shehap, K. H. Mahmoud, M. F. H. Abd El-Kader and T. M. El-Basheer, Preparation and Thermal Properties of Gelatin/TGS Composite Films. Middle East Journal of Applied Sciences, 5 (01), 157-170, 2015.
- [65] X. Yang, N. Gao, L. Hu, J. Li and Y. Sun, Development and evaluation of novel microcapsules containing poppy-seed oil using complex coacervation, Journal of Food Engineering, 161, 87-93, 2015. https://doi.org /10.1016/j.jfoodeng.2015.03.027
- [66] A. Farahmand, B. Emadzadeh, B. Ghorani and D. Poncelet, Droplet-based millifluidic technique for encapsulation of cinnamon essential oil: Optimization of the process and physicochemical characterization. Food Hydrocolloids, 129, 107609, 2022. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.107609



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 872-882 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi

Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences



Araştırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Synthesis and modification of hydro(solvo) thermal-supported silica aerogels and their use in adsorption studies

Hidro(solvo)termal destekli silika aerojellerin sentezi, modifikasyonu ve onların adsorpsiyon çalışmalarında kullanımı

Sultan Bütün Şengel^{1,*} ⁽¹⁾, Şeyda Somaklı²

¹ Eskisehir Osmangazi University, Department of Biomedical Engineering, 26480, Eskisehir, Türkiye ² Eskisehir Osmangazi University, Polymer Science and Technology, 26480, Eskisehir, Türkiye

Abstract

The hydro(solvo)thermal synthesis method was used to successfully synthesize bare silica aerogels and nano- and microparticle-embedded silica aerogels containing SiO₂ and carbon microparticles in this study. New groups were added to these structures through modification. In the study, first, the effect of the variables was systematically examined to determine the optimum conditions. The most suitable recipe for silica aerogel was created. SiO2 and CP particles were synthesized, and modified silica aerogels were prepared with these particles and agents containing amine. For the characterization of synthesized silica aerogel, particles (SiO₂, CP) and particle-embedded silica aerogels, TGA, SEM, DLS and BET-BJH techniques were used. These structures were used as adsorbent in environmental applications such as removing organic pollutants like 4-nitro phenol, methylene blue, Victoria blue, bromophenol blue etc. from aqueous media. In this environmental application, the adsorption capacity (mg/g) was determined by using UVvis spectroscopy. The prepared structures are good adsorbents, and the adsorption capacity can be increased 18fold with modification.

Keywords: Hydro(solvo)thermal synthesis, Silica aerogel, CP/SiO₂- silica aerogel, Adsorption

1 Introduction

Aerogels are nanoporous solids composed of 99.8% air, with complex interconnections and a branched structure several nanometers in size [1-3]. Aerogels generally have low bulk density, thermal conductivity, refractive index, and sound velocity, with high surface area and optical transmittance [4-7]. These superior properties allow aerogels to be used in many applications as chemical sensors, catalyst barriers, particle detectors, acoustics, thermal insulation, adsorbents, and in electronics [8-14]. Silica aerogels are one of the most researched aerogels among aerogel classes. In general, they are prepared by solution-gelation (sol-gel) chemistry, which involves the formation of a wet gel and drying of the wet gel with an intermediate aging process. Silica aerogels are highly porous, open-cell, low-density materials. Since the microstructure consists of nano-sized pores and connected primary particles, they have properties

Öz

Hidro(solvo)termal sentez yöntemi, bu çalışmada SiO2 ve karbon mikropartikülleri gibi nano- ve mikropartikül katkılı silika aerojelleri ile bos silika aerojellerini basarılı bir sekilde sentezlemek için kullanılmıştır. Hazırlanan bu yapılara modifikasyon yoluyla yeni gruplar eklenmiştir. Çalışmada öncelikle optimum koşulların belirlenmesi için değişkenlerin etkisi sistematik olarak incelenmiştir. Silika aerojel için en uygun reçete oluşturulmuştur. SiO2, CP partikülleri sentezlenmiş ve bu partiküller ile ve amin içeren ajanlar ile modifiye silika aerojeller hazırlanmıştır. Sentezlenen silika aerojel, partiküller (SiO₂, CP) ve partiküller gömülü silika aerojellerin karakterizasyonu için; TGA, SEM, DLS ve BET-BJH teknikleri kullanıldı. Hazırlanan bu yapılar 4-nitro fenol, metilen mavisi, victoria mavisi, bromofenol mavisi vb. organik kirleticilerin sulu ortamdan uzaklaştırılması gibi çevresel uygulamada adsorban olarak kullanılmıştır. Bu çevresel uygulamada adsorpsiyon kapasitesi (mg/g) UV-vis spektroskopisi ile belirlenmiştir. Hazırlanan yapıların iyi bir adsorban olduğu ve modifikasyon ile adsorpsiyon kapasitesinin 18 kat arttırılabileceği ortaya konulmuştur.

Anahtar kelimeler: Hidro(solvo)termal sentez, Silika aerojel, CP/SiO₂-silika aerojel, Adsorpsiyon

such as low thermal conductivity, good sound absorption, good refractive index, speed of sound and dielectric constant. Silica aerogels are used in many different sectors such as health, chemistry, and electronics due to these properties. In the production of silica aerogels, chemical precursors such methyltriethoxysilane (MTES), tetraethoxysilane as polyethoxydisilane (PEDS), (TEOS), and tetramethoxysilane (TMOS) can be used, and organic materials such as rice husk ash can be used as cheap silicon sources [15-18]. Due to their properties, silica aerogels are used as thermal and acoustic insulation material in the field of construction, as carrier material in the field of agriculture, as sensor and insulator material in the field of electricalelectronics, and as adsorbent and catalyst in the field of chemistry. Silica aerogels allow the production of ideal dielectric materials such as capacitors, integrated circuits, and vacuum screen separators due to their very low dielectric constant [19].

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: sultanbutun.sengel@ogu.edu.tr (S. Butun Sengel) Geliş / Recieved: 09.03.2023 Kabul / Accepted: 13.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1262687

Hydro(solvo)thermal synthesis is a synthesis method that occurs through chemical reactions in a solution in a closed container (sealed vessel or high-pressure autoclave) at high pressure (1-100 MPa) heated above the boiling point (100-1000 °C) of the solvent [20]. The hydro(solvo)thermal reaction is advantageous compared to other synthetic techniques. Even at low reaction temperatures, many unique materials and various crystals with superior physical and chemical properties can be synthesized by this method. In addition, metastable phases can be produced and materials with high vapor pressure, low melting point, low thermal stability and controllable morphology can be obtained.

Silica aerogels have unique properties due to their nanoporous structure, but their applicability is limited. To expand their applicability, disadvantages such as brittleness, dust release, hydrophilicity, volumetric shrinkage, processing time and high cost need to be overcome. To overcome these disadvantages, reinforcement strategies such as the addition of organic-inorganic substances before the gelation step or before drying and fine-tuning of synthesis conditions are used [21]. In the preparation of polymer / solgel composites, the polymer can be added directly to the solution and the polymer can be added at the gelation stage by initiating polymerization with the use of suitable catalysts. In the aging stage after gelation for silica aerogel polymer composites, the problem of polymer leaching from the pores can be encountered. There are studies in the literature that report an increase in density with improved mechanical properties in mixtures prepared in the form of polymer/silica aerogel. There are literature studies examining the effect of crosslinking on the mechanical properties and density of polymers when polyurea, polyurethane, polyacrylonitrile, poly(methyl methacrylate), and polystyrene are used as crosslinkers. It was stated that the polymers used in these studies strengthen the silica aerogel [22,23].

Based on the chemical relationship between the polymer and the surrounding silica network, polymer/sol-gel composites are divided into two categories. The first is two independent networks in which the polymer and the inorganic framework are completely independent of each other; in other words, there are no covalent bonds between them, but instead van der Waals bonds, electrostatic forces or hydrogen bonds. These are called interpenetrating networks. The second category is those with covalent bonds between the polymeric and inorganic components. The materials in this category are not limited to silica but also include other metal oxide-polymer composites such as tin oxide and aluminum oxide, etc. They eliminate the possibility of polymer leaching during the solvent exchange step and benefit by maintaining low density while improving mechanical properties [24].

Recently, the use of silica aerogel as filler in polymer matrix composites has attracted the attention of researchers because it is more advantageous than the use of silica nanoparticles. Silica nanoparticles can be easily used as a filler that preserves the properties of polymer composites without encountering problems such as precipitation and interfacial adhesion with the presence of agents such as surfactant, binder, and co-solvent. Silica aerogels are a preferred and advantageous material for the production of polymer composites due to high thermal stability and porosity as well as low density value. The loose binding of the aerogel to each other during the formation phase (hydrolysis and condensation) ensures homogeneous distribution during composite formation [25]. The use of silica aerogels for the removal of undesirable substances in wastewater has been the subject of different studies [26-28].

In this study, silica aerogels and nano/microparticleembedded silica aerogels containing SiO₂ and carbon particles (CP) were successfully synthesized by the hydro(solvo)thermal-supported sol-gel synthesis method in a short time. New functional groups were added to these structures to increase application performance. The synthesized structures were tested for their use as an adsorbent in environmental applications such as removing organic pollutants (phenols, textile dyes) from aqueous media.

2 Material and methods

2.1 Material

For the synthesis of silica aerogel and preparation of composite structures, triethoxyorthosilicate (TEOS, 98%, Sigma-Aldrich), methanol (C₂H₅OH, 99.9%, Merck), and ammonium hydroxide (NH₄OH, 26%, Sigma-Aldrich) were used. For the modification of silica aerogel, (3-aminopropyl) triethoxysilane (APTES, ≥98%, Sigma-Aldrich), HCl (37%, Honeywell), tetraethylene pentaamine (TEPA, 95%, Merck), ethylenediamine (EDA, ≥99.5%, Sigma-Aldrich), epichlorohydrin (ECH, 99%. Sigma-Aldrich), dimethylformamide (DMF, anhydrous, 99.8%, Sigma-Aldrich), and glutaraldehyde (GA, 25% aqueous solution, Sigma-Aldrich) were used. For carbon particle (CP) synthesis, hydroxy ethyl cellulose (HEC, Yegenler Chemistry) was used as carbon source and phytic acid (PA, 50% aqueous solution, Sigma-Aldrich) as catalyst. In the environmental applications of the prepared silica aerogels, 4nitrophenol (4-NP, 99%, ABCR Gmbh&Co.), methylene blue (MB, Sigma-Aldrich), bromophenol blue (BPB, AFC), and Victoria blue (VB, Acròs) dyes were used as model organic pollutants. An autoclave was used for hydro(solvo)thermal synthesis of silica aerogels. The autoclave was a hydro(solvo) thermal synthesis reactor with 50 mL and 100 mL inner volume consisting of a stainlesssteel outer chamber and PPL inner chamber.

2.2 Synthesis of silica aerogel

As an alternative synthesis method, silica aerogel (SA), SiO₂ nanoparticle-embedded silica aerogel, and carbon microparticle-embedded silica aerogels were synthesized via hydro(solvo)thermal-supported sol-gel synthesis method. To determine the optimum conditions and to obtain bare silica aerogel with the desired properties, optimization studies were carried out by changing factors such as component amounts, temperature, and reaction time. Pre-reactions as hydrolysis-condensation and the synthesis scheme for the silica aerogel are given in Figure 1.



Figure 1. Reactions in hydrolysis and condensation steps (a), schematic representation of hydro(solvo)thermalsupported silica aerogel synthesis (b).

For the synthesis of silica aerogel using the typical solgel method, the first step is the hydrolysis reaction and the second step is the condensation reaction (Figure 1a). In this study, pre-reactions for gelation were carried out in a PPL container (autoclave inner chamber) in open air for a short time (from a few minutes to an hour). Then, the PPL containing the mixture was placed in a stainless-steel autoclave and kept at the relevant temperature to complete the gelation process by hydro(solvo)thermal treatment, with the lid tightly closed. When the gelling process was finished, the gel was washed with solvent medium (reaction medium) to remove impurities and dried with the supercritical carbon dioxide drying method.

2.2.1 Synthesis of SiO₂ particle-embedded silica aerogel

For the synthesis of silica aerogels with SiO_2 particles embedded, first SiO_2 particles were synthesized by the Stober method and then nano-silica particles were used in the synthesis of SiO_2 -embedded silica aerogel and the product obtained was named SiO_2 -SA.

SiO₂ particle synthesis with the Stober method: Three experiments were performed for SiO₂ particle synthesis with the Stober method [29, 30]. All syntheses were realized in 15 mL ethanol stirring at 800 rpm for 2 h by using TEOS: NH₄OH ratio (i) SiO₂_1 (1.0:1.25), (ii) SiO₂_2 (1.5:1.75), and (iii) SiO₂_3 (2.0:2.25). Synthesized SiO₂ particles were cleaned with an ethanol/water mixture after centrifugation at 15000 rpm several times. After the last centrifugation, SiO₂ particles were separated by decantation and then the precipitate was dried with a freeze dryer.

Synthesis of SiO₂ particle-embedded silica aerogel: For this, 50 mg SiO₂ nanoparticles was dispersed in ethanol:water mixture (20:10, v: v) by vortexing and sonication. Then 0.9 mL TEOS was transferred into the mixture and the mixture was stirred at 600 rpm for 15 min for hydrolysis. After that time, the base catalyst (NH₄OH, 0.3 mL) was added and stirring continued for 15 min for the condensation reaction. The mixture was transferred into the PPL chamber of the autoclave. Lastly, gelling was supported by the hydro(solvo)thermal process at 180 °C for 18 h. The obtained gel was cleaned/washed with ethanol/water mix. The cleaned gels were dried by freeze drying and supercritical CO₂ drying methods. SiO₂ particle-embedded silica aerogel was denoted as SiO₂-SA.

2.2.2 Synthesis and characterization of CP-embedded silica aerogel

For the synthesis of silica aerogels with CP microparticles embedded, first CP microparticles were synthesized via hydrothermal methods and then microparticles were used in the synthesis of CP-embedded silica aerogel and the product obtained was named CP-SA.

<u>CP microparticle synthesis:</u> Carbon particles were synthesized via hydrothermal/dewatering process by using hydroxyethyl cellulose (HEC) as carbon source. The synthesis was prepared in the same way as the carbon sphere prepared as a catalyst in our previous study [31].

Synthesis of CP-embedded silica aerogel: To synthesize carbon particle-embedded silica aerogel, CP-SA, 50 mg CP micro nanoparticle was dispersed in ethanol:water mixture (20:10, v: v) by vortexing and sonication. Then, 0.9 mL TEOS was transferred into the mixture and the mixture was stirred at 600 rpm for 15 min for hydrolysis. After that time, the base catalyst (NH₄OH, 0.3 mL) was added and stirring continued for 15 min for the condensation reaction. The mixture was transferred into the PPL chamber of the autoclave. Lastly, gelling was supported by the hydro(solvo)thermal process at 180 °C for 18 h. The obtained gel was cleaned/washed with ethanol/water mix. The cleaned gels were dried by freeze drying and supercritical CO_2 drying methods. CP-particle embedded silica aerogel was denoted as CP-SA.

2.2.3 Modification of silica aerogels (SA, SiO₂-SA, CP-SA)

Modification of SA, SiO₂-SA, and CP-SA was applied following the procedure in the literature [32-34]. To increase the application performance of aerogels, the structure was modified by adding new amine groups. For this purpose, APTES, EDA, and TEPA were used as amine sources.

<u>APTES modification of silica aerogels:</u> The modification was performed for SA and SiO₂-SA as reported literature [34]. The same method and same amounts were used to modify CP-SA. APTES-modified SAs were not protonated in this study. The use of acid-treated (protonation by HCl) modified forms as catalysts is the subject of another ongoing study.

EDA and TEPA modification of silica aerogels: For modification with EDA/TEPA directly on aerogel, 3.0 g aerogel (SA, SiO₂-SA, CP-SA) was activated by mixing with 100 mL 0.3 M NaOH for 30 minutes. After mixing, it was washed three times with distilled water and the solid obtained after centrifugation or decantation was dried in an oven or with a heating gun. The activated silica aerogel/particle-embedded silica aerogel was dispersed in a 100 mL flask with 50 mL DMF. The flask was sealed with a septum and placed in an oil bath at 90 °C. After the system reached equilibrium, 6.0 mL of ECH was added to the mixture and stirred at 500 rpm for 60 minutes. Thenn13 mL of EDA/TEPA was added dropwise to the mixture and the reaction was terminated after stirring for another 60 minutes. The mixture was washed three times with ethanol/water mix and dried in a freeze dryer. EDA and TEPA binding to silica aerogel by modification is shown in Figure 2.

Silica aerogel and nano-microparticle-embedded silica aerogels were modified after aerogel formation as shown in Figure 2. As an alternative to this modification, first the particles can be modified (SiO₂, CP) with EDA/TEPA and then these modified particles can be embedded in SA.

2.2.4 Characterization of SA, SiO₂-SA, CP-SA, and modified forms

A Hitachi Regulus 8230 scanning electron microscope (SEM) was used to determine the surface morphology and size of the synthesized and modified particles. Silica aerogels, SiO₂- and CP-embedded silica aerogels were coated with gold-palladium under vacuum with a thickness of 3-5 nm directly on carbon tape after supercritical drying and then imaged at different magnifications. The dried SiO₂ samples (prepared with Stober) were dispersed in ethanol with the help of a vortex and 1-2 drops were dropped on carbon tape and left to dry in an oven. The dried samples were coated with gold-palladium under vacuum.

A Seiko SII EXSTAR600 model thermal gravimetric analysis (TGA) device was used to investigate the mass loss of the synthesized and modified silica aerogels and composite structures with temperature.

The analysis was carried out in the range of 50-1000 °C with a temperature increase rate of 10 °C/min using N_2 at a flow rate of 200 cm³/min.

An ALV/CGS model dynamic light scattering (DLS) device was used to determine the hydrodynamic diameter of

 SiO_2 particles synthesized by the Stober method. Before the measurement, the particles were degassed in an ultrasonic bath. Measurements were performed with 3 repetitions at 25 °C and the results are given as average radius.



Figure 2. Schematic representation of silica aerogel modification with EDA and TEPA.

A Quantachrome brand device was used to determine the specific surface areas, pore sizes, and pore volumes of the synthesized aerogels. The surface area was determined by the Brunauer-Emmett-Teller (BET) method, and the pore size and pore volume were determined by the Barret-Joyner-Halenda (BJH) method. The samples were degassed with N₂ gas for 18 h at 80 °C before measurement.

The cleaned gels and modified particles were dried by lyophilization at -60 °C under vacuum using a Christ Alpha 2-4 LSC brand freeze dryer. The particles were placed in the device after freezing in deep freezer and left to dry for 24 hours.

A Perkin Elmer UV-Vis Lambda 35 ultra-violet visible region spectrophotometer (UV-Vis) device was used in environmental applications to determine the amount of organic pollutants absorbed as mg/g.

2.2.5 Environmental Applications

In the textile industry, dyeing is a process applied to give color to the fabric. When the wastewater generated because of this process is discharged without treatment, it reduces light transmittance in the receiving environment due to this color and negatively affects photosynthetic activity. At the same time, increased waste dyestuffs increase the risk of toxic and carcinogenic products as they accumulate in aquatic organisms. In this context, it is not desirable to discharge wastewater containing dyes to the receiving environment without treatment. For the removal of organic pollutants from aqueous medium, 4-nitrophenol (4-NP), methylene blue (MB), bromophenol blue (BPB), and Victorian blue (VB) dyes were used as organic pollutants.

The synthesized and modified silica aerogels were used as adsorbents for the removal of organic pollutants from aqueous medium. For this purpose, 20 mg adsorbent and 20, 20, 10, and 5 mL of dye solutions at concentrations of 4-NP (1000 ppm), MB (300 ppm), BPB (30 ppm), VB (30 ppm) were taken respectively and mixed at 600 rpm at room temperature overnight.


Figure 3. Silica aerogel synthesis schema with hydro(solvo)thermal-supported sol-gel process.

At the end of this period, the mixture was centrifuged and the adsorption values of the liquid remaining on top were measured by UV-Vis spectrophotometer. During the measurement, the amount of pollutant adsorbed per gram of gel was calculated in mg for 4-NP, MB, BPB, and VB at the maximum wavelengths of 317, 664, 590, and 616 nm, respectively, using previously-prepared calibration curves. The adsorption amounts of the dyes were calculated using the following Equation (1);

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{W} \tag{1}$$

Here q_e (mg/g) are the amount of dye adsorbed at equilibrium time. C_0 , C_e (mg/L) are the initial and equilibrium concentration of the aqueous dye solutions, respectively. V (L) is the volume of the aqueous dye solution and W (g) is the dry mass of the aerogel.

3 Results and discussion

3.1 Silica aerogel synthesis and optimization studies

Initially, the sol-gel method was used for the synthesis of bare silica aerogels. As a result of the experiments, the method was changed because the gelation time was very long, and the strength of the gels was poor. The hydro(solvo) thermally-assisted sol-gel method was preferred due to its shorter gel formation time and controllability. Schematic representation of silica aerogel synthesis by the hydro(solvo)thermal-supported synthesis method is given in Figure 3. Optimization studies were carried out to obtain the optimum conditions for silica aerogel synthesis with the hydro(solvo)thermal method. As a result of the study, the effects of factors such as the components used and their amounts, working pH, working temperature, and hydrothermal treatment time on gel formation were observed. After examining the effect of the variables, the optimum conditions were found to be water/ethanol volume ratio used in the reaction medium 1:2, base/TEOS volume ratio 1:3, hydro(solvo)thermal reaction time 18 h, and the hydro(solvo)thermal reaction temperature 180 °C.

3.2 SiO₂ nanoparticle synthesis via Stober method

In order to prepare SiO_2 particle-doped silica aerogel, SiO_2 nano/micro particles to be embedded in the gel were

first synthesized. The synthesis of SiO_2 nanoparticles was carried out by the Stober method. Three different sizes of nanoparticles were synthesized. The hydrodynamic diameters of the synthesized SiO_2 particles were measured by DLS and the results are given in Figure 4.



Figure 4. SEM images and DLS measurement results for SiO₂ particles synthesized by the Stober method, (a) SiO₂_1, (b) SiO₂_2, (c) SiO₂_3.

The hydrodynamic diameter of the synthesized SiO_2 particles were measured as 2x80 nm, 2x183 nm and 2x235 nm for SiO_2_1 , SiO_2_2 , and SiO_2_3 , respectively. To examine the surface morphology of these three samples, SEM images of the dry samples were taken, and SEM images taken at different magnifications are given in the same figure. SiO_2 particles close to monodispersed with very low PDI values were successfully synthesized.

3.3 CP microparticle synthesis via hydrothermal process

New functional groups can be added to the structure with various modifications to increase the performance in applications. The desire may be to provide features such as reducing the application time, ensuring the reusability of the material, long shelf life, increasing conductivity and mechanical strength, and adjusting the pore size. Nano-micro sized fillers are important in this sense. They are used as a direct addition of metal-containing filler such as SiO₂, TiO₂, ZnO, Fe₃O₄, MnO₂, HNT or to form composite structures in situ. The increasing interest in carbon-based materials in recent years is remarkable. These can be listed as types with or without metals, with different morphology and dimensions of 0D, 1D, 2D and 3D, such as fullerenes, carbon fiber, carbon nanotube, carbon black, porous carbon, carbon spheres/particles, graphite-graphene, biochar, and carbon dots.

In this study, carbon particles were used as filler agent for silica aerogel. The carbon particles were synthesized using HEC as carbon source via a hydrothermal/dewatering process, which is a cheap and easy method. Synthesis schema and SEM images for CP is shown in Figure 5.

3.4 SiO₂ and CP particle-embedded silica aerogels

SiO₂_2 was selected from the synthesized SiO₂ particles, mass produced and used in the synthesis of SiO₂-embedded silica aerogels. CP particles prepared from HEC were also embedded in aerogels like SiO₂.



Figure 5. CP microparticle synthesis schema and SEM images of prepared particle.

The particles (SiO₂/CP) were placed into the mixture (alcohol/water/TEOS/catalyst) before the gelling step and dispersed well. Then hydro(solvo)thermal-supported gelling process was completed. Digital camera images of the synthesized bare silica aerogel, SiO₂-embedded silica aerogel, and CP-embedded silica aerogel sol form, before hydro(solvo)thermal treatment, in wet state and digital camera images of their dried state after supercritical drying method and SEM images are given in Figure 6.



Figure 6. Digital camera images of particle-containing sol (before hydro(solvo)thermal process), wet state of silica gels (after hydro(solvo)thermal process), silica aerogels dried by supercritical drying method and SEM images.

The SEM image of the synthesized silica aerogel is given in Figure 6. It appears to be a highly porous structure with almost homogeneous distribution. The SEM image of SiO₂embedded silica aerogel is given in the same figure. When the image is examined, there are 250-300 nm SiO₂ particles prepared by Stober method and particles settled in the slit.

3.5 Modification of silica aerogels (SA, SiO₂-SA, CP-SA)

To thermally characterize the synthesized silica aerogel and its modified forms, thermogravimetric analyses were carried out in the range of 50-1000 °C (Figure 7). At the beginning of heating, weight loss due to dehydration was observed in the bare and SiO₂-embedded silica aerogel.

As shown in Figure 7, degradation of CP-embedded silica aerogel was observed in the 400-500 °C range due to the carbon microparticle. Looking at the % remaining at 900 °C, values were 88%, 85% and 73% for bare, SiO₂- and CP-doped silica aerogel, respectively.



Figure 7. TGA thermogram for bare SA, SiO₂embedded SA and CP-embedded SA.

The measured specific surface area, pore size and pore volume for SA, SiO_2 -SA and CP-SA were summarized in Table 1.

Table 1. Specific surface area, pore size and pore volume parameters for SA, SiO₂-SA and CP-SA.

Samples	Surface area (m²/g)	Pore size (nm)	Pore volume (cc/g)
SA	297	5.62	1.02
SiO ₂ -SA	85	8.67	0.59
CP-SA	199	5.58	0.64

Surface area was measured by the BET method and found to be 297 m²/g, 85 m²/g, and 199 m²/g for bare silica aerogel, SiO₂-embedded silica aerogel and CP-embedded silica aerogel, respectively. While the surface area of the bare aerogel is the highest, surface area decrease with embedding of SiO₂ and CP in the silica aerogel. Pore volumes measured by the BJH method were 1.02 cc/g, 0.59 cc/g, and 0.64 cc/g. It was observed that the pore volume decreased less after the process, and the bare silica aerogel pore had the largest pore volume since it was empty. Calculated pore radii were 5.62 nm, 8.67 nm, and 5.58 nm. Since the pore diameter is in the range of 2–50 nm, the aerogels have mesoporous structure.

3.6 Removal of organic pollutants from aqueous media

Since organic pollutants in aqueous media can pose a threat to the environment and human health, in this application, synthesized silica aerogels and modified forms of silica aerogels were used as adsorbents for organic pollutants (4-NP, MB, VB, BPB,) and the potential of the synthesized adsorbent in environmental applications was investigated. To determine the amount adsorbed from the dyestuff solution by the adsorbents, calibration equations were obtained by UV-Vis calibration for each dye solution. For 4-NP, MB, VB, and BPB, respectively, the difference between the initial dyestuff concentrations and the concentration after adsorption was determined with the help of UV-Vis. The amount of pollutant/dye adsorbed per gram of gel weight calculated from the prepared calibration curves is given in mg/g in Table 2.

When the silica aerogels are compared before and after APTES modification, the adsorption capacity increased by increasing the amount of adsorbed dye per unit weight after modification with APTES. While the highest removal for 4-NP was obtained for the TEPA modification of SiO₂-particle embedded aerogel, the best result for methyl blue removal was obtained when the TEPA modified form of CPembedded silica aerogel was used as adsorbent. For the removal of Victorian blue, the best removal was achieved with use of the APTES modification of SiO₂-embedded silica aerogel as adsorbent. For bromophenol blue removal, the best results were obtained from the modification with APTES of CP-embedded silica aerogel. It was observed that the adsorption capacity of gels for the relevant pollutants can be increased by various modifications.

The maximum adsorption capacity results obtained by using SA and its modified forms as adsorbents were compared with the literature and the values are given in Table 3. In the comparison, silica aerogel-based adsorbent was considered but no silica aerogel-based adsorbent was found for VB and BPB adsorption. Silica-based adsorbents for NP and MB are available in the literature. Based on this table, we can say that the adsorption capacity of SA and its modified forms is quite high and these adsorbents have a good application potential.

Table 2. Adsorption capacity (mg/g) of aerogels for 4-NP, MB, VB and BPB contaminants.

Adsorbent	4-NP (mg/g)	MB (mg/g)	VB (mg/g)	BPB (mg/g)
*Bare SA	41.05	14.09	91.66	5.93
*SiO ₂ - SA	51.76	6.70	84.09	3.39
CP - SA	39.00	5.92	126.32	6.76
*Bare SA + APTES	137.34	60.14	137.82	10.34
*SiO ₂ - SA + APTES	140.89	44.09	138.26	17.10
CP - SA + APTES	170.64	58.45	136.84	30.23
Bare SA + TEPA	154.19	121.35	-	-
SiO ₂ - SA + TEPA	34.98	111.71	89.75	5.97
$SiO_2 - SA + EDA$	164.53	114.75	128.39	19.50
CP - SA + TEPA	80.79	214.99	-	-

*Adsorbed amounts taken from ref [34].

Adsorbent	4-NP (mg/g)	MB (mg/g)	VB (mg/g)	BPB (mg/g)	Ref.
SAE-HS	-	35.94	-	-	[35]
Phenyl-modified SA	-	49.20	-	-	[36]
Hydrophobic-SA (MSA) Hydrophilic-SA (HAS)	-	65.74 47.21	-	-	[37]
SA fibers (SAFs)	-	139.1	-	-	[38]
SA45	-	218.82	-	-	[39]
Calix[6]arene-tethered silica (C[6]TS)	2.30	-	-	-	[40]
β -cyclodextrin grafted silica gel (CD@Si)	41.50	-	-	-	[41]
CD-HMS	50.08	-	-	-	[42]
PF/silica hybrid aerogel	97.09	-	-	-	[43]
SA functionalized by β -cyclodextrin (A-50M50T)	117.8**	-	-	-	[44]
Granular silica aerogel	142*	-	-	-	[45]
Low cost natural sand	-	-	2.37	-	[46]
Nanoporous MCM-41 silicate	-	-	192.3	-	[47]
Polymeric gels	-	-	-	2.98	[48]
MApe-Mt	-	-	-	8.12	[49]
Mesoporous hybrid gel	-	-	-	17.67	[50]
Supported ionic liquid	-	-	-	217.39	[51]

Table 3. Comparison of the maximum adsorption capacity of various silica aerogel based adsorbents for 4-NP, MB, VB and BPB contaminants

*Phenol, **4-Chloro-phenol.

4 Conclusions

Initially, the sol-gel method was used for the synthesis of bare silica aerogels. As a result of the experiments, the method was changed because the gelation time was very long, and the strength of the gels was not good. The hydro(solvo) thermally-assisted sol-gel method was preferred due to its shorter gel formation time and controllability. The optimum conditions were successfully determined by examining the synthesis parameters. SiO₂ and CP were embedded in silica aerogel and SiO₂-SA and CP-SA were prepared. These particles were characterized by SEM and DLS methods. To increase the efficiency of the synthesized silica aerogels, SiO₂-silica aerogels, and CPsilica aerogels in application, amine groups were added to the structures by using APTES, EDA, and TEPA. The synthesized silica aerogels and their modified forms were successfully used in environmental applications. It was shown that they can be used as adsorbents in organic pollutant removal for environmental applications. The results show that adsorption capacity can be increased 18fold (from 14 mg/g to 214 mg/g) by modification of SA.

Acknowledgement

Eskisehir Osmangazi University (ESOGU) is thanked for financial support. This work was supported by Eskisehir

Osmangazi University Scientific Research Projects Coordination Unit under grant number 2021/15A104.

Conflict of interest

The authors state that there are no conflicts of interest regarding the publication of this article.

Similarity rate (iThenticate): 13%

References

- Iswar S, Galmarini S, Bonanomi L, Wernery J, Roumeli E, Nimalshantha S, et al. Dense and strong, but superinsulating silica aerogel. Acta Materials, 213, 116959, 2021. https://doi.org/10.1016/j.actamat .2021. 116959
- [2] Sandeep Ahankari, Pradyumn Paliwal, Aditya Subhedar, and Hanieh Kargarzadeh. Recent Developments in Nanocellulose-Based Aerogels in Thermal Applications: A Review. ACS Nano, 15 (3), 3849-3874, 2021. https://doi.org/10.1021/acsnano. 0c09678
- [3] Gupta, P., Verma, C., & Maji, P. K. Flame retardant and thermally insulating clay based aerogel facilitated by cellulose nanofibers. The Journal of Supercritical Fluids, 152, 104537, 2019. https://doi.org/10.1016/j .supflu.2019.05.005

- [4] Tafreshi, O. A., Mosanenzadeh, S. G., Karamikamkar, S., Saadatnia, Z., Park, C. B., & Naguib, H. E. A review on multifunctional aerogel fibers: processing, fabrication, functionalization, and applications. Materials Today Chemistry, 23, 100736, 2022. https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2021.100736
- [5] Smirnova I, Gurikov P. Aerogels in Chemical Engineering: Strategies Toward Tailor-Made Aerogels. Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering, 8, 307–34, 2017. https://doi.org/10.1146 /annurev-chembioeng-060816-101458
- [6] Peng, H., Xiong, W., Yang, Z., Xu, Z., Cao, J., Jia, M., & Xiang, Y. Advanced MOFs@ aerogel composites: construction and application towards environmental remediation. Journal of Hazardous Materials, 432, 128684, 2022. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2 022.128684
- [7] Carroll, M.K.; Anderson, A.M.; Mangu, S.T.; Hajjaj, Z.; Capron, M. Aesthetic Aerogel Window Design for Sustainable Buildings. Sustainability, 14 (5), 2887, 2022. https://doi.org/10.3390/su14052887
- [8] Nabipour, H., Nie, S., Wang, X., Song, L., & Hu, Y. Zeolitic imidazolate framework-8/polyvinyl alcohol hybrid aerogels with excellent flame retardancy. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 129, 105720, 2020. https://doi.org/10. 1016/j.compositesa.2019.105720
- [9] Ghaffari-Mosanenzadeh, S., Tafreshi, O. A., Karamikamkar, S., Saadatnia, Z., Rad, E., Meysami, M., & Naguib, H. E. Recent advances in tailoring and improving the properties of polyimide aerogels and their application. Advances in Colloid and Interface Science, 304, 102646, 2022. https://doi.org/10.10 16/j.cis.2022.102646
- [10] Wilson, S. M., Gabriel, V. A., & Tezel, F. H. Adsorption of components from air on silica aerogels. Microporous and Mesoporous Materials, 305, 110297, 2020. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.1102 97
- [11] McNeil, S. J., & Gupta, H. Emerging applications of aerogels in textiles. Polymer Testing, 106, 107426, 2022. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.1 07426
- [12] Güzel Kaya G, Deveci H. Morphological, textural, and thermal properties of low-cost silica aerogel composites. Konya Journal of Engineering Sciences, 814–23, 2021. https://doi.org/10.36306/konjes.969489
- [13] Xia, Y., Man, J., Wu, X., Huang, S., Lu, A., Shen, X., ... & Fu, G. Oxygen-vacancy-assisted construction of Ce–TiO2 aerogel for efficiently boosting photocatalytic CO2 reduction without any sacrifice agent. Ceramics International, 49(4), 6100-6112, 2023. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.10.118
- [14] Amonette, J. E., & Matyáš, J. Functionalized silica aerogels for gas-phase purification, sensing, and catalysis: A review. Microporous and Mesoporous Materials, 250, 100-119, 2017. https://doi.org/10.1016 /j.micromeso.2017.04.055

- [15] Shrestha, D., Nayaju, T., Kandel, M. R., Pradhananga, R. R., Park, C. H., & Kim, C. S. Rice husk-derived mesoporous biogenic silica nanoparticles for gravity chromatography. Heliyon, 9(4), 2023. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e15142
- [16] Rao, A. V., & Kulkarni, M. M. Hydrophobic properties of TMOS/TMES-based silica aerogels. Materials Research Bulletin, 37(9), 1667-1677, 2002. https://doi.org/10.1016/S0025-5408(02)00795-X
- [17] Chao, X., Jun, S., & Bin, Z. Ultralow density silica aerogels prepared with PEDS. Journal of noncrystalline solids, 355(8), 492-495, 2009. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2008.12.010
- [18] Nadargi, D. Y., Latthe, S. S., Hirashima, H., & Rao, A. V. Studies on rheological properties of methyltriethoxysilane (MTES) based flexible superhydrophobic silica aerogels. Microporous and Mesoporous Materials, 117(3), 617-626, 2009. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2008.08.025
- [19] Wang, Q., Meti, P., Gong, Y. D., Kim, T., Lee, K. Y., Mahadik, D. B., & Park, H. H. Ultralow dielectric constant trifluorophenylvinyl-functionalized silica aerogels with excellent hydrophobicity and enhanced mechanical properties. Ceramics International, 48(23), 34855-34863, 2022. https://doi.org/10.1016/j.cerami t.2022.08.075
- [20] Suvaci, E. & Ozel E. Hydrothermal Synthesis. Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses, Elsevier, 1, 58-69, 2021. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.12096-X
- [21] Linhares, T., de Amorim, M. T. P., & Durães, L. (2019). Silica aerogel composites with embedded fibres: a review on their preparation, properties, and applications. Journal of Materials Chemistry A, 7(40), 22768-22802. https://doi.org/10.1039/C9TA04811A
- [22] Diascorn, N., Calas, S., Sallée, H., Achard, P., & Rigacci, A. Polyurethane aerogels synthesis for thermal insulation–textural, thermal, and mechanical properties. The Journal of Supercritical Fluids, 106, 76-84, 2015. https://doi.org/10.1016/j.supflu.2015.05.012
- [23] Luo, Y., Zhou, Y., Bai, X., Cai, X., Luo, X., Deng, X., & Wu, D. Preparation and characterization of toughened polyurea aerogels incorporating linear longchain in the structure. Polymer Engineering & Science, 2023. https://doi.org/10.1002/pen.26260
- [24] Lee, J. H., & Park, S. J. Recent advances in preparations and applications of carbon aerogels: A review. Carbon, 163, 1-18, 2020. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2 020.02.073
- [25] Lee, K. Y., Mahadik, D. B., Parale, V. G., & Park, H. H. Composites of silica aerogels with organics: A review of synthesis and mechanical properties. Journal of the Korean Ceramic Society, 57, 1-23, 2020. https://doi.org/10.1007/s43207-019-00002-2
- [26] Hasanpour, M., & Hatami, M. Application of threedimensional porous aerogels as adsorbent for removal of heavy metal ions from water/wastewater: A review study. Advances in Colloid and Interface Science, 284,

102247, 2020. https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102 247

- [27] Yang, J., Chen, Y., Xu, P., Li, Y., Jia, X., & Song, H. Fabrication of compressible and underwater superoleophobic carbon/g-C₃N₄ aerogel for wastewater purification. Materials Letters, 254, 210-213, 2019. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.07.069
- [28] Rong, N., Chen, C., Ouyang, K., Zhang, K., Wang, X., & Xu, Z. Adsorption characteristics of directional cellulose nanofiber/chitosan/montmorillonite aerogel as adsorbent for wastewater treatment. Separation and Purification Technology, 274, 119120, 2021. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119120
- [29] Qi D, Lin C, Zhao H, Liu H, Lü T. Size regulation and prediction of the SiO₂ nanoparticles prepared via Stober process. J Dispersion Sci Technol, 38, 70-74, 2017. https://doi.org/10.1080/01932691.2016.1143373
- [30] Ashour, M. M., Mabrouk, M., Soliman, I. E., Beherei, H. H., & Tohamy, K. M. Mesoporous silica nanoparticles prepared by different methods for biomedical applications: Comparative study. IET nanobiotechnology, 15(3), 291-300, 2021. https://doi.org/10.1049/nbt2.12023
- [31] Deveci H., Bas H., Sengel S. B. & Butun V. Carbon Spheres as Catalyst for Hydrogen Generation from Sodium Borohydride Methanolysis. 10th International Fiber and Polymer Research Symposium, 3, 73-76, Istanbul, Turkey, 2022.
- [32] Sahiner, N., & Sengel, S. B. Various amine functionalized halloysite nanotube as efficient metal free catalysts for H_2 generation from sodium borohydride methanolysis. Applied Clay Science, 146, 517-525, 2017. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.07 .008
- [33] Sahiner, N., & Sengel, S. B. Environmentally benign halloysite clay nanotubes as alternative catalyst to metal nanoparticles in H₂ production from methanolysis of sodium borohydride. Fuel Processing Technology, 158, 1-8, 2017. https://doi.org/10.1016 /j.fuproc.2016.12.009
- [34] Sengel, S.B., Somakli, S., & Butun, Vural (2021). SiO₂ Particle Embedded Silica Aerogels: Environmental and Energy Applications. Eskischir Technical University Journal of Science and Technology A-Applied Sciences and Engineering, 22(8th ULPAS-Special Issue 2021), 120-128. https://doi.org/10.18038/estu btda.985092
- [35] Güler, Ö., Selen, V., Başgöz, Ö., Safa, H., & Yahia, I. S. Adsorption properties and synthesis of silica aerogelhollow silica microsphere hybrid (sandwich) structure. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 100(1), 74-88, 2021. https://doi.org/10.1 007/s10971-021-05622-x
- [36] N. Saad, M. Al-Mawla, E. Moubarak, M. Al-Ghoul, H. El-Rassy. Surface-functionalized silica aerogels and alcogels for methylene blue adsorption, RSC Adv. 5 (8), 6111–6122, 2015. https://doi.org/10.1039/C4RA 15504A

- [37] Han, H., Wei, W., Jiang, Z., Lu, J., Zhu, J., & Xie, J. Removal of cationic dyes from aqueous solution by adsorption onto hydrophobic/hydrophilic silica aerogel. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 509, 539-549, 2016. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.09.056
- [38] Meng, S., Zhang, J., Xu, W., Chen, W., Zhu, L., Zhou, Z., & Zhu, M. Structural control of silica aerogel fibers for methylene blue removal. Science China Technological Sciences, 62, 958-964, 2019. https://doi.org/10.1007/s11431-018-9389-7
- [39] Liu, G., Yang, R., & Li, M. Liquid adsorption of basic dye using silica aerogels with different textural properties. Journal of non-crystalline solids, 356(4-5), 250-257, 2010. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.20 09.11.019
- [40] Dogan, M., Temel, F., & Tabakci, M. (2020). Highperformance adsorption of 4-nitrophenol onto calix [6] arene-tethered silica from aqueous solutions. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, 30, 4191-4202. https://doi.org/10.1007/s10 904-020-01571-0
- [41] Shen, H. M., Zhu, G. Y., Yu, W. B., Wu, H. K., Ji, H. B., Shi, H. X., ... & Zheng, Y. F. Fast adsorption of pnitrophenol from aqueous solution using βcyclodextrin grafted silica gel. Applied Surface Science, 356, 1155-1167, 2015. https://doi.org/10.101 6/j.apsusc.2015.08.203
- [42] Bibby A, Mercier L. Adsorption and separation of water-soluble aromatic molecules by cyclodextrinfunctionalized mesoporous silica. Green Chem 5:15– 19, 2003. https://doi.org/10.1039/B209251B
- [43] Seraji, M. M., Soleimankhani, S., Afkhami Abadani, H., & Davarpanah, J. (2017). Adsorption of phenol by super hydrophobic phenol-formaldehyde/silica hybrid aerogel. Journal of Nanoanalysis, 4(3), 214-222. https://doi.org/10.22034/JNA.2017.541096.1011
- [44] Matias, T., Marques, J., Quina, M. J., Gando-Ferreira, L., Valente, A. J., Portugal, A., & Durães, L. Silicabased aerogels as adsorbents for phenol-derivative compounds. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 480, 260-269, 2015. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2015.01.074
- [45] Qin, G., Yao, Y., Wei, W., & Zhang, T. (2013). Preparation of hydrophobic granular silica aerogels and adsorption of phenol from water. Applied Surface Science, 280, 806-811. https://doi.org/10.1016/j.apsu sc.2013.05.066
- [46] Kant, A., & Datta, M. (2014). Adsorption characteristics of Victoria blue on low-cost natural sand and its removal from aqueous media. Eur. Chem. Bull, 3, 752-759.
- [47] Mirzajani, R., Pourreza, N., Zayadi, A., Malakooti, R., & Mahmoodi, H. Nanoporous calcined MCM-41 silica for adsorption and removal of Victoria blue dye from different natural water samples. Desalination and Water Treatment, 57(13), 5903-5913, 2016. https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1005690

- [48] Malana, M. A., Ijaz, S., & Ashiq, M. N. (2010). Removal of various dyes from aqueous media onto polymeric gels by adsorption process: their kinetics and thermodynamics. Desalination, 263(1-3), 249-257. https://doi.org/10.1016/j.desal.2010.06.066
- [49] Akpomie, K. G., & Conradie, J. (2020). Efficient synthesis of magnetic nanoparticle-Musa acuminata peel composite for the adsorption of anionic dye. Arabian Journal of Chemistry, 13(9), 7115-7131. https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.07.017
- [50] You, L., Wu, Z., Kim, T., & Lee, K. (2006). Kinetics and thermodynamics of bromophenol blue adsorption

by a mesoporous hybrid gel derived from tetraethoxysilane and bis (trimethoxysilyl) hexane. Journal of colloid and interface science, 300(2), 526-535. https://doi.org/10.1016/j.jci s.2006.04.039

[51] Liu, J., Yao, S., Wang, L., Zhu, W., Xu, J., & Song, H. (2014). Adsorption of bromophenol blue from aqueous samples by novel supported ionic liquids. Journal of Chemical Technology & Biotechnology, 89(2), 230-238. https://doi.org/10.1002/jctb.4106



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 883-894



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Bir açık ocak örneğinde yamaç molozu akma mekanizmasının belirlenmesi

Determination of slope debris flow mechanism in an open pit mine

Enver Vural Yavuz^{1,*}

¹ Türk-Alman Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 34820, İstanbul, Türkiye

Öz

17 Kasım 2016 tarihinde, Türkiye'nin güneydoğusundaki Siirt ilinin Madenköy ilçesinde bulunan bir açık ocak bakır madeninde meydana gelen heyelan sonucunda 16 işçi hayatını kaybetmiştir. Bu çalışmanın temel amacı, kazanın nedenlerini araştırmak, mekanizmasını ortaya koymak ve gelecekte meydana gelebilecek bu tür kütle hareketlerine karşı hazırlıklı olmaktır. Çalışma alanı Bitlis Masifi ile başlayan Eosen yaşlı birimler ile kuzeyden başlayıp güneye doğru gençleşen Paleozoik birimlerden oluşmaktadır. Daha sonraki incelemeler hidrojeolojik koşulların ve jeolojik yapının birimleri etkileyen en önemli faktörler olduğunu göstermiştir. Çalışma alanının jeolojik, jeoteknik ve hidrojeolojik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla çok sayıda sondaj kuyusu açılarak alanın 3 boyutlu özellikleri ortaya çıkarılmış ve kesitler elde edilmiştir. Kütle hareketlerini en iyi temsil eden kritik jeoteknik sayısal kesit seçilmiş ve bölgenin duraylılığı Plaxis 2D ve 3D Connect Edition v22 yazılımı kullanılarak kuru ve suya doygun koşullarda sonlu elemanlar yöntemi ile analiz edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Açık ocak madeni, Kütle hareketi, Moloz akması, Sonlu elemanlar yöntemi, Geri analiz.

1 Giriş

Bu çalışmanın amacı, açık ocak yöntemiyle işletilen bir bakır madeninde 17 Kasım 2016 tarihinde meydana gelen moloz akması (debris flow) olayının geri analizini (back analysis) gerçekleştirmektir. Maden sahasında yer tabanlı bir radar aleti çalışıyor olmasına rağmen, akmanın boyutu ve zamanlaması tahmin edilememiş ve olay sonucunda çok sayıda can kaybı yaşanmıştır. Madenköy bakır madeni, Türkiye'deki toplam bakır üretiminin yaklaşık %12'sini karşılamakta olup üretim daha önce yeraltı madenciliği yöntemi ile gerçekleştirilmişse de; işletme 2014 yılından sonra açık ocak olarak üretime devam etmiştir.

Ölümlere sebep olan şev yenilmesinin en olası nedeni ise maden sahasındaki jeoteknik ve hidrojeolojik özelliklerdir [1]. Jeolojik ortamdaki su içeriği arttığında boşluk suyu basıncı artmakta ve efektif gerilmede bir azalmaya yol açmaktadır [2-5]. Böylece ortamın kayma mukavemeti azalmakta ve bu da şev stabilitesinde negatif bir etkiye neden olmaktadır.

Yamaç molozu ve ayrışmış kayalarda eğime bağlı hareketler, özellikle yoğun yağış dönemlerinde oldukça yaygındır. Ayrışma miktarı ve yağmur suyunun kaya kütlesinin orijinal yapısına ne ölçüde zarar verdiği, şev

Abstract

On 17 November 2016, 16 workers lost their lives as a result of a landslide in an open pit copper mine in Madenköy district of Siirt province in southeastern Turkey. The main aims of this study is to investigate the causes of the accident, to reveal its mechanism and to be prepared for such mass movements that may occur in the future. The study area consists from the north and getting younger towards the south. Further investigations have shown that hydrogeological conditions and geological structure are the most important factors affecting the units. A large number of boreholes were drilled to reveal the 3D features of the area and cross sections were obtained. The most critical geotechnical numerical cross section that best represents the mass movements was selected and the stability of the area was analysed by finite element method in dry and water saturated conditions using Plaxis 2D and 3D Connect Edition v22 software.

Keywords: Open pit mine, Mass movement, Debris flow, Finite element method, Back analysis.

yüzeyinden uzaklığa göre değişir. Ayrışma faktörleri şevin mukavemet ve geçirgenlik özelliklerini sürekli olarak değiştirmekte ve böylece şevin yenilmeye karşı hassasiyetini sürekli olarak artırmaktadır. Kurak mevsimde, yeraltı suyu tablası ana kayanın altında derinlerde olabilir. Yamaç molozu olarak tanımlanan ayrışmış kayaç tipik olarak bunun üzerinde yer alır. Bu nedenle, malzeme suya doygun değildir ve boşluk suyu basınçları atmosfere kıyasla negatiftir. Bu negatif gözenek suyu basıncı "matrik emme" (matric suction) olarak adlandırılır. Şev stabilitesine ilişkin değerlendirmelerde, matrik emişin zemin mukavemeti üzerindeki etkisi sıklıkla göz ardı edilmektedir. Ancak, şev stabilitesi konularının anlaşılması, negatif boşluk suyu basıncındaki değişimler de dahil olmak üzere doymamış zeminin kayma mukavemeti hakkında bilgi sahibi olmayı gerektirir [6].

Özellikle, yüzeysel yağış kaynaklı heyelanların yenilme ve yenilme sonrası aşamaları sonlu elemanlar tekniği (FEM) kullanılarak çalışılmış [7]; bu yöntem bu tür durumlarda sıklıkla uygulanmıştır. FEM tabanlı simülasyonlar sonucunda elde edilen sayısal veriler, artan yağış şiddeti ve süresi ile birlikte şevin dayanımının (FoS) azaldığını göstermiştir [8]. Bir başka çalışmada, geliştirilmiş limit dayanım yöntemi (ELSM) ve dayanım azaltma yönteminin

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: vural.yavuz@tau.edu.tr (E.V. Yavuz) Geliş / Recieved: 22.03.2023 Kabul / Accepted: 22.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1269412

(SRM) yanı sıra limit denge yöntemi (LEM) ve iki sonlu eleman yaklaşımı ile belirlenen kritik kayma yüzeyleri ve güvenlik faktörleri karşılaştırılmıştır. Analizler bir dizi örnek iki boyutlu şev durumu üzerinde yapılmıştır. İlgili akış kuralı kullanılarak elde edilen bulgulara göre, LEM iki sonlu eleman yaklaşımından biraz daha düşük bir güvenlik faktörü üretmiştir ve bu da iki sonlu eleman yönteminin tipik olarak mükemmel bir uyum içinde olduğunu göstermiştir. Ayrıca, ELSM analizi için gerilme alanına ilişkin temel bir koşulun gerekli olduğu gösterilmiştir [9].

Şev stabilite analizlerinde kullanılan limit denge yöntemleri (LEM'ler) [10-16], dilimler ve önceden tanımlanmış kayma yüzeyleri varsayarlar. Basitlikleri ve güvenilir güvenlik faktörü (FoS) değerleri nedeniyle hala tasarım araçları olarak kabul edilmekle birlikte, kırılma yüzeyinin şekli ve dilimler arası konumlara etki eden kuvvetlerle ilgili varsayımlarla ilgili çeşitli dezavantajlar barındırmaktadırlar [17].

Yamaç ya da şev stabilitesi çalışmaları, neredeyse tamamen suya doygun basamaklı şevler üzerinde yoğunlaşmıştır. Bununla birlikte, bu çalışmaların çok azı, yenilmenin genellikle yağış nedeniyle meydana geldiği, doygun olmayan yamaç ya da şevlerinin incelenmesinde uygulanmaktadır. Şev yenilme mekanizması, "matric suction" da bir azalmaya neden olan su sızıntısını içerir. Bu da efektif gerilmeyi düşürür ve sonuç olarak ortam mukavemeti, şevde dengenin artık sürdürülemeyeceği bir noktaya düşer [6].

2 Materyal ve metot

Çalışmaya konu olan bakır madeni sahası, Siirt'in kuzeydoğusunda, 45 km mesafede yer almakta olup, Siirt'e yaklaşık 1 saat'de ulaşılabilmektedir (Şekil 1).



Şekil 1. Çalışma alanının coğrafi konumu.

Bölgenin jeolojik özelliklerinin ve inceleme alanını oluşturan jeolojik birimlerin ve araştırılacak ortamın hidrojeolojik niteliklerinin daha net bir şekilde tanımlanması için bölgenin genel tektonik durumu kısaca açıklanmış ve daha sonra kronostratigrafik birimlerin tanıtımı sunulmuştur.

Çalışma alanı, Türkiye'de yaygın etkileri olan Alp Orojenezinin ürünü olan Alp-Himalaya sıradağlarında yer almaktadır. Kuzeyden Van Gölü, Karasu ve Murat Nehirleri, güneyden Anadolu Örtüşme Zonu ile sınırlıdır. Çalışma alanı ayrıca doğu, batı ve güney yönlerinde ofiyolitli kompleks serileri ile çevrili yaklaşık D-B doğrultulu Bitlis Masifi'nin orta doğu kesiminde yer almaktadır.

Bitlis Masifi, Türkiye'nin doğu ve güneydoğu Anadolu'sunda çok geniş bir alanın kırılma ve kıvrım mekanizmasını kontrol etmektedir. Kuzeyde Avrasya ile güneyde Afrika-Arap Plakası arasında yer alan Anadolu yarımadasının jeolojik yapısı, bu iki plakanın sürekli hareketleri ve bu iki plaka arasındaki eski ve yeni Tetis Okyanuslarının jeodinamik evrimi nedeniyle gelişmiştir [18]. Arap platformu ve kuzeydeki Avrasya Plakası tarafından oluşturulan ve yukarıda açıklandığı gibi jeodinamik bir oluşumla karakterize edilen yüzey kırık sistemleri, neo-tektonik ve aletsel dönemlerde oluşmuştur [19].

Bu jeodinamik sistem, Arap ve Anadolu levhalarının N-S yönündeki karşılıklı hareketlerine bağlı olarak bölgesel kıvrımların ve bindirmelerin E-W yönünde oluşmasına neden olmaktadır [18, 20-30].

Çalışma alanında yaşlıdan gence doğru sıralanan litostratigrafi birimleri izleyen bölümlerde ayrı ayrı tanıtılmaktadır (Şekil 2).

2.1 Spilit

Alt-Orta Eosen yaşlı spilit, Maden Formasyonunun tabanında yer alan Maden Volkanitinin en alt litolojik birimidir. Spilitler, porfir spilitlerle geçişlidir ve yerel çalışma alanında dayklar tarafından kesilir.

Çapları 0.2-1.5 m arasında değişen küresel yastık lavlara sahiptirler. Pirit, kalkopirit, kalkosen ve kovellit minerallerinin kümelendiği yerlerde cevher yataklarını oluşturur. Birimin alternans yüzeyi koyu yeşil renklidir. Altere olmuş kısımlarda kaolinleşme, kloritleşme, serisitleşme ve limonitleşme gözlenir. Kalkopirit, hematit ve manyetit taze örneklerin gaz boşluklarında amigdaloidal dokulu ikincil kalsit, kuvars ve rekristalize zeolit ile birlikte bulunur. Albit çubukları çoğunlukla killi, çubuk şeklindeki augitler ise opaktır [27]. Deniz tabanındaki sedimantasyon sırasında gravite tektonizmasına bağlı olarak kırmızı renkli pelajik çamurtaşları ile birlikte bulunur [20].

2.2 Kireçtaşı, dolomitik kireçtaşı, dolomit

Jura - Alt Kretase yaşlı kireçtaşı, dolomitik kireçtaşı, dolomit birimi Bacavar Dağı'nın doğu kesimini sınırlayan bindirme kuşağının kuzeyinde oluşur. Bölgesel ölçekte Bacavar Formasyonu'nun ana litolojik birimlerinden oluşmaktadır.

Taban litolojisini oluşturan kireçtaşları alterasyon yüzeylerinde gri-beyaz renkli, taze yüzeylerde ise açık gri renklidir. Üzerindeki dolomitler siyah renkli, ince dokulu ve bol kırıklıdır.



Şekil 2. Çalışma alanı ve çevresini içeren "1/25.000 Ölçekli Jeolojik Harita Derlemesi" ([31]'den [32] tarafından değiştirilmiştir)

Üste doğru ince taneli, sert, kırılgan, köşeli kırıklı dolomitik kireçtaşına dönüşürler. En üstte görülen kireçtaşları beyaz, gri, siyahımsı renkli ve masiftir. Bu durum dizinin bu kesiminde -kireçtaşı, dolomitik kireçtaşı, dolomit- ardalanmasının olduğunu göstermektedir [31]. Metamorfizma koşulları, sekansların basınç ve sürtünme yüzeylerine maruz kalan farklı kısımlarda sertleşmesine ve mermerleşmesine neden olur. Kireçtaşlarının en belirgin yapısal özelliği farklı yönlerde gelişen kırıklar boyunca oluşan beyaz kalsit damarlarıdır.

Kireçtaşı, dolomitik kireçtaşı, dolomit dizileri, Triyas yaşlı karbonatlı şeyl, kireçtaşı (Benekli Formasyonu) dizileri veya Üst Permiyen yaşlı fosilli dolomitik kireçtaşı, rekristalize kireçtaşı (Kerzevil Formasyonu) dizileri üzerine açısal olmayan uyumsuzlukla bindirmektedir [31].

2.3 Kireçtaşı, spilit

Üst Kretase yaşlı kireçtaşı, spilit birimi Gireşini Tepesi'nin güneyindeki Lahtandere bölgesinden bölgenin doğusuna kadar uzanır. Bu birim Lahtandere Formasyonu'nun ana litolojilerini içerir. Birim, kireçtaşı bantları ile arakatkılı akış lavları ve yastık lavları olarak yapılandırılmış spilitlerle karakterize edilir. Dizinin en alt seviyesindeki kireçtaşları, üzerledikleri kireçtaşı, dolomitik kireçtaşı, dolomit dizisine (Bacavar Formasyonu) ait kireçtaşları ile aynı özelliklere sahiptir.

Kireçtaşı, spilit (Lahtandere Formasyonu) dizisi, altındaki Jura-Alt Kretase yaşlı kireçtaşı, dolomitik kireçtaşı, dolomit (Bacavar Formasyonu) dizisi ile geçişlidir. Kirazlı bölgesinde Orta-Üst Paleosen-Alt-Orta Eosen yaşlı spilit (Maden Formasyonu) dizisi ve porfir spilit (Maden Formasyonu) dizisi tarafından üstten uyumsuzlukla örtülür. Madenköy ve Akyokuş köyleri arasında Üst Kratese yaşlı spilit, çamurtaşı, çört (Sit Formasyonu) dizisi ve porfir spilit, diyabaz, çamurtaşı, radyolarit, radyolariyen kireçtaşı (Sit Formasyonu) dizisi ile düşey ve yanal geçişlidir [31].

2.4 Porfiri spilit, diyabaz, çamurtaşı, radyolarit, radyolar kireçtaşı

Üst Kretase yaşlı porfir spilit, diyabaz, çamurtaşı, radyolarit, radyolariyen kireçtaşı Bacavar Dağı'nda spilit, çamurtaşı, çört birimine paralel olarak uzanır. Sit Formasyonu jeolojik biriminin üst kısmını oluşturur. Dizinin ana litolojik birimleri yeşil renkli, ince radyolarit ve çamurtaşı bantlı, yataklanma benzeri akma yapılı volkaniklerdir. Üst Kretase yaşlı allokton bir birim olan Guleman Ofiyolitleri (Serpantinitler) tarafından ileri makaslama ve aşırı ezilmiş zon özelliğine sahip tektonik bir kontak (tektonik Zon) tarafından üstlenilmiştir.

2.5 Yeniden kristalleşmiş kireçtaşı blokları

Kirazlı köyü'nün yerleşim alanını içeren geniş bir bölgede Kuvaterner yaşlı rekristalize kireçtaşı blokları görülmektedir.

3 Bulgular ve tartışma

Çalışma alanının Arap ve Anadolu plakaları arasındaki çarpışma bölgesinde yer alması ve bunun sonucunda ortaya çıkan kırıklı yapı, su çıkışlarının varlığını tetiklemektedir. Kazı şev basamaklarının birçok noktasında, bazen kümeler halinde yeraltı suyu çıkışları bulunmaktadır. Bunlar bazı şev basamaklarında stabilite sorunlarına, kaya kaymalarına ve taban basamağında çökme gibi kütle hareketlerine neden olmaktadır.

Kazı şevleri tarafından kesilen suya doymuş litostratigrafik birimlerin varlığı ve bunların depolanmış su biriktirme mekanizmasının su salınımlarının başlıca nedenleri olduğu iyi bilinmektedir. Açık ocak maden sahasındaki tüm yeraltı suyu çıkış noktalarının jeolojik (litolojik, yapısal) özellikleri bir çalışma ile belirlenmiş ve su çıkışlarının "fay, çatlak, tabaka" tipi süreksizliklerden kaynaklandığı ortaya konmuştur [32].

17 Kasım 2016 tarihinde meydana gelen sınırlı bir moloz akması, ölümcül kayıplara ve madencilik faaliyetlerinin askıya alınmasına neden olmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda erken uyarı sistemlerinin gerektirdiği şekilde basamaklardaki olası deformasyonları izlemek için maden alanına yer tabanlı radarlar (IBIS FM) [33] kurulmuş olmasına ragmen moloz akması çok hızlı, beklenmedik ve öngörülemez bir şekilde meydana gelmiştir [34, 35].



Şekil 3. 1929-2016 Dönemini Kapsayan Kümülatif Uzun Yıllar Yağış Ortalaması [32].

Çalışmanın amacı ile ilgili hidrojeolojik ve meteorolojik ölçüm verilerine göre uzun yıllara ait yağış grafiği sonuçları incelendiğinde, her 20 yılda bir yağışlı ve kurak dönemlerin birbirini takip ettiği görülmektedir. Grafikteki yağışların 1999-2016 yılları arasındaki dönemden sonra artış eğiliminde olduğu görüldüğünden, önceden bölgenin yağışlı döneme geçeceği öngörülerek önlem alınması gerektiği saptanmıştır (Şekil 3). Hidrojeolojik sonuçlar ışığında, su çıkış noktalarının açık ocak maden sahasının KB şevini çevreleyen zeminde yoğun olarak yer aldığı görüldüğünden, bu durumda şev molozunun suya doygunluğunun artarak kayma olayını tetikleyeceği ortaya çıkmaktadır (Şekil 4).



Şekil 4. Çalışma sahasındaki su çıkış noktaları.

Kaymanın olası nedenlerini belirlemek amacıyla IBIS-FM'e dayalı ölçüm çalışmalarında alan, duraysızlığın meydana geldiği kısım ve iki farklı akma bölgesi olmak üzere üç bölüme ayrılmıştır. IBIS-FM, açık ocağın kuzeybatı şevini gözlemlemek için güneydoğu şevine kurulmuştur (Şekil 5).



Şekil 5. Açık ocak maden sahasının güneydoğudan kuzeybatıya görünümü.

2015'in son üç ayındaki ölçümlerden sonra, 2016'da mevsimin kurak geçmesi ve bu kuraklık nedeniyle kayma riskinin azalması nedeniyle 21 Mayıs - 1 Ekim tarihleri arasında günlük raporlar ve değerlendirmeler alınmamıştır. Ekim 2016'da deplasman ölçümlerine yeniden başlanmış ve heyelan meydana gelene kadar Ekim ve Kasım aylarında açık ocak işletmesinin kuzeybatı yamacındaki alanda ölçümler yapılmıştır [36].

Bölgenin kuzeybatısında yapılan ölçümler ve aylık toplam yağış verileri birlikte yorumlandığında, 2015 yılındaki ölçümlere göre malzemenin 20 günlük periyotlar boyunca şişme özelliği gösterdiği tespit edilmiştir.

Negatif deplasman eğilimine sahip olan toprak malzemesi 2015 yılı Ekim ayı sonunda artan yağışlarla birlikte kil içeriğinden dolayı su emerek şişmektedir.

2015 yılında son üç aya ait Deplasman Haritası ve Grafiği incelendiğinde ise (Şekil 6) kümülatif hareket miktarının 159 cm civarında olduğu ve hareket hızının yaklaşık 0.65-0.80 mm/saat olduğu tespit edilmiştir.

Ocak 2016'da en fazla yağışın düştüğü alan negatif deformasyona maruz kalmıştır. Sonrasında negatif yer değiştirmede azalma olsa da pozitif yer değiştirme (şişme) tespit edilmemiştir.



Şekil 6. 2015 yılının son üç ayı için kümülatif yer değiştirmeler; (a) hız grafiği, (b) 3B gösterim.



Şekil 7. 17.11.2016 tarihli Akma Hareketi gerçekleştiğindeki (a) Deplasman grafiği, (b) Hız grafiği ve (c) Deplasman haritası

5-25 Şubat 2016 tarihlerinde yağışın azalması ile negatif deformasyonun azaldığı ve malzemenin şişmediği gözlemlenmiştir. Mart ayında aylık toplam 168.7 mm yağış düşmesine rağmen Şubat ayında daha fazla hareket gözlenmiştir. Bu durumun sebebinin 2016 Ocak ayında meydana gelen kar yağışı ve aşırı yağış oranı olabileceği düşünülmektedir.

Ölçümlerin yeniden başladığı Ekim ayı başında, heyelanın meydana geldiği KB yamacının üst kısımlarında negatif deformasyon günde 10 mm'ye ulaşmış ve 2.5 m genişliğinde 10 m uzunluğunda bir çatlak oluşmuştur. Kasım ayının başlamasıyla birlikte deformasyon miktarı iki katına çıkarak günde 20 mm'ye ulaşmış ve hareketin hızı ortalama 0.80 mm/saat olmuştur. Bu aşamayı takip eden 2 hafta boyunca (4.11-17.11.2016) deformasyon ve hız oranları önceki değerlerine geri dönmüştür.

17.11.2016 tarihinde saat 20.30'da açık ocağın KB şevindeki şev molozu 5 cm/sn. hızla SE yönünde hareket

ederek basamakları doldurmuş ve 16 işçinin ölümüne neden olmuştur (Şekil 7 ve 8).



Şekil 8. Açık ocak maden alanının akma sonrası görünümü (güneydoğudan kuzeybatıya).

3.1 Sayısal geri analiz

Araştırmacılar [10-16] tarafından geliştirilen ve şev stabilite analizlerinde basitlikleri ve güvenilir FoS (güvenlik faktörü) değerleri nedeniyle yaygın olarak kullanılan limit denge yöntemlerinin (LEM'ler), yenilme yüzeyinin şekli ve dilimler arasında etkili olan kuvvetler gibi konularda bazı sınırlamaları bulunmaktadır [17].

Sonlu elemanlar analiz metodu (FEM), şev stabilitesi analizleri için alternatif bir yöntem olarak kullanılabilir. Bu alanda kullanılabilecek üç farklı FEM analiz metodu bulunmaktadır. Bunlardan ilki, bazı araştırmacılar tarafından geliştirilen Mukavemet Azaltma Yöntemidir (SRM) [9, 37-44]. SRM Yöntemine göre daha az kullanılan ikinci bir yaklaşım Yerçekimi Artışı Yöntemidir. Üçüncü yaklaşım ise şevlerin stabilitesini analiz etmek için de kullanılan sonlu elemanlar limit analizidir.

SRM (phi/c azaltma yöntemi) kullanılarak bir güvenlik analizi yapılırken, tan tan \emptyset (içsel sürtünme açısı) ve C (kohezyon) aşağıdaki kurala göre azaltılır Denklem (1),

$$\Sigma Msf = \tan (\varphi'input) / \tan (\varphi'reduced)$$

$$= c'inp / c'reduced$$
(1)

FEM analizinde phi/c azaltma yöntemi olarak da bilinen mukavemet azaltma yöntemi (SRM), modeldeki zeminin mukavemetini yapay olarak azaltmayı içerir. Bu, modelde dengesiz kuvvetlere neden olur ve bunlar daha sonra hesaplanarak deformasyonlar saptanır.

Bu yöntemin amacı, zemin mukavemetini kademeli olarak azaltmak ve yenilmenin meydana geldiği andaki mukavemet azaltma faktörünü belirlemektir. Bu mukavemet azaltma faktörü daha sonra zemin mukavemeti açısından bir güvenlik faktörü (FoS) olarak düşünülebilir. Bu yöntemin temelindeki fikir, mukavemette küçük bir azalma uygulandığında, gerilmelerde ve yer değiştirmelerde büyük bir değişikliğe yol açmasıdır. Bu da, Plaxis Kullanım Kılavuzuna göre, yenilmenin ne zaman meydana geldiğinin belirlenmesini sağlar.

Literatürde şev stabilite analizi için kullanılan FEM modellerinin çoğu Lagrangian çerçeve içinde oluşturulmuşlardır. Ancak bazı durumlarda, çözümün yakınsamaması başarısızlığa yol açabildiğinden FEM, şev stabilitesi analizi için yumuşama-sertleşme modeli gibi daha karmaşık bünye modellerini hesaba katabildiği için LEM'e göre bir avantaja sahiptir [43]. FEM ayrıca güvenlik faktörüne (FoS) ek olarak gerilme-şekil değiştirme ilişkisinin raporlanmasına da izin vermektedir [45].

Şev stabilite analizi çoğunlukla bir şevin veya heyelanın birincil düzlemsel ana bölümüne uygulanır. Şev stabilite analizi üç boyutlu (3D) olarak uygulandığında, şev geometrisi, jeoloji, etkin yükler, su basınçları, kayma mukavemetleri ve kayma yüzeyinin tasarımı gibi faktörler de dikkate alınır. Bu durum, uygulanan analizi iki boyutlu (2D) veya düzlemsel analize göre daha gerçekçi hale getirebilir, ancak aynı zamanda bilinmesi gerekli daha fazla şev parametrelerine ihtiyaç duyulur [46].

3 boyutlu limit denge teknikleri, 2 boyutlu yöntemlerin dikey dilimleri yerine dikey sütunlar kullanır, ancak hesaplamaya yönelik iki yaklaşım genellikle aynıdır. Bununla birlikte, 2 boyutlu teknikler için büyük bir zorluk yaratan dilimler arası kuvvet sorunlarını 3 boyutlu analizde çözmek daha zordur. Bishop'ın yinelemeli yöntemi [11] ve Janbu'nun yinelemeli, düzeltme faktörü yöntemi [47] gibi tüm metodolojiler, dilimler arası kuvvetlerin yatay olduğu konusunda üstü kapalı varsayımlarda bulunur. Kuvvet çözümleme yönleri dikkatlice seçilerek, yatay kuvvet elemanları Güvenlik Faktörü hesaplamasından çıkarılabilir [46].

Bu çalışmada, tüm açık ocağı kapsayan KB-GD doğrultulu bir kesit seçilmiş ve kesitin enkaz akışının meydana geldiği kısmında geri analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 9).

Daha önce yapılan bir araştırmada, heyelan sonrası açık ocak madenini yeniden yapılandırmak için stabilite çalışmaları yapılmıştır [1]. İlk olarak, çeşitli jeolojik formasyonlardaki basamakları tasarlamak için analizler gerçekleştirilmiş ve basamak geometrileri, yükseklikleri ve açıları belirlendikten sonra, çeşitli yönlerde ve derinliklerde yapılan bu değerlendirmelere bağlı olarak basamakların toplam şev açıları tasarlanmıştır. Yeraltı ve yüzey suyunun durumu nasıl etkileyebileceğini anlamak için, analizler hem kuru hem de doymuş koşullar için gerçekleştirilmiştir. Bu ön örneklerin LEM analizine tabi tutulmasının ardından her bir alan için en iyi durum seçilmiştir. Açık işletmeye ait basamak yükseklikleri, basamak eğimleri ve basamak genişlikleri dahil olmak üzere ideal basamak geometrisi bu calısma sonucudur. Stabilite analizleri Rocscience Slide programı kullanılarak gerçekleştirilmiş ve tasarımın stabilitesi Janbu yaklasımı ve Basitlestirilmis Bishop yöntemi kullanılarak değerlendirilmiştir. Sonuç olarak, analiz edilen tüm bölümlerde, özellikle şev molozu altındaki formasyonlarda durumun stabil olduğu ve tüm açık ocakta tehlikeli bir ortam bulunmadığı tespit edilmiştir.



Şekil 9. Analizlerde kullanılan kritik bölüm A-A' ve hesaplamaların yapıldığı bölge (kırmızı ile sınırlandırılmış alan).

Bu nedenle çalışmamızda, hareketin analizi için seçilen bölgede şev molozu altındaki malzemenin duraylı olduğu varsayılmış ve hesaplamalar altta duraylı bir malzeme ve üstünde şev molozu olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Burada, hem kesit eğim yönü hem de kayma yönü aynı yöndedir. Analizlerde Plaxis 2D ve 3D Connect Edition, v.22 yazılımı kullanılmıştır. Tercih edilen FEM yöntemi, moloz akışına çok iyi uyması ve mukavemet azaltma faktörü SRF'nin farklı senaryolar için kontrol edilebilmesi ve jeolojik kesit ortamını yorumlayabilmesi nedeniyle seçilmiştir.

3.1.1 İki boyutlu analiz

Hesaplamalar sırasında ilk olarak maden sahası için belirlenen jeomekanik büyüklükler kullanılarak 2 boyutlu sonlu elemanlar analizi yapılmış ve seçilen kritik kesit için güvenlik faktörü hesaplanmıştır. Daha sonra aynı alanın doygun koşullar altında 2D analizi gerçekleştirilmiş ve bu koşullar altında güvenlik sayısı hesaplanmıştır. 2D analizler için Plaxis 2D Connect Edition, v22 yazılımı kullanılmış ve (205,125) metrelik bir model boyutu seçilmiştir. Sonlu eleman ağı spesifikasyonu 15 düğümlü bir düzlem gerilme modelidir (Şekil 10).

Heyelan analizi için iki temel jeolojik birim tanımlanmıştır. Bunlardan ilki maden sahasında akış hareketinin gerçekleştiği şev molozu, diğeri ise şev molozunun altında yer alan ana kayadır. Şev molozunun malzeme özellikleri Tablo 1'de verilmiştir. Daha önce yapılan stabilite analizinde [1] şev molozu altındaki birimlerin güvenli olduğu tespit edildiğinden bu çalışmada maden sahasında oluşan şev basamaklarının güvenliği incelemeye dahil edilmemiştir. Ana kaya'ya ait jeomekanik parametreler ise Tablo 2'de verilmektedir.

Tablo 1. Stabilite analizinde şev molozu birimi için seçilen malzeme özellikleri.

Kırılma Kriteri		Mohr- Coulomb
Birim Hacim Ağırlık	γ	19 kN/m ³
Elastisite Modülü	Е	20 MPa
Poisson Oranı	ν	0.30
Kohezyon	С	0.01 MPa
İçsel Sürtünme Açısı	Ø	35°
Kısa vadeli stabilite koşulu için Güvenlik Fa	1.3	
Uzun vadeli stabilite koşulu için Güvenlik F	aktörü	1.5



Şekil 10. Plaxis 2D sonlu elemanlar modellemesi.



Şekil 11. Güvenlik Faktörü (FoS) = 2.162 için yenilme yüzeyi hareket mekanizması

Tablo 2. Ana kayayı oluşturan malzemelerin jeomekanik

 parametreleri [1].

Jeolojik	Elastisite Tanım Modülü		Birim Hacim Ağırlığı	Poisson Oranı v	Kohezyon C (MPa)		İçsel Sürtünme Açısı Ø (°)	
DITITIE	Birimler E (MPa)	γ (MN/m ³)	Max		Min	Max	Min	
Altere Spilit	Kss	8900	0.030	0.3	4	-	65	-
Porfiri Spilit	Ksp	7900	0.030	0.3	3	-	52	-
Kireçtaşı, Spilit	Kçl	24500	0.027	0.3	8.4	-	66	-
Kireçtaşı, Dolomit	Jkçb	15500	0.025	0.3	3.15	-	65	-
Spilit	Tbms	8800	0.030	0.3	4	-	65	-

Sev altındaki bu birim için yüksek mekanik büyüklükler tanımlanmıştır. 2D analizler sonucunda, kuru koşullar altında, seçilen bu büyüklüklerle güvenlik faktörünün FoS = 2,162 > 1,500 olduğu bulunmuştur, bu da şev stabilitesinin uzun vadeli stabilite koşulları için güvenli olduğunu göstermektedir (Şekil 11). Maden sahası için duyarlılık analizleri yapıldığında ve farklı mekanik büyüklükler ile güvenlik faktörü arasındaki ilişki incelendiğinde Tablo 3 ve Tablo 4'de verilen sonuçlar elde edilmiştir. Akma hareketi, belirlenen mekanik değerlerin etkisi ile şev molozu içerisinde gerçekleşmektedir (Şekil 12). Ancak arazi eğiminin yüksek olmasına rağmen heyelanın alt sınırında morfolojinin topuk etkisi yapması veya bu kesimde maden işletmesinin şev basamaklarının malzemenin hareketini engellemesi sebebiyle güvenlik faktörü yüksektir ve sistem güvenli görünmektedir.



Şekil 12. Yamaç molozunda güvenlik faktörü - kohezyon arasındaki ilişki; (a) kuru koşullarda, (b) doymuş koşullarda.

Tablo 3. C = 0.01 MPa sabit ve Ø= değişken değerler için 2D analizlerden elde edilen FoS sonuçları karşılaştırılması.

İçsel Sürtünme Açısı Ø	Güvenlik Faktörü (FoS)				
(°)	Kuru Ortam	Doygun Ortam			
35	2.162	1.509			
30	1.902	1.280			
25	1.660	1.164			
20	1.442	1.051			
15	1.234				
10	1.033				
5		-			
0	-				

2D analizde arazinin düzlem yönündeki eğimi dikkate alınmadığı için bu analiz sonucu yanıltıcıdır. Arazinin düzlem yönündeki eğiminin düşük olması malzemenin bu yönde hareket etmesine neden olacak ve sonuç olarak tüm şev yüzeyi hareket edecektir (Şekil 13).

Tablo 4. $\emptyset = 35^{\circ}$ sabit ve C = değişken değerler için 2D analizlerden elde edilen FoS sonuçlarının karşılaştırılması

Kohezyon	Güvenli	k Faktörü
(MPa)	Kuru Ortam	Doygun Ortam
0.010	2.162	1.409
0.008	2.029	1.272
0.006	1.887	1.124
0.004	1.668	
0.002	1.428	-
0.000	1.088	





Şekil 13. (a) Yamaç molozundaki yer değiştirme vektörleri.(b) Yamaç molozundaki kırılma noktaları.



Şekil 14. Yamaç molozunda güvenlik faktörü (FoS) ve iç sürtünme açısı (Ø) arasındaki ilişki; (a) kuru koşullarda, (b) doymuş koşullarda.



Şekil 15. İki farklı koşulda elde edilmiş "2D deforme ağ" görüntüleri, kuru koşullarda (üstte), doygun koşullarda (altta).

Analiz sonuçlarına göre, iç sürtünme açısı 25° 'den az olduğunda, FoS < 1.500 olur ve uzun vadeli güvenlik koşulu karşılanamaz. İç sürtünme açısı 20° 'den az olduğunda, kısa vadeli şev güvenliği koşulu (min FoS = 1.3) sağlanamaz ve sistemde 10° için stabilite koşulu gerçekleştirilemez (Şekil 14 ve Şekil 15).

3.1.2 Üç boyutlu analiz

İki boyutlu analizlerin ardından, araştırma alanı aynı jeomekanik parametreler kullanılarak 3 boyutlu olarak yeniden modellenmiş ve güvenlik faktörleri hesaplanmıştır.



Şekil 16. Plaxis 3D sonlu elemanlar modellemesi.

3D modellemede, şev molozunun kuru koşullarda bile güvensiz olduğu görülmüş, bu nedenle doymuş koşullarda 3D modelleme yapılmamıştır. Hesaplamalar Plaxis 3D Connect Edition v22 ile gerçekleştirilmiştir. Analiz modeli olarak heyelan alanını kapsayacak şekilde 555 x 700 = 388.500 m2 'lik bir alan kullanılmıştır. Sonlu elemanlar ağı için her bir elemanda 10 düğüm noktası alınmış ve toplam 45.093 eleman ve 69.502 düğüm noktası tanımlanmıştır (Şekil 16).



Şekil 17. Kayma gerilmeleri etkisi altındaki malzemenin (yamaç molozu) sınırları (Kırmızı renkle gösterilen alan toprak kaymasına neden olabilecek güvensiz alanlardır).

Analizlerde C = 0,01 MPa ve \emptyset = 35° varsayıldığında, 2D modelde güvenlik faktörü 2,162 > 1,500 (FoS = 2,162 > 1,5) olarak hesaplanmış ve sistem yeterli güvenliğe sahip olarak değerlendirilmiştir. Ancak model aynı mekanik büyüklüklerle 3D olarak çözüldüğünde, güvenlik faktörünün 1,147 < 1,3 (FoS = 1,147 < 1,3) olduğu ve kısa vadeli güvenlik koşulunu bile karşılamadığı ortaya çıkmaktadır (Şekil 17).



Şekil 18. 3D analizlere göre, akma öncesi yer değiştirmelerin meydana geldiği alan.

Analizlerdeki bu önemli farklılığın nedeni, 2D analizler için seçilen kritik kesitin kişinin deneyimine bağlı olmasıdır. Gerçekçi bir proje tasarımı için 2D modellerde farklı yönlerde çok sayıda kesit dikkate alınmalıdır. Zaman ve maliyet açısından daha zor olmasına rağmen, 3D analizler heyelan modellemesi için daha iyi sonuçlar vermektedir. Yenilme öncelikle şev molozunun topuk bölgesinde meydana gelmekte ve bu bölümde zeminin hareketi üst bölgeden malzeme akışına neden olmaktadır (Şekil 18).

4 Sonuçlar

Türkiye'nin güneydoğusundaki Madenköy açık ocak bakır madeni şev stabilitesi açısından incelenmiş ve Kasım 2016'da madende meydana gelen ve 16 kişinin hayatını kaybettiği heyelanın olası nedenlerini anlamak için bir çalışma yürütülmüştür. Karmaşık bir jeolojik ve hidrojeolojik yapıya sahip olan çalışma alanındaki tüm jeolojik yapılar tespit edilmiş ve daha önce yapılan diğer çalışmalar da dikkate alınarak hareketin meydana geldiği alanda FEM yöntemi ile 2 ve 3 boyutlu stabilite analizleri gerçekleştirilmiştir. Açık ocağın tamamını kapsayan bir kesit seçilmiş ve enkaz akışının gerçekleştiği alanda geri analiz için hesaplamalar yapılmıştır. Bu çalışmaların sonuçları aşağıda verilmiştir.

Çalışma alanı, Türkiye'de yaygın etkileri olan Alp Orojenezi'nin ürünü olan Alp-Himalaya Dağ silsilesinde ve ayrıca doğu, batı ve güney yönlerinde ofiyolit kompleks serileri ile çevrili olan Bitlis Masifi'nin orta doğu kesiminde yer almaktadır. Bitlis Masifi, Türkiye'nin Doğu ve Güneydoğu Anadolu bölgelerinde çok geniş bir alanın kırık ve kıvrım mekanizmasını kontrol etmektedir.

Çalışma alanının Arap ve Anadolu plakaları arasındaki çarpışma bölgesinde yer alması ve bunun sonucunda ortaya çıkan kırıklı yapı, su çıkışlarının varlığını tetiklemektedir. Kazı şev basamaklarının birçok noktasında, bazen kümeler halinde yeraltı suyu çıkışları bulunmaktadır. Bunlar bazı şev basamaklarında stabilite sorunlarına, kaya kaymalarına ve taban basamağında çökme gibi kütle hareketlerine neden olmaktadır.

Çalışmanın amacı ile ilgili hidrojeolojik ve meteorolojik ölçüm verilerine göre uzun yıllara ait yağış grafiği verileri incelendiğinde her 20 yılda bir yağışlı ve kurak dönemlerin birbirini takip ettiği görülmektedir. 1999-2016 yılları arasındaki dönemden sonra grafikteki yağışların artış eğiliminde olduğu ve bölgenin bu tarih aralığında yağışlı döneme geçiş yaptığı görülmektedir.

Hidrojeolojik sonuçlar ışığında, su çıkış noktalarının açık ocak maden sahasının kuzeybatı şevini çevreleyen basamaklar üzerinde yoğun bir şekilde yer aldığı görülmekte ve bu durumda şev molozunun suya doygunluğunun artarak kayma olayını tetikleyeceği ortaya çıkmaktadır. Taneler arasındaki kohezyon azaldığı gibi, kayacın su doygunluğu da artmaktadır. Başka bir deyişle, bu senaryo dolaylı olarak heyelanlara neden olan önemli bir unsurdur.

Çökme bölgesinde seçilen kesite uygulanan ortamın kuru ve doymuş koşullar altındaki stabilitesi 2D ve 3D analizlerle belirlenmiş ve çökmenin ana nedeninin şev molozunu doyuran zemin suyundaki artış olduğu tespit edilmiştir. Malzemenin suya doygun olduğu düşüncesi, hareket gününden önceki üç günlük yağmurla desteklenmektedir. Birçok şev hareketi yağış veya kar erimesi, sızıntı vb. nedenlerden kaynaklanır ve boşluk suyu basıncı, özellikle şev molozunda kuvvet dengesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. FEM yöntemi kullanılarak yapılan 2D ve 3D stabilite analizlerinin sonuçları, şevin doymuş koşullar altında stabil olmadığını göstermiş ve gelecekte benzer olayların önlenmesi için sürekli izleme ve güvenlik önlemlerinin uygulanmasının önemini vurgulamıştır.

Toplam iç gerilmenin veya efektif gerilmenin yalnızca bir kısmı gerçekte toprak yapısına (iskelet) iletildiğinden ve denge sıkıştırılamaz su tarafından sağlandığından, ortamın deformasyonu esas olarak malzemedeki sıvı ve katı fazların bir arada bulunmasından kaynaklanır. Kayma gerilmesinin, katı parçacıklar arasındaki fiziksel-kimyasal etkileşimlerin neden olduğu içsel sürtünme ve kohezyon ile bir malzeme boyunca iletildiği düşünülmektedir.

Stabiliteyi etkileyen riskler, toprak katmanlarının geçiş bölgelerindeki (kaya katmanının üzerindeki yumuşak toprak) mukavemet değişiklikleri, mevsimsel yüksek yoğunluklu yağışlar ve hızlı kar erimesi nedeniyle ortaya çıkmaktadır. Yamaç molozu da geçirimsiz bir süreksizlik olan kaya malzemesinin üzerinden kaymıştır. Bu nedenle, geçirimsiz bölgenin üzerinde geçirimli bir malzeme varsa, geçirimli bölgenin doygunluğa neden olarak çökmeye karşı korunması gerekir. Yüzey ve yeraltı suyu drenaj sisteminin etkisiz olması durumunda açık ocak madenini göçmeye karşı korumak için doygun malzeme varsayımına dayalı stabilite değerlendirmeleri yapmak daha pratiktir.

2D analizlerde elde edilen güvenlik faktörüne göre sistem kendi içinde güvenli görünürken, 3D analizler sev molozunun güvensiz olduğunu ve sistemin hareket edeceğini göstermektedir. Bu calısmada kritik alan olarak seçilen kesit hevelan bölgesindeki en kritik doğrultu olarak görünse de heyelan bölgeleri için seçilen ve en kritik alan olarak kabul edilen tek bir bölge kendi içinde güvenli olabilir. Ancak yönlerden alınacak kesitlerle hesaplamalar farklı tekrarlanmalıdır. Harita üzerinde en olumsuz kesit olarak seçilen kesitten daha kritik kesitler olabilir ve iki boyutlu analizlerde bu durum gözden kaçabilir. Bu nedenle proje sürecinde can ve mal kayıplarının önüne geçmek için yüksek riskli projelerde hesaplamaların üç boyutlu modeller üzerinde daha kapsamlı incelenmesi gerekmektedir.

Stabilite analizlerini saha koşullarıyla doğrulamak amacıyla Devlet Meteoroloji İşleri Şirvan İstasyonuna ait günlük yağış verilerinin incelenmesi sonucu bölgede, hareketin olduğu Kasım ayında, kaydedilen yağış miktarının beklenen yağış miktarından 1.5 misli fazla olduğu saptanmış, hareketin olduğu günde ise toplam yağış miktarının beklenenden 3 misli fazla olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre bölgenin Ekim sonu ve Kasım başında yağışlı günlerden önemli ölçüde etkilendiği anlaşılmaktadır. Akma'nın meydana geldiği gün devam eden yağmur, yamaç molozunda doygunluğu arttırmış ve özellikle su çıkış noktalarındaki yoğun su drenajı, üst kısımdaki malzemenin stabilitesini bozarak, önce alt kısımdan başlayan ve progresif olarak yukarı devam eden, ani herekete sebebiyet vermiştir.

Çalışma alanında, projelendirme sürecinde yapılan hesaplamalar ve analizler hep şev molozu dışındaki formasyonlara odaklanmış ve basamaklama çalışmaları ile birlikte bu birimlerde kapsamlı stabilite hesaplamaları yapılmıştır. Dolayısıyla maden üretim alanı dışında kalan şev molozları çok fazla dikkate alınmamış ve bu bölgede bir sorun olmayacağı düşünülmüştür. Kapsamlı bir çalışma yapılmadan bu alanı da içeren 2 boyutlu bir stabilite çalışmasında bölgenin güvenli olduğu düşünülmüş ve bu çalışma da yeterli görülmüş ve bu hata 16 kişinin hayatına mal olmuştur.

Çıkar çatışması

Yazar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): % 4

Kaynaklar

- [1] M. Lashgari, C.A. Özturk, Slope failure and stability investigations for an open pit copper mine in Turkey, Environmental Earth Sciences, 81 (5), 1-17, 2022. https://doi.org/10.1007/s12665-021-10125-7.
- [2] M.A. Biot, "General Theory of Three-Dimensional Consolidation", Journal of Applied Physics, 12, 155-164, 1941. https://doi.org/10.1063/1.1712886.
- [3] S.M. Brooks, M.J. Crozier, T.W. Glade and M.G. Anderson, "Towards establishing climatic thresholds for slope instability: use of a physically-based combined soil hydrology-slope stability model", Pure and Applied Geophysics, 161, 881-905, 2004. https://doi.org/10.1007/ s00024-003-2477-y.
- [4] P.L. Wilkinson, M.G. Anderson and D.M. Lloyd, An integrated hydrological model for rain-induced landslide prediction, Earth Surface Processes and Landforms, 27 (12), 1285-1297, 2002. https://doi.org /10.1002/esp.409.
- [5] S. Weill, E. Mouche, J. Patin, A generalized Richards equation for surface/subsurface flow modelling, Journal of Hydrology, 366 (1-4), 9-20, 2009. https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2008.12.007.
- [6] M. Karthikeyan, Unsaturated seepage and slope stability analysis, MSc Thesis, National University of Singapore, Singapore, 2000.
- [7] L. Cascini, S. Cuomo, M. Pastor and G. Sorbino, Modeling of rainfall induced shallow landslides of the flow-type, Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 136 (1), 85-98, 2010. https://doi.org/10.1061/(ASC)GT.1943-5606.0000182
- [8] M. Raj, A. Sengupta. Rain-triggered slope failure of the railway embankment at Malda, India Acta Geotechnica, 9 (5), 789-798, 2014. https://doi.org/ 10.1007/s11440-014-0345-9.
- [9] S.Y. Liu, L.T. Shao and H.J. Li, Slope stability analysis using the limit equilibrium method and two finite element methods, Computers and Geotechnics, 63, 291-298, 2015. https://doi.org/10.1016/j.compgeo. 2014.10.008.
- [10] W. Fellenius, Calculation of stability of earth dams, In: Transactions. 2nd International Congress On Large Dams, 4, pp. 445-9, 1936.
- [11] A.W. Bishop, The use of the slip circle in the stability of slopes, Geotechnique 5 (1), 7-17, 1955. https://doi.org/10.1680/geot.1955.5.1.7.
- [12] J. Lowe, L. Karafiath, Stability of Earth Dams Upon Drawdown, Proceedings of the 1st PanAm Conference

on Soil Mechanic and Foundation Engineering, Mexico City, 2, pp. 537-552, 1960.

- [13] N.R. Morgenstern, V.E. Price, The analysis of the stability of general slip surfaces, Geotechnique, 15 (1), 79-93, 1965. https://doi.org/10.1680/geot.1965.151.79
- [14] E.E.A. Spencer, Method of the analysis of the stability of embankments assuming parallel interslice forces, Géotechnique, 1 (1), 11-26, 1967. https://doi.org/10 .1680/geot.1967.17.1.11.
- [15] N. Janbu, Slope stability computations, Soil Mechanics and Foundation Engineering Report, Technical University of Norway, Trondheim, 1968.
- [16] S.K. Sarma, Stability Analysis of Embankments and Slopes, Géotechnique, 23 (3), 423-433, 1973. https:// doi.org/ DOI: 10.1061/AJGEB6.0000903.
- [17] D.A. Bouzid, Finite element analysis of slope stability by expanding the mobilized principal stress Mohr's circles-Development, encoding and validation-, Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering, 14, (4), 1165-1179, 2022. https://doi.org/10.1016 /j.jrmge .2022.01.016.
- [18] A.M.C. Sengör, Y. Yılmaz, Tethyan evolution of Turkey: a plate tectonic approach, Tectonophysics, vol. 75, pp.181-241, 1981. https://doi.org/10.1016/0040-1951(81)90275-4.
- [19] E. Culfa, E. Genç, E. Yıldırım, Interpretation of Relationship between Field and Monitored Data in Madenköy (Siirt) Open-Pit Copper Mining, MSc Thesis, Istanbul Technical University, 2018.
- [20] F. Alyamaç, Siirt İli Madenköy, Hürmüz ve Soğanlı (Miskin) Köylerinin Jeolojik İncelenmesi, MTA Araştırma Raporu, 42 s., Ankara, 1979.
- [21] C. Baştuğ, Bitlis Napının Stratigrafisi ve Güneydoğu Anadolu Sütür Zonunun Evrimi, Yeryuvarı ve İnsan, 1, (3), 55-61, 1976.
- [22] A. Çağatay, Güneydoğu Anadolu Bakır Yataklarının Jeolojik - Mineralojik Araştırmaları, MTA Enstitüsü Yayınları, 89, pp. 46-69, Ankara, 1977.
- [23] M.A. Çağlayan, R.N. İnal, M. Şengün and A, Yurtsever, Structural setting of Bitlis massif. In O. Tekeli and M.C. Göncüoğlu (eds), International Symposium on the Geology of the Taurus Belt, Proceedings, pp. 245-254, Ankara, 1984.
- [24] R. Çalgın, Geology and Mineralogy of the Siirt -Madenköy Deposit, Turkey. Special Publication of thSociety for Geology Applied to Mineral Deposits, 1, pp.217, 1980.
- [25] M.C. Göncüoğlu, N. Turhan, Geology of the Bitlis Metamorphic Belt, In: O. Tekeli and M.C. Göncüoğlu (eds), International Symposium on the Geology of the Taurus Belt, Proceedings, pp.237-244, Ankara, 1984.
- [26] R. Yıldırım, F. Alyamaç, Siirt İli Madenköy Hürmüz Bölgesinin Jeolojik İncelenmesi, MTA Enstitüsü, Rapor No 1444, MTA İnceleme 5811, Ankara, 1976.
- [27] F. Kayhan, R. Yıldırım, Y. Ulutürk, Siirt Madenköy Copper Deposit SE-Turkey, XXVII. Geologorum Conventus, 11 (2), 223, 4-14 August, Moscow. 1984.

- [28] M, Şengün, Tatvan'ın güneyinin jeolojik/petrografik incelenmesi (Bitlis massif), PhD Thesis, Istanbul Technical University, 157p., Istanbul, 1984.
- [29] D.E. Karıg, H. Kozlu, Late Palaeogene-Neogene evolution of the triple junction region near Maras south-central Turkey. Journal of the Geological Society, London, 147 (1990), 1023-1034, 1990. https://doi.org/10.1144/gsjgs.147.6.1023.
- [30] Y. Ulutürk, Siirt Madenköy Bakır Yatağı İnceleme, MTA Enstitüsü, Ankara, 1999.
- [31] M.N. Çağlayan, M. Şengün, 1:100.000 Geniş Ölçekli Türkiye Jeolojik Haritaları (pafta Van-L48), MTA Genel Müdürlüğü, Jeolojik Etüt Dairesi Başkanlığı Yayını no. 66, Ankara, 2002.
- [32] T. Öztaş, V. Yavuz and M. Korkut, Siirt ili-Şirvan ilçesi-Madenköy Park Elektrik Üretim Madencilik San. ve Tic. A.Ş. Bakır Madeni Açık İşletme Alanının 3B Hidrojeolojik Modeli ve Nihai Susuzlaştırma Projesi, Final Raporu, Istanbul, Türkiye, 2016.
- [33] Hexacon, Geosystems Division, Italy, Interferometric Radar, Ibis FM-Evo https://idsgeoradar.com/products/ interferometric-radar/ibis-fm-evo, Accessed 3 January 2023.
- [34] T. Carlà, P. Farina, E. Intrieri, H. Ketizmen and N. Casagli, Integration of ground-based radar and satellite InSAR data for the analysis of an unexpected slope failure in an open-pit mine, Engineering Geology vol. 235, pp. 39-52, 2018. https://doi.org/10.1016/j .enggeo .2018.01.021.
- [35] E. Intrieri, T. Carlà and G. Gigli, Forecasting the time of failure of landslides at slope-scale. Earth-Science Reviews, vol. 1, no.193, pp. 333-349, 2019. https:// doi.org/10.1016/j.earscirev.2019.03.019.
- [36] H. Çetinkaya, A. Usta, Siirt-Madenkoy IBIS-M Uygulama Raporu, Ankara, (2015-16).
- [37] O.C. Zienkiewicz, C. Humpheson and R.W. Lewis, Associated and non-associated visco-plasticity and plasticity in soil mechanics, Géotechnique, vol. 25, no.4, pp.671-689, 1975. https://doi.org/10.1680/geot .1975.25.4.67.
- [38] D.J. Naylor, Finite Elements and Slope Stability, In: J.B. Martins (eds) Numerical Methods in Geomechanics. NATO Advanced Study Institutes Series, vol 92. Springer, Dordrecht, 1982. https://doi.org/10.1007/978-94-009-7895-9_10.

- [39] I.B. Donald, S.K. Giam, Application of the nodal displacement method to slope stability analysis, Proceedings of the 5th Australia-New Zealand Conference on Geomechanics, 22-26 August, Sydney, Australia, pp.456-460, 1988.
- [40] T, Matusi, K.C. San, Finite element slope stability analysis by shear strength reduction technique, Soils and Foundations, vol. 32, no.1, pp. 59-70, 1992. https://doi.org/10.3208/sandf1972.32.59.
- [41] K. Ugai, D. Leshchinsky, Three-dimensional limit equilibrium and finite element analyses: a comparison of results, Soils and Foundations, vol. 35, no.4, pp. 1-7, 1995. https://doi.org/10.3208/sandf.35.4_1.
- [42] E.M. Dawson, W.H. Roth and A. Drescher, Slope stability analysis by strength reduction, Géotechnique vol. 49, no. 6, pp. 835-840, 1999. https://doi.org/10 .1680/geot.1999.49.6.835.
- [43] D.V. Griffiths, P.A. Lane, Slope Stability Analysis by Finite Elements, Geotechnique, vol. 49, no. 3, pp. 387-403, 1999. https://doi.org/10.1680/geot.1999.49.3 .387.
- [44] Y.M. Cheng, T. Lansivaara and W.B. Wei, Twodimensional slope stability analysis by limit equilibrium and strength reduction methods. Computers and Geotechnics, vol. 34, no. 3, pp. 137-150, 2007. https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2006.10 .011.
- [45] R. Dey, S. Javankhoshdel, 3D FEM modeling of the initiation of progressive landslides, Proceedings of 74th Canadian Geotechnical Conference and 14th Joint CGS/IAH-CNC Groundwater Conference (GeoNiagara 2021), September 26-29, Toronto, Niagara, Canada, 2021. https://doi.org/10.1201/ 9781003188339.
- [46] E.N. Bromhead, M. L. Ibsen, X. Papanastassiou and A.A. Zemichael, Three-dimensional stability analysis of a coastal landslide at Hanover Point, Isle of Wight, Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology, 35, 79-88, 2002. https://doi.org/10 .1144/qjegh.35.1 .79.
- [47] N. Janbu, Slope stability computations, In: Hirschfeld RC, Poulos SJ (eds) Embankment- Dam Engineering: Cassagrande Volume. John Wiley & Sons Inc, NewYork, 47-86, 1973. https://doi.org/10.1016/0148-9062(75)90139-4.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 895-904 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Sedimanter ve metamorfik kökenli doğal taşların üretiminde kullanılan blok kesme (S/T) ve katrak makinelerinin kesilebilirliğin değerlendirilmesi

Evaluation of the sawability of block-cutting (S/T) and gangsaw machines used in production of the sedimentary and metamorphic origin natural stones

Yunus Emre Sati¹, Deniz Tumaç^{2, *}, Aydin Shaterpour-Mamaghani³

^{1, 2, 3} İstanbul Teknik Üniversitesi, Maden Mühendisliği Bölümü, 34469, İstanbul Türkiye

Öz

Türkiye'de doğal taş sektörü son yıllarda önemli derecede gelişmiş ve işletmelerin büyük yatırımlar ile modern üretim yöntemlerine ve tekniklerine yöneldiği görülmektedir. Fabrika ve ocaklarda kullanılan üretim yöntemlerine bakıldığında özellikle elmas boncuklu tel kesme, zincirli kollu kesme, dairesel testereli blok kesme (S/T) ve katrak makinelerinin ön plana çıktığı görülmektedir. Yüksek verimlilik, üretim ve kar oranlarına sahip bu makineler firmalar tarafından daha çok tercih edilmektedir. Bu calısmada Denizli'de bulunan bir doğal tas isletmesinden sedimanter ve metamorfik kökenli doğal taşlar elde edilmiştir. Daha sonra bu örnekler üzerinde kaya mekaniği deneyleri yapılarak bazı önemli fiziksel-mekanik özellikler belirlenmiştir. Sonunda işletmede kullanılan S/T ve katrak makinelerinin alansal plaka üretim oranı (APÜO) tahmininde kullanılabilecek ampirik modeller önerilmiştir. Yapılan analizler sonucunda doğal taşların tek eksenli basınç dayanımı, Cerchar aşındırıcılık indeksi, dolaylı çekme dayanımı ve yoğunluk özellikleri S/T ve katrak makinelerinin kesme performansının tahmini için kullanılabilirliğini göstermiştir. Ayrıca, önerilen modellerin güvenilirliği literatürde bulunan diğer modellerle kıyaslanmıştır. Bu çalışma, farklı kökenli ve farklı fiziksel-mekanik özelliklere sahip doğal taşların veri tabanına ekleyerek daha genel ve güvenilir tahmin modelleri geliştirmek için sürdürülmelidir.

Anahtar kelimeler: Doğal taş, Blok kesme makinesi, Katrak makinesi, Kesilebilirlik, Modelleme

1 Giriş

Dünya genelinde doğal taş üretiminin artışı, doğal taşların dekorasyon ve yapı taşı olarak kullanımlarının artmasıyla doğru orantılıdır. Bilhassa son yıllara tekabül eden artış, gelişen teknoloji ile birlikte giderek daha mükemmel bir hal alan işleme teknikleri ile doğal taşlar, çok daha kolay ve ekonomik bir şekilde istenen forma getirilerek kendilerine yeni kullanım alanları bulmaktadırlar. Dünyadaki toplam doğal taş rezerv miktarı 15 milyar m³ olarak tahmin edilmektedir. Dünyanın en zengin mermer yataklarının bulunduğu Alp kuşağında yer alan Türkiye, 5.1

Abstract

The natural stone sector in Türkiye has developed significantly in recent years and it is seen that enterprises are tried to use modern production methods and techniques with large investments. When these production methods used in factories and quarries are investigated, it is seen that especially diamond wire cutting, chain saw machines, circular saw block cutting (S/T) and gang saw machines come to the fore. These machines due to high productivity, production and profit rates are more preferred by companies in the natural stone quarries. In this study, natural stones with sedimentary and metamorphic origin were obtained from a natural stone enterprise in Denizli. Then, some important physical-mechanical properties of these samples are determined by performing rock mechanics experiments. Finally, new empirical models are proposed for the estimation of the areal slab production rate (ASPR) of the S/T and gang saw machines used in the natural stone enterprise. This study shows that uniaxial compressive strength, indirect tensile strength, Cerchar abrasivity index and density properties of natural stones can be used to estimate sawing performance of S/T and gang saw machines. In addition, the reliability of the proposed models is compared with other models in the literature. This study should be continued to develop more generalized and reliable estimation models especially by adding natural stones of different origin and with different physicalmechanical properties to the database.

Keywords: Natural stone, Block-cutting machine, Gangsaw machine, Sawability, Modeling

milyar m³ muhtemel rezerve sahiptir. Bu değer dünya rezerv toplamının yaklaşık %33'üne tekabül etmektedir [1].

Ocaklarda üretimi gerçekleştirilen doğal taş blokları, fabrikalarda belirli işlemlere tabi tutularak istenilen boyut ve şekle getirilir. Yüzeyleri parlatılır ve pürüzsüzleştirilir. Doğal taş bloklarının piyasada en yüksek değeri olacak şekilde levha haline getirilmesi işleminde dairesel testereli blok kesme, katrak kesme, köprü kesme, dikey ve yatay yarma, ebatlama ve pah makineler kullanılmaktadır.

Doğal taş plaka ve fayans üreten fabrikaların büyük çoğunluğu dairesel testereli blok kesme (S/T) makinelerinde üretim yapmaktadır. Bu makineler 1.8-3.0 m çapında, 4-6

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: tumacde@itu.edu.tr (D. Tumaç) Geliş / Recieved: 08.04.2023 Kabul / Accepted: 22.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1279557

mm kalınlığında dairesel bir disk etrafına oturtturulmuş soketlerle kesim yapar. S/T makineleri genel itibarıyla 4 ayaklı ve 2 ayaklı olmak üzere iki çeşittir. 2 ayaklı S/T'de köprü sadece dikey hareket yapabilirken, 4 ayaklı S/T buna ek olarak yatay hareket de yapabilir [2]. Katrak makineleri sektörde "cut rock", "gangsaw", "frame saw" veya "gangsaw mill" isimleri ile de tarif edilir. Katrak makineleri, ocaklardan gelen doğal taş blokları ve molozlarından aynı zaman diliminde birden fazla levha üretilmesinde kullanılan doğal taş işleme makinelerdir. Kesme işlemi, lineer olarak hareket eden lamalara lehimlenmiş elmas soketlerin doğal taş bloğuna nüfuz etmesi ile gerçekleştirilir. Katrak makinelerinin üzerindeki lama sayısı makinenin kapasitesine göre 10 ila 120 arasında değişebilmektedir.

S/T ve katrak makinelerinin doğru seçimi ve performans tahmini, doğal taş tesislerinin maliyet tahmini ve planlamasını etkileyen iki önemli parametre olarak belirtilebilir. Bu iki parametre genellikle doğal taşların fiziksel-mekanik özelliklerine, makinenin teknik özelliklerine ve tasarımına ve çalışma koşullarına bağlıdır. Bu makinelerinin kesilebilirlik ve Alansal Plaka Üretim Oranı (APÜO) performans parametresi olarak literatürde en çok araştırılan parametrelerdir.

S/T ve katrak kesme makinelerinde kesme işlemini etkileyen faktörler kontrol edilebilir ve kontrol edilemeyen parametreler olarak gruplandırabilir. Testere türü ve çapı, makine özellikleri, uygulanan dönüş hızı gibi parametreler kontrol edilebilir parametreler olarak dikkate alınabilir. Kontrol edilemeyen parametreler ise doğal taş özellikleri ve jeolojik olusmalarını kapsamaktadır. Literatür incelemesi sonucunda S/T ve katrak makinelerinin performanslarını tahmin etmek için farklı araştırmacılar tarafından bu iki ana faktör dikkate alınarak modeller önerildiği gözükmektedir. Önerilen modellerin bu iki ana faktörü kapsadığı zaman daha güvenli performans tahmininin yapılması mümkündür. Özellikle, spesifik enerji, spesifik kesme enerjisi veya enerji tüketimi gibi değişkenlerin tahmin edilmesine yönelik modellerin daha çok avantaj sağlayacağı düşünülmektedir. Ancak, sahada ve laboratuvarda karsılanan bazı kısıtlamalardan dolayı bütün çalışmalarda bu iki ana faktörü aynı anda elde etmek mümkün olmamaktadır. Dolayısıyla, araştırmacılar elde edilen doğal taşlar üzerinde bazı basit ve diğer araştırmacılar tarafından tekrarlanabilen deneyler yaparak S/T ve katrak kesme makinelerin performansını tahmin etmek için doğal taşların fiziksel-mekanik özelliklerine dayalı modeller önermektedirler. Ayrıca, bilindiği gibi bu makinelerde operatör faktörü de göz ardı edilmemesi gereken bir diğer parametredir. S/T ve katrak makinelerinin APÜO operatör tarafından ayarlanabilmekte ve değiştirilebilmektedir. Ancak, önerilen performans tahmin modelleri doğal taş işletmelerinde işveren, mühendisler ve operatörler tarafından bir ön tahmin yöntemi kullanabilmektedir. Özellikle, olarak bu modeller kullanılarak doğal taşlar için APÜO değerleri öngörülebilir ve böylelikle makinelerin daha verimli kullanılmasına katkı sağlanabilir.

Norling [3] taşların tane boyutunun kuvars içeriğinden çok kayacın kesilebilirliğiyle ilgili olduğunu belirtmiştir. Burgess ve Birle [4] kayaçların aşınmaya karşı olan dirençlerini, mineralojik kompozisyonu, tane boyutunu ve sertliğini kullanarak kesilebilirlik parametresini tahmin etmek için bir model önermişlerdir. Plaka üretim oranları ile spesifik kesme arasındaki ilişkiyi Ceylanoglu ve Gorgulu [5] incelenmiştir ve istatistiksel olarak anlamlı sonuçlar elde etmişlerdir. Kahraman vd. [6] karbonatlı kayaçların kesiminde kullanılan dairesel testerelerin performans tahmini icin nokta vük davanımı. Schmidt cekici sertliği, darbe dayanımı ve P dalga hızı değerlerini kullanarak anlamlı ilişkiler elde etmişlerdir. Gunaydin vd. [7] sekiz değişik doğal taş üzerinde yaptıkları çalışmalar sonucunda, sekiz farklı yaklaşımda bulunarak kırılganlık değerleri ile plaka üretim oranı ilişkisini incelemişlerdir. Ribeiro vd. [8], taşların kesilebilirliğini makinenin özellikleri, kesme derinliği ve taşın özellikleri ile ilişkilendirmiştir. Fener vd. [9] karbonatlı kayaçların tek eksenli basınç dayanımı ve alansal plaka üretim hızı arasında iyi korelasyon olduğunu belirlemişlerdir. Güney [10] beş farklı metamorfik kökenli doğal taşın kesme performanslarının tahminine yönelik yüzey sertliği ile alansal üretim hızı arasında iyi ilişkiler elde etmiştir. Tumac [11] Cerchar aşındırıcılık indeksi (CAI) ve deformasyon katsayısı değerlerini kullanarak S/T makinelerinin performans tahminini için modeller önermiştir. Çevim [12] dokuz farklı doğal taş üzerinde yaptığı basit ve çoklu regresyon analizlerini kullanarak S/T makinelerinin performansını tahmin etmek için yeni modeller önermiştir. Kahraman vd. [13] doğal taşların P dalga hızını kullanarak bir kalite sınıflandırması önermiştir sınıflandırmavı katraklarla ve bu tas kesmeve uygulamalarında incelemişlerdir. Yedi farklı karbonatlı kayaç üzerinde kullanılan çok bıçaklı katrak makinesinin levha üretim parametresi Neves vd. [14] tarafından çoklu regresyon modelleri kullanılarak tahmin edilmiştir. Ayrıca, Dormishi vd. [15] karbonatlı kayaç kesme işleminde kullanılan katrak makinelerinin enerji tüketim parametresini tahmin etmek için kaya özelliklerine dayalı olarak yeni modeller önermişlerdir. Dormishi vd. [16] katrak makinelerinde elektrik akımı ve bu akıma etki eden karbonatlı kayaçların bazı fiziksel-mekanik özellikleri arasındaki ilişkileri esnek hesaplama (soft computing) tekniklerini kullanarak araştırmışlardır. Shaffiee Haghshenas vd. [17] çalışmalarında, katrak makinelerinin performans değerlendirmesi için yeni bir geleneksel yaklaşım önermişlerdir. Bu çalışmada, maksimum elektrik akımını tahmin etmek için çoklu doğrusal regresyona ve doğrusal olmayan gen ifade programlama algoritmasına (GEP) dayalı iki yeni model önerilmiştir.

Bildiğini gibi, jeolojik oluşumları açısından doğal taşlar magmatik (püskürük), sedimanter (tortul) ve metamorfik (başkalaşmış) taşlar olmak üzere üç ana grup altında incelenirler. S/T ve katrak makineleriyle ilgili literatürde performans için önerilen modeller genel olarak karbonatlı taşlar veya mermerler gibi belirli doğal taş türleri için elde edilmiştir. Bu bilgiler dikkate alınarak, bu çalışmanın amacı altı farklı sedimanter ve metamorfik doğal taşlarda kesim işlemi yapan S/T ve katrak makinelerinin performansını tahmin etmek için yeni ampirik modeller önermektir. Bu amaca ulaşmak için Denizli'de bulunan bir doğal taş işletmesinden numuneler elde edilmiştir. Daha sonra bu numunelerin laboratuvarda tek eksenli basınç dayanımı (UCS), dolaylı (endirekt) çekme dayanımı (BTS), yoğunluk (ρ), porozite (ϕ) ve Cerchar aşındırıcılık indeksi (CAI) belirlenmiştir. Daha sonra basit ve çoklu regresyon analizleri kullanarak S/T ve katrak makinelerinin APÜO ile kayaçların fiziksel ve mekanik özellikleri arasındaki ilişkileri incelemiştir.

2 Saha çalışmaları

Bu çalışma kapsamında Denizli ilinde bulunan bir doğal taş işleme fabrikasında altı farklı doğal taşın S/T ve katrak makineleri ile kesimleri analiz edilmiştir. Bu performans analizi Muğla Beyaz, Patara Bej, Denizli Traverten, Korkuteli Bej, Muğla Şeker ve Muğla Gümüş blokları üzerinde yapılmıştır. Fabrikada S/T ve katrak makinesiyle yapılan işlerin akım şeması Şekil 1'de özetlenmiştir. Çalışmaların gerçekleştirildiği dört farklı S/T makinesi de dört ayaklı olup, aynı ağırlık ve ebatlama ölçülerine sahiptirler. Tablo 1'de kullanılan S/T makinesinin teknik özellikleri listelenmiştir. Ayrıca, performans analizi aynı marka ve özelliklere sahip iki farklı katrak blok kesme makinesi üzerinde yapılmıştır. Bütün makineler 80 lamalı katrak blok kesme makinesi olmakla birlikte aynı ağırlık ve ebatlama ölçülerine sahiptirler. Tablo 2'de kullanılan katrak makinesinin teknik özellikleri özetlenmiştir. Şekil 2'de fabrikada kullanılan S/T ve katrak makinelerinin fotoğrafları görülmektedir.



Şekil 1. Doğal taş fabrikasında uygulanan üretim akım şeması (a: S/T, b: katrak)

Tablo 1. MKS S/T	1800 makinesinin	teknik özellikleri
------------------	------------------	--------------------

Teknik özellikler	Değerler
Dikey testere çapı	1000-1800 mm
Yatay testere çapı	450 mm
Vagon motor gücü	2.2 / 3.0 kW/Hp
Toplam elektrik gücü	144 / 193 kW/Hp
Makinede kullanılan su miktarı	100-150 lit/min.
En büyük blok ebatları (boy×en×yükseklik)	3400×2200×2400 mm
Makine ebatları (boy×en×yükseklik)	8200×5350×4800 mm
Makine ağırlığı	16500 kg

Tablo 2. MKS 80-80 lamalı katrak makinesinin teknik özellikleri

Teknik özellikler	Değerler
Kesme lama sayısı	80
Dakikadaki strok sayısı	92
Lama kursu	800 mm
Ana motor gücü	110 / 147.5 kW/Hp
Toplam elektrik gücü	132 / 180 kW/Hp
En büyük blok ebatları (boy×en×yükseklik)	3250×2000×2000 mm
Makine ebatları (boy×en×yükseklik)	11400×4450×5150 mm
Makine ağırlığı	48200 kg





Şekil 2. Doğal taş fabrikasında kullanılan S/T ve katrak makineleri (a: S/T, b: katrak).

3 Laboratuvar çalışmaları

Fabrikadan elde edilen numuneler üzerinde yoğunluk (ρ), tek eksenli basınç dayanımı (UCS), dolaylı (endirekt) çekme dayanımı (BTS), Cerchar aşındırıcılık indeksi (CAI) ve porozite (ϕ) deneyleri ISRM [18] ve ASTM [19] standartlarına uygun olarak yapılmıştır.

Blok numunelerden alınan NX karot numuneleri hassas terazide tartılarak ağırlıkları bulunmuştur. Hacim ve yoğunlukları numunelerin ağırlıkları hesaplanan bulunmustur. UCS deneylerinde kullanılan karot örneklerinin yükseklik/çap oranı yaklaşık 2.5 olarak belirlenmiş ve deney esnasında yükleme hızı 1.0 kN/sn. olarak sabit alınmıştır. BTS deneylerinde ise örneklerinin yükseklik/çap oranı yaklaşık 0.5 olarak belirlenmiş ve deney esnasında yükleme hızı 0.25 kN/sn. olarak sabit alınmıştır. Her iki ucu düzgün olarak kesilmiş karot numuneler etüvde 105 - 110°C' de 24 saat bekletilmiştir. Etüvde bekletilen örnekler hassas terazide tartılarak kuru ağırlıkları bulunmuştur. Kuru ağırlıkları bulunan örnekler su dolu bir kabın içerisinde 48 saat bekletilmiştir. Su içerisinde bekletilen örnekler yine hassas terazide tartılarak yaş ağırlıkları bulunmuştur. Elde edilen bu değerler kullanılarak her bir örnek için porozite değeri belirlenmiştir. CAI deneyi ve analizleri ASTM [19] standartlarına uygun olarak taze kırılmış örnekler üzerinde yapılmıştır. Her bir numune için beş pin ile yapılan deneyler sonucunda on okuma değerli elde edilmiş ve bu değerlerin aritmetik ortalaması alınarak CAI değerleri hesaplanmıştır. Doğal taşların fizikselmekanik özelliklerinin toplu sonuçları Tablo 3'te özetlenmiştir.

4 S/T ve katrak makinelerinin performans analizi

Bu bölümde ilk olarak fabrikada kullanılan S/T ve katrak makinelerinin performansları anlatılmıştır. Daha sonra laboratuvar deneylerinden elde edilen sonuçlar ve alansal plaka üretim oranı (APÜO) arasındaki ilişkiler tek değişkenli ve çok değişkenli doğrusal regresyon yöntemleri ile incelenmiştir.

4.1 Blok kesme (S/T) makinesi

Fabrikada üretilen plakaların kalınlıkları 3 cm, enleri 30-43 cm ve boyları 63-200 cm aralıklarında değişmektedir. Dört ayaklı S/T makinelerinin performans parametresi olarak bir saatteki alansal plaka üretim oranının (m²/h) belirlenmesi dikkate alınmıştır. Bir blok kesimi için net kesim süresinin hesabında duraklamaların, operatör etkisinin kesimi etkileyen parametreler olduğu gözlemlenmiştir. Performans ölçümleri her bir doğal taş için üç kere tekrar edilmiş ve bu ölçümlerin aritmetik ortalaması alınarak kesim performansı belirlenmiştir. Bu ölçümler, S/T makinesinin verimli kesim yaptığının gözlemlendiği zaman diliminde gerçekleştirilmiştir. Tablo 4'te doğal taşların kesiminde kullanılan S/T makinelerinin performans analiz değerleri özetlenmiştir. Karşılaştırmaların güvenilir bir şekilde yapılabilmesi için kayaç yüzeyine temas eden lama sayıları dikkate alınmış ve değerler normalize edilmiştir.

Tablo 4. Doğal taşların kesiminde kullanılan S/T makinelerinin performans analizi

Muğla Beyaz							
Ölçüm No.	1	2	3	Ortalama			
Plaka ebatları (cm×cm)	160×30	160×30	160×30	160×30			
Üretilen plaka sayısı	86	90	75	83.7			
APÜO (m²/h)	15.2	16.2	16.6	16.0			
	Patara	Bej					
Ölçüm No.	1	2	3	Ortalama			
Plaka ebatları (cm×cm)	200×33	200×33	200×33	200×33			
Üretilen plaka sayısı	90	95	91	92			
APÜO (m²/h)	11.2	9.8	10.4	10.5			
	Denizli Tra	averten					
Ölçüm No.	1	2	3	Ortalama			
Plaka ebatları (cm×cm)	63×43	63×43	63×43	63×43			
Üretilen plaka sayısı	338	165	100	201			
APÜO (m²/h)	16.2	13.5	14.1	14.6			
	Korkute	li Bej					
Ölçüm No.	1	2	3	Ortalama			
Plaka ebatları (cm×cm)	160×33	160×33	160×33	160×33			
Üretilen plaka sayısı	15	10.2	12.9	12.7			
APÜO (m²/h)	7.2	4.9	6.2	6.1			
	Muğla Ş	eker					
Ölçüm No.	1	2	3	Ortalama			
Plaka ebatları (cm×cm)	63×43	63×43	63×43	63×43			
Üretilen plaka sayısı	184	203	156	181			
APÜO (m²/h)	13.3	14.2	15.1	14.2			
Muğla Gümüş							
Ölçüm No.	1	2	3	Ortalama			
Plaka ebatları (cm×cm)	135×33	135×33	135×33	135×33			
Üretilen plaka sayısı	84	56	92	72.3			
APÜO (m²/h)	14.9	14.5	13.8	14.4			

4.1.1 Tek değişkenli regresyon yöntemine dayalı modeller

Tek değişkenli regresyon yöntemi, bir bağımsız ve bir bağımlı değişken arasındaki ilişkinin istatistiksel olarak incelenmesi olarak tanımlanır. Bu yöntemden yola çıkarak, S/T makinesinin performans parametresi olarak seçilen alansal plaka üretim oranı (APÜO) bağımlı değişken olarak seçilmiş ve doğal taşların fiziksel-mekanik özelliklerle ile (bağımsız değişkenler) olan ilişkileri araştırılmıştır. Bu incelemeler sonucunda, S/T makinesinin kesme performansı üzerinde hangi doğal taş özelliğinin baskın parametre olduğunu anlaşılmıştır.

Tablo 3. Doğal taşların fiziksel ve mekanik özelliklerinin özeti.

Doğal tag	Jaalaiik käkan	ρ	UCS	BTS	φ	CAI
Dogai taş	Jeolojik kokeli	(gr/cm ³)	(MPa)	(MPa)	(%)	(-)
Muğla Beyaz	Metamorfik	2.67	97.3	7.1	0.4	2.99
Patara Bej	Sedimanter	2.64	112.7	7.3	0.5	1.03
Denizli Traverten	Sedimanter	2.50	55.5	4.9	9.6	0.70
Korkuteli Bej	Sedimanter	2.70	120.3	9.4	0.4	1.30
Muğla Şeker	Metamorfik	2.68	66.2	7.0	0.5	0.90
Muğla Gümüş	Metamorfik	2.72	99.9	7.7	0.2	2.25
Muğla Beyaz	Metamorfik	2.67	97.3	7.1	0.4	2.99

p: yoğunluk, UCS: tek eksenli basınç dayanımı, BTS: dolaylı (endirekt) çekme dayanımı,

 $\boldsymbol{\phi} {:}$ porozite, CAI: Cerchar aşındırıcılık indeksi.

Şekil 3'te S/T makinesinin kesme performans ile doğal taşların fiziksel ve mekanik özellikleri arasındaki ilişkiler verilmiştir. Bağımlı ve bağımsız değişkenler arasındaki belirlilik katsayısına (R²) göre değerlendirmiştir. İlişkilerin R² değeri %50 ile %69 arasında orta derecede güçlü, %70 ile %89 arasında güçlü ve %90'a eşit veya daha büyükse çok güclü olarak alınmıştır. R² değeri %50'den küçük olan ilişkiler de zayıf/çok zayıf olarak tanımlanmıştır. Şekillerden görüldüğü gibi, APÜO ile doğal taşların fiziksel-mekanik özellikleri arasında çok zayıf ve orta derecede güçlü ilişkiler bulunmuştur. Özellikle yoğunluk ve porozite değerlerinin S/T makinesinin kesme performansı ile çok zayıf ilişkilerinin nedeni incelenen doğal taşlarında bu iki özellik değerlerinin çok dar bir aralıkta değişiyor olmasından kaynaklanmaktadır (Denizli Traverten porozite değeri aykırı değer olarak değerlendirilebilir).

4.1.2 Çoklu regresyon yöntemine dayalı modeller

Çoklu regresyon yöntemi, birden fazla bağımsız değişkenlerin aynı anda bağımlı değişken üzerindeki etkisinin araştırılmasında kullanılmaktadır. Bu çalışmada, basit regresyon yöntemi ile elde edilen ilişkilerinin genel olarak zayıf olduğundan dolayı çoklu regresyon yöntemine dayalı modellerin daha güvenilir sonuçlar üreteceği düşünülmüştür. Bu doğrultuda, doğal taş numunelerinin belirlenmiş fiziksel-mekanik özelliklerinin APÜO tahminine etkilerini belirlemek üzere çoklu regresyon analizleri uygulanmıştır. Burada, APÜO bağımlı değişken ve bütün fiziksel-mekanik özellikler ise bağımsız değişken olarak tanımlanmıştır. Bu yöntem ile elde edilen sonuçlar aşağıdaki Denklemlerde (1-3) özetlenmiştir. Bu eşitliliklerde verilen R² değerleri düzeltilmiş belirlilik katsayısı değerlerini göstermektedir.

 $AP \ddot{U} O = 55.5 \rho - 4.37 BTS - 103 \qquad \qquad R^2 = 0.86 \qquad \qquad (1)$

 $AP\ddot{U}O = -0.13UCS + 2.92CAI + 20.2 \qquad R^2 = 0.77 \qquad (2)$

$$AP\ddot{U}O = -2.21BTS + 2.44CAI + 24.9 \qquad R^2 = 0.72 \qquad (3)$$

Burada, APÜO alansal plaka üretim oranı (m²/h), p yoğunluk (g/cm³), BTS dolaylı (endirekt) çekme dayanımı (MPa), UCS tek eksenli basınç dayanımı (MPa) ve CAI Cerchar aşındırıcılık indeksi parametrelerini göstermektedir.

Elde edilen bu denklemlerin istatistiksel analiz sonuçları Tablo 5'te özetlenmiştir. Analizlerde Minitab 2016 [20] istatistik yazılımı kullanılmıştır. Olası istatistiksel ilişkileri ve güçlü yönlerini görmek için en iyi alt kümeler yöntemi kullanılmıştır. Minimum güven sınırı %75 olarak alınmıştır ve maksimum anlamlılık değeri 0.25'tir. Çoklu doğrusallık probleminden kaçınmak için (bağımsız / tahmin edici parametreler arasında yüksek korelasyon) varyans şişirme faktörü (VIF) de dikkate alınmıştır ve bu değerin 10'dan düşük olması seçilmiştir. İstatistiksel "t" (iki kuyruklu) ve "F" (tek kuyruklu / sağ kuyruk) testleri de dikkate alınmış ve tahmini değerlerinin tablo değerlerinden büyük olmasına dikkat edilmiştir. Ayrıca, bu denklemler için ölçülen ve



Şekil 3. Doğal taşların fiziksel-mekanik özellikleri ile S/T makinelerinin alansal plaka üretim oranı arasındaki ilişkiler.

tahmin edilen değerlerinin dağılım grafikleri Şekil 4'te sunulmaktadır. Geliştirilen modeller incelendiğinde, 1:1 çizgisinden çok az bir sapma ve dağılım gözlemlenmiştir. Böylece bu modellerin tahmin yeteneği ve güvenilirliği güçlü / çok güçlü olarak değerlendirilebilir.



Şekil 4. Ölçülen ve tahmin edilen S/T makinelerinin alansal plaka üretim oranı parametresinin dağılım grafikleri.

4.2 Katrak makinesi

Fabrikada üretilen plakaların kalınlıkları 2-3 cm, enleri 43-280 cm ve boyları 63-275 cm aralıklarında değişmiştir. Bu makinelerde de performans parametresi olarak bir saatteki alansal plaka üretim oranının (m²/h) belirlenmesi dikkate alınmıştır. Kesim hızları vagona koyulan bloğun boyuna ve doğal taşın kırıklı-çatlaklı yapısına göre değişiklik gösterebilir. Katrak kesim hızları üç bölüm içerisinde incelenir bunun sebebi ise makine bloğa giriş ve çıkış süreçlerinde hızını kısıtlayarak bloğun kırılmasını ve çatlamasını önlemektir. Tablo 6'da her bir doğal taş ait blok ve plaka ebatları, üretilen plaka sayıları, toplam plaka alanı ve ortalama alansal üretim oranları verilmiştir.

4.2.1 Basit regresyon yöntemine dayalı modeller

Doğal taşların fiziksel-mekanik özellikleri ile katrak makinelerinin performans arasındaki ilişkiler Şekil 5'te verilmiştir. Bağımlı ve bağımsız değişkenler arasındaki ilişki belirleme (determinasyon) katsayısına (R²) göre değerlendirmiştir. Görüldüğü gibi, katrak makinelerinin APÜO ile yoğunluk, porozite ve Cerchar aşındırıcılık indeksi arasında çok zayıf ilişki elde edilmiştir. Ayrıca, APÜO ile tek eksenli basınç dayanımı ve dolaylı (endirekt) çekme dayanımı arasında da zayıf ilişkiler belirlenmiştir.



Şekil 5. Doğal taşların fiziksel-mekanik özellikleri ile katrak makinelerinin alansal plaka üretim oranı arasındaki ilişkiler.

4.2.2 Çoklu regresyon yöntemine dayalı modeller

Basit regresyondan elde edilen çok zayıf / zayıf ilişkileri güçlendirmek için çoklu regresyon yöntemi kullanarak katrak makinelerinin performansını tahmin etmek için bir model elde edilmiştir. Önerilen bu model Denklem 4'te verilmiştir. Bu denklemde verilen R² değeri düzeltilmiş belirleme katsayısı değerini göstermektedir.

$$APÜO = 85.1\rho - 6.58BTS - 142 \qquad R^2 = 0.64 \qquad (4)$$

Burada, APÜO alansal plaka üretim oranı (m²/h), ρ yoğunluk (g/cm³) ve BTS dolaylı (endirekt) çekme dayanımı (MPa) parametrelerin göstermektedir.

Elde edilen bu denklemin istatistiksel analiz sonuçları Tablo 7'de özetlenmiştir. 4.1.2 bölümünde anlatılan yöntemler burada da uygulanmıştır. Ayrıca, bu denklem için ölçülen ve tahmin edilen değerlerinin dağılım grafiği Şekil 6'da sunulmaktadır. Görülüğü gibi, bu önerilen model, S/T makineler için önerilen modellerden daha düşük belirleme katsayısına sahiptir. Ancak, önerilen bu modelde 1:1 çizgisinde az bir sapma ve dağılım gözükmektedir ve böylece bu modelin tahmin yeteneği ve güvenilirliği güçlü olarak değerlendirilebilir.



Şekil 6. Ölçülen ve tahmin edilen katrak makinelerinin alansal plaka üretim oranı parametresinin dağılım grafiği.

Tablo 5. S/T makinelerinin performans tahmini için çoklu regresyon yöntemi ile önerilen modellerin istatistiksel sonuçları

Denklem No.	Ön gösterge	Tahmini t-değeri	Tablo t-değeri	p değer	VIF	R ² (%)	Düzeltilmiş R ² (%)	Tahmini F	Tablo F-değeri
	Sabit	-3.07	0	0.055	-		. ,		<u> </u>
1	ρ	3.85	2.01	0.031	3.42	91.6	86.0	16.40	5.46
	BTS	-5.53		0.012	3.42				
	Sabit	6.87	2.01	0.006	-	86.1	76.8	9.26	5.46
2	UCS	-3.95		0.029	1.16				
	CAI	3.06		0.055	1.16				
	Sabit	5.59		0.011	-				
3	BTS	-3.53	2.01	0.039	1.07	83.3	72.1	7.47	5.46
	CAI	2.44		0.093	1.07				

Tablo 6. Doğal taşların kesiminde kullanılan katrak makinelerinin performans analizi

	Blok ölçüsü (cm×cm×cm)	Plaka boyutu (cm×cm×cm)	Üretilen plaka sayısı	Üretilen toplam plaka alanı (m ²)	Alansal üretim oranı (m ² /h)
Muğla Beyaz	155×275×114	2×110×275	54	163.35	34.40
Patara Bej	158×255×160	2×160×255	79	322.32	37.90
Denizli Traverten	165×250×162.5	3×250×162.5	55	223.43	37.24
Korkuteli Bej	120×223×161	2×160×220	60	211.20	24.80
Muğla Şeker	185×280×175	3×280×175	61	289.90	42.70
Muğla Gümüş	172×260×181	3×260×181	57	268.24	37.30

 Tablo 7. Katrak makinelerinin performans tahmini için çoklu regresyon yöntemi ile önerilen modelin istatistiksel sonuçları

Denklem No.	Ön gösterge	Tahmini t-değeri	Tablo t-değeri	p değer	VIF	R ² (%)	Düzeltilmiş R ² (%)	Tahmini F	Tablo F-değeri
	Sabit	-1.62		0.205	-				
4	ρ	2.25	1.30	0.110	3.42	78.1	63.6	5.36	2.28
	BTS	-3.18		0.050	3.42				

5 Bulgular ve tartışma

Daire testereli blok kesme makineleri (S/T) ve katrak blok kesme makinelerinin kesme performansları (alansal plaka üretim oranı) birçok malzeme ve işletme parametreleri ile ilişkilendirilebilir. Bu parametreler kısaca doğal taşın cinsi, testerenin cevresel uzunluğu, testerenin dönüs hızı, makinenin gücü, ilerleme hızı, soğutma için kullanılan suyun yeterliliği ve operatörün tecrübesi olarak tanımlanabilir. Bu çalışma kapsamında doğal taş fabrikalarındaki S/T ve katrak makinelerinin kesim performansları incelenmiştir. Şekil 7'de sonuçları bu incelemenin özetlenmiştir. Yapılan incelemelere dayanarak katrak blok kesme makinelerinin, S/T blok kesme makinelerine göre 3.91 kat yüksek alansal plaka üretim oranlarının olduğu anlaşılmıştır.

Bu çalışmada dikkat edilmesi gereken önemli konu; önerilen modellerde kullanılan doğal taş sayısıdır. Şüphesiz modelleme çalışmalarında doğal taş sayısın fazla olması önerilen modellerin daha genel ve güvenilir olmalarında büyük katkılar sağlamaktadır. Ancak, bilindiği gibi sahalardan örnekler elde etmek zor ve zaman alıcı bir süreçtir iştir; ayrıca laboratuvarda, alınan örnekler üzerinde deneylerin yapılması da zaman alıcı ve kaliteli insan gücüne ihtiyaç duymaktadır. Dolayısıyla bu çalışmada, yedi farklı metamorfik ve sedimanter doğal taş örneğinde S/T ve katrak makinesin kesme performansını tahmin etmek için modeller önerilmiştir. Ayrıca, giriş bölümünde belirtildiği gibi araştırmacılar çeşitli esnek hesaplama (soft computing) yöntemlerini kullanarak kesme işlemi yapan makinelerinin performansını tahmin etmek için modeller geliştirmişlerdir. Bu modeller gittikçe birçok araştırmacı tarafından performans tahmin modellerin geliştirmesine kullanılmaktadır, ancak bu çalışmada veri sayısın az olduğu düşünüldüğü için bu yöntemler uygulanmamıştır.



Şekil 7. S/T ve katrak makinelerinin alansal plaka üretim oranlarının karşılaştırması

Doğal taşların Cerchar aşındırıcılık indeks değerleri ile S/T ve katrak makinelerinin performansı arasında çok zayıf bir ilişki bulunmuştur. Ancak Tumac [11] çalışmasında CAI ile S/T performansı arasında anlamlı ilişkiler olduğunu belirtmiştir. S/T ve katrak makinelerinin performansı ve doğal taşların dolaylı (endirekt) çekme dayanımı arsında ise orta derecede güçlü ilişkiler elde edilmiştir. Bu bulgu Fener vd. [9] ve Tumac [11] bulgularıyla örtüşmektedir. Her iki çalışmada karbonatlı kayaçlarda yapılan incelemeler sonucunda S/T makinelerinin performansı ile dolaylı çekme dayanımı parametresi arsında güçlü ilişkiler elde etmişlerdir. Ancak Çevim [12] ve Tumaç ve Tolouei [21] çalışmalarında bu iki parametre arasında zayıf ilişkiler belirlemişlerdir. Coklu regresyon vöntemi ile elde edilen sonuclar incelendiğinde, doğal tasların dolavlı (endirekt) cekme dayanımı, yoğunluk ve Cerchar aşındırıcılık indeks değerleri birlikte girdi parametresi olarak kullanıldığı zaman S/T makinelerinin performansını tahmin etmek için önerilen modellerin daha güçlü ilişkiler sunduğu gösterilmiştir (dolaylı çekme dayanımı ve yoğunluk R²=0.86; dolaylı çekme dayanımı ve Cerchar aşındırıcılık indeks R²=0.72). Doğal taşların tek eksenli basınç dayanımı değeri birçok araştırmacı tarafından işletmelerde kullanılan makinelerinin performansını değerlendirmek için tercih edilen parametredir. Bu çalışmada basit regresyon yöntemi dikkate alındığında, S/T ve katrak makinelerinin performansı ile doğal taşların tek eksenli basınç dayanımı değerleri arasında zayıf ilişkiler elde edilmiştir. Bu bulgu Çevim [12], Tumaç ve Tolouei [21] bulgularıyla örtüşmemektedir. Belirtilen bu iki çalışmada araştırmacılar S/T performansı ile doğal taşların tek eksenli basınç dayanımı değerleri arasında güçlü ilişkiler elde etmişlerdir. Ancak bu çalışmada S/T makinelerinde tek eksenli basınç dayanımı parametresi Cerchar aşındırıcılık indeks değerleri ile birlikte çoklu regresyona girdi değer olarak kullanıldığı zaman güçlü ilişkiler elde etmenin mümkün olduğunu göstermiştir. Tablo 8'de bu calısmadaki doğal taşların özelliklerini kullanarak literatürde S/T makinelerinin performans tahmini için önerilen modellerin validasyon sonuçları özetlenmiştir.

Tablo 8. Literatürdeki S/T makinelerinin performanstahmini için önerilen modellerin validasyon sonuçları

,		•		
Da čel tea	APÜO _ö	APÜO _t	APÜO _t	APÜO _t
Dogai taş	(m ² /h)	(m ² /h) ¹	$(m^2/h)^2$	$(m^2/h)^3$
Muğla Beyaz	16.0	8.1	7.5	8.4
Patara Bej	10.5	4.3	6.9	7.8
Denizli Traverten	14.6	18.4	13.2	11.0
Korkuteli Bej	6.1	2.5	1.5	7.6
Muğla Şeker	14.2	15.7	7.7	10.1
Muğla Gümüş	14.4	7.5	5.9	8.3
Doğal taş	APÜO _t	APÜO _t	APÜO _t	
Doğal taş	APÜO _T (m ² /h) ⁴	APÜO _T (m ² /h) ⁵	APÜO _T (m ² /h) ⁶	
Doğal taş Muğla Beyaz	APÜO _T (m ² /h) ⁴ 9.8	APÜO _T (m ² /h) ⁵ 12.0	APÜO _T (m ² /h) ⁶ 9.0	
Doğal taş Muğla Beyaz Patara Bej	APÜO _T (m ² /h) ⁴ 9.8 8.3	APÜO _T (m ² /h) ⁵ 12.0 15.4	APÜO _T (m ² /h) ⁶ 9.0 8.7	
Doğal taş Muğla Beyaz Patara Bej Denizli Traverten	APÜO _T (m ² /h) ⁴ 9.8 8.3 18.5	APÜO _T (m ² /h) ⁵ 12.0 15.4 23.4	APÜO _T (m ² /h) ⁶ 9.0 8.7 12.1	
Doğal taş Muğla Beyaz Patara Bej Denizli Traverten Korkuteli Bej	APÜO _T (m ² /h) ⁴ 9.8 8.3 18.5 7.8	APÜO _T (m ² /h) ⁵ 12.0 15.4 23.4 13.7	APÜO _T (m ² /h) ⁶ 9.0 8.7 12.1 8.5	
Doğal taş Muğla Beyaz Patara Bej Denizli Traverten Korkuteli Bej Muğla Şeker	APÜO _T (m ² /h) ⁴ 9.8 8.3 18.5 7.8 15.2	APÜO _T (m ² /h) ⁵ 12.0 15.4 23.4 13.7 21.5	APÜO _T (m ² /h) ⁶ 9.0 8.7 12.1 8.5 13.3	

 $APÜO_{\bar{O}}$: ölçülen alansal plaka üretim oranı, $APÜO_T$: tahmin edilen

alansal plaka üretim oranı.

¹ Tumac [11]'de denklem 7 kullanmıştır.

² Tumac [11]'de denklem 8 kullanmıştır.

³ Çevim [12]'de denklem 7.1 kullanmıştır.

⁴ Tumaç ve Tolouei [21]'de UCS ile APÜO arasındaki ilişki

kullanılmıştır.

⁵ Tumaç ve Tolouei [21]'de denklem 1 kullanılmıştır.

⁶ Tumac ve Shaterpour-Mamaghani [22]'deki metamorfik ve sedimanter doğal taşlar için önerilen UCS ile APÜO arasındaki ilişkiler kullanılmıştır.

6 Sonuçlar

Bu çalışmada bir doğal taş işletmesinde kullanılan S/T ve katrak makinelerinin performansını tahmin etmek için bazı ampirik modeller önerilmiştir. Sedimanter ve metamorfik kökenli doğal taşların bazı önemli fiziksel-mekanik parametreleri laboratuvarda belirlenmiştir; daha sonra bu özelliklerle S/T ve katrak makinelerinin alansal plaka üretim oranı arasındaki ilişkiler irdelenmiştir. Elde edilen sonuçlar kısaca şu şekilde özetlenebilir:

- Doğal taşların tek eksenli basınç dayanımları 55.5 ve 120.3 MPa arasında, dolaylı çekme dayanımları ise 4.9-9.4 MPa arsında değişiklik göstermiştir. Ayrıca, örneklerin Cerchar aşındırıcılık indeks değerleri 0.70 ve 2.99 arasında değişiklik göstermiştir.
- S/T ve katrak makinelerde alansal plaka üretim oranı sırasıyla 6.1-16.0 m²/h ve 24.8-42.7 m²/h arasında değişmiştir.
- S/T makinelerin kesme performansını tahmin etmek için doğal taşların tek eksenli basınç dayanımı, dolaylı çekme dayanımı ve Cerchar aşındırıcılık indeks özellikleri kullanılabilirliği saptanmıştır.
- Katrak makinelerinde alansal plaka üretim oranını tahmin etmek için önerilen modelde doğal taşların dolaylı çekme dayanımı ve yoğunluk özellikleri girdi parametresi olarak belirlenmiştir.

S/T ve katrak makinelerin kesim performansında, doğal taşların fiziksel-mekanik özellikleri dışında makine tipi, kullanılan testere, motor gücü gibi diğer özellikler de etkili olmaktadır. Gelecekteki çalışmalarda bu özelliklerin incelenmesi de faydalı olacaktır. Ayrıca, bu çalışma farklı fiziksel-mekanik özelliklere sahip doğal taşlar için de incelenmelidir. Önerilen modellerin güvenirliğini arttırmak için veri sayılarının arttırılması büyük önem taşımaktadır.

Teşekkür

Bu çalışma birinci yazar Yunus Emre Satı'nın yüksek lisans bitirme tezinin bir bölümünü kapsamaktadır. Yazarlar, fabrika çalışmalarında numune temininde ve performans ölçümlerinde yardımını esirgemeyen İlker Kömürcüoğlu'na teşekkürlerini sunmaktalar.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %9

Kaynaklar

- [1] Y.E. Satı, Doğal taş fabrikalarında kullanılan S/T ve katrak makinelerinin performans analizi. Bitirme ödevi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Türkiye, 2020.
- [2] Y. Güngör, Mermer plaka kesimi-2. T.C. Millî Eğitim Bakanlığı, Makine teknolojisi modülü, Ankara, 2011.
- [3] R.G. Norling, Mechanical properties and the composition of some Swedish natural stone types and their effect on cutting results. In: Presentation at the conference on diamond in the construction and stone industry, Germany, 1971.

- [4] R.B. Burgess, J. Birle, Circular sawing granite with diamond saw blades. Proceedings of the fifth industrial diamond seminar, 3-10, 1978.
- [5] A. Ceylanoglu, K. Gorgulu. The performance measurement results of stone cutting machines and their relations with some material properties. Sixth International Symposium on Mine Planning and Equipment Selection, Ostrava, Czech Republic, 393-398, 1997.
- [6] S. Kahraman, M. Fener, O. Gunaydin, Predicting the sawability of carbonate rocks using multiple curvilinear regression analysis. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 41(7), 1123-1131, 2004. https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2004.04.009.
- [7] O. Gunaydin, S. Kahraman, M. Fener, Sawability prediction of carbonate rocks from brittleness indexes. Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy, 104 (4): 239-243, 2004.
- [8] R.P. Ribeiro, A.B. Paraguassu, J.E. Rodrigues, Sawing of blocks of siliceous dimension stone: influence of texture and mineralogy. Bulletin of Engineering Geology and the Environment, 66, 101-7, 2007. https://doi.org/10.1007/s10064-006-0049-y.
- [9] M. Fener, S. Kahraman, M.O. Ozer, Performance prediction of circular diamond saws from mechanical rock properties in cutting carbonate rocks. Rock Mechanics and Rock Engineering, 40 (5), 505-517, 2007. https://doi.org/10.1007/s00603-006-0110-y.
- [10] A. Güney, Performance prediction of large-diameter circular saws based on surface hardness tests for Mugla (Turkey) marbles. Rock Mechanics and Rock Engineering, 44(3), 357-366, 2011. https://doi.org/ 10.1007/s00603-010-0119-0.
- [11] D. Tumac, Predicting the performance of large diameter circular saws based on Schmidt hammer and other properties for some Turkish carbonate rocks. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 75, 159-168, 2015, https://doi.org/10.1016/ j.ijrmms.2015.01.015.
- [12] K.C. Çevim, Doğal taş fabrikalarında kullanılan dairesel testereli blok kesme (S/T) makineleri için performans tahmin modelinin geliştirilmesi. Yüksek Lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Türkiye, 2016.
- [13] S. Kahraman, U. Ulker, M.S. Delibalta, A quality classification of building stones from P-wave velocity and its application to stone cutting with gang saws. The Southern African Institute of Mining and Metallurgy, 107, 427-430, 2007.
- [14] P.F. Neves, M.C.E. Silva, G. Paneiro, M. Frazão, Prediction of slab production with multiblade gang saw. International Multidisciplinary Scientific GeoConference Surveying Geology and Mining Ecology Management, SGEM, 2, 681-686, 2016.
- [15] A. Dormishi, M. Ataei, R. Khalokakaei, R. Mikaeil, Energy consumption prediction of gang saws from rock properties in carbonate rocks cutting process. International Journal of Mining and Mineral

Engineering, 9 (3), 216-227, 2018. https://doi.org/ 10.1504/IJMME.2018.096115.

- [16] A. Dormishi, M. Ataei, R. Mikaeil, R. Khalokakaei, S. Shaffiee Haghshenas, Evaluation of gang saws' performance in the carbonate rock cutting process using feasibility of intelligent approaches. Engineering Science and Technology, 22, 990-1000, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jestch.2019.01.007.
- [17] S. Shaffiee Haghshenas, R. Shirani Faradonbeh, R. Mikaeil, S. Shaffiee Haghshenas, A. Taheri, A. Saghatforoush, A. Dormishi, A new conventional criterion for the performance evaluation of gang saw machines. Measurement, 146, 159-170, 2019, https://doi.org/10.1016/j.measurement.2019.06.031.
- [18] ISRM, The complete ISRM suggested methods for rock characterization, testing and monitoring. International Society of Rock Mechanics (ISRM), London: Pergamon Press, 1981.

- [19] ASTM D7625-10, Standard test method for laboratory determination of abrasiveness of rock using the CERCHAR method. American Society for Testing and Materials, 2010.
- [20] Minitab 16 Statistical Software. (Licensed by Istanbul Technical University, Türkiye).
- [21] D. Tumaç, S. Tolouei, Mermer fabrikalarında kullanılan büyük çaplı dairesel testerelerin (S/T) performans analizi. Politeknik Dergisi, 20 (3), 651-662, 2017.
- [22] D. Tumac, A. Shaterpour-Mamaghani, Estimating the sawability of large diameter circular saws based on classification of natural stone types according to the geological origin. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 101, 18-32, 2018, https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2017.11.014.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 905-911 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

 $www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh \ / \ www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh$



AISI 1050 çeliğinin delinmesinde itme kuvveti optimizasyonu

Thrust force optimization of AISI 1050 steel in drilling process

Murat Özsoy^{1,*} 🝺, Yunus Zübeyir Turgut² 🝺, Neslihan Özsoy³ 🝺, Seçil Ekşi⁴ 🝺

^{1,2,3,4} Sakarya Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 54050, Sakarya, Türkiye

Öz

İmalat sektörü içinde delik delme işleminin büyük bir payı bulunmaktadır. Bu nedenle en düşük maliyet ve en yüksek delik kalitesi için optimum kesme parametrelerinin elde edilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada AISI 1050 çeliği kullanılarak Taguchi L9(3^2) deney tasarıma göre delik delme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerde delik delme esnasında oluşan itme kuvvetleri (Fz) ölçülmüştür. Deney parametreleri olarak kesme hızı (110-120-130 m/dk) ve diş başı ilerleme miktarı (0.1-0.12-0.14 mm/diş) ele alınmıştır. Deneylerden elde edilen maksimum itme kuvveti sonuçları referans alınarak Taguchi optimizasyonu, varyans (ANOVA) ve regresyon analizleri Minitab 19 programı yardımıyla yapılmıştır. İstatiksel analizlerle itme kuvvetini minimize eden kesme parametrelerinin optimum seviyeleri ve kesme parametrelerinin itme kuvveti üzerindeki etki oranları incelenmiştir. Optimum kesme hızı seviyesi 110 m/dk, optimum diş başı ilerleme miktarı seviyesi ise 0.10 mm/diş olarak tespit edilmiştir. Ayrıca ölçülen itme kuvveti sonuçlarının ANOVA sonuçlarına göre, itme kuvveti üzerinde kesme hızının etki oranı %2.73 diş başı ilerleme miktarının etki oranı ise %96.54 olarak hesaplanmıştır.

Anahtar kelimeler: Talaşlı imalat, Delik delme, AISI 1050, İtme kuvveti, Optimizasyon

1 Giriş

Talaş kaldırma işlemi, çeşitli tezgâhlar ve kesici takımlar yardımıyla istenen boyut ve geometrinin sağlanması için iş parçası üzerinden kayma gerilmeleri etkisiyle fazla malzemenin talaş şeklinde uzaklaştırılması işlemidir [1, 2]. İstenen nihai boyutları, toleransları ve yüzey kalitesini elde etmek için genellikle üretimin son proseslerinde kullanılmaktadır [3]. Tornalama, frezeleme ve delik delme en çok kullanılan talaşlı imalat yöntemlerine örnek verilebilir.

Delik delme işlemi, kesici takımın iş parçasında silindirik bir boşluk oluşturmak için hem ilerleme hem de dönme hareketi yaparak talaş kaldırması işlemidir. Uzay, uçak ve otomotiv sektöründe yaygın kullanılan en önemli talaş kaldırma proseslerindendir [4]. Talaş kaldırma işlemlerinin yaklaşık %33'ünü oluşturmaktadır. Aynı zamanda talaş kaldırma proseslerinde harcanan enerjinin %25'i de delik delme tezgahlarında meydana gelmektedir [2]. Delik delme; fatura açma, raybalama, havşa açma ve delik büyütme olarak adlandırılan talaş kaldırma işlemlerini de kapsamaktadır [5].

Abstract

Drilling has a large share in the manufacturing sector. For this reason, optimum cutting parameters must be obtained for the lowest cost and highest hole quality. In this study, hole drilling tests were carried out according to Taguchi L9(3²) experimental design using AISI 1050 steel. The experiments measured the thrust forces (Fz) formed during drilling. Cutting speed (110-120-130 m/min) and feed rate per tooth (0.1-0.12-0.14 mm/tooth) were considered test parameters. Taguchi optimization, variance (ANOVA) and regression analyses were performed with the help of the Minitab 19 program concerning the maximum thrust force results obtained from the experiments. The statistical analysis investigated the optimum levels of cutting parameters that minimize the thrust force and the effect ratios of cutting parameters on the thrust force. The optimum cutting speed level was 110 m/min, and the optimum feed rate per tooth was 0.10 mm/tooth. In addition, according to the ANOVA results of the measured thrust force results, the effective rate of the cutting speed on the thrust force was calculated as 2.73%, and the effective ratio of the feed rate per tooth was calculated as 96.54%.

Keywords: Machining, Drilling, AISI 1050, Thrust force, Optimization

Delik delme işleminin imalat sektörü içindeki yeri göz önünde bulundurulduğunda en düşük maliyet ve en yüksek delik kalitesi elde etme arayışı kaçınılmaz olmuştur. Bu beklentilerin karşılanması için optimum kesme parametrelerinin kullanılması gerekmektedir. Parametre seçimi, talaşlı imalatı etkileyen birçok değişkene bağlı olduğundan bu veriler hazır olarak elde edilememektedir. Optimum parametrelere ulaşılması için teorik hesaplar, deneysel yöntemler ve sonlu elemanlar analizleri kullanılabilmektedir. Bu çalışmada deneysel yöntem kullanılmıştır.

Kesme parametrelerinin optimize edilmemesi hem kesici takımın ömrünün azalmasına hem de iş parçasının yüzey kalitesinin ve kimyasal yapısının olumsuz yönde etkilenmesine sebep olur. Bunun sebebi kesme doğrudan parametrelerinin kuvvetleri etkilemesidir. Gerekenden yüksek itme kuvveti; yüksek enerji ve güç gereksinimine, kesme bölgesindeki sıcaklığın yükselmesine, kesici takımın ve iş parçasının hasar almasına neden olur [6]. Bu yüzden delik delme işleminin yüksek kalitede ve düşük

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: ozsoy@sakarya.edu.tr (M. Özsoy) Geliş / Recieved: 26.12.2022 Kabul / Accepted: 10.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1224589

maliyetli olabilmesi için itme kuvvetinin olabildiğince minimize edilmesi gerekmektedir.

Literatürdeki bu konularda birçok çalışma yapılmıştır. Yıldız ve diğerleri [4], AISI 1050 çeliği kullanılarak gerçekleştirilen delik delme işlemini deneysel olarak ve Deform 3D yazılımıyla sonlu elemanlar yöntemi kullanarak incelemişlerdir. Deney ve analiz çalışmalarında; dolu veya ön delikli iş parçası, TiAIN/TiN kaplamalı veya kaplamasız kesici takım, kesme hızı (60, 75, 90, 108 m/dk) ve diş başı ilerleme (0.15, 0.20, 0.25 mm/diş) gibi parametrelerinin tork, kesici takım gerilmeleri ve itme kuvveti üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Ön delikli iş parçalarında ölçülen tork, gerilme ve itme kuvveti değerlerinin, dolu iş parçalarında ölçülen değerlere göre daha düşük seviyede olduğu ve kaplamalı matkapların yüksek kesme hızı ve ilerleme miktarında daha iyi performans sergilediğini tespit etmişlerdir.

Yağmur ve diğerleri [5], AISI 1050 çeliğinin delinmesinde itme kuvvetinin Taguchi metodu ile optimizasyonu üzerinde çalışmışlardır. Kaplamasız veya kaplamalı (TiN/TiAl/TiCN) kesici takımlar, diş başı ilerleme (0,15-0,20-0,25 mm/diş) ve kesme hızı (75-90-108 m/dk) parametreleri kullanılarak deneyler gerçekleştirmişlerdir. AISI 1050 çeliğinin delinmesinde itme kuvvetini minimize parametre seviyelerini; kaplamalı kesici takım, kesme hızı 90 m/dk ve diş başı ilerleme 0,15 mm/dev olarak istatiksel analizler sonucunda tespit etmişlerdir.

Demir ve Yakut [7], AISI 1050 çeliğinin delinmesi işleminde devir sayısı (800/1200/1600 rpm), diş başı ilerleme (0,025/0,050/0,075 mm/dev) ve takım uç açısı (100°,118°,136°,154°,172°) gibi parametrelerin talaş narinlik oranına etkisini incelemişlerdir. Talaş narinlik oranının artmasıyla itme kuvvetinin ve takım aşınmasının azaldığını; fakat yüzey pürüzlülüğünün arttığını tespit etmişlerdir.

Sahoo ve diğerleri [8], Inconel 718 malzemesinin delinmesi işleminde kesici takım türü, devir sayısı (215/315/455 rpm) ve ilerleme miktarı (0.106/0.213/0.316 mm/diş) parametrelerinin; itme kuvveti, tork ve yüzey pürüzlülüğü gibi çıktılara etkisini deneysel olarak Taguchi-Balina deney tasarımı ve optimizasyonu yardımıyla incelemişlerdir. Deneyler neticesinde kriyojenik işlem görmüş çift temperli matkapla delinen ve 455 rpm devir sayısı, 0.213 mm/diş ilerleme miktarı parametre değerleri kullanılan delikte en düşük itme kuvveti, tork ve yüzey pürüzlülüğü değerlerini elde etmişlerdir.

Saravanakumar ve diğerleri [9], alüminyum iş parçası üzerinde delik delme deneyleri gerçekleştirmişlerdir. Devir sayısı (800/1600 rpm), takviye türü (Grafit, MoS₂), matkap çapı (6/10 mm) ve ilerleme hızı (75/150 mm/dk) parametrelerinin yüzey pürüzlülüğü üzerinde etkisini araştırmışlardır. İncelenen parametreler arasında yüzey pürüzlülüğü açısından en önemli parametrenin takviye türü olduğu ve Grafit takviyesinin MoS₂ takviyesine göre yüzey pürüzlülüğü açısından daha iyi sonuçlar verdiği sonucuna varmışlardır.

Sidhu ve diğerleri [10], St52.3 çeliğinin delinmesi işleminde aktif güç tüketimini optimize etmek amacıyla yanıt yüzey yöntemi ve ANOVA analizleri gerçekleştirmişlerdir. Analiz parametre ve seviyelerini; devir sayısı (1000/1200/1400 rpm), ilerleme miktarı (0.12/0.16/0.22 mm/diş), gagalama boyu (5/10/15 mm) ve matkap uç açısı (120°/130°/140°) olarak ele almışlardır. ANOVA sonucuna göre ele alınan parametreler arasında aktif güç tüketimi açısından en önemli parametrenin ilerleme miktarı olduğunu tespit etmişlerdir.

Bratan ve Novikov [11], demir karbon alaşımlı parçalara delik delinmesi işleminde kesme kuvvetinin teorik olarak belirlenebilmesi için matematiksel model oluşturmuşlardır. Oluşturulan bu matematiksel model neticesinde kesme kuvvetinin bileşenleri arasındaki ilişki ve kesme hızının bu bileşenler üzerindeki etkisini saptamışlardır. Eşit kesme hızında kesme kuvvetinin teğetsel bileşeninin radyal bileşenine göre daha yüksek kuvvet değerlerinde olduğunu tespit etmişlerdir. Kesme hızı arttıkça kesme kuvvetinin arttığını hesaplamışlardır.

Vignesh ve diğerleri [12], SS410 paslanmaz çeliğinin delinmesinde matkap kaplamasının (kaplamalı/kaplamasız) yüzey pürüzlülüğü, delikten sapma ve malzeme kaldırma oranı üzerinde etkisini Taguchi metodu yardımıyla deneysel olarak araştırmışlardır. Deneyler sonucunda kaplamalı matkap kullanımının; yüzey pürüzlülüğünü %27.57-48.55 oranında azalttığını, malzeme kaldırma oranını %1.45-22.55 oranında artırdığını ve delikten sapmayı %1.07-1.27 oranında iyileştirdiğini tespit etmişlerdir.

Sterle ve diğerleri [13], sıvı CO_2 soğutmanın, minimum miktarda yağlamanın ve kesme parametrelerinin delme performansına etkisini itme kuvveti, tork ve sıcaklık açısından deneysel olarak incelemişlerdir. İtme kuvvetinin üzerinde sıvı CO_2 soğutmanın diğer parametrelere göre daha fazla etkili olduğu, kuru kesme şartlarında ölçülen sıcaklıkların fazlaca yüksek olduğu ve sıvı CO_2 soğutmanın talaş tahliyesinin iyileştirip kısmen tork seviyesini düşürdüğü sonucuna varmışlardır.

Meral ve diğerleri [14], AISI 1050 çeliğinin delinmesi işleminde matkap kaplama türü (kaplamalı/kaplamasız), kesici takım çapı (6/8/10 mm), kesme hızı (20/30/40 m/dk.), diş başı ilerleme (0,05/0,1/0,15 mm/diş) parametrelerinin delik kalitesine (yüzey pürüzlülüğü, çaptan sapma, dairesellikten sapma, silindiriklikten sapma) etkilerini deneysel olarak incelemişlerdir. Kaplamalı matkabın kaplamasız matkaba göre en avantajlı olduğu çıktının yüzey kalitesi olduğunu tespit etmişlerdir.

Yaşar [15], Al 7075 alüminyum alaşımının delinmesi işleminde deneysel yöntem ve sonlu elemanlar metodu kullanarak itme kuvveti ile yüzey pürüzlülüğü açısından optimizasyon calısması yapmıştır. Sonlu elemanlar yöntemi çözümde ThirdWave AdvantEdge ile programini kullanmıştır. Deney parametreleri olarak; matkap kaplama matkap (kaplamalı/kaplamasız), türü uç açısı (120°/130°/140°), kesme hızı (40/80/120 m/dk) ve ilerleme miktarı (0,05/0,1/0,15 mm/diş) parametreleri ele alınmıştır. İtme kuvveti üzerinde en etkili parametrenin ilerleme miktarı olduğunu, yüzey pürüzlülüğü üzerinde en etkili parametrenin ise kesme hızı olduğunu tespit etmiştir.

Koyunbakan ve diğerleri [16], cam elyaf takviyeli kompozit malzemeler kullanarak delik delme prosesinin kesme parametreleri ve matkap geometrisi açısından optimizasyonunu gerçekleştirmişlerdir.

Kesme parametreleri optimizasyonları diğer imalat yöntemlerinde de karşımıza çıkmaktadır [17].

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde genellikle delik tipi, kesici takım kaplaması, kesici takım çapı, kesici takım uç açısı, kesme hızı ve ilerleme miktarı gibi parametrelerin; sıcaklık, tork, itme kuvveti ve delik kalitesi (yüzey pürüzlülüğü, çaptan sapma, dairesellikten sapma, silindiriklikten sapma) gibi çıktılar üzerinde etkilerinin araştırıldığı görülmüştür. Veri analizi ve optimizasyonu kısmında ise genellikle Taguchi ve ANOVA metotlarının kullanıldığı görülmüştür.

Bu çalışmada AISI 1050 çeliği kullanılarak Taguchi L9(3^2) deney tasarıma göre delik delme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerde delik delme esnasında oluşan itme kuvvetleri (Fz) ölçülmüştür. Deney parametreleri olarak kesme hızı (110-120-130 m/dk) ve diş başı ilerleme miktarı (0.1-0.12-0.14 mm/diş) parametreleri ele alınmıştır. Deneylerden elde edilen maksimum itme kuvveti sonuçları referans alınarak Taguchi optimizasyonu, varyans (ANOVA) ve regresyon analizleri Minitab 19 programı yardımıyla yapılmıştır.

2 Materyal ve metot

2.1 İş parçası

AISI 1050 çeliği makine parçalarında ve kalıp setlerinde kullanılan bir malzemedir. Bu sebeple delik delme işlemine sıklıkla tabi tutulur. Şekil 1'de delinme işlemine tabi tutulmuş AISI 1050 iş parçasının bilgisayar destekli imalat modeli gösterilmektedir. AISI 1050 çeliğinin kimyasal bileşimi ve mekanik özellikleri Tablo 1 ve Tablo 2'de verilmiştir.



Şekil 1. Bilgisayar destekli tasarım ve imalat modeli

Tablo 1. AISI	1050	çeliğinin	kimyasal	bileşimi	[18]
		, 0	2	3	L 73

			•	. –	
С	Si	Mn	Pmaks.	Smaks.	Fe
0.42	0.15	0.50	0.045	0.045	Kalan
-	-	-			
0.50	0.35	0.80			

Tablo 2. AISI 1050) çeliğinin	mekanik	özellikleri	[19]
--------------------	-------------	---------	-------------	------

		-			
Akma	Çekme	Elastiklik	Yüzde	Kesit	Sortlik
dayanımı	dayanımı	modülü	uzama	daralması	(UDC)
(MPa)	(MPa)	(GPa)	(%)	(%)	(HKC)
580	690	205	10	30	13

2.2 Kesici takım

Çeliklerin orta veya yüksek kesme hızlarında delinmesi işleminde kullanılan 8 mm çaplı, çok katmanlı TiAlN kaplamalı WIDIA VDS201A08000 karbür parmak freze tercih edilmiştir. Kesici takım uç açısı 140° derece, helis açısı 30° derece, maksimum delme derinliği 29 mm'dir. Şekil 2'de delik delme işleminde kullanılan kesici takım gösterilmiştir.



Şekil 2. Kesici takım

2.3 Deneysel çalışma

Deneyler Taksan TMC-700 V CNC tezgâhında gerçekleştirilmiştir. İtme kuvveti ESİT Elektronik Sistemler'e ait AX3 modeli yük hücresi ile ölçülmüştür. Yük hücresi her bir eksende 5000 N luk kuvvet ölçüm kapasitesine sahiptir. Deneysel çalışmadan önce 500 N luk yük ile kalibrasyon yapılmıştır. Optimizasyon işlemi Taguchi metodu ile Minitab 19 programında %95 güven seviyesinde gerçekleştirilmiştir. Deneyler L9(3^2) ortogonal dizisine göre planlanmıştır. Kesme parametresi olarak iki faktör üçer seviye seçilmiştir. Şekil 3'te deney düzeneği gösterilmiştir. Tablo 3'de deney faktörleri ve seviyeleri ifade edilmiştir.



Şekil 3. Deney düzeneği

Faktör	Birim	Sembol	Seviye	Seviye	Seviye	
1 48101	Billin School		1	2	3	
Kesme hızı	m/dk	А	110	120	130	
(Vc)	III/ UK	24	110	120		
Diş başı	mm/dis	в	0.1	0.12	0.14	
ilerleme (fz)	mm/ diş	Б	0.1	0.12		

Tablo 3. Deney faktörleri ve seviyeleri

Tablo 4'te verilen deney planına göre deneyler üç kez tekrar edilerek ortalaması alınmıştır.

Tablo 4. Deney planı

Deney	Faktör A	Faktör B
1	1	1
2	1	2
3	1	3
4	2	1
5	2	2
6	2	3
7	3	1
8	3	2
9	3	3

3 Sonuçlar ve tartışma

3.1 Deneysel sonuçlar

Bu çalışmada her bir delik için delme esnasında ölçülen maksimum itme kuvvetleri (Fzmax) dikkate alınmıştır. Şekil 4'te deneylerde anlık olarak ölçülen itme kuvvetleri (Fz) ifade edilmiştir.



Şekil 4. Deneylerden elde edilen kuvvet-zaman grafikleri

3.2 Taguchi sinyal/gürültü analizi

Taguchi metodu, deney tasarım aşamasında malzeme ve üretim süreçlerindeki değişkenliği hesaba katan bir dizi metodolojidir. Bu yöntemde sadece kontrol faktörleri değil aynı zamanda gürültü faktörleri de dikkate alınmaktadır. Taguchi tekniği sayesinde, endüstride hem tasarım hem de üretim için ürün geliştirme döngüsü büyük ölçüde azaltılabilir, böylece maliyetler düşürülür ve elde edilen kârlar artar.

Bu çalışmada amaç en düşük itme kuvvetini veren kesme parametrelerinin seviyelerini tespit etmek olduğu için sinyal/gürültü oranları (S/G) Denklem (1)'de verilen "en küçük en iyi" kriterine göre hesaplanmıştır. Eşitlikte yi i. deneyde elde edilen veriyi, n ise deneyin gözlem sayısını temsil etmektedir [20]. Tablo 5'te deney sonuçlarının, Tablo 6'da ise parametre seviyelerinin sinyal/gürültü oranları ifade edilmiştir.

$$\eta = \frac{S}{G} = -10 \log \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} y_i^2 \right]$$
(1)

Tablo 5. Deney sonuçları ve S/G oranları

Deney	Vc (m/dk)	fz (mm/diş)	FzMax (N)	Sinyal / Gürültü (dB)
1	110	0.10	616	-55.7916
2	110	0.12	678	-56.6246
3	110	0.14	773	-57.7636
4	120	0.10	627	-55.9454
5	120	0.12	700	-56.9020
6	120	0.14	801	-58.0727
7	130	0.10	624	-55.9037
8	130	0.12	719	-57.1346
9	130	0.14	808	-58.1482

Tablo 6. Parametre seviyelerinin S/G oranları

Seviye	Kesme Hızı	Diş Başı İlerleme	
1	-56.73	-55.88	
2	-56.97	-56.89	
3	-57.06	-57.99	
Delta	0.34	2.11	
Rank	2	1	

Tablo 6'da belirtilen veriler Şekil 5'te grafik olarak ifade edilmiştir.



Şekil 5. Parametre seviyelerinin S/G oranları

Deney parametrelerinin optimum seviyelerini saptamak için Tablo 6'da ifade edilen sinyal/gürültü oranlarının maksimumları dikkate alınmıştır. İtme kuvvetini minimize eden kesme hızı 110 (m/dk) olarak diş başı ilerleme miktarı ise 0.10 (mm/diş) olarak tespit edilmiştir. Yani optimum faktör seviyeleri A1B1'dir.

Şekil 6 ve Şekil 7'de farklı kesme hızları için elde edilen itme kuvveti değerlerinin ilerlemeye bağlı olarak değişimi verilmiştir.



Şekil 6. Farklı kesme hızlarında itme kuvveti değerlerinin ilerlemeye bağlı olarak değişimi



Şekil 7. Farklı ilerlemelerde itme kuvveti değerlerinin kesme hızına bağlı olarak değişimi

Şekil 6 ve Şekil 7'de görüldüğü gibi, AISI 1050 çeliği için artan ilerleme ile itme kuvvetinin arttığı görülmüştür. En düşük itme kuvveti 110 m/dk kesme hızı ve 0.1 mm/diş ilerleme değerinde elde edilmiştir. En yüksek itme kuvveti ise 130 m/dk kesme hızı ve 0.14 mm/diş ilerleme değerinde görülmüştür. 0.12 mm/diş ve 0.14 mm/diş ilerleme değerleri için kesme hızının artmasıyla itme kuvveti değerleri de artmıştır [21]. 0,1 mm/diş ilerleme değeri için kesme hızı 130 m/dk'ya ulaştığında itme kuvveti çok küçük bir seviye düşüş göstermiştir. Kesme hızının artışıyla itme kuvvetindeki artış miktarı doğrusal olarak değişmemektedir. Grafiklerden anlaşılacağı üzere itme kuvvet üzerinde ilerleme değerinin etkisi kesme hızına göre çok daha büyük olduğu anlaşılmaktadır.

3.3 Varyans analizi (ANOVA)

Varyans analizi, bağımsız değişkenin veya değişkenlerin farklı değerlerinin bağımlı değişken üzerindeki etkisini belirlemek için kullanılır. Bu çalışmada yapılan varyans analizinde güven aralığı %95 ve anlamlılık düzeyi %5' tir. Tablo 7'de, ölçülen maksimum itme kuvvetlerine göre yapılan ANOVA sonuçları verilmiştir. Tablonun son sütununda parametrelerin katkı yüzdeleri verilmektedir. ANOVA' da parametrelerin önemi, her bir parametrenin F oranı karşılaştırılarak belirlenir. Analizin R² değeri 90,34'tür. Kesme hızının itme kuvveti üzerinde etkisi %2,73 olarak diş başı ilerleme miktarının itme kuvveti üzerinde etkisi ise %96,29 olarak tespit edilmiştir. Buna göre diş başı ilerlemenin itme kuvveti için belirleyici faktör olduğunu söyleyebiliriz. Tablo 7'de SD serbestlik derecesini, KT kareler toplamını, KO kareler ortalamasını ifade etmektedir.

Tablo 7. ANOVA sonuçları

Kaynak	SD	KT	KO	F	Р	Katkı %
Kesme Hızı	2	1256.2	628.1	7.47	0.045	2.73
Diş başı ilerleme	2	44372.2	22186	263.8	0.000	96.54
Hata Toplam	4 8	336.4 45964.9	84.1			0.73 100.00

3B yüzey grafikleri, iki tahmin değişkeniyle ilgili olarak bir yanıt değişkenini görmek için kullanılır. 3B yüzey grafiği, istenen yanıt değerlerini ve çalışma koşullarını araştırmak için kullanılan üç boyutlu bir grafiktir. Yüzey grafikleri, iki veri seti arasındaki optimum bağlantı noktasını görmeye yarar. Şekil 8'de itme kuvveti, kesme hızı ve diş başı ilerleme arasındaki ilişki görülmektedir. Kesme hızı seviyelerinin kuvvet üzerinde efektif bir etkisi olmadığı görülmektedir. Diş başı ilerleme seviyelerinde ise değer arttıkça kuvvetin de arttığı görülmektedir [22-23].



Şekil 8. 3B yüzey grafiği

Olasılık analizi, sonuçların ölçülen/hesaplanan değerlerinin dağılımını kontrol etmeye yardımcı olur [24].

Olasılık grafiği Şekil 9'da verilmiştir. Grafikler %95'lik bir güven aralığı (CI) için çizilmiştir. Veri noktaları orta düz çizgi ile hizalandığında verilerin normal dağıldığını söyleyebiliriz. Bu nedenle, bu veriler optimizasyon ve deneysel araştırmalar için kullanılabilir.



Şekil 9. Olasılık analizi grafiği

3.4 Regression analizi

Regresyon analizi, iki veya daha fazla değişken arasındaki ilişkiyi belirlemek için kullanılan analiz yöntemidir . Bu çalışmada bağımlı değişken itme kuvveti, bağımsız değişkenler ise kesme hızı (Vc) ve diş başına ilerleme (fz)'dir. Denklem (2)'de verilen itme kuvveti için tahmin denklemi regresyon analizi ile elde edilmiştir.

$$F = 22.1 + 1.4Vc + 4292fz \tag{2}$$

Lineer regresyon modeli ile elde edilen gerçek test sonuçları ve tahmin edilen değerler Şekil 10'da karşılaştırılmıştır. Kuvvet için lineer regresyon modeli ile elde edilen denklemin R^2 'si %96.95 olarak bulunmuştur.



Şekil 20. Doğrusal regresyon modelinin deneysel sonuçlarla karşılaştırılması

4 Sonuçlar

Bu çalışmada AISI 1050 çeliğinin delinmesinde itme kuvveti optimizasyonu Taguchi metodu ile gerçekleştirilmiştir. Deneylerde parametre olarak kesme hızı (110-120-130 m/dk) ve diş başı ilerleme miktarı (0.1-0.12-0.14 mm/diş) ele alınmıştır. Deneyler esnasında ölçülen maksimum itme kuvveti sonuçları referans alınarak Taguchi optimizasyonu, varyans ve regresyon analizleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıda sıralanmıştır;

- Kesme hızı ve ilerleme miktarı arttıkça itme kuvvetinin arttığı görülmüştür.
- Optimum parametre seviyeleri kesme hızı için 110 (m/dak), diş başı ilerleme için 0.10 (mm/diş) olarak bulunmuştur.
- Varyans analizi sonuçlarına göre itme kuvveti üzerinde; %2.73 oranında kesme hızının, %96.54 oranında ise diş başı ilerleme miktarının etkisi vardır.
- Olasılık analizi, optimizasyonun başarısını kanıtlamıştır.
- Yapılan regresyon analizi ile elde edilen eşitlik sayesinde itme kuvveti değerleri tahmin edilebilmektedir. Kuvvet için lineer regresyon modeli ile elde edilen denklemin R²'si %96.95 olarak bulunmuştur.

Bu çalışmada AISI1050 çeliğinin delinmesinde Taguchi yönteminin başarıyla uygulandığı tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar gelecekteki akademik araştırmalarda ve endüstriyel uygulamalarda kullanılabilir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %16

Kaynaklar

- M. Gavas, M. Yaşar, M. Aydın ve Y. Altunpak, Üretim Yöntemleri ve İmalat Teknolojileri, Seçkin Yayıncılık, 2015.
- [2] A. Yıldız, Delik delme işleminin sümülasyonu ve delik delme işlemlerinde kesme parametrelerine bağlı mekanik gerilmelerin incelenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, 2021.
- [3] M. B. H. Hussein, Modelling of drilling operation for superalloys with finite element method, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Universitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, 2020.
- [4] A. Yıldız, A. Kurt and S. Yağmur, Finite element simulation of drilling operation and theorical analysis of drill stress with the deform-3d, Simulation Modelling Practice and Theory, 104, Article 102153, 2020. https://doi.org/10.1016/j.simpat.2020.102153.
- [5] S. Yağmur, R. Çakıroğlu, A. Acır ve U. Şeker, AISI 1050 çeliğinin delinmesinde itme kuvvetinin taguchi metodu ile optimizasyonu, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 5(2), 241-246, 2017.
- [6] H. Gökçe, İ. Çiftçi ve H. Gökçe, Frezeleme operasyonlarında kesme kuvvetlerinin deneysel ve sonlu elemanlar analizi ile incelenmesi: saf molibdenin işlenmesi üzerine bir çalışma, Politeknik Dergisi, 22(4), 947-954, 2019. https://doi.org/10.2339/politeknik.482604.

- [7] Z. Demir and R. Yakut, An investigation of the effect of parameters and chip slenderness ratio on drilling process quality of AISI 1050 steel, Hindawi Advances Materials Science and Engineering, Article ID 9753464, 2018. https://doi.org/10.1155/2018/9753464.
- [8] A. K. Sahoo, S. Jeet, D. K. Bagal, A. Barua, A. K. Pattaaik and N. Behera, Parametric optimization of CNC-drilling of inconel 718 with cryogenically treated Drill-Bit using Taguchi-Whale optimization algorithm, Material Today: Proceedings, 50, 1591-1598, 2022. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.121.
- [9] A. Saravanakumar, P. Sreenivas, S. V. Kumar, U. P. Kumar and L. Rajeshkumar, Optimization of drilling process parameters for self-lubricants reinforced aluminium metal matrix composites, Material Today: Proceedings, 52, 1461-1465, 2022. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.196.
- [10] A. S. Sidhu, S. Singh and R. Kumar, Optimization and modelling of active power consumption of St52.3 alloy steel during a drilling operation, Material Today: Proceedings, 50, 1999-2006, 2022. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.340.
- S. Bratan and P. Novikov, Theoretical determination of cutting forces during machining holes in parts made of alloy iron-carbon alloys, Material Today: Proceedings, 38, 2009-2012, 2021. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.030.
- [12] V. Vignesh, S. Satish, V. Gopi, J. Jishnoop and G. A. Menon, Comparison of coated and uncoated HSS drill bit on surface roughness, material removal rate and dimensional accuracy of SS410 stainless steel, Material Today: Proceedings. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.12.307.
- [13] L. Sterle, P. Krajnik and F. Pusavec, The effects of liquid-CO2 cooling, MQL and cutting parameters on drilling performance, CIRP Annals -Manufacturing Technology, 70, 79-82, 2021. https://doi.org/10.1016/j.cirp.2021.04.007.
- [14] G. Meral, M. Sarıkaya, H. Dilipak and U. Şeker, Multiresponse optimization of cutting parameters for hole quality in drilling of AISI 1050 steel, Arab. J. Sci. Engineering, 40, 3709-3722, 2015. https://doi.org/10.1007/s13369-015-1854-z.
- [15] N. Yaşar, Thrust force modelling and surface roughness optimization in drilling of AA-7075: FEM and GRA, Journal of Mechanical Science and

Technology, 33, 4771-4781, 2019. https://doi.org/10.1007/s12206-019-0918-5.

- [16] M. Koyunbakan, A. Ünüvar, V. Eskizeybek ve A. Avcı, CETP kompozitlerin ağaç matkabıyla delinme performanslarının deneysel incelenmesi, NÖHÜ Mühendislik Bilimleri Dergisi, 10(2), 770-776, 2021. https://doi.org/10.28948/ngumuh.830262.
- [17] İ. Cebeci, B. Özlü ve H. Demir, AISI 304 paslanmaz sac malzemenin lazerle işlenmesinde kesme parametrelerinin yüzey pürüzlülüğü, kerf genişliği ve çapak yüksekliğine etkisinin araştırılması, NÖHÜ Mühendislik Bilimleri Dergisi, 11(2), 410-415, 2022. https://doi.org/10.28948/ngumuh.764983.
- [18] İmalat çelikleri kullanım alanı. https://kocacelik.com/urun-detay/imalat-celikleri/, Accessed 04 April 2023.
- [19] MatWeb: Online Materials Information Resource. https://www.matweb.com, Accessed 04 April 2023.
- [20] F. Kafkas, H. Gürbüz, U. ŞEKER, Analysis of the effect of tool geometry and machining parameters on surface integrity properties in turning of AISI 316L stainless steel by Taguchi Method, Gazi University Journal of Science Part C: Design And Technology, 10(3), 391-407, 2022. https://doi.org/10.29109/gujsc.1149757.
- [21] N.R. Dhar, M.T. Ahmed, S. Islam, An experimental investigation on effect of minimum quantity lubrication in machining AISI 1040 steel, International Journal of Machine Tools & Manufacture 47, 748–753, 2007. https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2006.09.017.
- [22] A. Şahinoğlu, M. Rafighi, Optimization of cutting parameters with respect to roughness for machining of hardened AISI 1040 steel, Materials Testing, 62(1), 85-95, 2020. https://doi.org/10.3139/120.111458.
- [23] E. Bagcı, B. Ozcelik, Influence of cutting parameters on drill bit temperature in dry drilling of AISI 1040 steel material using statistical analysis, Industrial Lubrication and Tribology, Industrial Lubrication and Tribology, 59(4),186–193,2007. https://doi.org/10.1108/00368790710753581.
- [24] S. Liu, K. Gong, J. Zhao, D. Wu, X. Hong & W. Wang, Multi-objective optimisation of cutting parameters for drilling-induced damages and thrust force in AFRP drilling. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, 44(11), 562, 2022. https://doi.org/10.1007/s40430-022-03868-2.


NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 912-918



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Thermal buckling analysis of laminated plates with variable angle fiber orientation

Değişken fiber açılı kompozit plakların termal burkulma analizi

Fatih Baran¹, Demet Balkan^{2,*}

^{1,2} Istanbul Technical University, Department of Aeronautics and Astronautics Engineering, 34469, İstanbul, Türkiye

Abstract

The thermal buckling response of square plates with variable angle tows under simply supported conditions is modeled numerically. The path of variable angle tow is modeled as a function of lateral location. The classical lamination theory utilizes fiber paths to calculate thermal loads and stiffness matrices. Using Kirchhoff plate theory and finite element theory, the global material stiffness matrix and the global geometric stiffness matrix of the plate under thermal buckling loads are obtained. By using these matrices, eigenvalues or critical buckling temperature is obtained and the buckling response of the plate is examined. The theoretical results are validated by studies in the literature and finite element models. It has been seen even in an unoptimized span of a sample composite material, variable angle tows (VATs) were 8,60% more resistant to thermal buckling than common composite layups.

Keywords: Variable angle tows, Thermal buckling, Composite plate buckling

1 Introduction

Aircraft or spacecraft are exposed to temperature changes for various environmental reasons. As an example, the travel of high-speed aircraft in the atmosphere causes its temperature rises due to a phenomenon called aerodynamic heating [1]. Restrained from in-plane expansion, when geometrically perfect plates are heated slowly and uniformly, they usually develop compressive stresses and then buckle at a given temperature [2]. This temperature value is called the critical thermal buckling temperature and engineers have to consider this value in their designs, especially for aircraft operating at high Mach numbers. Some of the parts that are subject to thermal buckling are composite plates.

Composite materials have been used in many different areas from the past to the present. The main factors that make composite materials preferred and that are tried to be developed further and some properties which cause disadvantages are as in Table 1.

One of the disadvantages of composite material is that the direction is very important. While the mechanical values in

Öz

Bu çalışmada, değişken açılı fiberlere sahip kare kompozit plakaların basit mesnet koşulu altında termal burkulma analizini yapmak için bir kod geliştirilmiştir. Değişken açılı fiberlerin oryantasyonu, yatay konumun bir fonksiyonu olarak modellenmiştir. Klasik laminasyon teorisi, termal yükleri ve direngenlik matrislerini hesaplamak için fiber yollarını kullanır. Khirchoff plaka teorisi ve sonlu elemanlar teorisinin modelleme yöntemleri kullanılarak, termal burkulma altındaki plakanın global malzeme rijitlik matrisi ve global geometrik rijitlik matrisi elde edilmiştir. Bu matrislere gerekli işlemler uygulanarak bu analiz için özdeğerler, yani kritik burkulma sıcaklığı elde edilebilir ve plakanın durumu yorumlanabilir. Sayısal çalışmadan elde edilen sonuçlar, literatürdeki çalışmalar ve sonlu eleman modelleri ile doğrulanmıştır. Örnek bir kompozit malzemenin optimize edilmemiş bir aralığında bile, değişken açılı kompozitlerin düz serimli kompozitlere göre termal burkulmaya karşı %8,60 daha dirençli olduğu görülmüstür.

Anahtar kelimeler: Değişken açılı kompozitler, Termal burkulma, Kompozit plaka burkulması

the main direction are very good in classical fibers, the values in the lateral direction are relatively weak. Scientists and manufacturers have sought some ways to overcome this orientation problem and have found variable angle tow (VAT) as a solution.

Table 1.	Material	properties	of composites	[3]
----------	----------	------------	---------------	-----

	•
Advantages	Disadvantages
Low specific weight (ρ)	Brittle
High specific stiffness (E/ρ)	Limited shelf lives
High specific strength (R/ρ)	Hard to storage
High resistance	Difficult to process material
Low thermal conductivity	Orientation is important

VATs are based on the principle that the fibers are placed in different orientations in the plane of each ply. The main purpose here is to achieve the optimum level by obtaining variable stiffness with variable angle tows. In this way, buckling resistance and resistance to other loads can also be improved [4].

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: kececidem@itu.edu.tr (D. Balkan)

Geliş / Recieved: 24.01.2023 Kabul / Accepted: 11.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1241416

The study of Gurdal et al. includes a path of fiber that has a function of both x and y. Classical lamination theory is used to get a stiffness matrix. In-plane and buckling analysis is done, and the Rayleigh-Ritz method is used for the eigenvalue. The pre-buckling analysis includes two cases; fiber orientation is a function of only x or only y. The simply supported plates are analyzed for these two cases, and the results are compared with the straight fibers [5].

Scientists from the University of Michigan; Duran et al. studied the thermal buckling response of a variable angle tow composite square plate. Since the geometry is square, their research is not dependent to aspect ratio. Similarly, to other studies, fiber angle is a function of position. The stacking sequence is restrained to be symmetric and balanced for this study. Simply supported square panels are used for analysis. Buckling analysis is done with out-of-plane equations. Results are found numerically, and the validation of this calculation is done with straight fibers. After that, the results are tried to be optimized with orientation changes. Finally, different material models are also examined [6].

In this study, it will be discussed what the response of different types of variable angle composites will be to the thermal buckling condition. The main scope will be developing a code which models the material and finds critical thermal buckling temperature at different conditions, validation will be done with the studies in the literature, and the finite element method models.

2 Modelling

2.1 Classical lamination theory

In order to model laminates, the relation of the lamina has to be defined. This process is explained by the classical lamination theory. Hooke's law for unidirectional lamina can be summarized as an equation below.

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \tau_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \gamma_{12} \end{bmatrix}$$
(1)

where,

$$Q_{11} = \frac{E_1}{1 - v_{21}v_{12}} \qquad Q_{12} = \frac{v_{12}E_2}{1 - v_{21}v_{12}} \tag{2}$$

$$Q_{22} = \frac{E_2}{1 - v_{21}v_{12}} \qquad Q_{66} = G_{12} \tag{3}$$

By using equation above and orientation for laminas, separately, induced rigidity matrix $[\overline{Q}]$ can be found.

$$\begin{bmatrix} \bar{Q} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{Q}_{11} & \bar{Q}_{12} & \bar{Q}_{16} \\ \bar{Q}_{12} & \bar{Q}_{22} & \bar{Q}_{26} \\ \bar{Q}_{16} & \bar{Q}_{26} & \bar{Q}_{66} \end{bmatrix}$$
(4)

where,

$$\bar{Q}_{11} = Q_{11}c^4 + Q_{22}s^4 + 2(Q_{12} + 2Q_{66})s^2c^2$$
(5)

$$\bar{Q}_{12} = (Q_{11} + Q_{22} - 4Q_{66})s^2c^2 + Q_{12}(s^4 + c^4)$$
(6)

$$\bar{Q}_{22} = Q_{11}s^4 + Q_{22}c^4 + 2(Q_{12} + 2Q_{66})s^2c^2$$
(7)

$$\bar{Q}_{16} = (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})sc^3 - (Q_{22} - Q_{12} - 2Q_{66})s^3c \qquad (8)$$

$$\bar{Q}_{26} = (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})s^3c - (Q_{22} - Q_{12} - 2Q_{66})sc^3 \qquad (9)$$

$$\bar{Q}_{66} = (Q_{11} + Q_{22} - 2Q_{12} - 2Q_{66})s^2c^2 + Q_{66}(s^4 + c^4)$$
(10)

After the calculation of $[\overline{Q}]$ for each ply, it is necessary to assemble the rigidity values of each lamina to get a unique stiffness matrix for laminate. This process is defined as the assembly of A-B-D matrices. These matrices are the functions of lamina thickness and height, and induced rigidity matrix $[\overline{Q}]$ as seen in the equation for *A-B-D* matrices.

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^{n} \left[\left(\bar{Q}_{ij} \right) \right]_{k} (h_{k} - h_{k-1})$$
(11)

$$B_{ij} = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^{n} \left[\left(\bar{Q}_{ij} \right) \right]_{k} (h_{k}^{2} - h_{k-1}^{2})$$
(12)

$$D_{ij} = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^{n} \left[\left(\bar{Q}_{ij} \right) \right]_{k} (h_{k}^{3} - h_{k-1}^{3})$$
(13)

After the calculation of *A-B-D* matrices, strains and curvatures under the applied force and moments can be found as equation below.

$$\begin{bmatrix} N\\ M \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B\\ B & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon\\ \kappa \end{bmatrix}$$
(14)

The strains and stresses are calculated for every h level of laminate, then the effects of hygrothermal states on force and moment components are emphasized. These effects can be classified into two groups. The first part, which is the main focus of this study, is the effects of temperature change. The second part is the moisture effect. These hygrothermal states mainly affect strains, and these will cause stress. All strain components can be stated in equation below.

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{x} \\ \varepsilon_{y} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{x}^{M} \\ \varepsilon_{y}^{M} \\ \gamma_{xy}^{M} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{x}^{T} \\ \varepsilon_{y}^{T} \\ \gamma_{xy}^{T} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{x}^{C} \\ \varepsilon_{y}^{C} \\ \gamma_{xy}^{C} \end{bmatrix}$$
(15)

M: Mechanical T: Thermal C: Moisture Force effects of thermal situations are related to *A* matrice.

-

$$\begin{bmatrix} N_x^T \\ N_y^T \\ N_{xy}^T \end{bmatrix} = \Delta T \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{16} \\ A_{12} & Q_{22} & A_{26} \\ A_{16} & A_{26} & A_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ 0 \end{bmatrix}$$
(16)

2.2 Variable angle path modelling

In this section, the fiber path difference of the composite layers is emphasized and as a result, appropriate modeling techniques are applied.

In section 2.1, it has been seen that stiffness values of A-**B**-**D** matrices have functions of material mechanical property, thickness, and laminate orientation stackings. There was no relation between lateral or longitudinal location and A-**B**-**D** matrices, since the fiber path is constant for in each lamina. In variable angle tows, the laminate will consist of a single lamina in the direction of thickness. However, the fiber path will have different orientation for lateral or longitudinal directions. In order to simplify modelling, the fiber path generally has a function of x direction (lateral). Fiber path is related to the x location by using edge and mid-orientations as in Figure 1 [6].

As a summary, the modelling can be formulated as in equation of $\theta(x)$, the illustration of equation can be examined in Figure 1.

$$\theta(x) = \begin{cases} \frac{2(\beta_1 - \beta_0)}{a} x + \beta_0, & 0 \le x < \frac{a}{2} \\ \frac{2(\beta_0 - \beta_1)}{a} x + \beta_0, & \frac{-a}{2} \le x < 0 \end{cases}$$
(17)

x: lateral direction





2.3 Plate theory

The Classical Plate Theory (CPT) is obtained for isotropic materials by the Kirchhoff hypothesis. Kirchhoff's assumption is that if a plate deforms, midplane normals of the plate will remain straight and normal [7]. While the CPT is valid for thin panels, another plate theory, first order shear deformation theory (FSDT), also known as Mindlin plate theory, is suitable for thick plates. It calculates the rotations about x and y axis and the cross-sectional area does not have to remain normal for midplanes [8]. If x-y axis is located at midplane and z axes refers thickness axes, the kinematical behaviour of the plate is explained by Kirchhoff as in equation below.

$$u = u_0 - z \frac{\partial w}{\partial x} \qquad v = v_0 - z \frac{\partial w}{\partial y} \tag{18}$$

u, *v*, *w*: displacements of a typical point x,y,z respectively

 u_0, v_0 : displacements of a inplane point x,y respectively

The classical plane elasticity theory (CPET) states that there is a derivational relation between strain and displacement as seen in equation below.

$$\varepsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x}$$
, $\varepsilon_y = \frac{\partial v}{\partial y}$, $\gamma_{xy} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y}$ (19)

The CPET can be applied if a composite structure has a single layer, or symmetrical multiple layers [7]. Under these conditions, buckling for simply supported composite plates can be governed by Von Karman's differential solutions as in equation below. If there is a coupling between bending and twist because of the unsymmetrical stacking, the additional D_{16} , D_{26} terms are also included in equation below.

$$D_{11} \frac{\partial^4 w}{\partial x^4} + 2(D_{12} + 2D_{66}) \frac{\partial^4 w}{\partial x^2 \partial y^2} + D_{22} \frac{\partial^4 w}{\partial y^4}$$
$$= h \left(\sigma_x \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + 2\tau_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)$$
$$+ \sigma_y \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right)$$
(20)

 D_{ii} : Bending stiffness matrix h: Thickness

3 Finite element theory

Buckling analysis includes several calculation steps. Since buckling is a stability problem, the geometry of structure has crucial importance. For instance, the analysis of columns and plates has huge differences since the stabilities of the structures are different because of the geometry. However, equation below can be used to generalize the buckling analysis [6].

$$\left|K_m + \lambda K_g\right| = 0 \tag{21}$$

 K_m, K_g : Material and geometric stiffness matrices

 λ : Buckling load factor

In the equation above, K_m is the material matrix that can be formulated as the equation below. K_m shows how resistant the structure is. K_m is widely used in static analysis and allows calculation of displacements and stresses on the body.

$$[K_m] = \int [B]^T [E] [B] dV \tag{22}$$

B: Strain-displacement matrix, E: Material property matrix

$$[B]_{bend} = \begin{bmatrix} 0 & \frac{\partial N}{\partial x} & 0\\ 0 & 0 & \frac{\partial N}{\partial y}\\ 0 & \frac{\partial N}{\partial y} & \frac{\partial N}{\partial x} \end{bmatrix}$$
(23)

and

$$[B]_{memb} = \begin{bmatrix} \frac{\partial N}{\partial x} & 0\\ 0 & \frac{\partial N}{\partial y}\\ \frac{\partial N}{\partial y} & \frac{\partial N}{\partial x} \end{bmatrix}$$
(24)

Another stiffness matrix K_g is called the geometric stiffness matrix or the initial stress matrix. This matrix has no terms related to the mechanical properties of the material but depends on the geometric values and stresses on the body [9]. This matrix is a special matrix for buckling analysis, and its use is often different from K_m .

- a M

$$\left[K_g\right] = \int [G]^T [\sigma^0] [G] dV \tag{25}$$

G: Geometry-displacement matrix, σ^0 : Initial stress matrix

$$[G]_{bend} = \begin{bmatrix} \frac{\partial N}{\partial x} & 0 & 0\\ \frac{\partial N}{\partial y} & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
(26)

and

$$[G]_{shear} = \begin{bmatrix} 0 & \frac{\partial N}{\partial x} & \frac{\partial N}{\partial x} \\ 0 & \frac{\partial N}{\partial y} & \frac{\partial N}{\partial y} \end{bmatrix}$$
(27)

The calculation of the geometric stiffness matrix has same procedures with material stiffness matrix. Instead of strain-displacement matrix **B** and material matrix **E**, geometric matrix **G** and initial stress matrix σ^0 are used respectively. **G** matrix uses shape functions for contributions. σ^0 matrix shows the effects of stress-state on the body. Generally, it is utilized to see permanent load effects [10].

Therefore, after determining the path of the fiber using edge and middle orientations for VAT modeling, *A-B-D* matrices and thermal loads are generated. To generate the material stiffness matrix and geometrical stiffness matrix, orientation and element stresses are utilized. Finally, the critical temperature of the system before buckling by calculating the buckling load factor can be estimated.

$$T_{critical} = \lambda T \tag{28}$$

4 Verification

Within the scope of this study, finite element based calculations made with the developed MATLAB code were verified using the results of finite element analysis and some studies in the literature. In the verification process, many cases are examined which isotropic materials under static loading, and thermal loading for cross-ply layup, angle-ply layup, and complex layup.

4.1 Isotropic plate

In this part, the results of the theoretical study, the analytical methods, and the FEM results are compared as an initial verification for buckling calculation. Shanmugam and Narayanan stated the buckling factor for the isotropic materials as in the reference [11].

$$\sigma_{cr} = k \frac{\pi^2 E}{12(1-\nu^2)} (\frac{t}{b})^2$$
(29)

An isotropic material with the below properties is used for verification. The analysis is carried out for a simply supported plate. In Table 2; *a* and *b* are plate length and width, *k* is the coefficient for simply supported plates, and σ is the compression stress which causes buckling.

Table 2. Material properties for isotropic verification

Property	Value
E (Elasticity M.)	70 GPa
ν	0.30
Length	1 m
Thickness	0.001 m
k	4.0 (SS)
$\sigma^{0}_{applied}$	1 MPa

The most critical eigenvalue for this geometry and material properties is shown in the table below. The error is based on the analytical formula σ_{cr} which is stated previously.

Table 3. Isotropic material verification

Analytical Formulation	The Code	FEM	Error Code	of	Error FEM	of
0.2530	0.2413	0.2587	4.62%		2.25%	

Since the buckling calculation is verified under static loading, thermal loading can be examined. During the development of the finite element model in MSC Patran software, stress-induced distributed load and boundary conditions are applied as in Figure 2.



4.2 Composite plate

The theoretical results are obtained with the MATLAB code developed. Since the verification under thermal load is not easy with analytical formulas, literature studies and FEM results are used for verification. The theoretical study and FEM analysis are developed under a unit temperature change assumption as loading. Unit temperature loading was applied to uniform elements since it was desired to apply unit pressure, not a nodal force. The application on MSC Patran can be seen in Figure 3.

¥	23,123	123	123,	123	¹²³ ,	123	×123,	123	×123	123	×123,	123
	23 <mark>∂.00</mark>	00	d.000	0	J.000	0	d.000	0	d.000	0	J.000	<mark>(</mark> 123
Ł	23	-									,	123
	23 0.00	00	d.000	0	d.000	0	d.000	0	d.000	0	d.000	<mark>0</mark> 123
Ł	23	-									,	123
, 1	23 0.00	00	d.000	0	d.000	0	d.000	0	d.000	0	J.000	0123
ł	23										,	123
	23 0.00	00	d.000	0	d.000	0	d.000	0	J.000	0	d.000	(123
Ł	23										;	123
	23 0.00	00	d.000	0	J.000	0	d.000	0	J.000	0	J.009	(1 23
ł	23	_									,	123
	23 1.00	00	d.000	0	d.000	0	J.000	0	J.000	0	J.000	0123
ļ	23, 123	123	, 123,	123	,123,	123	, 123,	123	,123,	123	, 123	123

Figure 3. FEM for composite model

4.2.1 Cross ply-layup

As explained before, cross-ply refers to laminates which have 0° , 90° orientation symmetrically. Different ply numbers are examined for a cross-ply layup. The theoretical results are compared with the study of Babu et al. [12].

Table 4. Properties of cross-ply layup

1	1 2 2 1
Property	Value
E (Elasticity M.)	${E_1}/{E_2} = 15$
Shear M.	$G_{12}/E_2 = 0.5$
V ₁₂	0.30
Thermal Exp. Coef.	$\alpha_{1/\alpha_{0}} = 0.015$
Orientation	[0/90] _s
Length	0.15 m

The thermal forces acting on composite laminates are calculated by classical lamination theory for a given geometry and material properties. After that, the model with 6x6 elements is loaded by the calculated biaxial compression forces due to unit temperature change. The results for this case can be seen in Table 5. The study of Babu and Kant is based on error calculation.

Table 5. Cross-ply layup verification

a/h	Babu	The Code	FEM	Error of Code	Error of FEM
10	75.7	78.2	99.6	3.30%	31.5%
100	0.9960	0.9928	0.9959	0.32%	0.01%

*The correction parameter 10³ is used for simplification of results

As can be seen, the theoretical results obtained in this study are in good agreement with the results of the study of Babu et al. In order to see the continuance of eigenvalues, the critical 10 eigenvalues are elaborated. The results and errors for these cases can be seen in Table 6.

Table 6. Cross-ply layup 10 buckling mode

a/h	The Code	FEM	Error
1	0.9928	0.9959	0.32%
2	1.4499	1.4574	0.52%
3	2.8126	2.8123	0.01%
4	3.9976	4.0811	2.04%
5	4.5259	4.6546	2.76%
6	4.8030	4.4805	0.98%
7	4.9826	4.8951	1.78%
8	6.4601	6.5512	1.39%
9	8.1239	7.6320	6.44%
10	9.6869	9.5158	1.80%

4.2.2 Angle ply layup

In the present section, one of the very common orientation, $[45^\circ, -45^\circ, \dots]$ is focused. The same analysis is repeated with different layer numbers. The results for this case can be seen at Table 8. The study of Babu et al. is based on error calculation.

Table 7. Properties of angle-ply layup

Property	Value
E (Elasticity M.)	$\frac{E_1}{E_2} = 15$
Shear M.	$G_{12}/E_{2} = 0.5$
V ₁₂	0.30
Thermal Exp. Coef.	$\alpha_{1/\alpha_{0}} = 0.015$
Orientation	[45/-45/45/-45]
Length	0.15 m

When we compare Table 5 and Table 8, it will be seen that angle-ply layups are more resistant to buckling for the same a/h ratio. The a/h=10 case has 3% error roughly, when the a/h=100 case has 12%.

Table 8. Angle-ply layup verification

a/h	Babu	The Code	FEM	Error Code	of	Error FEM	of
10	106.1	102.9	155.3	3.01%		46.3%	
100	1.4680	1.6555	1.5560	12.8%		5.99%	

*The correction parameter 10^3 is used for simplification of results.

4.2.3 Complex ply layup

In this part, analysis is one step further complicated and a similar orientation with Duran's study is used [6]. Graphite-Epoxy is used to ensure compatibility with the other work. The material properties and geometry can be seen in Table 9.

By utilizing the information in the above table, the analysis process is done. The result of the code is compared with the study of Duran [6].

As can be seen from table Table 10, the error ratios are small and negligible. In this verification, both orientation and layer number complexity are tested for code.

To summarize, the error of the code for different types of composite layups and aspect ratios is tested. Error rates are acceptable, even below 1% in some cases. Therefore, the code can be used trustingly for common straight layups. Now, it is necessary to verify the variable angle capabilities of the code.

Table 9. Properties of complex-ply layup [6]

Property	Value
E_1	155 GPa
E_2	8.07 GPa
G ₁₂	4.55 GPa
V ₁₂	0.22
α_1	$-0.07x10^{-6}$ °C ⁻¹
α_2	$30.1x10^{-6}$ °C ⁻¹
Orientation	$[45/-45/0/90]_s$
Length	0.15 m
Total thickness	1.016 mm

Table 10. Complex layup verification

Duran	The Code	FEM	Error Code	of	Error FEM	of
39.40	38.51	38.72	2.26%		1.72%	

4.2.4 Variable angle tows

The used methods and result for the variable angled tows are verified by using the study of Duran. There are five different materials all have different edge and center orientations. In Table 11, mechanical properties of materials can be seen.

In Table 12, thermal properties and orientations of materials can be seen.

 Table 11. Mechanical properties for VATs [6]

Material	E ₁ [GPa]	E ₂ [GPa]	G ₁₂ [GPa]	ν ₁₂
E-Glass/ Epoxy	41	10.04	4.3	0.28
S-Glass/ Epoxy	45	11.0	4.5	0.29
Carbon/ Peek	138	8.7	5.0	0.28
Carbon/ Polyimide	216	5.0	4.5	0.25
Boron/ Epoxy	201	21.7	5.4	0.17

Table 12. Thermal properties for VATs

Material	α ₁ [°C ⁻¹ x10 ⁻⁶]	α ₁ [°C ⁻¹ x10 ⁻⁶]	Center Orientati on	Edge Orient ation
E-Glass/	7.0	26	6.71°	58.04°
Epoxy				
S-Glass/	7.1	30	16.12°	54.74°
Epoxy				
Carbon/	-0.2	24	63.07°	29.50°
Peek				
Carbon/	0.0	25	56.30°	36.68°
Polyimide				
Boron/	6.1	30	-6.57°	63.28°
Epoxy				

All these cases are considered as a verification process of VAT. All cases cover the same geometrical properties are stated below. According to the result of this verification part, the usability of the code can be decided.

In the validation part of VATs, the error level is occurred around 2% except one case. This dispensation has 6% error which is under 10% and acceptable. Therefore, the code can be used for VATs with the support of these validations.

Table 13. VAT verification

Material	Duran	The Code	Error
E-Glass/ Epoxy	5.58	5.47	1.87%
S-Glass/ Epoxy	5.04	4.97	1.26%
Carbon/ Peek	38.08	35.56	6.60%
Carbon/ Polyimide	78.28	77.31	1.24%
Boron/ Epoxy	7.50	7.30	2.69%

5 Results

In this section, a sample composite material is selected and modeled as variable angle tow composite plates. Later, this model is compared with the straight-angle composite plates, with the same geometrical and material properties, and the effectiveness of the variable-angle composites is investigated.

One of the very common materials in the aviation industry, boron epoxy, is examined to show the effective buckling resistance of VATs. The necessary material properties for the analysis are taken from Table 11 and Table 12. The preferred geometry is generated with a ratio of a/h=100.

Each of the configurations is under a unit thermal load with the same geometrical and material properties. The only difference between the configurations is the orientation of laminates. Edge and center orientations are respectively for VATs.

Table 14. Buckling comparison of a VAT

	Common La	iyups	VAT	Increment
Orientation	$[0/90]_{s}$	$[45/-45]_{s}$	(5,-60)	
Eigen V.	10.2286	14.4204	15.6604	8.60%

In the comparison analysis, two common straight-angle layups which are $[0/90]_s$, $[45/-45]_s$ are investigated. Under the given geometry, and material conditions with the given orientations, it is found that the VAT is 8.60% more effective than the $[45/-45]_s$ layup (the most buckling resistant straight layup) and 53.10% more effective than $[0/90]_s$, layup. Even the VAT orientation is not optimized, in this case, buckling resistance is increased by approximately 10% compared to the most effective straight lay-up. This value can be increased by optimizing the VAT orientation.

6 Conclusion

In the presented study, a MATLAB code is developed to reveal whether the variable angle composite plates will be subjected to buckling under thermal load, and the load factor or critical temperature value is obtained. Simple support is preferred as the boundary condition of the plates, and analyses are carried out accordingly. Square-shaped plates are used as a geometric feature.

While modeling the plates, the classical lamination theory, which is the basis of composite materials, is used. With the help of this theory, the stiffness matrices (A-B-D) of the composites and the thermal loads they are exposed to under unit temperature are calculated. After the modeling of the plate, the solution block is set into the code as a matrix operation of material and geometrical stiffness values.

Many analyzes are carried out during the verification phase of the code developed in this study. The studies of Duran and Babu are used and comparisons are made with some analytical formulas. In the verification phase, the process is reached from simple to complex.

The cross-layup, angle-layup, and variable-angle (nonoptimized) states of the plate are compared under the same geometric conditions using Boron/Epoxy material. Even in the unoptimized state, the variable angled configuration is found to be around 9% more effective against angled layup, which is the most resistant of the straight-angle layered states. This ratio can be improved by optimization analysis.

As a result of the study, it is seen that the buckling analysis depends on the a/h ratio, the orientation of the layers, and the elastic modulus of the material. It has been observed that variable-angled composites can easily outperform straight-angled composites in a thermal buckling factor. In future studies, different boundary conditions options, the possibility of compatibility with different geometric surfaces (rectangular plate), and analysis of plates with stiffener can be examined.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): %14

References

- [1] V. Halbmillion, High-speed aircraft and aerodynamic heating. The Scientific Monthly, 69, 173–179, 1949. https://www.jstor.org/stable/19673.
- [2] R. M. Jones, Thermal buckling of uniformly heated unidirectional and symmetric cross-ply laminated fiber-reinforced composite uniaxial in-plane restrained simply supported rectangular plates. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 36 (10), 2005. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.01.028.
- [3] K. B. Armstrong, L. G. Bevan, W. F. Cole, In Care and repair of Advanced Composites, 2'nd Ed., SAE International, pp. 1–4, 2005.

- [4] Z. Wu, P. M. Weaver, G. Raju, B. Chul Kim, Buckling analysis and optimisation of variable angle tow composite plates. Thin-Walled Structures, 60, 163– 172, 2012. https://doi.org/10.1016/j.tws.2012.07.008.
- [5] Z. Gurdal, B. F. Tatting, C. K. Wu, Variable stiffness composite panels: Effects of stiffness variation on the in-plane and buckling response. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 39 (5), 911–922, 2008. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.11.0 15.
- [6] A. V. Duran, N. A. Fasanella, V. Sundararaghavan, A. M. Waas, Thermal buckling of composite plates with spatial varying fiber orientations. Composite Structures, 124, 228–235, 2015. https://doi.org/ 10.1016/j.compstruct.2014.12.065.
- [7] A. W. Leissa, Buckling of laminated composite plates and shell panels. Defence Technical Information Center, 1986.
- [8] G. R. Liu, S. S. Quek, The finite element method: A practical course, Elsevier, 2014. https://doi.org/10.101 6/C2012-0-00779-X.
- [9] E. L. Wilson, Three-dimensional static and dynamic analysis of structures: A physical approach with emphasis on earthquake engineering. Computers and Structures, 1995.
- [10] Scia Engineers, Initial stress. SCIA structural analysis software and design tools, https://help.scia.net/ 22.0/en/#analysis/nonlinear_analysis/beam_local_nonl inearity/initial_stress.htm, Accessed 07 June 2022.
- [11] N. E. Shanmugam, R. Narayanan, Structural analysis. ICE Manual of Bridge Engineering, pp. 49-112, November 2008, https://www.icevirtuallibrary.com/ doi/abs/10.1680/mobe.34525.0049.
- [12] T. Kant, C. S. Babu, Thermal buckling analysis of skew fibre-reinforced composite and sandwich plates using shear deformable finite element models. Composite Structures, 49 (1), 77–85, 2000. https://doi.org/10.1016 /s0263-8223(99)00127-0.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 919-925 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Derleme makalesi / Review article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Recycle potential of thermoplastic composites

Termoplastik kompozitlerin geri dönüşüm potansiyeli

Bengü Yıldız Zeyrek¹, Buse Aydoğan², Esra Dilekcan³, Fahrettin Öztürk^{4,*}

^{1,4} Ankara Yıldırım Beyazıt University, Mechanical Engineering Department, Ankara, Türkiye ^{1,2,3,4} Turkish Aerospace Industry, Ankara, Türkiye

Abstract

Thermoplastic composite materials have become indispensable for the aerospace industry due to their processing and recycling potentials. The use of recyclable thermoplastic composites in aerospace manufacturing, offers a solution to the composite waste. It is a fact that a lot of waste convenient materials emerge every year. In this study, the advantages of thermoplastic composites being suitable for recycling and the benefits of recycling as a waste management in terms of environment, economy and energy were evaluated. Current outcomes indicate that thermoplastic composites are quite convenient for recycling and reshaping. In this context, the use of recyclable thermoplastics in production provides economic and environmental benefit by reducing the production of zero materials.

Keywords: Thermoplastic composites, Recycle, Composite recycle, Thermoplastic composites recycle, Thermoplastic wastes

1 Introduction

Waste management is an important topic in the world. The increasing population and industrialization cause great problems for the environment and has negative outcomes for everybody in our world. One-sided approach is not possible to solve this problem. Waste prevention, waste reduction, recycling, recovery and disposal steps are implemented in the waste management process. As can be seen, the inability to solve the waste problem with a single step has led to the need for an integrated waste management hierarchy. The waste management steps aim to ensure environmental and economic sustainability. According to the hierarchy pyramid shown in Figure 1, the priority and desirability of the options increases from bottom to top.

16.000 commercial passenger and cargo planes have retired in the last 35 years and 700 jets each year where it is about 1260 planes per year [1]. The amount of waste is in just the aviation industry is unbelievable. To manage the waste, as it can be seen from the waste hierarchy triangle first options are prevent and reduce the amount of waste by using the materials with minimum waste through the production phase or the decrease the amount of waste created. Aircraft manufacturers are already pay great attention to this in terms of cost and weight are highly affected from this. Other option

Öz

Termoplastik kompozit malzemeler, geri dönüşüm nedeniyle havacılık potansiyelleri endüstrisi için vazgeçilmez bir seçenek haline gelmiştir. Havacılık sanayinde her yıl birçok atık malzemenin ortaya çıktığı kaçınılmaz bir gerçektir. Havacılık ve uzay araçları imalatında geri dönüştürülebilir termoplastik kompozitlerin kullanımı, kompozit atıklara bir çözüm sunmaktadır. Bu çalışmada, termoplastik kompozitlerin geri dönüştürülebilirliğinin avantajları ve atık yönetimi olarak geri dönüşümün çevre, ekonomi ve enerji açısından faydaları araştırılmıştır. Mevcut sonuçlar, termoplastik kompozitlerin geri dönüsüm ve veniden sekillendirme icin oldukca uygun olduğunu göstermektedir. Bu kapsamda geri dönüstürülebilir termoplastiklerin üretimde kullanılması sıfır malzeme üretimini azaltarak ekonomik ve çevresel kazanımlar sağlamaktadır.

Anahtar kelimeler: Termoplastik kompozitler, Geri dönüşüm, Kompozit geri dönüşüm, Termoplastik kompozit geri dönüşüm, Termoplastik atıklar

is to remove the reusable parts from the scrap aircraft and reuse them for other structures. For example, these parts can be used such as cables, avionics and engine parts in other structures. Recovery and disposal are the last and least favoured options in waste management. Recycle comes as the fourth option where top options of the pyramid are already applied or cannot be applied efficiently. In this aspect recycling is an important waste management method where it is highly developed in the aerospace industry through the years.



Figure 1. The waste hierarchy pyramid

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: fahrettinozturk@aybu.edu.tr (F. Öztürk) Geliş / Recieved: 01.03.2023 Kabul / Accepted: 03.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1258388

As the manufacturing methods and materials improved where also, new materials developed through the years, aerospace industry increased its production rates. Different types of materials from metals to composites have become the topic for application of recycle. In this study, as a new aerospace material thermoplastic composites will be investigated regarding to their recycling potential.

2 Recycling applications in the aviation industry

Owing to the research and new applications, the rates of recycling applications are increasing. Considering their recycling processes, a wide range of materials such as; titanium, aluminium, steel, plastic, cables, textiles, are used in building aircrafts. As a result of numerous scientific researches and applications following the completion of the life span of an aircraft, purification of the harmful liquids and radioactive components, disintegration, separation of reusable parts and recycling processes are carried out. Many new organizations and institutions have been founded for the applications. For instance, there is a global organization for the recycling of aircrafts, founded in 2006 by Boeing and 10 aviation companies: AFRA (The Aircraft Fleet Recycling Association). The organization's aim is to guide and promote the best environmental and cost-effective implementation of the recovery and recycling of parts of the aircraft, starting with disassembly. In line with this organization, the shredding and decomposition of a scrap is carried out as shown in Figure 2. This community provides an international perspective to assist the industry in the legal, regulatory, and technical issues of aircraft recycling.



Figure 2. Aircraft waste [2]

The life cycle of an aircraft can be studied in 6 stages: manufacture, design. operation, maintenance, parking/storage and end-of-life (EOL). In many cases, the end-of-life phase is neglected, but the reality of the increase in the number of aircrafts being retired, improvements in design are needed in order to optimize the lifecycle. A common practice at the end of the aircraft's lifespan has been to store it in aircraft graveyards. After being stored in these areas then they recycled. In addition to the end of life, another stage that needs to be considered is the production part. Recycling is very important not only for the retired aircrafts, but also for the management of waste that occurs during the production process of the parts.

Many new improvements are also being made to recycle as much material as possible. One of these improvements, in addition to existing recyclable materials, is the development of new composite materials, which has recently been a major innovation for the aerospace industry. This improvement is the initiation and development of the use of thermoplastic composites, instead of the currently used thermosetting composites, which are a challenge to recycle. Thermoplastics are made up of linear molecular chains, the chemical bonds where constituent the thermoplastics are weak so that, at room temperature they are in solid state then soften and become molten at high temperatures. Melted thermoplastics are extremely malleable and the process of shaping is reversible due to their chemical structure. Thermoplastic composites can be reshaped and recycled using various processes. These two characteristics are their primary advantages over thermoset composites. Usage of thermoplastic composites is revolutionary in terms of recycling in this field. Even though the studies and applications of recycling have not reached a definite method and result commercially, the possibility to recycle is one of the main motivations behind the use of thermoplastic composites in the aerospace industry.

Nowadays, many projects and researches in thermoplastic composites have been carried out due to this important status of thermoplastic composites in the aviation industry. One of them being, the Clean Sky program, which aims to clean up aerospace by producing less greenhouse gasses through aviation practices. In this context, Clean Sky carries out the ECOTECH project. The project to use fewer natural resources and reduce greenhouse gas emissions by recycling composite materials, including thermoplastics, and developing new technologies to achieve cleaner production cycles in the aerospace industry [3]. With their research on thermoplastic composites, Thermoplastic Composites Research Center (TPRC) and accordingly Thermoplastic Composites Application Center (TPAC) come to the fore with the projects they carry out. In 2016 in cooperation with GKN Fokker, scrap PPS thermoplastic material from the elevator and rudder of Gulfstream G650 was recycled and established as an access door panel which was used again in the G650 rudder as shown in Figure 3.



Figure 3. CF/PPS recycled door panel [4]

Likewise, under TPAC with different cooperation of other institutions, the TPC-Cycle project is on the run from 2015 with completed and ongoing projects about recycling of thermoplastic composites [5]. In addition, from Clean Sky, RESET Project which ran between 2016 and 2017, recycling solutions were developed for thermoplastics used in aircrafts. Focusing on carbon fiber PEEK and PPS, this project aimed to compare the properties of recycled thermoplastic with virgin counterparts. Furthermore, the development of new methods and comparison of recycling and production methods in environmental aspects, such as carbon footprint and mechanical properties, is aimed to be achieved [6].

3 Importance of recycling

In proportion to the growing world population, the materials and natural resources consumed for production of plastics and composites are increasing at an enormous scale. The usage of these materials has spread to a wide range of industries, including the aviation and transportation sectors, as well as the renewable energy sector and the products used daily. Mainly polymer-based composites are becoming everyday items to high engineering applications. This means that massive amounts of waste materials awaits to be managed properly. The accumulated composite wastes are much more in comparison to the new composites produced according to the needs. To give an example from the aviation industry, if no recycling is done, 23,360 tons of carbon fiber composite waste is expected to accumulate annually, until 2035, [7]. The increasing waste becomes a global environmental problem in many terms, and recycling is one of the most environmental solution. Traditional waste management methods or EOL which are used for composites are known as landfill and incineration except recycle. These methods are environmentally hazardous in many terms once compared to recycling.

Landfill is a waste management method based on the storage of wastes that are not used, in certain areas. As a result of the accumulation of wastes in landfills and the dissolution of its chemical components over time, a liquid that is very harmful to the environment called leachate is formed. This harmful liquid seeps in to the soil and water of the region around the landfill and causes pollution. Furthermore, since waste materials are not biodegradable, many wastes are mixed into the oceans as a result of the mishandling of landfills. These wastes, which decompose under the sun's rays, form micro plastics; which has serious consequences for animal life, and indirectly for humans; the accumulation of microplastics in to the body has serious repercussions on health [8]. In addition, the European Union (EU) has restricted the accumulation of wastes in landfills with the latest legislations and has subjected it to considerable taxes. According to the laws accepted in 2020, it is obligatory to evaluate and recycle all wastes, suitable for recycling in landfills, until 2030 and only 10% of the waste can be disposed at landfills until 2035 [9]. Laws and regulations lead us to recycle and use the potential of the Moreover, thermoplastic composite waste. and thermoplastic composites are materials suitable for recycling

so the potential for recycling is great for these materials. It is incomprehensible that how, especially high-cost fibers and resins, accumulate in landfills and become harmful to humans and our environment. By recycling it is possible to reuse many thermoplastic wastes and to leave our naturepollution-free. From this point of view, recycling can be stated as one of the most environmentally friendly waste management method. Another traditional waste management method is incineration. This is a waste handling practice based on combustion of organic matters in the waste. Although this process provides energy recovery, most of the thermoplastic and composite materials still remain as ash and need to be landfilled. This procedure is highly restricted due to toxicity of the ash and needs to be managed carefully. First of all, burning the plastic or fibers in thermoplastic composites means waste of natural sources, since it is known that for production of a new material fossil fuels are used. Even though this procedure is used to gain energy still the energy and natural sources such as petrol and oil used for the production of the virgin material is lost as a consequence of this process. One of the biggest drawbacks of the incineration is production of chemicals due to the burning of wastes. These hazardous pollutants can be listed as CO₂, dioxins and some particulates which are toxic to health [8]. These toxic gasses are potential causes for air pollution which can result chronic diseases and indirect death. Furthermore, CO_2 is known as one of the greenhouse gasses.

Greenhouse gasses are found in our world naturally and due to human activities and create a glass effect over the world. The sun rays serve as a heat source for earth by providing heat thus warming the weather. Normally the warm air is expected to leave the earth and return back to space. However, greenhouse gasses form a layer in the atmosphere, preventing heat from leaving the world. This causes global warming which is one the biggest environmental problems of our world today. Global warming is an undesirable situation that our world has begun to observe especially after industrialization. Our world is getting warmer as a result of greenhouse gasses which is a result of burning fossil fuels. According to the data in 2020, CO₂ has the biggest portion in global warming, with a 48% increase since the industrialization [10]. So why is global warming undesirable? In fact, our world is naturally warming, and this is normal. Though, following the increasing industrialization, greenhouse gasses increased the heat of the world to high levels in a short time. The change in the temperature of the world causes the climate change that we are experiencing now and that will worsen gradually if precautions are not taken. Climate change is an important global environment problem in which many countries acted for prevention. Ever since 1992, the United Nations Framework Convention on Climate Change (UNFCCC) has organized climate summits. The first of these summits resulted in the Kyoto protocol signed in 1997. With the Kyoto Protocol the very first steps were taken worldwide to reduce greenhouse gas emissions to prevent climate change. According to the Paris Agreement signed in 2015, a limit which is 2°C put into global temperature rise and if it is possible keep it below 1.5°C [11].

As it can be seen, while our world is trying to cope with many problems, the indirect and direct effects of burning wastes to our environment cannot be denied. Also, by burning composite waste we directly disregard the potential of the materials. The production cycles need to be repeated which means more greenhouse gas emissions and more of natural sources. Thus, traditional usage and environmentally harmful waste management methods should be left behind and composite wastes should be evaluated by recycling. Thermoplastic composites come into prominence today because they are suitable for recycling in compare to other waste types. Therefore, recycling these wastes can be defined as the most valuable method for the environment. In Figure 4 comparison of traditional waste management methods over recycling in terms of environmental perspective is given. As it can be seen from Figure 4, environmental and health related factors are most badly affected by other methods whereas in recycling all the environmental and health related points are minimally affected.



methods for composite waste [12]

Traditionally, thermoset matrix is used for composite applications but in recent years, thermoplastic matrix with the advantage of being environment friendly is getting popular in different industries such as aerospace and transportation. It may be a proper question to ask now, why are thermoplastics considered as environmentally friendly, and why is it important to be sustainable? Because thermoplastic polymers can be shaped again under temperature, recycling only by injection molding or extrusion methods is applicable for any type of materials such as scraps or end of life composite parts.

The growing problem of waste composite may be solved by the usage of recyclable thermoplastics. To give an example from the aerospace industry, the prepreg materials used based on thermoset matrices have a shelf-life and this limited time interval for consumption sometimes ends up with the scrap of the material. Also, the curing reactions for thermoset composites requires usage of autoclave in which throughout the process hazardous gas emissions occur. Similarly, it needs to be held in freezers which requires extra usage of energy [13]. Moreover, many of thermoset composites end up as scrap since they are not recyclable because during production many mistakes can occur and these cannot be undone. Increasing the amount of composite and plastic materials means to produce more products and the usage of natural sources such as petrol, oil and increasing the rate of CO₂ emissions which is one of the main

environmental problems related to these materials. Because our world is one and only planet that we can live and there are not unlimited sources anymore. Also, carbon dioxide, methane and other greenhouse gasses cause global warming and climate change. By wasting materials and producing more, our environment is deeply affected. However, thermoplastic matrix theoretically provides unlimited storage duration and does not require special storage conditions which prevents materials to be scrapped even without using. Also, by faulty forming any mistake through production of these materials can be corrected without being listed as scrap.

By recycling and the recyclability of thermoplastics, the cycle of processes to produce virgin materials are eliminated so reduced scrap material and recycled composites means saving of natural sources and reduced carbon footprint to produce new materials. In Figure 5, CO₂ emission comparison of recycled and virgin thermoplastic polymers is given. As it is stated previously by recycling, environmental impacts of production cycles directly lower such as carbon footprint. Less CO₂ emissions mean less impact over global warming and climate change. Thus, it can be said that by recycling thermoplastic composites environmental benefits in many aspects are ensured, and it is necessary to recycle wastes before producing new materials for our environment.



Figure 5. Carbon footprint comparison of recycled and virgin thermoplastic polymer [14]

Another main reason for recycling is energy. When examined with many different approaches, recycling leads to power savings. Since the amount of energy required for reprocessing is less than the energy required for production from original materials, it provides power savings. The concept of embodied energy is also included in the importance of recycling in this section. Embodied energy is the energy associated with the production of a product or service. This refers to the power used to complete a material's initial process, which includes the extraction and processing of raw materials, the manufacture of materials, transportation and distribution, assembly, and installation. As shown in Figure 6, while the energy requirement for the production of a virgin material is quite high, recycling processes require less, under all conditions, although the requirements vary according to the method chosen for recycling.

The concept of embodied energy through thermoplastics can be examined in two stages, from the extraction of the raw material to its transformation into thermoplastic resin and the energy required for the process of the part to be produced from the thermoplastic composite. First of all, thermoplastics consist of organic components. Petroleum, which is a raw material that must be extracted from the ground and processed to become a thermoplastic resin. Thermoplastic production starts with the distillation process that takes place in an oil refinery. In the process, the work of separating the heavy crude oil into lighter groups called fractions, is done. After distillation, components such as naphtha, LPG, and gas oil are formed.



Figure 6. Comparison between average embodied energy of fiber production and potential recycling processes [15]

One of these fractions, naphtha, is the main material of polymers. Polymerization and polycondensation processes with certain catalysts are the two main processes used in polymer production. Monomers such as ethylene and propylene are linked together in the polymerization reactor to form long polymer chains. As a result of these processes, various polymers are formed depending on the type of monomer used. Thermoplastics are one of these polymers. For these processes, energy is needed at many stages such as drilling, heating, separation, and transportation. When the existing thermoplastic composite wastes are recycled, all this process and energy needed for virgin thermoplastic will be eliminated. Virgin thermoplastic production needs will decrease, and extra energy requirement for new material will be saved by recycling of thermoplastic materials.

With this approach, besides the energy required for thermoplastic production, the amount of crude oil used will be saved. Thus, energy and oil refinery will be transferred to other sectors and efficiency in the general industry will be achieved. The graph in Figure 7, arranged with reference to thermoplastics in the packaging industry, obviously shows the savings to be made from fossil fuel consumption. Approximate ratios are expected to be provided for other thermoplastics as well.

Secondly, when the embodied energy concept is evaluated in terms of the process of thermoplastic composites, it appears that unlike thermosets, there are no long curing requirements. Thermoplastic composites can perform the consolidation process, which they perform instead of curing requirements, in autoclaves and ovens in a shorter time. Accordingly, a significant amount of energy required for furnaces and autoclaves is saved in the production of thermoplastic composites.



Figure 7. Comparison of virgin and recycled thermoplastics in terms of fuel consumption [16]

As seen in Figure 8, saving from the autoclave process, where the greatest energy requirement in production is experienced due to the short consolidation time, leads to an energy saving of around 75%. Considering the savings in autoclave and furnace time as different processes on the basis of the production of virgin thermoplastic materials, recycling processes and production of recycled materials, a serious energy saving is achieved.



Figure 8. Comparison of autoclave requirements of thermoplastics and thermosets [17]

Composite materials have many advantages and are frequently used in various industrial fields. However, composite materials are economically expensive materials. For example, the cost to produce a steel pipeline is $\pm 3,000,000$, while the cost of producing a composite pipeline of the same length is expected to be around $\pm 10,000,000$ [18]. The composite parts are used in aviation, defence, automotive, rail, and construction industries. The highest production cost is seen in the aerospace and defence industries [19]. Due to the growing interest in composites

and the increasing use in the future, the recycling of composites has become mandatory. The decrease in raw materials causes material prices to increase. In addition, some countries have a landfill tax and a landfill ban. These taxes are 3€ per ton to more than 100€ per ton depending on the type of waste [20]. The recycling of thermoplastic materials, which is one of the composite classes, is extremely important in order to conserve economically. The decrease in the use of natural resources and energy consumption contributes in considerable levels to the economy of the countries. One of the ways to manage economic income, is to obtain new products through recycling. By doing so, instead of throwing away waste, it is ensured that material value is brought back in the economy. The raw material obtained as a result of thermoplastic recycling can be evaluated by selling. It is also possible to transform the waste thermoplastic material into another product and with these products, extra income can be provided. Storing waste materials is also a costly process. As shown in Table 1, Boeing predicts that CFs can be recycled for roughly 70% of the cost of producing virgin fibers [21].

Table 1. Cost comparison of virgin and recycled carbon fiber[21]

	Cost to manufactu	ire
	Materials	Energy in kWh/kg (mj/kg)
Virgin carbon fiber	US\$ 33-66/kg	55-165 (198-594)
Recycled carbon fiber	US\$ 13-19/kg	2.9-9.9 (10.3-35.7)

To put in other words, the circular economy reduces waste and increases the maintainability of products. The circular economy is a production and consumption model that includes the reuse, repair, and recycling of thermoplastic material and reducing waste and increasing the maintainability of products. In this way, the life cycle of the products is extended and provides economic gains. In the linear economy model, natural resources are converted into thermoplastics and are destined to waste after use. Figure 9 shows why the global economic model is superior to the linear economy model.



Figure 9. Circular and linear economy models

The economic efficiency also varies according to the selected recycling method, and the type of material to be recycled. It is necessary to choose a method suitable for the material. Recycling provides benefits in many ways. As shown in the Figure 9, the reprocessing of thermoplastics provides advantages in many aspects, such as obtaining raw materials for industry, reducing the environmental risk to living things because it is biodegradable, reducing incineration and storage problems, providing less energy consumption, and generating income by offering a new business opportunity for people.

4 Conclusion

Today, depending on the increasing usage of composites, waste generation has reached an incredible magnitude. On this basis, the aerospace industry has an important contribution with its increasing composite consumption. Waste management is an issue which its importance is being understood. Composite waste has become an important problem, and a huge burden on the environment and economy. Incineration or disposal of waste causes environmental pollution and loss of the potential of raw materials. The energy and raw materials lost through manufacturing of virgin materials increases the carbon footprint, the burning of wastes or the manufacturing of virgin materials processes increases the greenhouse gasses and causes irreversible environmental problems. One of the most important examples of this can be given as the problem of climate change. From this perspective, the recycling method in the management of composite waste has important environmental and economic advantages. The energy and resources that will be lost by the landfilling or incineration are evaluated and recycling provides great advantages to the environment and economy. Thermoplastic composites are materials that are suitable for recycling and reshaping due to their structure. Within this context, the use of recyclable thermoplastics in production provides economic and environmental gain by reducing the production of zero materials. Since their wastes can be reshaped, thermoplastic composites have taken their place in studies in the aerospace industry as potential materials that are highly suitable for recycling.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): %5

References

- [1] Aero Articles, The afterlife of retired aircraft: What are old planes turned into. https://www.aerotime.aero/articles/31236-second-lifeof-retired-plane, Accessed 23 December 2022.
- [2] ASD Reports, Commercial aircraft disassembly, dismantling & recycling market report. https://www.asdreports.com/news-18451/commercialaircraft-disassembly-dismantling-recycling-market-beworth-56bn-2016, Accessed 22 May 2022.
- [3] Clean Aviation, Material gain clean sky's "ecotech" innovative eco-friendly airframe. https://www.clean-

aviation.eu/media/results-stories/material-gain-cleanskys-ecotech-innovative-eco-friendly-airframe, Accessed 16 January 2022.

- [4] Cw Collections, Thermoplastic composites. https://www.kompozit.org.tr/wpcontent/uploads/2020/07/CW20_Recycling_evergreen .pdf, Accessed 3 February 2022.
- [5] Composites World, Recycled thermoplastic composites for production. https://www.compositesworld.com/articles/recycledthermoplastic-composites-for-production, Accessed 15 January 2022.
- [6] Clean Aviation, Born again: Obsolete composites find a second life with reset. https://www.cleanaviation.eu/media/results-stories/born-again-obsoletecomposites-find-a-second-life-with-reset, Accessed 22 February 2022.
- [7] S. K. Gopalraj and T. Kärki, A review on the recycling of waste carbon fibre/glass fibre-reinforced composites: fibre recovery, properties and life-cycle analysis. SN Applied Sciences, 2 (3), 433, 2020. https://doi.org/10.1007/s42452-020-2195-4
- [8] N. Rudolph, R. Kiesel and C. Aumnate, Understanding Plastics Recycling, Hanser, 2017.
- [9] EUR-Lex, Summaries of EU legislation. https://eurlex.europa.eu/legalcontent/EN/TXT/?uri=LEGISSUM%3Al21208, Accessed 20 February 2022.
- [10] European Comission, Causes of climate change. https://ec.europa.eu/clima/climate-change/causesclimate-change_en, Accessed 20 February 2022.
- [11] Iberdola, Climate negotiations: 25 years of searching for consensus on the fight against climate change. https://www.iberdrola.com/sustainability/international -agreements-on-climate-change, Accessed 20 February 2022.
- [12] A. E. Krauklis, C. W. Karl, A. I. Gagani and J. K. Jørgensen, Composite material recycling technologystate of the art and sustainable development for the 2020s. Journal of Composites Science, 5 (1), 28, 2021. http://dx.doi.org/10.3390/jcs5010028
- [13] Ticona, A comparison of the environmental attributes of thermoplastic vs. thermoset composites.

https://www.thomasnet.com/pdf.php?prid=101809, Accessed 6 March 2022.

- [14] Recycling International, Axions' recycled polymers bring large carbon footprint savings. https://recyclinginternational.com/plastics/axionsrecycled-polymers-bring-large-carbon-footprintsavings/2461/, Accessed 20 February 2022.
- [15] G. Oliveux, J. L. Bailleul, A. Gillet, O. Mantaux and G. A. Leeke, Recovery and reuse of discontinuous carbon fibres by solvolysis: Realignment and properties of remanufactured materials. Composites Science and Technology, 139, 99–108, 2017. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.11.001
- [16] M. Nirmala, T. Yoshiaki and S. A. Janya, The implications of packaging plastic recycling on climate change mitigation and fossil resource savings – A case study in Japan. 3R International Scientific conference on Material Cycle and Waste Management, 1-4, Kyoto, Japan, 2014.
- [17] DOE Advanced Manufacturing Office 2020 Peer Review, United States, Technical Report, 1660367, 01 September 2020.
- [18] C. O. Agbomerie, E.O. Orok and L. Ye, Economic aspects of fiber reinforced polymer composite recycling. Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials, 377–392, 2020. https://doi.org/10.1016/b978-0-12-803581-8.10738-6
- [19] S. Eichhorn and K. D. Potter, Manufacturing of High Performance Cellulose Fibres to Replace Glass Fibres and Non-Renewable Precursors of Carbon Fibres, Engineering and Physical Sciences Research Council, EP/L017679/1, 2020
- [20] A. V. Oudheusden, Recycling of composite materials. Faculty of Industrial Design Engineering Delft University of Technology, 116212275, Netherlands, 2019.
- [21] G. Oliveux, L. O. Dandy and G. A. Leeke, Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties. Progress in Material Materials Science, 72, 61–99, 2015. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.01.004



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 926-934 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



In-vitro corrosion performance of hydroxyapatite-coated Al2024 in simulated body fluid: A comparative study

Hidroksiapatit kaplanmış Al2024'ün simüle edilmiş vücut sıvısında *in-vitro* korozyon performansı: Karşılaştırmalı bir çalışma

Mehmet Topuz^{1,*} (10), Burak Dikici² (10)

¹ Van Yüzüncü Yıl University, Mechanical Engineering Department, 65080, Van, Türkiye ² Atatürk University, Metallurgical and Materials Engineering Department, 25240, Erzurum, Türkiye

Abstract

In this study, the applicability of hydroxyapatite (HA) coatings on Al-Cu-Mg alloys (Al2024) was investigated by techniques. electrochemical The structural characterizations of the coated layers were investigated by SEM, EDS, and XRD equipment. The surface adhesion resistance and electrochemical degradation behavior were tested by scratch and potentiodynamic scanning (PDS) tests, respectively. It was observed that the HA coating had a homogeneous structure on the Al2024 surfaces, but some local areas could not be adequately coated with HA from the cross-section images. Also, the coating surfaces were microporous morphology, which is specific to the HA coatings. From the scratch test results of the coating, it was predicted that the critical load resistance (L_{c1}) , 12N, would be sufficient for biomedical applications. Electrochemical corrosion tests revealed that HA coating decreased the corrosion current density (I_{corr}) and corrosion rate of the Al2024 alloy (0.885 and 5.260 µA·cm⁻² for HA-coated and uncoated Al2024 alloy, respectively). However, despite the low Icorr value obtained with HA coating, it was observed that both I_{corr} and passivation current density (I_{pass}) values (3.15 μ A·cm⁻² for HA coating, 0.03 to 0.08 μ A·cm⁻² for different types of titanium alloys) were insufficient when compared to commercial titanium alloys.

Keywords: Al2024, Hydroxyapatite, Implant, Simulated body fluid, Sol-gel coating

1 Introduction

316L stainless steel, cobalt and chromium alloys, and titanium (Ti) and its alloys are frequently used due to their unique properties compared to other implant materials in medical applications [1, 2]. Among these metallic materials, titanium and its alloys are distinguished from other metallic implant materials because of their enhanced toughness, strength, Young's modulus, bio-integration, and corrosion resistance [1, 3, 4]. The first property of a material used as an implant is biocompatibility, followed by a low Young's modulus. Young's modulus of biomedical material has a considerable designation with the term "Wolff's law, also known as "stress-shielding effect" explained with bone in a

Öz

Bu çalışmada, hidroksiapatit (HA) kaplamaların Al-Cu-Mg alasımları (Al2024) üzerine uygulanabilirliği elektrokimyasal tekniklerle incelenmiştir. Kaplanan tabakaların yapısal karakterizasyonları SEM, EDS ve XRD test/analizleri ile incelenmiştir. Yüzey adezyon direnci ve elektrokimyasal bozunma davranışı, sırasıyla çizilme ve potansiyodinamik tarama (PDS) testleri ile test edilmiştir. Al2024 yüzeylerinde HA kaplamanın homojen bir yapıya sahip olduğu ancak kesit görüntülerinden bazı lokal bölgelerin yeterince HA ile kaplanamadığı görülmüştür. Ayrıca kaplama yüzeyleri, HA kaplamalara özgü mikro gözenekli morfolojiye sahip olduğu tespit edilmiştir. Kaplamanın çizilme testi sonuçlarından, kritik yük direncinin (L_{c1}), 12N'un biyomedikal uygulamalar için yeterli olacağı öngörülmüştür. Elektrokimyasal korozyon testleri, HA kaplamanın Al2024 alaşımının korozyon akımı yoğunluğunu (I_{corr}) ve korozyon oranını azalttığını ortaya çıkarmıştır (HA kaplı ve kaplanmamış Al2024 alaşımı için sırasıyla 0,885 ve 5,260 μ A·cm⁻²). Ancak HA kaplama ile elde edilen düşük Icorr değerine rağmen hem Icorr hem de pasivasyon akım yoğunluğu (Ipass) değerlerinin (HA kaplama için 3,15 µA·cm⁻², farklı titanyum türleri için 0.03 ila 0.08 µA·cm⁻²) olduğu gözlemlenmiş olup ticari titanyum alaşımlarına kıyasla yetersiz olduğu ortaya çıkarılmıştır.

Anahtar kelimeler: Al2024, Hidroksiapatit, İmplant, Simüle edilmiş vücut sıvısı, Sol-jel kaplama

healthy person, which regenerates itself in response to the loads on its [5]. In terms of Wolff's law which refers to the density reduction of bone as a result of all stress to implant material rather than to the bone [4]. The distribution of the load over both bone and implant material is closely related to the elastic modulus of the material used as an implant material. In this way, although the specific strength values [6] of these commercially used alloys are high, the elastic modulus of Ti alloys (100 – 120 GPa) [7] is still higher than cortical bone (15 – 30 MPa) [8]. On the other hand, it is required that an implant material that is considered for biomedical application should have both anti-toxic and anti-

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: mehmettopuz@yyu.edu.tr (M. Topuz) Geliş / Recieved: 11.03.2023 Kabul / Accepted: 04.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1263697

allergic properties. Besides, it is required to have a low elastic modulus by Wolff's Law mentioned above [9].

Apart from these features expected from biomaterials must be accessible according to the welfare level of people. Aluminum is the third most common element in nature. On the other hand, 100 Mt (million metric tons) of aluminum is produced annually, and approximately 75% is scrapped. Therefore, it comes to mind that such a large amount of elements can be used as a biomaterial and can be a costeffective solution in implant applications [10]. On the other hand, compared to pure aluminum, especially 2XXX series aluminum alloys have advanced properties such as secondary strength because they can be solution heat-treated and artificially aged (CuAl₂) due to Cu (2.5 - 5.0%)contained in aluminum alloys [11]. However, there are only limited attempts on Al-based alloys usage of their as biomaterials in the literature due to their insufficient biocompatibility properties [12–14].

A biomaterial used as an implant material is highly associated with its surface properties and compatibility with the surrounding tissues. When a biomaterial is used directly in the body, surrounding tissues recognize it as a foreign matter, and some unwanted reaction will occur at the biomaterial tissue interface. Breme et al. [15] describe these unwanted reactions briefly; i) metal ions flow to the tissues, resulting in corrosion, *ii*) toxicity exceeds the amount of metal ions in tissue, iii) metal ions react with proteins and convert to allergy or inflammation and iv) production of H₂O₂ by inflammatory cells. These unwanted reactions could be prevented by coating the surface with bioactive elements so that the tissue will recognize the implant material and cause any unwanted reaction, as it's known that bone structure mostly consists of calcium (Ca) and phosphate (P). Hydroxyapatite (Ca10(PO4)6(OH)2: HA) is most similar to the bone structure due to the stoichiometric ratio of Ca and P elements in its chemical structure, and this ratio gives it high stability [16–18]. The artificially synthesized HA suffers from its low mechanical (fatigue and toughness) properties, so its use by itself is limited [19, 20].

On the other hand, HA is commonly used as a coating material on varied metallic surfaces. However, the use of HA as a sole coating material is limited and can be explained as follows; *i*) crystal structure difference between implant and coatings interfaces (metallic–ceramic crystal structure) [21] and *ii*) low mechanical properties such as high brittleness, weak tensile and fatigue strength, and wear resistance [22, 23]. However, hydroxyapatite can be used to fulfill various functions in materials that are mostly integrated with biological systems due to their properties, such as bioactivity [22], osteoconductivity [24], and biocompatibility [25].

Recently, many methods have been commercially used for synthesizing bioactive coatings on metallic materials, such as plasma spray [26], magnetron sputtering [27], electrochemical deposition [28], and sol-gel [22]. The method used in synthesizing bioactive coatings should be selected considering the thickness, surface roughness, crystallinity, equipment price, and safety. Therefore, the solgel-derived dip coating method is notable among the other coating methods because not dependent on the shape; high purity and homogeneity can be obtained at a low cost [29].

In this study, HA coatings were deposited by the sol-gel method on Al2024 alloy for possible applications in biomedical fields. Microstructural, mechanical, and *in-vitro* electrochemical corrosion properties of coatings were discussed in detail.

2 Material and methods

2.1 Sol-gel coating process

Before the coating process, the surfaces were sandblasted with 250µm Al₂O₃ powders under 6 bar pressures for the coatings to adhere tightly to the surface of 10×20mm Al2024 substrates. The chemical composition of Al2024 was 4.35% Cu, 0.5% Fe, 1.5% Mg, 0.6% Mn, 0.5% Si, and 0.25% Zn, and the remained (92.3%) was Al by weight. After the sandblasting process, surface cleaning was carried out in ethyl alcohol and ethanol for 5min to degrease the Al₂O₃ particles adhered by the plastic deformation on the surface. Distilled water (DW), ammonia, calcium nitrate tetrahydrate (Ca(NO₃)₂·4H₂O), and diammonium hydrogen phosphate ((NH₄)₂HPO₄) (Merck) have been used as precursors in the synthesis of hydroxyapatite (HA) solutions. For the coating process, the following steps were applied; Ca(NO₃)₂·4H₂O and (NH₄)₂HPO₄ were added into DW in the separate breaker to prepare solutions with a certain molar ratio. These two solutions were mixed and stirred for 1h, and after that, ammonia solution was added into the mixed solution to adjust the pH level to around 11-12. The mixture was heated until boiling for an occurring chemical reaction, and following this step, the mixture was stirred for 24h. After 24h stirring, the solution was aged 24h and filtered. Filtered specimens were sintered at 1100°C in an electric oven (BINDER FED 115 E2) for 1h to remove excess ammonia and obtain Ca/P powders. Certain amounts of agar, DW, and Ca/P powders were agitated for the gel formation. Al2024 plates were dipped in the gel for 10min and dried at 200°C for 30min. The dipping step was repeated several times to meet the required thickness and was finally followed by sintering at 475°C with a ramp speed of 3°C · min⁻¹ for 30min.

2.2 Characterization

The surface morphology and elemental distribution of thin film coatings were examined by scanning electron microscopy (SEM, JEOL, JSM–6335F, JSM6600) with energy dispersive spectroscopy (EDS, Oxford INCA). The phase transformation and compound formation were investigated by X-Ray diffraction (XRD, Bruker D8). XRD measurements were performed on a stage using a radiation wavelength λ =1.54056Å X-ray source with a step rate of 0.06°·s⁻¹ between 20 to 80°.

2.3 Electrochemical in-vitro corrosion tests

The electrochemical *in-vitro* corrosion behavior of all groups was investigated by the potentiodynamic polarization scanning (PDS) technique. 500ml breaker was used as a cell for all measurements. The temperature of the three-electrode cell was constant at $37\pm1^{\circ}$ C with the help of an automatically controlled bath in Hank's solution (SBF: Simulated body

fluid), which contained; NaCI, NaHCO₃, KCI, CaCl₂, KH₂PO₄, Glucose, and MgSO₄·7H₂O in the amount of 8.00, 0.35, 0.40, 0.14, 0.09, 1.00, and 0.20 g·L⁻¹ respectively [30]. The pH value of the solution was 7.26. A saturated Ag/AgCl, platinum wire, and specimens were used as reference, auxiliary, and working electrodes, respectively. All working electrodes prepared with cold mounting and exposed areas of specimens were 1cm². The specimens were immersed in the electrolyte until obtaining a steady open circuit potential (OCP) value. After equilibrium, The PDS experiments were carried out by increasing the potential at a scan rate of $1mV \cdot s^{-1}$ from -0.3 V vs OCP with the help of a potentiostat/galvanostat (GAMRY PCI14/750).

2.4 Scratch tests

Commonly, many researchers have used micro–scratch tests for evaluating the adhesion strength of the thin film coatings instead of pull-out tests [31–35]. The adhesion strength of specimens was determined by using a scratch tester (RST S/N:11–0175) with a pyramid diamond stylus (Rockwell Q–227 (TS ISO 3738–1)) of the 200 μ m radius in tests. The scratches were created on the coated surfaces by constantly increasing (30N·min⁻¹) from load 0.20 to 30.20N while the specimen was displaced at the constant speed of 10mm·min⁻¹. Total peeling–off the coatings from base materials named as critical loads [36–38]. Also, the track of the scratches micrographs was captured using a high-resolution optical microscopy device.

3 Results and discussion

Figure 1 presents XRD analysis results of uncoated and HA-coated Al2024 alloys. Characteristic peaks were found in the uncoated Al2024 alloy at 20 degrees of 38.51° (111), 44.72° (200), 65.01° (220), and 78.30° (311), respectively (ICDD: 00-004-0787). On the other hand, XRD peaks of HA coatings synthesized using the sol-gel method were found at 20 degrees such as 31.72° , 32.22° , 32.91° , 34.59° , and 35.13° (ICSD: 01-074-9780).



Figure 1. XRD peaks of uncoated Al2024 substrates and HA-coated (\downarrow HA, and sharp peaks are Al)

The absence of XRD peaks belonging to different components such as beta-tricalcium phosphate (β -TCP), and alpha-tricalcium/tetracalcium phosphate (α -TCP/TTCP) in coating suggests that the chemical stability of the coatings will be high in physiological environments [39]. In addition, it is predicted that the crystalline HA peaks obtained at 475° sintering temperature will increase the dissolution process of the coatings in the physiological environment.

Figure 2 presents SEM surface micrographs of HAcoated surfaces and EDS analysis results before the corrosion tests. As can be seen in Figure 2a, it has been determined that the Al2024 surfaces coated with HA have a nearly homogeneous surface morphology. However, considering the SEM surface morphologies at high magnifications (Figure 2b), pores in some areas along the surface were revealed. It is noteworthy that these pores are around the aggregates sized below 10µm. Various researchers have stated that HA coatings frequently encounter these accumulations [40]. It is known that these agglomerations can adversely affect the life of the coating, especially since it will increase the contact point with the environmental electrolyte during the in-body use of biomaterial coatings. However, on the other hand, it is well known that these pores will undoubtedly make a positive contribution to increasing the implant-tissue interaction [41].



Figure 2. SEM surface morphology after HA coating of Al2024 substrates with higher magnifications

EDS results of HA-coated Al2024 alloy are given in Figure 3. As it can be understood from the elemental analysis

results of the selected region in line with the EDS mapping results, the elements that occur in the main composition of bioceramics, such as Ca and/or P, were also encountered [42]. It is predicted that these elements undoubtedly originate from the HA composition. Another element, Al, is thought that the EDS analyses may be caused by the coating not adhering to the surface locally or by micropores/pittings on the surface [43]. In addition to the EDS mapping, the areal EDS result also reflects similar results. It is thought that these relatively uncoated areas may have been the result of the sandblasting process carried out to increase the adhesion of the coating to the surface [43]. The formation of small hills (altitude difference) in some regions along the surface may cause the surface not to be completely covered homogeneously.



Figure 3. SEM surface morphology with EDS results after HA coating

SEM cross-sectional images of HA-coated surfaces at different scales are presented in Figures 4a and 4b, respectively. As can be seen from Figure 4a, it was determined that the roughness of the Al2024 surfaces increased after the sandblasting process. Many researchers put forth that such an increased surface roughness would play a positive role in the adhesion of the coating to the surface [43]. However, as seen in Figure 4b, local cracks were found between the coating and the Al2024 surfaces that did not extend throughout the surface. It is thought that these cracks formed during sintering rather than during the sol-gel

process [44]. It can be seen from the presence of coatings in the cross-sectional view that the surfaces immersed in the wet solution are completely covered. Predictably, these cracks are caused by the ceramic character of the coating and the metallic character of the Al2024 surfaces. It is thought that the difference between the thermal expansion coefficient of HA ($10.60 \times 106 \cdot ^{\circ}C^{-1}$) and the thermal expansion coefficient of Al2024 ($22.68 \times 106 \cdot ^{\circ}C^{-1}$) may be due to the different expansion rates of these two compositions during sintering and the different expansion rate during cooling [45].

On the other hand, as we obtained in our previous study [44], it has been determined that both the sintering ramp speed and the sintering temperature are highly effective on the mechanical and morphological properties of the coating in ceramic coatings made on metallic surfaces. It is seen that HA coatings have thicknesses ranging from $6.65\mu m$ to $9.10\mu m$ on average. The cross-section images also prove the presence of the Al element in the EDS analyses in Figure 2. As can be seen from Figure 2 EDS results, Al element rather than the presence of coating was found in some local areas, which supports this phenomenon.



Figure 4. Cross-sectional SEM images of HA coating with different magnifications, (a) 10 μ m scaled and (b) 1 μ m scaled

Electrochemical corrosion results of uncoated Al2024 and HA-coated surfaces under *in-vitro* conditions are presented as PDS results in Figure 5. As can be seen from the figure, the corrosion potential (E_{corr}) value of the HA coating (-654mV) was measured slightly more than the uncoated Al2024 (-678mV) as a result of the PDS values. Important parameters collected from PDS curves are given in Table 1. In the presented parameters, another important value for this study is undoubtedly the I_{corr} [46]. This value gives us how much the coating will corrode homogeneously per year. As a result of the corrosion rate, it can be predicted how long the HA-coated Al2024 alloys can remain in the body. This way, the corrosion current density (I_{corr}), an indication of the corrosion resistance of the samples in the electrochemical corrosion tests, was determined for uncoated Al2024 alloy was 5.260μ A·cm⁻². The I_{corr} of HA-coated Al2024 alloy was 0.885μ A·cm⁻², which means that HAcoated Al2024 surfaces have nearly 6 times more corrosion resistant to *in-vitro* corrosion tests in the SBF environment. As it is known, the lower the I_{corr} value, the lower the amount of current that can pass through a specific area, so the corrosion resistance of the materials will be higher [47].



Figure 5. PDS curves of uncoated and HA-coated Al2024 substrate, with different commercial Ti alloys such as; CP Ti, Ti6Al4V, and Ti29Nb13Ta4.6Zr

 Table 1. Some important corrosion parameters obtained from PDS curves

Samples	$E_{\rm corr}({ m mV})$	$I_{\rm corr} (\mu {\rm A} \cdot {\rm cm}^{-2})$	I _{pass} (mA·cm ⁻²)
Uncoated Al2024	-678	5.260	40.05
HA-coated Al2024	-654	0.885	3.15
CP Ti	-172	1.260	0.04
Ti6Al4V	-243	0.950	0.08
Ti29Nb13Ta4.6Zr	-424	1.025	0.03

Undoubtedly, this change may occur due to many different parameters (coating homogeneity, coating thickness, sintering time and temperature, etc.) that have the coating during the test. As can be seen from Figure 2 and Figure 4, the presence of pitting and local uncoated areas along the coating surface and the partially uncoated regions along the section have a negative effect on the I_{corr} value. However, it is thought that the I_{corr} value will decrease because the HA coating reduces the contact of the electrolyte with the Al2024 surface. Passivation of current density (I_{pass}), another important parameter for coatings, is that minimum current density is required to stabilize the coating thickness within the passive range [48]. In this way, HA-coated Al2024 alloys have (40.05 μ A·cm⁻²) nearly 60 times lower I_{pass} value than uncoated Al2024 alloy (3.15 μ A·cm⁻²). This difference shows that a smaller current density will require the film to be formed on the Al2024 alloy with the HA coating. But on the other hand, it is seen in Figure 6 that it remains at high values (0.05 μ A·cm⁻²) compared to other alloys (α , α + β , and β Ti alloys; commercial pure titanium: CP Ti, Ti6Al4V and Ti29Nb13Ta4.6Zr, respectively) currently used as biomaterials. It has been seen that even HA-coated Al2024 alloy is not suitable as a biomaterial since it cannot reach the passivation current density compared to Ti alloys. In other words, it has a very high passivation current density.

Post electrochemical corrosion SEM surface morphology of HA-coated Al2024 surfaces is presented in Figure 6. Although it can be characterized as a homogeneous corrosion mechanism on coated surfaces as seen at 500µm scale (Figure 6a), it is seen that flake-shaped coatings are removed on the surface in the magnified SEM morphology at 50µm scale (Figure 6b). It is thought that the surface morphology at high magnification may have occurred due to the agglomerations seen in Figure 2. It is thought that the region highlighted with the arrow in Figure 6b may have been detached from the surface due to the agglomeration acting more anodic than its surroundings. Another phenomenon that will be responsible for surface morphology after post-corrosion is thought that this surface morphology seen after electrochemical corrosion may be caused by the microporosities/pittings on the surface presented in Figure 4 and may also be due to the low interface strength between coating and substrate, which can be seen from the crosssectional images (Figure 4).



Figure 6. Post-corrosion surface morphology of HAcoated substrate with proposed filiform corrosion mechanism for Al alloys

On the other hand, during electrochemical corrosion testing of HA coatings, it was thought that it might result from the filiform corrosion mechanism, as presented in Figure 6. It is predicted that the micro-porosities on the

surface cause H_2O and O_2 ingress under the coating. A series of chemical reactions can occur beneath the coating surface, resulting in the decomposition of the coatings. By the way, with the increased polarization resistance, coating films were completely delaminated from the substrate [49].

The scratch test results of HA coatings on Al2024 surfaces are given in Figure 7. Scratch test both relationships between the friction force and coefficient obtained after the test and acoustic emission result between the coating and the surface, in which a small figure on top of the figure is presented. It has been concluded that the fact that the friction coefficient is quite wavy in the first 2mm of the scratch direction is a result of the coating surface being quite rough, as can be seen in Figure 7. On the other hand, as can be seen from the image (1st scratch picture) recorded during the test, which confirms this finding, a partial Al2024 surface is seen along the scratch trace in the first part. In contrast, a complete substrate material is seen along with the increasing normal force in the following stages (4th, 5th, and 6th scratch pictures) [42].

Moreover, with the acoustic emission values recorded during the test, it can be determined at what force range and distance the scratcher tip descends from the coating to the substrate surface [50]. As can be seen from the 3^{rd} scratch picture, this value corresponds to approximately 12N, and it can be said that the coating is completely removed after approximately 4mm of scratch trace. This value is the coating's critical load (L_{c1}) value and represents the maximum force it can resist removing from the surface [37]. Lower critical loads (varied between 0.3 to 3.5N) were reported from another study in which HA coatings were on PCU substrates [51].



Figure 7. Scratch test results of HA coating with optical microscopy images

4 Conclusions

The biomaterial surface is in direct contact with living tissues in the body, and the tissue's response to the implant depends on the surface properties. It is well known that surface modification is significant for conventional metals and alloys (not noble in the human body) such as aluminum, magnesium, ferrous, or zinc which may cause adverse reactions to the body. In this study, the morphological, structural, mechanical, and corrosive properties of hydroxyapatite (HA) coated Al2024 alloys were investigated. Besides, the coatings' corrosion behavior was compared to the conventional implant materials under invitro conditions in simulated body fluid (SBF). While characteristic HA peaks were found in XRD analyses to confirm HA's presence on the surface, it was thought that the crystalline coating structure would increase the dissolution time in the in-body dissolution process. The SEM surface morphologies showed that the HA coating has unique microporosity. In the elemental distributions on the surfaces, Ca- and P- elements originating from HA were found in EDS analyses. Cross-sectional SEM micrographs revealed local delaminations at the interface, and it was observed that the coating was insufficient on some sharp local surface areas. It was concluded from scratch tests that HA coating on the Al2024 alloy with an adhesion force of approximately 12N would be sufficient for the in-body use of the coated metal alloys. The PDS curves showed that the Icorr value of HAcoated Al2024 alloy was lower than uncoated ones. In other words, with HA coating corrosion resistance of Al2024 alloy was increased. On the other hand, lower I_{pass} was obtained with HA coating, which means that shorten of passive film in other words, it shortened the formation time of the passive film. Although homogeneous corrosion was observed on the coating surface from the SEM surface morphologies performed after the electrochemical corrosion test, the filiform corrosion mechanism was suspected in the detailed examinations with post-SEM micrographs.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): %18

References

- [1] Y. Huang, H. Qiao, X. Nian, X. Zhang, X. Zhang, G. Song, Z. Xu, H. Zhang and S. Han, Improving the bioactivity and corrosion resistance properties of electrodeposited hydroxyapatite coating by dual doping of bivalent strontium and manganese ion. Surface and Coatings Technology, 291, 205–215, 2016. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.02.042.
- [2] A. Montenero, G. Gnappi, F. Ferrari, M. Cesari, E. Salvioli, L. Mattogno, S. Kaciulis and M. Fini, Sol-gel derived hydroxyapatite coatings on titanium substrate. Journal of Materials Science, 35, 2791–2797, 2000. https://doi.org/10.1023/A:1004738900778.
- [3] J. S. Suwandi, R. E. M. Toes, T. Nikolic and B. O. Roep, Inducing tissue specific tolerance in autoimmune disease with tolerogenic dendritic cells. Clinical and Experimental Rheumatology, 33, 97–103, 2015. https://doi.org/10.1002/jbm.a.
- [4] X. Liu, P. K. Chu and C. Ding, Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. 47, 49–121, 2005. https://doi.org/10.1016/j.mser.2004.11.001.
- [5] J. B. Brunski. In Vivo Bone Response to Biomechanical Loading at the Bone/Dental-Implant

Interface, Advances in Dental Research, 13, 99-119, 1999. https://doi.org/10.1177/089593749901300123.

- [6] M. Niinomi, Mechanical properties of biomedical titanium alloys. Materials Science and Engineering: A, 243, 231–236, 1998. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00806-X.
- [7] M. Topuz, B. Dikici, M. Gavgalı and Y. Yılmazer, Effect of hydroxyapatite:zirconia volume fraction ratio on mechanical and corrosive properties of Ti-matrix composite scaffolds. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 32, 882–894, 2022. https://doi.org/10.1016/s1003-6326(22)65840-0.
- [8] M. Topuz, B. Dikici, M. Gavgali and M. Kaseem, Processing of Ti/(HA+ZrO2) biocomposite and 50% porous hybrid scaffolds with low Young's modulus by powder metallurgy: Comparing of structural, mechanical, and corrosion properties. Materials Today Communications, 29, 102813, 2021. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102813.
- [9] M. Niinomi, Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. Science and Technology of Advanced Materials, 4, 445–454, 2003. https://doi.org/10.1016/j.stam.2003.09.002.
- [10] D. Raabe, D. Ponge, P. J. Uggowitzer, M. Roscher, M. Paolantonio, C. Liu, H. Antrekowitsch, E. Kozeschnik, D. Seidmann, B. Gault, F. De Geuser, A. Deschamps, C. Hutchinson, C. Liu, Z. Li, P. Prangnell, J. Robson, P. Shanthraj, S. Vakili, C. Sinclair, L. Bourgeois and S. Pogatscher, Making sustainable aluminum by recycling scrap: The science of "dirty" alloys. Progress in Materials Science, 128, 2022. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.100947.
- [11] N. M. Siddesh Kumar, Dhruthi, G. K. Pramod, P. Samrat and M. Sadashiva, A Critical Review on Heat Treatment of Aluminium Alloys. Materials Today: Proceedings, 58, 71–79, 2022. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.12.586.
- [12] M. Zarka, B. Dikici, M. Niinomi, K. V. Ezirmik, M. Nakai and M. Kaseem, The Ti3.6Nb1.0Ta0.2Zr0.2 coating on anodized aluminum by PVD: A potential candidate for short-time biomedical applications. Vacuum, 192, 110450, 2021. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110450.
- [13] P. H. Setyarini, F. Gapsari and Purnomo, Fabrication of Aluminum Using Casting Method Made for Anodizing Process on Biomaterial Applications. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 494, 2019. https://doi.org/10.1088/1757-899X/494/1/012063.
- [14] Ž. Petrović, A. Šarić, I. Despotović, J. Katić and M. Petković, Aluminum in dental implants: how to reduce a potential risk to patient's health? Proc. 1st Corros. Mater. Degrad. Web Conf. (Basel, Switzerland: MDPI, 2021), p. 9933. https://doi.org/10.3390/CMDWC2021-09933.
- [15] C. Leyens and M. Peters, Titanium and its Alloys for Medical Applications. Titan. Titan. Alloy, pp. xix, 423, 2003. https://doi.org/10.1002/3527602119.

- [16] O. Prokopiev and I. Sevostianov, Dependence of the mechanical properties of sintered hydroxyapatite on the sintering temperature. Materials Science and Engineering A, 431, 218–227, 2006. https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.05.158.
- [17] H. W. Kim, S. Y. Lee, C. J. Bae, Y. J. Noh, H. E. Kim, H. M. Kim and J. S. Ko, Porous ZrO2 bone scaffold coated with hydroxyapatite with fluorapatite intermediate layer. Biomaterials, 24, 3277–3284, 2003. https://doi.org/10.1016/S0142-9612(03)00162-5.
- [18] I. Bogdanoviciene, A. Beganskiene, K. Tõnsuaadu, J. Glaser, H.-J. Meyer and A. Kareiva, Calcium hydroxyapatite, Ca10(PO4)6(OH)2 ceramics prepared by aqueous sol-gel processing. Materials Research Bulletin, 41, 1754–1762, 2006. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2006.02.016.
- [19] S. J. Kalita, A. Bhardwaj and H. A. Bhatt, Nanocrystalline calcium phosphate ceramics in biomedical engineering. Materials Science and Engineering C, 27, 441–449, 2007. https://doi.org/10.1016/j.msec.2006.05.018.
- [20] M. Enayati-Jazi, M. Solati-Hashjin, A. Nemati and F. Bakhshi, Synthesis and characterization of hydroxyapatite/titania nanocomposites using in situ precipitation technique. Superlattices and Microstructures, 51, 877-885, 2012. https://doi.org/10.1016/j.spmi.2012.02.013.
- [21] L. Zhou, G.-H. Lü, F.-F. Mao and S.-Z. Yang, Preparation of biomedical Ag incorporated hydroxyapatite/titania coatings on Ti6Al4V alloy by plasma electrolytic oxidation. Chinese Physics B, 23, 035205, 2014. https://doi.org/10.1088/1674-1056/23/3/035205.
- [22] A. Balamurugan, G. Balossier, S. Kannan, J. Michel, J. Faure and S. Rajeswari, Electrochemical and structural characterisation of zirconia reinforced hydroxyapatite bioceramic sol–gel coatings on surgical grade 316L SS for biomedical applications. Ceramics International, 33, 605–614, 2007. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.11.011.
- [23] B. Y. Chou and E. Chang, Microstructural characterization of plasma-sprayed hydroxyapatite-10 wt% ZrO2 composite coating on titanium. Biomaterials, 20, 1823–1832, 1999. https://doi.org/10.1016/S0142-9612(99)00078-2.
- [24] K. Im, M. Kim, D. Kang, K. Kim, K. Kim and Y. Lee, Hydroxyapatite / Titania Hybrid Coatings on Titanium by Sol-Gel Process. Biomaterials Research, 10, 224– 230, 2006.
- [25] R. R. Kumar and M. Wang, Functionally graded bioactive coatings of hydroxyapatite / titanium oxide composite system. Materials Letters, 55, 133–137, 2002. https://doi.org/10.1016/S0167-577X(01)00635-8.
- [26] Y. W. Gu, K. a. Khor, D. Pan and P. Cheang, Activity of plasma sprayed yttria stabilized zirconia reinforced hydroxyapatite/Ti-6Al-4V composite coatings in simulated body fluid. Biomaterials, 25, 3177–3185i,

2004.

https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2003.09.101.

- [27] Y. T. Zhao, Z. Zhang, Q. X. Dai, D. Y. Lin and S. M. Li, Microstructure and bond strength of HA(+ZrO2+Y2O3)/Ti6Al4V composite coatings fabricated by RF magnetron sputtering. Surface and Coatings Technology, 200, 5354–5363, 2006. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.06.010.
- [28] D. H. He, P. Wang, P. Liu, X. K. Liu, F. C. Ma and J. Zhao, HA coating fabricated by electrochemical deposition on modified Ti6Al4V alloy. Surface and Coatings Technology, 277, 203–209, 2015. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.07.038.
- [29] S. Sonmez, B. Aksakal and B. Dikici, Corrosion protection of AA6061-T4 alloy by sol-gel derived micro and nano-scale hydroxyapatite (HA) coating. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 63, 510– 518, 2012. https://doi.org/10.1007/s10971-012-2813-8.
- [30] X. Liu, J. Sun, F. Zhou, Y. Yang, R. Chang, K. Qiu, Z. Pu, L. Li and Y. Zheng, Micro-alloying with Mn in Zn-Mg alloy for future biodegradable metals application. Materials and Design, 94, 95–104, 2016. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.12.128.
- [31] X. Nie, A. Leyland and A. Matthews, Deposition of layered bioceramic hydroxyapatite/TiO2 coatings on titanium alloys using a hybrid technique of micro-arc oxidation and electrophoresis. Surface and Coatings Technology, 125, 407–414, 2000. https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00612-X.
- [32] H. Farnoush, J. Aghazadeh Mohandesi and H. Çimenoğlu, Micro-scratch and corrosion behavior of functionally graded HA-TiO2 nanostructured composite coatings fabricated by electrophoretic deposition. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 46, 31–40, 2015. https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.02.021.
- [33] K. H. Im, S. B. Lee, K. M. Kim and Y. K. Lee, Improvement of bonding strength to titanium surface by sol-gel derived hybrid coating of hydroxyapatite and titania by sol-gel process. Surface and Coatings Technology, 202, 1135–1138, 2007. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.07.081.
- [34] S. Zhang, Z. Xianting, W. Yongsheng, C. Kui and W. Wenjian, Adhesion strength of sol-gel derived fluoridated hydroxyapatite coatings. Surface and Coatings Technology, 200, 6350–6354, 2006. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.11.033.
- [35] D. Sidane, D. Chicot, S. Yala, S. Ziani, H. Khireddine, A. Iost and X. Decoopman, Study of the mechanical behavior and corrosion resistance of hydroxyapatite sol-gel thin coatings on 316 L stainless steel pre-coated with titania film. Thin Solid Films, 593, 71–80, 2015. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2015.09.037.
- [36] H. U. Lee, Y. S. Jeong, S. Y. Park, S. Y. Jeong, H. G. Kim and C. R. Cho, Surface properties and cell response of fluoridated hydroxyapatite/TiO2 coated on Ti substrate. Current Applied Physics, 9, 528–533, 2009. https://doi.org/10.1016/j.cap.2008.03.020.

- [37] E. Mohseni, E. Zalnezhad and A. R. Bushroa, Comparative investigation on the adhesion of hydroxyapatite coating on Ti–6Al–4V implant: A review paper. International Journal of Adhesion and Adhesives, 48, 238–257, 2014. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.09.030.
- [38] K. Im, S. Lee, K. Kim and Y. Lee, Improvement of bonding strength to titanium surface by sol – gel derived hybrid coating of hydroxyapatite and titania by sol – gel process. 202, 1135–1138, 2007. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.07.081.
- [39] H. W. Kim, H. E. Kim, V. Salih and J. C. Knowles, Hydroxyapatite and titania sol-gel composite coatings on titanium for hard tissue implants; mechanical and in vitro biological performance. Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, 72, 1–8, 2005. https://doi.org/10.1002/jbm.b.30073.
- [40] O. Yigit, B. Dikici, T. C. Senocak and N. Ozdemir, One-step synthesis of nano-hydroxyapatite/graphene nanosheet hybrid coatings on Ti6Al4V alloys by hydrothermal method and their in-vitro corrosion responses. Surface and Coatings Technology, 394, 125858, 2020. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125858.
- [41] M. Topuz, B. Dikici and M. Gavgali, Titanium-based composite scaffolds reinforced with hydroxyapatitezirconia: Production, mechanical and in-vitro characterization. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 118, 104480, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104480.
- [42] B. Dikici, M. Niinomi, M. Topuz, S. G. Koc and M. Nakai, Synthesis of biphasic calcium phosphate (BCP) coatings on β -type titanium alloys reinforced with rutile-TiO2 compounds: adhesion resistance and invitro corrosion. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 87, 713–724, 2018. https://doi.org/10.1007/s10971-018-4755-2.
- [43] M. Topuz and B. Dikici, Two simple methods for surface modification of lithium disilicate dental blocks with hydroxyapatite. Research on Engineering Structures and Materials, 2019. https://doi.org/10.17515/resm2019.132me0506tn.
- [44] B. Dikici, M. Niinomi, M. Topuz, Y. Say, B. Aksakal, H. Yilmazer and M. Nakai, Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite/TiO2 Coatings on the β -Type Titanium Alloys with Different Sintering Parameters using Sol-Gel Method. Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces, 54, 457–462, 2018. https://doi.org/10.1134/S2070205118030255.
- [45] H. Miyazaki, I. Ushiroda, D. Itomura, T. Hirashita, N. Adachi and T. Ota, Thermal expansion of hydroxyapatite between - 100 °C and 50 °C. Materials Science and Engineering C, 29, 1463–1466, 2009. https://doi.org/10.1016/j.msec.2008.12.001.
- [46] F. Songur, B. Dikici, M. Niinomi and E. Arslan, The plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings to enhance in-vitro corrosion resistance of Ti–29Nb– 13Ta–4.6Zr alloys: The combined effect of duty cycle and the deposition frequency. Surface and Coatings

Technology, 374, 345–354, 2019. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.06.025.

- [47] O. Yigit, B. Dikici, N. Ozdemir, E. Arslan, T. C. Senocak and N. Ozdemir, Plasma electrolytic oxidation of Ti-6Al-4V alloys in nHA/GNS containing electrolytes for biomedical applications: The combined effect of the deposition frequency and GNS weight percentage. Surface and Coatings Technology, 32, 127139, 2021. https://doi.org/10.1007/s10856-021-06514-w.
- [48] H. A. Hameed, H. A. Hasan and M. K. Alam, Evaluation of Corrosion Behavior by Measuring Passivation Current Density of Dental Implant Coated with Bioceramic Materials. BioMed Research International, 2021. https://doi.org/10.1155/2021/9934073.
- [49] K. A. Yasakau, M. L. Zheludkevich and M. G. S. Ferreira, Role of intermetallics in corrosion of

aluminum alloys. Smart corrosion protection, Elsevier Ltd., 2018. https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-346-2.00015-7.

- [50] G. E. L. Processing, Handbook of Sol-Gel Science and Technology: Processing, Characterization and Applications, Volumes I–III Set edited by Sumio Sakka (Professor Emeritus of Kyoto University). Kluwer Academic Publishers: Boston, Dordrecht, London. 2005. lx + 1980 pp. 1500. Journal of the American Chemical Society, 127, 6135–6135, 2005. https://doi.org/10.1021/ja041056m.
- [51] D. Barnes, S. Johnson, R. Snell and S. Best, Using scratch testing to measure the adhesion strength of calcium phosphate coatings applied to poly(carbonate urethane) substrates. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 6, 128–138, 2012. https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2011.10.010.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 935-949



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Esnek cisim dinamik simülasyonu kullanarak bir mekanik jiroskop volan tasarımının optimizasyonu

A design optimization of the mechanical gyroscope flywheel using flexible dynamics simulation

Mehmet Ali Eroğlu^{1,*} 跑, Mehmet Kürşat Yalçın²跑, İlyas Kacar³🕩

¹ Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Niğde Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, 51240, Niğde Türkiye ^{2,3} Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü, 51240, Niğde, Türkiye

Özet

Mekanik jiroskoplar tork üretebilme yetenekleri, hızlı dinamik yanıtları, yüksek verimlilikleri ve kontrol doğrusallıkları sebebiyle dengeleme ve yönlendirme amaçlı olarak kullanılan eyleyicilerdendir. Mekanik tasarımları için analitik yöntemler mevcut olup bunun yanı sıra simülasyonlar sayesinde optimizasyon yapılabilmektedir. Bu çalışmada, esnek cisim dinamik simülasyonu ve optimizasyon yöntemi kullanılarak, bir mekanik jiroskopun tasarımına esas olan boyutların ve dönme hızının optimum değerleri tespit edilmiştir. Ana yapısal parametrelerin, titreşim frekansı üzerindeki etkileri de tespit edilmiştir. Jiroskop, bir volana sahip olup kendi ağırlığı sayesinde tork üretmektedir. Klasik (Newtonian) mekanik prensipleri takip edilmiştir. Neticede uygun jiroskop boyutları ve dönme hızı belirlenmiştir. Optimizasyonun verdiği cevap fonksiyonu sayesinde ayrıca parametreler arasındaki ilişkiler de tespit edilmiştir. Başlangıçta disk kalınlığı 10 mm, yarıçapı 100 mm, rotor çapı 20 mm, uzunluğu 115 mm iken optimum rotor uzunluğu 30mm, rotor yarıçapı 30 mm olup disk varıcapın 265 mm, kalınlığı 12 mm ve isletme hızı 400 rad/s olmaktadır. Optimum değerler sayesinde nütasyonun, kütlenin, enerji sarfiyatının en az olması, torkun en fazla olması böylece bir milyon çevrim sayısının üzerinde ömre sahip olması temin edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Denge, Esnek dinamik, Jiroskop, Tasarım, Optimizasyon

1 Giriş

Kontrol moment jiroskopları (CMG, Control Momentum günümüzde üretebilme Gyroscope) geniş tork karakteristikleri, hızlı dinamik yanıtları, yüksek verimlilikleri ve kontrol doğrusallıkları [1] sebebiyle uzay sistemleri [2, 3], su altı robotik uygulamaları [4], tek tekerlekli robot sistemleri [5], füze dengeleme sistemleri [6] vb. birçok alanda anahtar aktüator olarak kullanılmaktadırlar [7]. CMG'ler temelde dört kısımdan oluşurlar; volan (yüksek hızlarda sürekli dönme yeteneğine sahip), jiroskop odası (volanı destekleyen), tahrik motoru (volanın ve jiroskop odasının eksenel açısını değiştirmede kullanılan) ve tahrik sistemini de içine alan dış gövde. Dış gövde bir taraftan jiroskop odasını desteklerken diğer bir taraftan da jiroskop

Abstract

Mechanical gyroscopes are actuators used for balancing and steering purposes due to their ability to generate torque, fast dynamic responses, high efficiency and control linearity. Analytical methods are available for their mechanical designs. Also optimization can be made thanks to simulations. In this study, the optima of the dimension and rotational speed, which are the basis for the design of a mechanical gyroscope, were determined by using the flexible body dynamic simulation and optimization method. The effects of the main structural parameters on the vibration frequency were also determined. The gyroscope has a flywheel and produces torque owing to its own weight. Classical (Newtonian) mechanics principles were followed. As a result, suitable gyroscope dimension and rotational velocity were determined. Thanks to the response function of the optimization, the relationships between the parameters were also determined. Initially, the disc thickness is 10 mm, the radius is 100 mm, the rotor diameter is 20 mm, and the length is 115 mm, while the optimum rotor length is 30 mm, the rotor radius is 30 mm, the disc radius is 265 mm, the thickness is 12 mm, and the operating speed is 400 rad/s. By using the optima, it has been ensured that the nutation, mass, energy consumption are minimized, the torque is maximized, thus it has a service life of more than one million cycle.

Keywords: Balance, Flexible dynamics, Gyroscope, Design, Optimization

odasının dönmesini temin ederek istenilen yönde jiroskopik momentum oluşturulmasını sağlamaktadır. Ancak bu işlem esnasında volanın sürekli dönmesi nedeniyle, uzun süreli kullanımlarda yüksek enerji tüketimine yol açmaktadır [8]. Enerji tüketimini azaltmak ve yüksek torklar elde edebilmek amacıyla CMG'lerin tasarım ve geliştirme süreçleri sürekli olarak devam etmektedir. Jiroskop odasını dış gövdeye sabitlemekte kullanılan mekanik rulmanlar manyetik yataklar ile değiştirilerek sürtünme kayıpları minimize edilmiş, ısınma sorunları aşılmış ve yağlama ihtiyacı ortadan kalkmıştır [9, 10].

CMG'lerin en az enerji sarfiyatı ile en yüksek tork elde edebilmeleri için diğer bir yöntem de mekanik sistemin boyutlarının en uygun seçilmesidir. İdeal boyutlandırmanın

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: mehmetalieroglu@gmail.com (M.A. Eroglu) Geliş / Recieved: 25.01.2023 Kabul / Accepted: 16.05.2021-3 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1241183

yapılmasının yollarından biri tasarımda optimizasyon yöntemleri kullanmaktır. Optimizasyon esnasında, bir tasarımcının en sık kullandığı araçlarından biri de simülasyonlar olup, belli şartlar altında, incelenen olayın çoklu fizik sonuçlarını görebilmede, güvenilir sonuçlar elde etmesine olanak sağlamaktadır. Bir uzay aracının güç ve tutum kontrolü görevi için değişken hız kontrolü mekanik jiroskopların kullanıldığı, bu araçların yönlendirilmesinde karşılaşılan tekillik sorununun optimizasyon sayesinde çözülebildiği bildirilmiştir. Parametre tasarımında istenen yönlendirmenin elde edilebilmesi kısıtıyla, minimum sistem gücü ve maksimum volan momentumu elde edilmesi amaçlanmıştır. Böylece çok amaçlı model ile doğrusal olmayan optimizasyon problemi çözülerek minimum volan gücü ile yönlendirme elde edilebilmiştir [11].

İiroskoplarda titreşim dikkat edilmesi gereken diğer önemli bir husus olduğundan dolayı modal analiz yapılmasının gerekliliği ifade edilmiştir [12]. Çünkü doğal frekanslar jiroskopun kararlılığını etkileyebilmektedir. Özellikle de ince bir mile bağlı nispeten çok büyük bir diskin dönmesi esnasında milin eğilme modunun yanı sıra, mil ve disk arasındaki bağıl hareket, sallanma modu olarak adlandırılan tehlikeli bir mod haline gelmektedir. Bu modun frekansı, eğilme modunun frekansından daha düşük olabilmektedir. Bu nedenle, rotor tasarımında dikkate alınmalı, rezonans oluşmaması için doğal frekanslar anma dönüş hızından uzakta olacak şekilde tasarlanmaktadır. Zira rezonans meydana gelirse, yatakların kontrolü zorlasmaktadır. Ayrıca, jiroskop odasının acısal hareketlerini sağlayan düsük hızlı servo motorlar yerine stator titreșimlerini ters piezo etki ile minimize etmeyi başaran ses üstü motorların (USM, ultra sonic motor) kullanılması enerji tüketimini önemli ölçüde azaltmıştır [13]. Cisimlerin herhangi bir zorlanma durumunda vereceği dinamik tepkiyi belirlemek için, öncesinde, yapının doğal titreşim frekansları tespit edilmektedir. Tasarım esnasında bu frekanslardan kaçınabilmek için bunları doğru hesaplamak önemlidir. Ayrıca kontrolün basitleştirilmesi için volanın rijit bir cisim olarak tasarlanabildiği görülmüstür [12]. Bu kabul elastik volanın düşük mertebeli frekansının, volanın nominal dönme hızından daha büyük olduğu durumlarda geçerlidir. Böylece disk şekilli CMG'lerde milin elastik mod şekillerine odaklanmak mümkündür.

Açık literatürde, simülasyon kullanarak CMG dinamiklerinin elde edildiği bazı çalışmalar olmakla birlikte, yazarların bildiği kadarıyla; bir CMG tasarımında, dinamik davranışın simülasyon ile elde edilmesi ve optimizasyon vöntemi kullanılması konusunda herhangi bir çalısma mevcut değildir. Bu çalışmada, ağırlık torkunu dengeleme esası ile çalışan, bir volanlı mekanik jiroskopun hareketine ilişkin dinamik cevaplar, klasik (Newtonian) mekaniği esaslı olarak, esnek cisim simülasyonu ile elde edilmiş ve en uygun geometrik ve kinematik parametrelerin belirlenmesi için optimizasyon yöntemi kullanılmıştır. Yapının modal frekansları, gerilme, yorulma, jiroskopik moment değerleri tasarım kriteri olarak incelenmiştir. Bu yöntem aracılığıyla, ana yapısal parametrelerin titreşim modunun frekansı üzerindeki etkileri analiz edilmiştir. Neticede uygun boyutların belirlenebilmesinin yanı sıra parametreler

arasındaki ilişkiler de tespit edilmiştir. Bu çalışmada Bölüm 2'de analizin detayları hakkında bilgi verilmiştir. Üçüncü bölüm esnek cisim dinamik simülasyon, dördüncü bölüm optimizasyon, beşinci bölüm ise bulgular ve tartışma içermektedir. Altıncı ve son bölümde bu çalışmadan elde edilen çıkarımlar verilmiştir.

2 Teori

2.1 Jiroskopik tork

Bu çalışmada ele alınan CMG'nin serbest cisim diyagramı Şekil 1'de görülmektedir. Burada nütasyon olarak adlandırılan \emptyset kincil Eueler açısının 90° olduğu bir CMG kullanılmıştır. Bu konfigürasyon, dengeleme amaçlı kullanılan CMG'lerin montajında sıklıkla kullanılan konfigürasyonlardan biridir. $\vec{\Omega}$ sabit, $\vec{\omega}$ sabit ve \emptyset 'nin sabit olduğu özel durum; "kararlı durum (sabit) presesyonu" olarak adlandırılmakta olup bu durumda oluşacak jiroskopik tork Denklem (1) ile hesaplanmaktadır [14]. Denklemin sağ tarafı jiroskopik torku verirken sol taraf ise ona sebep olan ağırlık torkuna karşılık gelmeketdir. Denge halinde ikisi birbirine eşit olmalıdır.

$$r * m * g = \Omega J \omega \tag{1}$$

Burada J terimi CMG'nin harekete katkısı olan tüm parçalarının kütlesel atalet momenti, $\vec{\Omega}$ yalpalamayı, $\vec{\omega}$ terimi ise CMG diskinin ana eksen etrafındaki dönme hızını simgelerken, r ağırlık merkezi ile moment noktası arasındaki mesafeyi, m terimi CMG'nin harekete katkısı olan tüm parçalarının kütlesini, g yerçekimi ivmesini ve \vec{L} açısal momentu temsil etmektedir.

2.2 Modal analiz

Dönme hareketi yapan çok serbestlik dereceli bir yapı için hareketin genel dinamik denklemi Denklem (2)'de verilmiştir.

$$[j]\{\dot{\theta}\} + [d]\{\dot{\theta}\} + [k]\{\theta\} = \{M(t)\}$$
(2)

Burada [*j*] atalet matrisi, [*d*] sönüm matrisi, [*k*] rijitlik matrisi, { θ } dönme vektörü, { $\dot{\theta}$ } açısal hız vektörü, { $\ddot{\theta}$ } açısal ivme vektörü, *M*(*t*) ise dış yüktür. Bir yapının dinamik davranışı, eşdeğer mekanik modele dayalı olarak oluşturulur. Bu nedenle; mil ve volandan oluşan CMG'nin titreşim karakteristiğini hesaplamak üzere mekanik eşdeğeri olarak; Şekil 2'de gösterildiği gibi, birbirlerine yay ve sönümleme elemanları ile temas etmekte olan iki adet farklı çap ve kalınlıkta mil ve volan çizilmiştir. Volan, milin ucundadır.

Bu durumda eşdeğer sistemin ana parametreleri, volanın dış çapı ve kalınlığı ile milin dış çapı ve uzunluğudur. Eğer sistemin modal analizinde, disk ve milin yer değiştirmeleri, disk ve milin birleştiği yer dışında doğrusalsa, disk ve mil rijit durumda kabul edilebileceği bildirilmiştir [12]. Bu kabul, volan çapı veya şaftın uzunluğu daha büyük olduğunda daha gerçeğe yakındır. Bu durumlarda bir CMG, yaylı sönümleme sistemi ile bağlanan rijit disk ve rijit şaft ile eşdeğer olabilecektir.



Şekil 1. İncelenen CMG'nin serbest cisim diyagramı



Şekil 2. Bir CMG'nin mekanik modeli

Tasarım için Şekil 2'de gösterilen disk mekanik model esas alınmıştır. Bu durumda sistemin modal frekansları Denklem (3) ile hesaplanmaktadır [12].

$$\omega = \pm \sqrt{\frac{k_{\rm k}}{J_{\rm 1d}} + \frac{k_{\rm k}}{J_{\rm 2d}}} \tag{3}$$

Burada k_k mil volan bağlantısının yay katsayısı, J_{1d} milin x_d doğrultusundaki kütlesel atalet momenti J_{2d} ise volanın x_d doğrultusundaki kütlesel atalet momentidir.

3 Esnek cisim dinamik simülasyonu

Simülasyonlar, Ansys© yazılımı kullanılarak [15] iki adımda ve toplam 2 saniye süreyi kapsayacak şekilde

gerçekleştirilmiştir. Minimum zaman adımı 1.e-8 s ve maksimum zaman adımı 1.e-3 saniyedir. Kullanılan malzeme yapısal çelik olup, özellikleri Tablo 1'de verilmiştir. Her bir simülasyon, 3.40 GHz quad core CPU, 8 GB RAM özellikli bir bilgisayar ile 199.17 s sürmüştür.

Fablo 1. Malzemenii	n fiziksel	ve mekanik	özellikleri
---------------------	------------	------------	-------------

Özellikler	Değer
Yoğunluk (kg/m³)	7850
Sönüm katsayısı	1e-4
Çekmedeki akma mukavemeti (MPa)	250
Basmadaki akma mukavemeti (MPa)	250
Çekmedeki maksimum mukavemet (MPa)	460
Basmadaki maksimum mukavemet (MPa)	460

Başlangıçta volan kalınlığı 10 mm, yarıçapı 100 mm, milin çapı 20 mm, uzunluğu 115 mm ve dönme hızı, $\omega = 3.7$ rad/s olarak alınmıştır. Gerilme, deformasyon çözümleri elde edebilmek için geometri eleman ağına bölünmüştür. Eleman olarak şekil fonksiyonu lineer olan üç boyutlu tetrahedron elemanlar kullanılmıştır. Şekil 3'te CMG'nin geometrisi ve sonlu eleman modeli verilmiştir.



Şekil. 3. CMG'nin (a) katı modeli ve (b) sonlu eleman modeli

4 Optimizasyon

Tasarımda optimize edilen ana parametreler; volanın dış çapı ve kalınlığı ile milin dış çapı ve uzunluğudur. Optimizasyonda kullanılan değişkenler ve değerleri Tablo 2'de verilmiştir. Giriş değişkenleri için alt ve üst sınır verilmiştir. Çıkış değişkenlerinin değerleri ise hesaplama sonucunda bulunacak değişkenlerdir. Deney tasarım noktası olarak, Latin hiperküp örnekleme tasarımı [16-18] yöntemi kullanılarak, giriş değişkenlerinin alt-üst sınırları arasında, iki yüz adet tasarım noktası (DOE) oluşturulmuştur. Bir nokta haricinde tüm noktalarda hesaplamalar gerçekleştirilmiştir. Toplam hesaplama süresinin 663.9 dakika tuttuğu tespit edilmiştir.

Tablo 2. Optimizasyon değişkenleri

Giriş Değişkenleri	Alt sınır	Üst sınır
Mil uzunluğu <i>r</i> (mm)	1	50
Mil yarıçapı (mm)	1	50
Volan yarıçapı (mm)	1	500
Volan kalınlığı (mm)	1	50
Açısal hız, ω (rad/s)	0	1000
Çıkış Değişkenleri		
Kinetik Enerji (mJ)		
İç enerji (mJ)		
Moment (kgm^2/s^2)		
Nütasyon (°)		
Kütle (kg)		
Hacim (mm ³)		
Toplam deformasyon (mm)		
Momentum $ L $ (kgm ² /s)		
Atalet momenti (kgm ²)		
Gerilme (Pa)		
Yorulma ömrü (çevrim)		
Yorulma E.K.		
Statik EK		
Modal frekanslar (Hz)		
Ağırlık (N)		
CMG torku (Nm)		
Hesaplama süresi (sn)		

Optimizasyonda uygulanan amaç fonksiyonları ve kısıtlar ise Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. Optimizasyon amaç ve kısıtları

Daramatra		Amaç		Kısıt					
Falamette	Tür	Hedef	Tolerans	Tür	Alt	Üst	Tolerans		
Minimum statik emniyet katsayısı	Hedef bul	1.2	0.001	Değerler >= alt sınır	1.2		0.1		
Minimum yorulma emniyet katsayısı	Hedef bul	1.2	0.001	Değerler >= alt sınır	1.2	1.8	0.1		
Kütle	Minimize			Kısıt yok					
Maksimum gerilme	Hedef bul	0	0.001	Kısıt yok					
Minimum yorulma ömrü	Maksimize			Kısıt yok					
Maksimum nütasyon	Hedef bul	0 0.001		Kısıt yok					
Modal frekans	Maksimize			Kısıt yok					
Dönme hızı	Hedef bul	0	0.001	Kısıt yok					

Yapının emniyet katsayısının 1,2'den büyük olması amaçlanırken aynı zamanda da 1,8'in üstüne çıkması kısıtlanarak, hantal bir tasarımın önüne geçilmek amaçlanmıştır. Hacmin minimize edilmesi sayesinde düşük kütleli bir yapı amaçlanmıştır. Her iki amaç sayesinde CMG'nin mobil bir cihaz üzerinde kullanılması halinde enerji sarfiyatı az olacaktır. Gerilmenin çekme durumunda pozitif, basma durumunda ise negatif işarete sahip olacağı bilindiği için, gerilme ile ilgili bir amaç tanımlanırken işaret farkını bertaraf etmek amacıyla sıfır değeri hedeflenmiştir. Böylece yapıdaki hem basma hem cekme hem kayma her türlü gerilmenin mutlak değerlerinin minimize edilmesi sağlanmaktadır. Nütasyonun sıfıra yakın olması istenmiştir. Böylece kararlı bir CMG elde edilmesi hedeflenmistir. Optimizasyon işlemi, simülasyon için kullanılan yazılımın, optimizasyon modülü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Cevap fonksiyonunun elde edilmesinde genetik toplanma [19, 20] yöntemi kullanılırken, optimum değerlerin tespitinde çok amaçlı genetik algoritma [21-23] yöntemi kullanılmıştır.

5 Bulgular ve tartışma

5.1 Doğrulama

Gerilme ve şekil değiştirme hesaplanması için cisimler esnek olarak tanımlanmıştır. Bu durumda cisim eleman ağına bölünmüştür. Eleman sayısının yeterli olup olmadığının tespiti için öncelikle "eleman ağından bağımsızlık" analizi yapılmış ve Tablo 4'te verilmiştir. Gerilme ve hesaplama süreleri değerlendirilmiştir. 1639 ve daha fazla eleman halinde hesaplanan sonuçlar arasındaki fark %5 civarındadır. Ancak hesaplama süresinin %42 arttığı görülmektedir. Bu nedenle hesaplamalarda eleman sayısının 1639 olduğu durum kullanılmıştır. Bu halde en düşük eleman kalitesinin 0.64 olduğu gözlemlenmiştir. Bu da en az 0.2 değerinden daha yüksektir [24].

Dönme varken ve yokken, hareketin rotası simülasyonlardan Şekil 4'teki gibi elde edilmiştir. Dönme yokken, yerçekimi etkisi ile disk, beklendiği gibi sarkaç salınımı hareketi yapmaktadır.

Tablo 4. Eleman ağından bağımsızlık analizi

Eleman sayısı	Maksimum gerilme (MPa)	Hesaplama süresi
1014	7.3939	14 m 41 s
1639	7.9737	18 m 59 s
2253	7.9279	27 m 3 s



Şekil 4. Dönme (a) yokken (b) varken hareketin rotası



Şekil 5. Simülasyonla hesaplanan kinetik enerji

Denklem (1)'deki değişkenlerin sayısal değerleri, Tablo 2 kullanılarak yazıldığında, enerji sonucu $T_{gyroscope} = \frac{1}{2}I\omega^2 = \frac{1}{2} * 0.99101 * 3.7^2 = 6.78 J$ olarak elde edilmiştir. Simülasyondan elde edilen enerji sonucu ise Şekil 5'te

Simülasyondan elde edilen enerji sonucu ise Şekil 5'te verilmiştir. Aradaki %0.04'lük farkın sebebinin; nütasyonun sebep olduğu salınımlar olabileceği düşünülmektedir.

5.2 Parametreler arasındaki ilişkiler

Pearson korelasyon matrisi, ön araştırma için pratik bir yoldur. Değişkenlerin karşılıklı bağımlılığını ve sonuç üzerindeki etkilerini verir. Böylece tüm sistemdeki detaylar daha net anlaşılabilir. CMG tasarımındaki parametrelerin birbirleri ile olan ilişkileri Tablo 5'te verilmiştir. Değişkenlerin, cevap fonksiyonundan gelen değerleri değerlendirilmiştir. Cevap eğrisi; değişkenlere ait, yüz doksan dokuz adet nokta için elde edilmiş olan değerlerin, üzerinden geçen matematiksel fonksiyonun interpolasyonla tespit edilerek çizdirilen eğridir. Böylece herhangi bir girdi verisi bu fonksiyona girilerek, çıktılar tahmin edilmiş olmaktadır. Matristeki değerler -1 ve 1 aralığındadır. 1 değeri çok kuvvetli doğrusal ilişkiye işaret ederken -1 değeri ise çok kuvvetli ters ilişkiye işaret etmektedir. 0 ise ilişki olmadığı anlamına gelmektedir.

Bu tablodaki parametreler: P76 – disk yarıçapı, P78 - mil yarıçapı, P86 - dönme hızı, P98 - mil uzunluğu, P100 - disk kalınlığı, P50 - nutasyon, P64 - kinetik enerji, P73 - toplam deformasyon (mm), P84 - kütle, P91 - momentum, P92 kütlesel atalet momenti, P93 - gerilme, P94 - yorulma ömrü, P95 - yorulma emniyet katsayısı, P96 - çözüm süresi, P97 statik emniyet katsayısı, P104 - modal 1. frekans, P105 modal 2. frekans, P106 - modal 3. frekans, P107 - modal 4. frekans, P108 - modal 5. frekans, P109 - modal 6. frekans, P110 - modal 7. frekans, P111 - modal 8. frekans, P112 modal 9. frekans, P115 – ağırlık ve P116 – momenttir.

CMG momentinin disk yarıçapı ile kuvvetli bir doğrusal ilişkiye sahip olduğu görülmektedir. Bunun nedeninin yarıçapı artan diskin kütlesinin artması, beraberinde ağırlığının artması ve neticede de momentin artmasıdır. Mildeki yarıçap artışının ufak olması ve neticede kütle, moment artımının da ufak olması dolayısıyla CMG momentinin mil yarıçapı ile zayıf bir doğrusal ilişkiye sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, milin diski döndürecek torku iletmesi amaçlandığından kütlesindeki artış minimumda tutulmuş ve CMG momentine olan etkisi azalmıştır. Böylelikle CMG momentinin moment kolu ile orta düzeyde bir doğrusal ilişkiye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bununla birlikte momentin artması sonucu cisimdeki gerilme ve dolayısıyla iç enerji olarak depolanan enerjinin artmasından kaynaklı CMG momentinin, iç enerji ile kuvvetli bir doğrusal ilişkiye sahip olduğu anlaşılmıştır.

Aynı zamanda kinetik enerjinin artmasında volanın dönme hızının artması önemli rol oynamaktadır ve bu da CMG momentinin kinetik enerji ile kuvvetli bir doğrusal ilişkiye sahip olduğunu göstermektedir. Artan dönme hızı, volanın momentumunu, artan momentum da volanın taşıyabileceği moment miktarını artırmaktadır. Dolayısıyla CMG momentinin kütle ile çok kuvvetli bir doğrusal ilişkiye sahip olduğu görülmüştür. Hacmi artan bir cismin kütlesinin atması ve neticede de ağırlık ve momentin artmasına dolayısıyla da CMG momentinin hacim ile çok kuvvetli bir doğrusal ilişkiye sahip olmasına yol açmaktadır. Fakat kütlesi artan cismin artan ağırlık momenti neticesinde yapı içerisindeki gerilme ve deformasyonun artmasından ötürü CMG momentinin deformasyon ile zayıf da olsa bir doğrusal ilişkiye sahip olduğu tespit edilmiştir. Kütlesel atalet momentinin artması kütlenin arttığı anlamına gelir. Bu da momentumu artırarak CMG momenti ile momentum arasında kuvvetli bir doğrusal ilişkiye işaret eder. Aynı şekilde kütle artmasıyla birlikte yerçekimi nedeni ile yapının kendi ağırlığının artması ve cisimde yüksek gerilmelere neden olması, CMG momenti ile gerilme arasında kuvvetli bir doğrusal ilişki olduğunu göstermektedir. Lâkin CMG momentinin bütün doğal frekanslarla ters bir iliski icerisinde olduğu ve hatta bu ilişkinin yüksek frekanslarda daha da arttığı gözlemlenmiştir ki bunun nedeninin yapının daha da rijitleşmesi ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. Zira artan moment ile birlikte jiroskopun üreteceği torkun da artması için daha yüksek hızda dönmesi, yapıyı daha kararlı hale getirmiştir. CMG momentinin ağırlık ile yüksek ilişkisi gözükmekte olup sebebi de moment için gereken ağırlığın artırmış olmasıdır.

5.3 Tasarım eğrileri

Pearson matrisi her ne kadar bir ön inceleme için fikir veriyor olsa da, bir tasarımcı için, tasarım eğrilerini kullanmak genel bir pratiktir. Bu nedenle değişkenlerin birbirleri ile olan ilişkileri, cevap fonksiyonu sayesinde elde

Tablo 5. Pearson korelasyon matrisi

	1	I			D10		I	T				I	I	I		I	D10	D10	D10	D10	D10	D10	D11	D11	D11	D11	D11	1
	P76	P78	P86	P98	P10	P50	P64	P73	P84	P91	P92	P93	P94	P95	P96	P97	P10	P10	P10	P10 7	P10	P10	PII	P11 1	2	P11 5	PII	
		_			0	_											-	-	-	-	-	-	-	1	2	5	0	
P76	1.00	0.01	0.06	0.01	0.00	0.60	0.80	0.07	0.87	0.94	0.96	0.88	0.00	0.00	0.28	0.00	0.09	0.17	0.11	0.17	0.14	0.70	0.47	0.91	0.91	0.87	0.77	1.00
D78	-	1.00	-	0.02	-	0.20	0.13	0.26	0.20	-	-	-	0.00	0.00	-	0.00	-	0.16	0.06	0.03	0.02	0.66	0.50	0.05	0.05	0.20	0.18	0.04
170	0.01	1.00	0.02	0.02	0.02	0.20	0.15	0.20	0.20	0.02	0.01	0.08	0.00	0.00	0.36	0.00	0.17	0.10	0.00	0.05	0.02	0.00	0.59	0.05	0.05	0.20	0.10	0.94
P86	0.06	-	1.00	0.02	0.02	0.10	0.10	0.20	0.05	0.30	0.06	0.49	0.00	0.00	0.10	0.00	0.04	-	0.02	0.01	0.01	-	-	-	-	0.05	0.04	0.82
		0.02																0.02				0.05	0.04	0.05	0.05			
P98	0.01	0.02	0.02	1.00	0.05	0.39	0.19	0.22	0.12	0.02	0.01	0.01	0.00	0.00	0.16	0.00	0.09	0.01	0.17	0.01	0.07	0.23	0.65	0.01	0.01	0.12	0.09	0.70
P10	0.00	-	0.02	-	1.00	0.00	0.00	0.04	-	0.02	0.01	0.02	0.00	0.00	0.07	0.00	-	0.02	0.04	-	-	-	0.01	0.01	0.01	-	0.00	0.50
0	0.00	0.02	0.02	0.05	1.00	0.00	0.00	0.04	0.01	0.02	0.01	0.02	0.00	0.00	0.07	0.00	0.08	0.05	0.04	0.09	0.04	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.58
P50	-	0.20	0.10	0.39	0.00	1.00	-	0.54	-	-	-	-	0.00	0.00	0.32	0.00	0.09	0.13	0.17	0.21	0.24	0.42	0.13	0.67	0.67	-	-	0.34
	0.60						0.09		0.32	0.40	0.50	0.40														0.32	0.28	
P64	0.80	0.13	0.10	0.19	0.00	0.09	1.00	0.39	0.96	0.88	0.90	0.70	0.00	0.00	0.49	0.00	0.09	0.11	0.02	0.12	0.10	0.57	0.42	0.52	0.53	0.96	0.85	0.28
D72	0.07	0.26	0.20	-	0.04	0.54	0.20	1.00	0.10	0.16	0.12	0.16	0.00	0.00	0.59	0.00	0.00	0.02	0.00	0.16	0.10	0.15	0.26	0.06	0.06	0.10	0.10	0.10
P75	0.07	0.20	0.20	0.22	0.04	0.54	0.39	1.00	0.19	0.10	0.15	0.10	0.00	0.00	0.58	0.00	0.00	0.02	0.00	0.10	0.19	0.15	0.20	0.00	0.00	0.19	0.19	0.10
P84	0.87	0.20	0.05	0.12	-	-	0.96	0.19	1.00	0.92	0.95	0.73	0.00	0.00	0.28	0.00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.00	0.88	0.04
					0.01	0.32											0.14	0.12	0.04	0.17	0.17	0.54	0.30	0.61	0.61			
P91	0.94	0.02	0.30	0.02	0.02	0.46	0.88	0.16	0.92	1.00	0.97	0.92	0.00	0.00	0.33	0.00	0.10	0.16	0.10	0.17	0.16	0.68	0.45	0.76	0.76	0.92	0.81	0.02
D02	0.06	-	0.06	0.01	0.01	-	0.00	0.12	0.05	0.07	1.00	0.82	0.00	0.00	0.22	0.00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.05	0.84	-
P92	0.90	0.01	0.00	0.01	0.01	0.50	0.90	0.15	0.95	0.97	1.00	0.85	0.00	0.00	0.52	0.00	0.11	0.16	0.10	0.18	0.17	0.70	0.46	0.77	0.78	0.95	0.84	0.08
P93	0.88	-	0.49	0.01	0.02	-	0.70	0.16	0.73	0.92	0.83	1.00	0.00	0.00	0.32	0.00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.73	0.65	-
		0.08				0.40											0.05	0.17	0.12	0.11	0.11	0.05	0.45	0.82	0.82			0.14
P94	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.20
D05	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-
F 95	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.26
P96	0.28	-	0.10	0.16	0.07	0.32	0.49	0.58	0.28	0.33	0.32	0.32	0.00	0.00	1.00	0.00	0.08	-	0.06	0.09	0.15	-	-	-	-	0.28	0.24	-
		0.30																0.16				0.51	0.47	0.19	0.19			0.32
P97	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.38
P10	-	-	0.04	0.00	-	0.00	-	0.00	-	-	-	-	0.00	0.00	0.08	0.00	1.00	-	0.06	-	0.26	-	-	0.04	0.04	-	-	-
4	0.09	0.17	0.04	0.09	0.08	0.09	0.09	0.00	0.14	0.10	0.11	0.05	0.00	0.00	0.08	0.00	1.00	0.29	0.00	0.13	0.20	0.07	0.13	0.04	0.04	0.14	0.10	0.56
P10	-	0.16	-	0.01	0.03	0.13	-	0.02	-	-	-	-	0.00	0.00	-	0.00	-	1.00	-	0.04	0.08	0.23	0.18	0.18	0.18	-	-	-
P10	0.17		0.02				0.11		0.12	0.10	0.10	0.17			0.10		0.29		0.24				_			0.12	0.12	-
6	0.11	0.06	0.02	0.17	0.04	0.17	0.02	0.00	0.04	0.10	0.10	0.12	0.00	0.00	0.06	0.00	0.06	0.24	1.00	0.03	0.07	0.05	0.04	0.12	0.12	0.04	0.00	0.68
P10	-	0.03	0.01	-	-	0.21	-	0.16	-	-	-	-	0.00	0.00	0.09	0.00	-	0.04	0.03	1.00	-	0.16	0.12	0.12	0.12	-	-	-
7	0.17	0.05	0.01	0.01	0.09	0.21	0.12	0.10	0.17	0.17	0.18	0.11	0.00	0.00	0.07	0.00	0.13	0.04	0.05	1.00	0.05	0.10	0.12	0.12	0.12	0.17	0.12	0.74
P10	-	0.02	0.01	0.07	-	0.24	-	0.19	- 0.17	-	- 0.17	-	0.00	0.00	0.15	0.00	0.26	0.08	0.07	-	1.00	0.11	0.03	0.07	0.07	- 0.17	-	-
P10	-		_	_	-		-		-	-	-	-			-		-			0.05						-	-	- 0.80
9	0.70	0.66	0.05	0.23	0.01	0.42	0.57	0.15	0.54	0.68	0.70	0.65	0.00	0.00	0.51	0.00	0.07	0.23	0.05	0.16	0.11	1.00	0.88	0.63	0.63	0.54	0.48	0.86
P11	-	0.59	-	-	0.01	0.13	-	0.26	-	-	-	-	0.00	0.00	-	0.00	-	0.18	-	0.12	0.03	0.88	1.00	0.45	0.46	-	-	-
0	0.47	0.57	0.04	0.65	0.01	0.15	0.42	0.20	0.36	0.45	0.46	0.45	0.00	0.00	0.47	0.00	0.13	0.10	0.04	0.12	0.05	0.00	1.00	0.45	0.40	0.36	0.31	0.92
P11	-	0.05	-	-	0.01	0.67	-	0.06	-	-	-	-	0.00	0.00	-	0.00	0.04	0.18	0.12	0.12	0.07	0.63	0.45	1.00	1.00	-	-	-
P11	-0.91		-	-											-												-	0.98
2	0.91	0.05	0.05	0.01	0.01	0.67	0.53	0.06	0.61	0.76	0.78	0.82	0.00	0.00	0.19	0.00	0.04	0.18	0.12	0.12	0.07	0.63	0.46	1.00	1.00	0.61	0.55	1.00
P11	0.87	0.20	0.05	0.12	-	-	0.96	0.19	1.00	0.92	0.95	0.73	0.00	0.00	0.28	0.00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.00	0.88	
5		5.25	5.05	5.12	0.01	0.32	0.20						0.00	0.00	5.20	0.00	0.14	0.12	0.04	0.17	0.17	0.54	0.36	0.61	0.61			
P11 6	0.77	0.18	0.04	0.09	0.00	- 0.28	0.85	0.19	0.88	0.81	0.84	0.65	0.00	0.00	0.24	0.00	- 0.10	- 0.12	0.00	- 0.12	- 0.24	- 0.48	- 0.31	- 0.55	- 0.55	0.88	1.00	
						0.20											0.10	0.12		0.12	0.24	0.40	0.51	0.55	0.55			

edilmektedir. Tahmin yeteneği iyi bir cevap fonksiyonundan elde edilen çıktılar ile DOE noktalarından elde edilen değerlerin birbirlerine mümkün olduğunca eşit olması beklenmektedir. Bu ilişki Şekil 6'da verilen kıyaslama ile rahat bir biçimde görülebilmektedir. Eksenler normalize edilmiş değerlerden oluşmaktadır.

Şekilden görüleceği üzere oluşturulan fonksiyon, 1-4'üncü modal frekanslar haricinde tüm parametrelerin tahmininde DOE noktaları üzerinde üstün başarıya sahiptir. Normalize edilmiş eksenin 1 değeri civarında modal frekansların tahmininde bu başarının düştüğü görülmektedir. Bunun nedenini daha iyi görebilmek üzere, fonksiyonların tahmin performansını değerlendirmenin bir diğer yolu olan hata analizi gerçekleştirilmiştir (Tablo 6).

Tablo 6'da R ile verilenler korelasyon olup -1 ile 1 arasında değer almaktadır, birimi yoktur. MSE, hata karelerinin ortalaması, RMSE, ise MSE'nin karekökü, MAE ise mutlak hatanın ortalamasıdır. RMSE, MAE değerlerinin sıfıra yakın olması istenir. R'nin birimi yoktur. RMSE incelenen veri ile aynı birimdeyken MAE ise yüzde birimindedir. Bu bilgiler ışığında Tablo 6'da verilen değerler incelendiğinde, determinant katsayısı olarak adlandırılan R^2 değerlerinin pozitif 1'e yakın olması, fonksiyonun tahmin ettiği değerler ile DOE noktaları arasında kuvvetli bir ilişkinin olduğunu teyit etmektedir. RMSE değerlerini sıfıra yakın olması da tahmindeki ortalama hata değerlerinin azlığını göstermektedir. Ancak modal frekansların ilk dört âdeti yapının kısıtı olmayan serbestlik derecelerini uyarmış

Tablo 6. Cevap fonksiyonunun performans kriterleri

	R^2	RMSE	MAPE
		(birim)	(%)
Nutasyon (°)	0.985	1.976	1.163
Kinetik enerji (j)	0.995	6.90	6.657
Hacim (mm ³)	0.999	3.40	3.116
Toplam deformasyon (mm)	0.99	2.37	9.699
Kütle (kg)	0.999	2.713	3.116
Atalet momenti (kg.m ²)	0.999	0.338	3.432
Gerilme (Pa)	1	2.35	5.95
Yorulma ömür (çevrim)	1	1.90	2.48
Yorulma EK	1	0.22	2.43
Hesaplama süresi (s)	1	7.67	5.56
Statik EK	1	0.14	2.38
Moment (kgm ² /s ²)	1	1.2	8.17
Frekans. mod 1 (hz)	1	0	8.22
Frekans. mod 2 (hz)	0.97	0	215.51
Frekans. mod 3 (hz)	1	0	6.04
Frekans. mod 4 (hz)	0.99	0	114.43
Frekans. mod 5 (hz)	0.99	0	51.65
Frekans. mod 6 (hz)	1	269.92	5.22
Frekans. mod 7 (hz)	1	302.19	5.03
Frekans. mod 8 (hz)	1	358.44	4.5
Frekans. mod 9 (hz)	1	365.29	4.02

olduğundan dolayı 1 ile 0 arasında sıfıra çok yakın değere sahiptir. 1-0 arasındaki değerler çok küçük olduğu için tahminde çok ufak bile olsa herhangi bir sapma, yüzde olarak hata miktarını artırmaktadır. Bu durum beklenmedik bir sonuç değildir.

Cevap fonksiyonu sayesinde elde edilen eğriler Şekil 7-11'de verilmiştir. Parametreler, serideki mutlak değerce maksimum olan değere bölünmek suretiyle normalize edilmişlerdir. Böylece bütün parametreler aynı grafik üzerinde takip edilebilmektedir. Parametrelerin mil uzunluğu ile ilişkisi Şekil 7'de verilmişken, mil çapı ile olan ilişkisi Şekil 8'de, volan dönüş hızı ile ilişkisi Şekil 9'da, volan başlangıç dönüş hızı ile ilişkisi Şekil 10'da ve disk kalınlığı ile ilişkisi Şekil 11'de verilmiştir. Bu ilişkiler cevap fonksiyonu kullanılarak elde edilmiş olup, birbirlerine bağlı oldukları için bir bütün halinde değerlendirilmelidir.

Şekil 7'den mil uzunluğu artarken yorulma ömrü ve emniyet katsayısının düştüğü görülmektedir. Bu durum şaşırtıcı değildir, zira artan uzunluk yapıda daha fazla moment oluşturmakta bu da daha fazla gerilmeye neden olmaktadır. Artan gerilme ise yapının yorulma dayanımını azaltmaktadır. Aynı davranış statik emniyet katsayısındaki değişimde de görülmüştür. Moment eğrisi ile ağırlık eğrisi beklendiği gibi aynı şekle sahiptir. Birinci ve ikinci modal frekanslar, artan mil uzunluğu ile daha da azalmıştır. Diğer frekanslar ise birbirleri ile aynı desende fakat farklı değerlerde ve değişken bir davranışa sahiptir. Bunun nedeni yapının rijitliğindeki değişimdir.



Şekil 6. Oluşturulan cevap fonksiyonunun yaptığı tahminler ile hesaplanan noktalardan elde edilen değerlerin kıyaslanması



Şekil 7. (a) Parametrelerin mil uzunluğu ile ilişkisi (b) devam



Şekil 8. (a) Parametrelerin mil uzunluğu ile ilişkisi (b) (devam)

Şekil 8'den mil yarıçapı artarken yorulma ömrü ve emniyet katsayısının düştüğü görülmektedir. Bu durum şaşırtıcı değildir zira artan uzunluk, artan kütle nedeni ile yapıda daha fazla moment oluşturmakta bu da daha fazla gerilmeye neden olmaktadır. Artan gerilme ise yapının yorulma dayanımını azaltmaktadır. Aynı davranış statik emniyet katsayısındaki değişimde de görülmüştür. Moment eğrisi ile ağırlık eğrisi beklendiği gibi aynı şekle sahiptir. Birinci, üçüncü ve dördüncü modal frekanslar, artan mil yarıçapı ile daha da artmıştır. Diğer frekanslar ise birbirleri ile aynı desende ve artan bir davranışa sahiptir. Bunun nedeni artan mil yarıçapı, kütle artmasına ve yapının rijitliğindeki artmaya sebep olmaktadır. Modal frekansların harmonik bir değişime sahip olduğu görülememekte ancak hissedilmektedir. Çünkü eğri tepeleri bir bütün halinde görülememekte, kısmen görülmektedir.



Şekil 9. (a) Parametrelerin mil uzunluğu ile ilişkisi (b) (devam)

Artan dönüş hızının, gerilmeyi, momentumu, enerjiyi ve deformasyonu artırdığı Şekil 9'dan görülmektedir. Bu nedenle yorulma ömrü, yorulma emniyet katsayısı, statik emniyet katsayısı, gerilme değerleri azalmaktadır. Modal frekanslar birbirleri ile farklı olmakla birlikte, harmonik bir değişime sahiptirler. Bir başlangıç şartı olarak dönüş hızının, yapının mekanik cevabı üzerindeki etkilerini görebilmek için Şekil 10'da verilen inceleme de yapılmıştır.



Şekil 10. (a) Parametrelerin mil uzunluğu ile ilişkisi (b) (devam)



Şekil 11. (a) Parametrelerin mil uzunluğu ile ilişkisi (b) (devam)

Başlangıç hızının büyük olması, gerilmeyi artırmakta iç enerji, yorulma ömrü, yorulma emniyet katsayısı, statik emniyet katsayısını azaltmaktadır. Momenti ise azaltmıştır. Modal frekanslardaki değişim ise hem harmonik bir desene hem de artma değişimine sahiptir.

Şekil 11'de volan kalınlığının artmasıyla, enerjinin azaldığı, diğer tüm parametrelerin arttığı görülmektedir. Modal frekanslar ise birbirleri ile farklı ancak harmonik bir değişime sahiptir. Çözüm süresinin kalıklık hariç tüm parametrelerde, artan değerler ile birlikte azaldığı sadece artan kalınlık ile sürenin de arttığı görülmüştür. Artan kalınlık meshleme esnasında daha fazla eleman oluşmasnına yol açmaktadır. Bu da sonlu eleman metodunun doğarı gereği hesaplanacak denklem ve değişken sayısını artırmaktadır.

Parametreler, serideki maksimum değere bölünmek suretiyle normalize edilmişlerdir. Böylece bütün parametreler aynı grafik üzerinde takip edilebilmektedir. Her bir şekil elde edilirken parametrelerin normalizasyonunda kullanılan maksimum değerleri Tablo 7'de verilmiştir.

Tablo 7. Parametreleri normalize ederken kullanılanmaksimum değerler

	Şekil 07	Şekil 08	Şekil 09	Şekil 10	Şekil 11
Nütasyon (<i>ø</i>)	37.57	136.06	358.20	-61.73	119.34
Enerji (J)	533.80	-591.37	317.13	-824.96	-968.77
Kütle (kg)	50.63	21.71	23.19	21.71	30.36
Toplam deformasy on (mm)	147.68	245.74	501.12	124.38	162.66
Kütle (kg)	50.63	21.71	23.19	21.71	30.36
Momentu m (kgm²/s) Atalet	0.00	0.00	2623.04	0.00	0.00
momenti (kgm ²)	6.68	2.50	2.62	2.23	3.97
Gerilme (MPa)	261.79	-163.21	223.74	151.74	183.64
Yorulma ömrü (çevrim)	1426768.7 8	1408333.6 0	1408333.6 0	1408333.6 0	1552723.
Yorulma E.K.	10.79	19.83	12.65	16.21	13.71
Çözüm süresi (sn)	220.18	211.20	211.20	211.20	544.42
Statik E.K	20.13	20.72	20.10	19.89	19.91
Hacim (mm ³)	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
Mod 1(Hz)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Mod 2(Hz)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Mod 3(Hz)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Mod 4(Hz)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Mod 5(Hz)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Mod 6(Hz)	5044.19	18926.13	1358.66	585.40	1619.23
Mod 7(Hz)	6393.96	22935.14	3247.06	2254.89	2988.69
Mod 8(Hz)	6691.35	16350.01	-2361.42	4861.54	6050.19
Mod 9(Hz)	7507.75	19868.92	-2555.40	5660.64	11681.98
Ağırlık (N)	496.68	213.00	227.53	213.00	297.85
Moment (kgm ² /s ²)	0.50	0.21	0.23	0.21	0.30

5.4 Optimum değerler

Tablo 8'de optimizasyon sonrasında elde edilen optimum parametreler gösterilmektedir. Bununla birlikte önerilen bu değerlerin imal edilebilir olabilmesi hem maliyet hem de üretim hız açısından önemlidir.Bu nedenle değerler, yuvarlanarak imal edilmesi, temin edilmesi daha kolay standart boyutlara getirilmiştir. Bu değerlerin simülasyonda tekrar kullanılması ile yapılan doğrulamalar Tablo 8'de verilmiştir.

Tablo 8. Optimizasyon sonunda elde edilen parameti
--

1 2		1
Giriş değişkenleri	Optimum	İmâl edilebilir
Mil uzunluğu <i>R</i> (mm)	30.98	30.00
Disk yarıçapı (mm)	264.84	265.00
Disk kalınlık (mm)	12.23	12
Mil yarıçapı (mm)	30.98	30.00
Açısal hız. Ω (rad/s)	396.72	400.00
Çıkış değişkenleri		
Enerji (J)	56659.23	58400
Nütasyon (°)	0.43	0.41
Kütle (kg)	21.89	21.45
Hacim (mm ³)	2788315.333	2732243.131
Toplam deformasyon (mm)	36.90	35.38
Momentum $ L $ (kgm ² /s)	289.80	292
Kütlesel atalet momenti (kgm2)	0.72	0.73
Gerilme (MPa)	102.78	106.46
Yorulma ömrü (Çevrim)	124568	1088475
Yorulma E.K.	1.596	1.786
Statik E.K.	5.112	5.605
Hacim (m ³)	0.00278	0.00273
Mod 1 (Hz)	0	0
Mod 2 (Hz)	0	0
Mod 3 (Hz)	0	0
Mod 4 (Hz)	0	0
Mod 5 (Hz)	0	0.002
Mod 6 (Hz)	236.88	546.564
Mod 7 (Hz)	238.12	522.626
Mod 8 (Hz)	346.76	1116.749
Mod 9 (Hz)	362.69	1975.187
Ağırlık (N)	514.76	2210.35
Moment $\sum M _{y}$ (Nm)	6.65	6.31
Hesaplama süresi (sn)	115.00	87.38

Optimum değerler uygulandığında elde edilecek CMG'nin geometrisi Şekil 12'de verilmiş ve bu geometri kullanılarak yapılan çözüm neticesinde elde edilen gerilme ve deformasyon sonuçları ise Şekil 13'te verilmiştir.



Şekil 22. Optimum CMG'nin şekli

Gerilme dağılımının beklendiği gibi polar doğrultuda bir şekle sahip olduğu görülmektedir. Oluşan gerilme akma sınırının çok altında olmasına rağmen, yorulma açısında da en az 1.2 kat emniyeti sağlayabilmek üzere 45.572 MPa değerindedir, Bu gerilme değeri statik olarak 5.605 kat emniyetli ise de yorulma hali için 1.786 kat emniyet sağlayabilmektedir. Gerilmenin maksimum değerinin mil ile disk bağlantısında oluştuğu görülmektedir.



Şekil 33. Gerilme dağılımı

Şekil 14'te tasarlanan sistemin modal frekanslarında tahrik edilmeleri halinde alacakları deformasyon şekilleri verilmiştir. Mod 5, diskte çapsal biçim değişmesine yol açarken, mod 9 ise eksenel yönde deformasyon yapacağını göstermektedir.





Tablo 9.	Optimum	CMG'nin	serbest	sönümlü	titreșim
frekansları					

Modlan	Frekans (Hz)		
woodar	Başlangıçta	Optimum	
1	0.0001	0.0001	
2	0.00018	0.0002	
3	0.00019	0.0002	
4	0.0002	0.0003	
5	0.0025	0.0025	
6	128.759	546.564	
7	389.426	522.626	
8	565.105	1116.749	
9	789.056	1975.187	
10	1010.45	2210.350	

5.5 Tartışma

Bu çalışmada dinamik analiz yoluyla jiroskopik torkun hesaplanması sağlanmıştır. Jiroskopik tork, mekanik sistemlerde dönen cisimlere, dönme eksenleri haricindeki eksenlerden birinden verilen yalpalama hızı sayesinde oluşan bir momenttir. Mekanik modelleme esnasında yükün yanı sıra sınır şartları da bu simülasyonlarda tork elde edilebilmesi için çok önemlidir. Bu çalışmada diskin rotora ve rotorun zemine mekanik bağlantısını oluşturan serbestlik dereceleri ve kısıtlar açıkça verilmiştir. Dinamik simülasyonlar, rijit veya esnek olmak üzere gerçekleştirilmektedir. Rijit cisim esaslı analizlerde sadece yatak ve bağlantılardaki yük, yer değiştirme, hız ve ivme bilgileri elde edilebilirken esnek cisim esaslı analizlerde ise ilave olarak gerilme, şekil değiştirme, enerji gibi yapısal sonuçlar da elde edilebilmektedir. Simülasyonlar sonlu eleman yöntemi esaslı analizlerdir.

Sonuçta bir mekanik jiroskopta kullanılmak üzere tasarlanan disk biçimli volanın optimum boyutları tespit edilmiştir. Tasarım esnasında optimizasyon yöntemi kullanılmış olup, dönme hızı, nutasyon, kinetik enerji, toplam ver değiştirme, kütle, momentum, kütlesel atalet momenti, yorulma, gerilme, titreșim ve moment değerlendirilmiştir. Simülasyonlardan elde edilen sonuçlar analitik hesaplama ile doğrulanmıştır. Başlangıçta disk kalınlığı 10 mm, yarıçapı 100 mm, rotor çapı 20 mm, uzunluğu 115 mm iken optimum rotor uzunluğu 30mm, rotor yarıçapı 30 mm olup disk yarıçapın 265 mm, kalınlığı 12 mm ve işletme hızı 400 rad/s olmaktadır. Başlangıçtaki değerlere kıyasla optimum olarak hesaplanan değerlerin arttığı görülmekle birlikte, bu değerlerin bu çalışmadaki optimizasvona girilen farklı amaclara hizmet eden değerler olduğu da gözden ırak tutulmamalıdır. Nihayetinde enerji sarfiyatının en az olması, torkun en fazla olması, yapının yorulma yüklemelerine karşı 1.786 kat emniyetli olması, işletme hızına ulaşıncaya kadar diskin rezonansa girmeyeceği garantilenmiştir. Optimizasyon sonunda doğal frekanslarda artma gözlemlenmiştir. Xiu'nun ifade ettiği gibi bu da optimize edilmiş çerçevenin dinamik özelliklerinin büyük ölçüde iyileştirildiğini göstermektedir [25]. Yapısal analizler diskte oluşan gerilmelerin en fazla 45.572 MPa
olduğu ve bu hali ile de izin verilen sınır altında kaldığını göstermiştir. Bu hali ile disk üzerindeki gerilme dağılımı izin verilen sınırların altındadır [25-27].

Parametrelerin birbirleri ile ilişkisine bakıldığında rotor uzunluğu artınca esneklik artmış ve sonuçta da jiroskopik moment arttırmıştır. Bu sonuç Heydari ve Khorram tarafında da sunulmaktadır [28]. Ancak beraberinde serbest titreşim frekansı düşmektedir. Bu tespit Zhang vd. tarafından da ifade edilmiştir [12]. Bu beklenen bir sonuçtur zira uzunluk artmasıyla birlikte yapının gerek eksenel gerekse de dönmeye karşı yapısal direngenliği azaltmaktadır [29].

CMG tasarımlarının yüksek hassasiyetli simülasyonu karmaşık elektromekanik cihazın hızlı ve yüksek kalitede geliştirilmesine olanak tanımaktadır. Aynı zamanda optimum çalışma özellikleri elde edilebilmektedir. Tüm bu yönler, cihaz üretiminin temelini oluşturmaktadır [30].

Üzerinde 5 kg yük bulunan ve 17.5 kg kütlesindeki iki tekerlekli bir bisikletin otonom sürüşünü sağlayabilmek için dengeleme amaçlı olarak kullanılacak bir CMG'nin 30Nm'lik tork gereksinimine sahip olacağı dinamik simülasyon neticesinde bildirilmiştir [31]. 20.5 kg kütleli bir bisiklet tekerleğini dengelemek için 9.25 Nm reaktif jiroskopik tork gerekeceği analitik formüllerle hesaplanmıştır [26]. Mevcut çalışma ile elde edilen optimum volanın, bir CMG şasisine montaj edilerek mekanik dengeleme sağlamak üzere yapısal parça olarak kullanımı konusunda gelecek çalışma konusu potansiyeline sahiptir.

6 Sonuçlar

Esnek cisim dinamik simülasyonu ve optimizasyon yöntemleri kullanılarak bir CMG'nin mekanik tasarımı yapılmıştır. Ağırlık torkunu dengeleme esasına göre çalışan, tek volanlı mekanik jiroskopun hareketine ilişkin yapısal esnek dinamik cevaplar, klasik (Newtonian) mekaniği esaslı incelenmiştir. Parametrelerin birbirleri ile olan ilişkileri cevap fonksiyonu sayesinde elde edilmiştir. Elde edilen temel çıkarımlar aşağıda sıralanmıştır.

- Cevap fonksiyonu ve Pearson matrisi sayesinde, jiroskopik torkunun oluşumunda, volan yarıçapının, kinetik enerjinin, kütlenin, momentumum, kütlesel atalet momentinin ve gerilmenin doğru orantılı olduğu bununla birlikte modal frekansların ise ters orantılı olduğu görülmüştür.
- Optimum volan mil uzunluğunun 30mm, mil yarıçapının 30 mm, volan yarıçapının 265 mm, volan kalınlığının 12 mm ve işletme hızının ise ω=400 (rad/s) olacağı tespit edilmiştir. Bu boyutlar ile φ'nin ve enerji sarfiyatının en az olması, torkun en fazla olması, yapının yorulma yüklemelerine karşı 1.786 kat emniyetli olması, böylece bir milyon çevrim sayısının üzerinde ömre sahip olması sağlanmıştır.
- Optimum CMG'nin doğal frekansları, başlangıçtaki değerleri ile kıyaslandığında daha üst değerlere kaydığı, sıfırdan farklı ilk frekansın bile ω=400 (rad/s) frekansından daha büyük olduğu görülmüştür.

 Gerilmenin en fazla mil, disk bağlantısında oluştuğu görülmüştür. Bağlantının keskin köşesinde yuvarlatma yapılarak gerilmenin azaltılması mümkündür. Uygun yuvarlatma yarıçapının tespiti ise bu çalışmanın müteakibinde yapılması planlanan bir başka çalışmadır.

Teşekkür

Bu çalışmanın inceleme ve değerlendirme aşamasında yapmış oldukları değerli katkılardan dolayı emeği geçenlere içten teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan eder.

Benzerlik oranı (iThenticate): %3

Kaynaklar

- [1] F.A. Leve, B.J. Hamilton, and M.A. Peck, Spacecraft momentum control systems, Springer, Cham, Springer-Verlag GmbH, Heidelberg, 2015.
- [2] L. Arena, F. Piergentili, and F. Santoni, Design, manufacturing, and ground testing of a control-moment gyro for agile microsatellites. Journal of Aerospace Engineering, 30(5), 2017. https://doi.org/10.1061/(ASCE)AS.1943-5525.0000754.
- [3] J. Gagne, et al., Gyrolock: Stabilizing the heart with control moment gyroscope (cmg)—from concept to first in vivo assessments. IEEE Transactions on Robotics, 28(4): p. 942-954, 2012. https://doi.org/10.1109/TRO.2012.2188162.
- [4] B. Thornton, et al., Zero-g class underwater robots: Unrestricted attitude control using control moment gyros. IEEE Journal of Oceanic Engineering, 32(3): p. 565-583, 2007. https://doi.org/10.1109/JOE.2007.899274.
- [5] Y. Zhu, et al., Adaptive control of a gyroscopically stabilized pendulum and its application to a singlewheel pendulum robot. Mechatronics, IEEE/ASME Transactions on, 20: p. 2095-2106, 2015. https://doi.org/10.1109/TMECH.2014.2363090.
- [6] D.R. Taur and J.S. Chern, Rolleron dynamics in missile applications, in 718-733. p. 718-733, 1999.
- T. Xiu, et al., Structural engineering analysis for a control moment gyroscope framework. Journal of Physics: Conference Series, 2021 International Conference on Mechanical Engineering, Intelligent Manufacturing and Automation Technology (MEMAT 2021), Gulin, 1939(012119), 2021. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1939/1/012119.
- [8] S. Zheng, et al., Power consumption reduction for magnetic bearing systems during torque output of control moment gyros. IEEE Transactions on Power Electronics, 32(7): p. 5752-5759, 2017. https://doi.org/10.1109/TPEL.2016.2608660.
- [9] J. Fang, S. Zheng, and B. Han, Amb vibration control for structural resonance of double-gimbal control

moment gyro with high-speed magnetically suspended rotor. IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, 18(1): p. 32-43, 2013. https://doi.org/10.1109/TMECH.2011.2161877.

- [10] B. Han, et al., Design, modeling, fabrication, and test of a large-scale single-gimbal magnetically suspended control moment gyro. IEEE Transactions on Industrial Electronics, 62(12): p. 7424-7435, 2015. https://doi.org/10.1109/TIE.2015.2459052.
- [11] F. Liu, et al., The optimization design with minimum power for variable speed control moment gyroscopes with integrated power and attitude control. Aerospace Science and Technology, 88: p. 287-297, 2019. https://doi.org/10.1016/j.ast.2019.03.028.
- [12] Y. Zhang, J. Tang, and X. Xu, Modal analysis and multidisciplinary optimization of disk-shaped rotor in mscmg. International Journal of Mechanical Sciences, 226: p. 107387, 2022. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2022.107387.
- S. Pan, et al., Coupled dynamic modeling and analysis of the single gimbal control moment gyroscope driven by ultrasonic motor. IEEE Access, 8: p. 146233-146247, 2020. https://doi.org/10.1109/ACCESS.2020.3012694.
- [14] İ. Kacar, M.A. Eroğlu, and M.K. Yalçın, Design and development of an autonomous bicycle. Nigde Omer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences, 10(1): p. 364-372, 2021. https://doi.org/10.28948/ngumuh.628580.
- [15] Ansys, Theory manual version 9.0. ANSYS Inc.: Canonsburg, PA, USA., 2004.
- [16] E. Bulut, et al., A new approach for battery thermal management system design based on grey relational analysis and latin hypercube sampling. Case Studies in Thermal Engineering, 28: p. 101452, 2021. https://doi.org/10.1016/j.csite.2021.101452.
- [17] D. Clifford, et al., Pragmatic soil survey design using flexible latin hypercube sampling. Computers & Geosciences, 67: p. 62-68, 2014. https://doi.org/10.1016/j.cageo.2014.03.005.
- [18] J. Roshanian and M. Ebrahimi, Latin hypercube sampling applied to reliability-based multidisciplinary design optimization of a launch vehicle. Aerospace Science and Technology, 28(1): p. 297-304, 2013. https://doi.org/10.1016/j.ast.2012.11.010.
- [19] M. Mieczkowski, P. Furmański, and P. Łapka, Optimization of a microchannel heat sink using entropy minimization and genetic aggregation algorithm. Applied Thermal Engineering, 191: p. 116840, 2021. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2021.116840.
- [20] S. Wang, et al., Optimization investigation on configuration parameters of spiral-wound heat exchanger using genetic aggregation response surface and multi-objective genetic algorithm. Applied

Thermal Engineering, 119: p. 603-609, 2017. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.03.100.

- [21] K. Bot, A. Ruano, and M.G. Ruano, Forecasting electricity demand in households using moga-designed artificial neural networks. IFAC-PapersOnLine, 53(2): p. 8225-8230, 2020. https://doi.org/10.1016/j.ifacol.2020.12.1985.
- [22] L. Kumar, K. Kumar, and D. Chhabra, Experimental investigations of electrical discharge micro-drilling for mg-alloy and multi-response optimization using mogaann. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 38: p. 774-786, 2022. https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2022.06.014.
- [23] S. Selvakumar and R. Ravikumar, A novel approach for optimization to verify rsm model by using multiobjective genetic algorithm (moga). Materials Today: Proceedings, 5(5, Part 2): p. 11386-11394, 2018. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.02.106.
- [24] C. Korkmaz and İ. Kacar, Hesaplamalı akışkanlar dinamiği simülasyonları için optimum ağ elemanı yapısının belirlenmesi, in Tarımsal mekanizasyon ve enerji üzerine güncel araştırmalar, O.G. Deniz Yılmaz, Önder Uysal, Mehmet Emin Gökduman, Ahmet Süslü, Editor. Akademisyen Yayinevi: Ankara, p. 109-125, 2021.
- [25] T. Xiu, et al., Structural engineering analysis for a control moment gyroscope framework. Journal of Physics: Conference Series, 1939: p. 012119, 2021. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1939/1/012119.
- [26] A. Ahmed, et al., Design and analysis of gyro wheel for stabilization of a bicycle. International Journal for Scientific Research & Development, 4(04): p. 349-351, 2016.
- [27] Z. He, et al. Multi-physics coupling and thermal network analysis of mscmg. in 2022 China Automation Congress (CAC), pp. 4544-4548, 2022.
- [28] H. Heydari and A. Khorram, Effects of location and aspect ratio of a flexible disk on natural frequencies and critical speeds of a rotating shaft-disk system. International Journal of Mechanical Sciences, 152: p. 596-612, 2019. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019. 01.022.
- [29] H. Goldstein, Classical mechanics, Addison-Wesley Publishing Company, 1980.
- [30] T. Kostyuchenko and N. Indygasheva, Computer-aided design system for control moment gyroscope. MATEC Web Conf., 158: p. 01021, 2018.
- [31] İ. Kacar, M.A. Eroğlu, and M.K. Yalçın, Design and development of an autonomous bicycle. Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 10(1): p. 364-372, 2021. https://doi.org/10.28948/ngumuh.628580.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 950-956



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Design and stress analysis of wider lateral lumbar interbody fusion (LLIF) cages: A finite element study

Daha geniş lateral lumbar interbody füzyon (LLIF) kafeslerinin tasarımı ve stres analizi: Bir sonlu eleman çalışması

Meltem Eryildiz^{1,*} 🗓

¹ Beykent University, Department of Mechanical Engineering, 34398, Istanbul, Türkiye

Abstract

It is important to better understand the impact of intervertebral cage material and design on the stress distribution in vertebral bodies to aid eliminate complications like subsidence and improve performance after lumbar interbody fusion. In this study, the cage materials of PLA, PEEK, titanium, and stainless steel were compared using a finite element model of the L3-L4 motion segment. Strain and stress were measured in the vertebra and cage when the model was loaded in axial compression, flexion, and torsion. Additionally, a wider cage designed to conform to the vertebral endplates could potentially evenly distribute and reduce the overall stress at the endplates. The wider cages increased the area in contact with the bone, distributing the stress more evenly and providing a potential way to decrease the danger of subsidence. Such cages could be manufactured by additive manufacturing.

Keywords: Spinal cage, 3D design, Interbody fusion, FEM, Finite element, LLIF cage

1 Introduction

Patients experience spinal injuries more frequently as a result of accidents or improper athletic activity positions. One of the most frequent injuries is the loss or reduced function of the spinal disc, which supports the spine and maintains foraminal height. The patient's mobility may be hampered by degenerative lumbar spinal stenosis, which is caused by this damage and narrowing of the spinal canal [1]. The first line of treatment is conservative; however, when conservative care fails to relieve a patient's symptoms, surgery is recommended, depending on the degree of the degenerating cervical disc [2].

Treatment for a number of spinal diseases frequently involves lumbar interbody fusion (LIF). This method avoids the need to damage the posterior spinal column while also enabling wide disc space exposure for the implantation of a large interbody graft, faster surgery times, reduced blood loss, and indirect decompression of neurological tissue [3]. Good to outstanding clinical results and few surgical risks are achieved with this technic in terms of stabilization and robust spinal fusion. In this LIF surgery, a cage between two vertebrae is implanted and filled with bone or a bone

Öz

Lateral Lumbar Interbody Füzyon operasyonu sonrası çökme gibi komplikasyonları ortadan kaldırmaya ve performansı artırmaya yardımcı olmak için intervertebral kafes malzemesinin ve tasarımının omur gövdelerindeki stres dağılımı üzerindeki etkisini daha iyi anlamak oldukça önemlidir. Bu çalışmada PLA, PEEK, titanyum ve paslanmaz çelik kafes malzemeleri, L3-L4 omur segmentinin sonlu elemanlar modeli kullanılarak karşılaştırılmıştır. Model eksenel bası, eğme ve dönme momentinde yüklendiğinde omur ve kafeste gerinim ve gerilim değerleri ölcülmüstür. Ayrıca, vertebral plakalara uyacak şekilde tasarlanmış daha geniş bir kafes, potansiyel olarak plakalardaki genel gerilimi eşit şekilde dağıtabilir ve azaltabilir. Daha geniş kafesler, kemikle temas halindeki alanı arttırarak, stresi daha eşit dağıtmıştır ve çökme tehlikesini azaltmak için potansiyel bir yol sağlamıştır. Bu tür kafesler eklemeli imalat ile üretilebilir.

Anahtar kelimeler: Omur kafesi, 3B tasarım, Vücutlar arası füzyon, FEM, Sonlu elemanlar, LLIF kafes

substitute to enable this fusion. The cage's subsidence and potential post-surgical cage migration are its principal drawbacks. These two factors are influenced by the cage's design and material characteristics. This operation is still widely used today despite technical advancements over the years, therefore enhancing fusion rates and clinical outcomes will require alterations to implant design and material [2, 4] Cages need to be strong enough to withstand the lumbar spine's in vivo loads. These implants should also have enough surface area to prevent disc height loss after surgery and to resist subsidence into the vertebral bodies [5].

For LIF surgeries, there are four primary surgical strategies (Figure 1). The tough decision of which surgical technique to choose for the spine is frequently influenced by the definite diagnosis, the surgeon's training, and/or their prior expertise with a certain approach. ALIF cages often best match the overall footprint of the vertebral body because this method allows access to the disc area. The medial-lateral (M-L) dimension of LLIF cages can be significantly larger than ALIF cages, allowing the implant to rest on the lateral portions of the apophyseal ring. LLIF cages are narrower than ALIF cages in the anterior-posterior (A-P) dimension.

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: meltemeryildiz@beykent.edu.tr (M. Eryıldız) Geliş / Recieved: 06.02.2023 Kabul / Accepted: 23.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1248442

PLIF cages typically have the smallest footprints. However, they are designed to be used in pairs. TLIF cages are usually curved to match the anterior form of the vertebral body and are typically larger than a single PLIF cage as shown in Figure 1 [5].



Figure 1. The various surgical approaches to the intervertebral disc space. Arrows show the direction of implantation

LLIF provides a number of benefits over other techniques because of its lateral approach strategy and cage structural characteristics. In this technic, a number of significant anatomical components have been retained, such as facet joints, back muscles, and anterior and posterior longitudinal ligaments. In addition, a minimally invasive method can shorten the length of the procedure or the intraoperative bleeding. Injury risks to the peritoneum, bowels, and great vessels are considerably lower than with the ALIF. The LLIF cage, which has a higher profile and wider width than the TLIF, can indirectly raise the disc height and decompress the neural foramen. Patients with lumbar degenerative kyphosis (LDK) or scoliosis may also benefit from the LLIF cage for the restoration of coronal and sagittal balance.

The materials for the cage can be ceramic, polymeric, or metallic (mainly titanium alloys), though polymer materials are increasingly chosen because of their radio transparency. The most commonly utilized polymeric materials are polyether-ether-ketone (PEEK) [4-7]. Carbon fiberreinforced polymer (CF-P) material has also been used. The CF-P cages achieved high rates of fusion and good to excellent clinical results, but PEEK has mainly replaced them due to its greater elastic modulus. Recent research has also looked into the development of biodegradable cages using polylactic acid (PLLA)-polyglycolic acid (PGLA) copolymers and poly (L-lactide-coD, L-lactide), which exhibit the required rigidity at the time of implantation with gradual degradation to support bone formation and solid arthrodesis [2]. PEEK (E=3.6 GPa) and Polylactic acid (E=1.5 GPa) have the advantage of having a Young modulus that is far lower than titanium's (E=110 GPa) and considerably closer to that of cortical bone (E=12 GPa) and vertebral trabecular (E=0.1 GPa). Implants made of stainless steel have an elastic modulus of about 200 GPa. [8-9]. The standard type of LLIF cage has a 6° of lordotic angle and 18 mm of width (Figure 2).



Figure 2. The standard type of LLIF cage [6]

Kim et al [6] studied LLIF cages with greater widths (22 mm and 26 mm) to lower the risk of subsidence in osteoporotic patients. Pimenta et al. [10] compared the 11, 18, and 26 mm XLIF cages, and they suggested that wider cages are biomechanically stable and provided the possibility of using less or even no supplemental fixation for interbody lumbar fusion. Although statements based on the optimum cage design in terms of human anatomy have been reached, design optimization needs to become a focus in order to provide the overall advantages of all fields in the ideal design. Since the subsidence rate varied depending on the type of cages, it should be studied thoroughly. Many studies characterized the compressive strength of different cage designs, especially the ones that are widely used today [11-13]. Despite the increasing clinical use and interest in intervertebral cages, few studies investigated the biomechanical behavior of novel LLIF cage designs in terms of material and cage design optimization [14]. The objective of this study was to compare the compression strength of the LLIF cage-vertebral contact and the immediate threedimensional changes in flexibility brought on by cage insertion. This study aims to design a novel LLIF cage, which has larger anterior-posterior widths, and to explore the potential benefits of the cage with less stiffness than current cage devices.

2 Material and methods

2.1 Designing of the LLIF spine cages

The software CATIA V5R21 (Dassault Systèmes, Vélizy-Villacoublay, France) was used to create solid representations of the L3- L4 vertebrae and LLIF cages. This lumbar spine and the intervertebral disc were derived from open-source cadaver CT scan data. The patient was approximately 40 years old when the scan was taken. Between the superior surface of L3 and the inferior surface of L4, the spinal cage was placed. The size of the cage is dependent on this L3-L4 typical distance between two neighboring vertebrae in the adult lumbar area. As shown in Figure 3, 3D models of multiple alternative LLIF spine cages were designed based on the L3-L4 vertebrae model.

The cage height was chosen to preserve disc space and lordosis according to the L3-L4 model. The center of an interbody device is usually hollow and is often filled with bone grafts to enhance fusion [15]. The outer shape and inner porous core structure of these cages were designed. Two different cage structures, which have a larger footprint, were investigated as shown in Figure 4.



Figure 3. LLIF spinal cage designs

Figure 4a shows the straight inner core design with 2 mm square beam structures. Figure 4b displays the core design with 2 mm square beam structures tilted 45 degrees. The designed cage designs had a constant 2.6 ° lordotic angle and 36 mm length. While the straight cage width of 18 mm design has a volume of 3.308×10^{-6} m³, the 45-degree tilted design has a volume of 3.54×10^{-6} m³. The straight cage width of 26 mm has a volume of 5.62×10^{-6} m³, while the 45-degree tilted cage design has a volume of 4.93×10^{-6} m³.



Figure 4. LLIF spinal cage designs

Porosity is calculated from Equation 1 [16].

$$P(\%) = \left(1 - \frac{Vf}{Vt}\right) x 100 \tag{1}$$

Where Vf is the design volume of the cage, and Vt is the bulk volume of the CAD model. The porosity values of the spinal cages are displayed in Table 1.

Table 1. The porosity of the designed scaffolds

Cage	18 mm width	26 mm width
Straight	42.43 %	40.09 %
45 degree tilted	39.96 %	41.68 %

2.2 Finite element analysis

The model's material properties were considered to be homogeneous and isotropic and chosen from the previous research (Table 2). The vertebral body was divided into two parts: cortical bone, and cancellous bone. The cortical bone had a 1.0 mm thickness which is in agreement with [17]. The intervertebral disc consists of annulus fibrosus, annulus matrix, and nucleus pulposus. However, the disc was regarded as having annulus matrix characteristics for the analysis because the primary purpose of the study was not to model the disk. It was only planned to make an overall comparison of the results with the disc material properties.

The influence of the different cage materials (PEEK, PLA, Titanium, stainless steel) is also examined in this study.

Table 2. Material properties used in the Finite element model of the lumber spine

Material Properties	Young Modulus, (MPa)	Poisson ratio	Density (kg/m ³)	Reference
Cortical bone	12000	0.3	2060	[18,19]
Cancellous bone	100	0.2	1300	[19,20]
Intervertebral disc	4.2	0.45	1060	[21]
Cage (PEEK material)	3620	0.39	1320	[22]
Cage (PLA material)	1459	0.4	1280	[22]
Cage (annealed, Ti-	111200	0.3387	4429	[23]
6A-14V)				
Cage (Stainless Steel material)	193000	0.3	8000	[24]

Finite element (FE) analysis was carried out utilizing ANSYS Workbench 2022, R2 (Canonsburg, Pennsylvania, U.S.). The basic physiological movements of L3 and L4compression, axial rotation, and lateral bending-are taken into consideration in the analysis. First, a static, axial compressive force along the x-axis of 730 N was applied uniformly throughout the surface of L3 vertebrae, fixing L4 vertebrae (Load case 1). The highest in vivo force measured in the lumbar spine of a patient rising from a chair was used to determine the load [25]. Secondly, the L3 vertebra was subjected to a 7.5 Nm moment (Load case 2). The load was applied similarly to the experimental study of Song et al [26]. Finally, a 15 Nm moment was applied to the cage's mass center to imitate bending force (Load case 3). All the boundary conditions are shown in Figure 5. The loads' magnitudes were determined using numerical simulations of the loads acting on the lumbar portions of the spine [27]. The facet contact was set to a surface-to-surface frictionless interaction. The other component's contact condition was taken to be a bonding contact in order to prevent the separation of the parts when a load was applied.

The Static Structural module of the ANSYS Workbench was used to generate the mesh for the FE study. A sensitivity analysis of the mesh was performed to determine the element size. The FE model was meshed using 3D tetrahedral elements. Automatic meshing was applied to the L3-L4 model with resolution 7. The minimum element quality for the L3-L4 model without the cage was around 0.767. For the cages, the body sizing meshing method was applied and 0.4 mm element size was set for each cage (Figure 5). The minimum element quality for the 18 mm width straight cage, 18 mm width 45° tilted cage, 26 mm width straight cage, and 26 mm width 45° tilted cage was around 0.150, 0.266, 0.237, and 0.154, respectively.

To assess the load distribution in the model and to compare with experimental observations, the von Mises (distortional) stress and strains for each of these elements were recorded.



Figure 5. The meshing of a) L3-L4 model, b) cage

3 Results and discussions

The stress and strain distribution on the L3-L4 model with spinal cages was taken based on the FE analysis to better understand the stress behavior and the influence of the cage geometry on both vertebral bones. In Figure 6 von-Mises stress results of the L3-L4 model with 18 mm tilted cage for each load case are shown. Figures 7, 8, and 9 show the von-Mises stresses to better understand the stress distribution for the PLA cages between the vertebrae. The human intervertebral disc had around 3.26 MPa [28]. It is aimed to have similar values to the human body parts. The 18 mm cage designs had higher von-Mises stress values than the 26 mm cage designs. This is because cages with greater widths disperse load across a larger region of the vertebrae, reducing the risk of subsidence in osteoporotic patients. This could be because the wide cage's wider footprint can cover more of the vertebral body's peripheral region, offering better mechanical support and more resistance to subsidence. Wider cages may also increase stability by blocking motion over standard 18 mm cages [29,30]. The wide design and inner core structure maximize surface area for fusion and it has a large opening for graft insertion within the disc space. Moreover, the novel designs provided sufficient but not excessive strength and effectively transmit strain energy to the regenerated bone. The design can have sufficient space for the delivery of biologics and bone ingrowth and can transfer loads seamlessly from the designed cage to newly grown bone tissue [15].



Figure 6. Von-Mises stress results of L3-L4 model with 18 mm tilted cage (a) Load case 1, (b) Load case 2, (c) Load case 3

The von-Mises stress value on the 26 mm tilted cage was higher than the 26 mm straight cage. This can be explained by the variation of the porosities of the cages. According to Table 1, the 26 mm straight cage had a porosity value of 40% whereas the 26 mm tilted cage had a value of 42%. Because of the lower porosity, stress should be lower. Higher porosity causes stress concentration around the cage and decreases the mechanical strength [30].

The stress and strain distributions on the L3-L4 model with the designed spinal cages with the load cases 1, 2, and 3 were taken based on the FE analysis and are shown in Figures 7, 8, and 9 and listed in Table 3. The intervertebral disk was also analyzed in order to compare the results with it; it had an equal von-Mises stress of 14.957 MPa and a strain value of 0.967 mm/mm. The trend of the stress decreased as the width of the cage increased and comparing the tilted to straight cage designs, the equivalent stress for cages of the same width decreased. This is because a wider cage results in an increase in segmental stiffness in all loading directions. A stiffer segment in extension and lateral bending is produced by a longer and wider cage [32]. Moreover, the subsidence resistance is increased with a wider cage. Subsidence is less likely to occur with better normal stress distribution, while migration is less likely to occur with better shear stress distribution. Reduced maximum equivalent stresses and strains will result in better stress distribution inside the cage, which will reduce the probability of subsidence and migration [4].



Figure 7. Load case 1 von-Mises stress distribution on the cage bodies (a) 18 mm straight, (b) 18 mm tilted, (c) 26 mm straight, (d) 26 mm tilted



Figure 8. Load case 2 von-Mises stress distribution on the cage bodies (a) 18 mm straight, (b) 18 mm tilted, (c) 26 mm straight, (d) 26 mm tilted



Figure 9. Load case 3 von-Mises stress distribution on the cage bodies (a) 18 mm straight, (b) 18 mm tilted, (c) 26 mm straight, (d) 26 mm tilted

The equivalent stress showed a similar pattern in load case 1, at the 26 mm straight and tilted cages between lumbar 3 and 4. Due to the cross-sectional cage area in the direction of 750 N loading (Load case 1) resulted in close surface areas for straight and tilted cages, which were 6.417×10^{-4} m² and 6.181×10^{-4} m², respectively.

This mismatch results from the fact that uniform properties for the bone structures were taken into account in this investigation due to a lack of material data.

When the spine is flexed or rotated, the stress exerted on the cage is enlarged, supporting results found in clinical studies. Most ligaments are stretched as the vertebral body rotates. The distribution of the stress value for the designed 26 mm cage model is similar to that of the intervertebral disc. However, there is a substantial difference in the displacement values between these two. The shifting range of stress and the intervertebral disc's influence on stress are both the smallest for rotational and extension movements. We can therefore come to the conclusion that intervertebral disc diseases are not primarily caused by rotational and extension movements which is in agreement with [33].

Previous research has shown that the cage between vertebrae shouldn't sag by more than 2 millimeters [19]. For each load case, it is maintained. In each geometry, the subsidence is small. Overall, torsion movement is associated with the lowest subsidence in all geometric designs. Since the cage is in direct contact with the bone area during load case 1, the cartilage is most likely to be destroyed.

Additionally, the core section area displays a rise with wide cage geometries that reduces subsidence for the cage used in the body. In addition, increasing the bone graft gap causes the fusion rate to increase and the optimized cage to more successfully endure stress and subsidence [19].

The cage material also has a significant impact on both its final cost and functionality. The mechanical and chemical

properties of new materials are being developed to be more compatible with bone. Since the 26 mm straight wide cage gave the best values, this cage has been tested on different materials. In Table 4, the results of various cage materials are displayed. These results demonstrated that the maximum von Mises stress of PEEK and PLA is very close. Titanium and stainless steel are in the range of 306 MPa due to titanium's and stainless steel's higher Young's modulus than bone. It is possible to modify PEEK and PLA cages to provide strength and stiffness that are comparable to cancellous or cortical bone, thereby eliminating overloading risks.

The von-Mises values, as shown in Table 4, are similar to the human disk materials. It is suggested that the spinal movement could be supported by the cage geometry and material.



Figure 20. Load case 1 von-Mises stress distribution on the L4 vertebrea (a) 18 mm straight, (b) 18 mm tilted, (c) 26 mm straight, (d) 26 mm tilted

Figure 10 illustrates the investigation of the equivalent stress experienced by L4 vertebra in load case 1, considering different widths and inner core designs of the placed spinal cage. Von-Mises stress acting on the L4 vertebra was higher in the 18 mm cage designs than the 26 mm cage designs. This is due to the fact that wider cages distribute weight over a broader area of the vertebrae, lowering the likelihood of subsidence in individuals who are osteoporotic. Greater mechanical support and increased resistance to subsidence are provided by the wide cage's bigger footprint, which can encompass more of the vertebral body's periphery [29,30]. The equivalent stress showed a similar pattern when 26 mm straight and tilted cages were placed at the L4 vertebrae in load case 1. With the human intervertebral disc, the max Von-Mises stress acting on L4 was determined as 14,957 MPa.

Table 3. ANSYS analysis results of the L3-L4 model with the designed cages

		Load Case 1	Load C	Case 2	Load C	Case 3
PLA Cage	Equivalent	Equivalent Elastic Strain (mm/mm)	Equivalent von-	Equivalent	Equivalent von-	Equivalent
	von-Mises		Mises stress	Elastic Strain	Mises stress	Elastic Strain
	stress (MPa)		(MPa)	(mm/mm)	(MPa)	(mm/mm)
Disk	14.957	0.967	0.005	521x10 ⁻⁶	0.004	0.001
18 mm-straight	20.405	0.014	0.008	5.319x10 ⁻⁶	0.010	7.069x10 ⁻⁶
18 mm- tilted	27.214	0.019	0.006	4.492x10 ⁻⁶	0.013	8.660x10 ⁻⁶
26 mm- straight	15.122	0.008	0.004	2.734x10 ⁻⁶	0.005	3.528x10 ⁻⁶
26 mm-tilted	15.123	0.008	0.004	2.973x10 ⁻⁶	0.006	3.975x10 ⁻⁶

	Load Case 1			Case 2	Load Case 3	
26 mm-	Equivalent von-	Equivalent Elastic	Equivalent von-	Equivalent Elastic	Equivalent von-	Equivalent Elastic
straight Cage	Mises stress (MPa)	Strain (mm/mm)	Mises stress (MPa)	Strain (mm/mm)	Mises stress (MPa)	Strain (mm/mm)
Disk	14.957	0.967	0.005	521x10 ⁻⁶	0.004	0.001
PLA	15.122	0.007764	0.0037	2.734x10 ⁻⁶	0.00511	3.528x10 ⁻⁶
PEEK	15.122	0.003385	0.0038	1.124x10 ⁻⁶	0.00514	1.413x10 ⁻⁶
Titanium	305.99	0.034292	0.006	0.211x10 ⁻⁶	0.007	0.071x10 ⁻⁶
Stainless Steel	306.15	0.034348	0.007	0.211x10 ⁻⁶	0.009	0.05x10 ⁻⁶

Table 4. ANSYS analysis results of the 26 mm- straight cage in different materials

4 Conclusions

In this work, the effect of varying spinal cage width design has been studied using FE models of the vertebral bone. The load was simulated to the lumbar L3-L4 segment using the finite element method. In addition, the stress distributions in these PLA, PEEK, stainless steel, and titanium cages with the same designs were then compared. This study aims to improve the LLIF spine cage, which can adjust to the direction and small size of insertion that match the spine size of patients. A spinal cage, which had a larger cross-sectional area, was designed and stresses were decreased. The results of this study suggest that polymer materials, as opposed to metallic ones, may help to reduce the incidence of subsidence. Vertebral endplate stresses were reduced by the PLA straight 26 mm cage, which also kept implant, stresses below the threshold for axial compressive loading. Cages with greater widths disperse load across a larger region of the vertebrae, reducing the risk of subsidence because of the cage's wider footprint. However, the most important factor in determining the maximum cage width would be the risk of brain injury during insertion.

Conflict of interest

The author declares that there is no conflict of interest

Similarity rate (iThenticate): %19

References

- A. Faadhila, S.F. Rahman, Y. Whulanza, S. Supriadi, J.Y. Tampubolon, S.I. Wicaksana and A.H. Abdullah, Design of a Transforaminal Lumbar Interbody Fusion (TLIF) Spine Cage. International Journal of Technology, 13(8), 1663-1671, 2022. https://doi.org/10.14716/ijtech.v13i8.6152
- [2] E. Chong, M. H. Pelletier, R. J. Mobbs and W. R. Walsh, The design evolution of interbody cages in anterior cervical discectomy and fusion: a systematic review. BMC musculoskeletal disorders, 16, 1-11, 2015. https://doi.org/10.1186/s12891-015-0546-x
- [3] D. S. Xu, C. T. Walker, J. Godzik, J. D. Turner, W. Smith and J. S. Uribe, Minimally invasive anterior, lateral, and oblique lumbar interbody fusion: a literature review. Annals of translational medicine, 6(6), 1-10, 2018. https://doi.org/10.21037/atm.2018.03.24
- [4] S. Choudhury, D. Raja, S. Roy and S. Datta, Stress analysis of different types of cages in cervical vertebrae: a finite element study, Materials Science and Engineering, 912 (2), 022025, 2020. https://doi.org/10.1088/1757-899X/912/2/022025

J. H. Peck, K. D. Kavlock, B. L. Showalter, B. M. Ferrell, D. G. Peck and A. E. Dmitriev, Mechanical performance of lumbar intervertebral body fusion devices: an analysis of data submitted to the Food and Drug Administration. Journal of Biomechanics, 78, 87-93, 2018.

https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2018.07.022

- [6] S. J. Kim, Y. S. Lee, Y. B. Kim, S. W. Park and V. T. Hung, Clinical and radiological outcomes of a new cage for direct lateral lumbar interbody fusion. Korean Journal of Spine, 11(3), 145-147, 2014 https://doi.org/10.14245/kjs.2014.11.3.145
- [7] A. T. Güner ve C. Meran, Ortopedik implantlarda kullanılan biyomalzemeler. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 26(1), 54-67, 2020. https://doi.org/10.5505/pajes.2019.46666
- [8] H. T. Hee and V. Kundnani, Rationale for use of polyetheretherketone polymer interbody cage device in cervical spine surgery. The Spine Journal, 10(1), 66-69, 2010. https://doi.org/10.1016/j.spinee.2009.10.014
- [9] M. van Dijk, T. H. Smit, S. Sugihara, E. H. Burger and P. I. Wuisman, The Effect of Cage Stiffness on the Rate of Lumbar Interbody Fusion: An: In Vivo: Model Using Poly (L-Lactic Acid) and Titanium Cages. Spine, 27(7), 682-688, 2002. https://doi.org/10.1097/00007632-200204010-00003
- [10] L. Pimenta, A. W. Turner, Z. A. Dooley, R. D. Parikh and M. D. Peterson, Biomechanics of lateral interbody spacers: going wider for going stiffer. The Scientific World Journal, 2012.381814. 2012. https://doi.org/10.1100/2012/381814
- [11] B. Jost, P. A. Cripton, T. Lund, T. R. Oxland, K. Lippuner, P. Jaeger and L. P. Nolte, Compressive strength of interbody cages in the lumbar spine: the effect of cage shape, posterior instrumentation and bone density. European Spine Journal, 7, 132-141, 1998. https://doi.org/10.1007/s005860050043
- [12] M. Krammer, R. Dietl, C. B. Lumenta, A. Kettler, H. J. Wilke, A. Büttner and L. Claes, Resistance of the lumbar spine against axial compression forces after implantation of three different posterior lumbar interbody cages. Acta neurochirurgica, 143, 1217-1222, 2001. https://doi.org/10.1007/s007010100017
- [13] T. G. Lowe, S. Hashim, L. A. Wilson, M. F. O'Brien, D. A. Smith, M. J. Diekmann and J. Trommeter, A biomechanical study of regional endplate strength and cage morphology as it relates to structural interbody support. Spine, 29(21), 2389-2394, 2004. https://doi.org/10.1097/01.brs.0000143623.18098.e5

- [14] T. Lund, T. R. Oxland, B. Jost, P. Cripton, S. Grassmann, C. Etter and L. P. Nolte, Interbody cage stabilisation in the lumbar spine: biomechanical evaluation of cage design, posterior instrumentation and bone density. The Journal of bone and joint surgery. British volume, 80(2), 351-359, 1998. https://doi.org/10.1302/0301-620x.80b2.7693
- [15] H. Kang, S. J. Hollister, F. La Marca, P. Park and C. Y. Lin, Porous biodegradable lumbar interbody fusion cage design and fabrication using integrated globallocal topology optimization with laser sintering. Journal of biomechanical engineering, 135(10), 101013, 2013. https://doi.org/10.1115/1.4025102
- [16] R. Sala, S. Regondi and R. Pugliese, Design Data and Finite Element Analysis of 3D Printed Poly (ε-Caprolactone)-Based Lattice Scaffolds: Influence of Type of Unit Cell, Porosity, and Nozzle Diameter on the Mechanical Behavior. Eng, 3(1), 9-23, 2022. https://doi.org/10.3390/eng3010002
- [17] H. Zhang, D. Hao, H. Sun, S. He, B. Wang, H. Hu and Y. Zhang, Biomechanical effects of directionchangeable cage positions on lumbar spine: a finite element study. American Journal of Translational Research, 12(2), 389-396, 2020. https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC7061 850/
- [18] H. Ding, L. Liao, P. Yan, X. Zhao and M. Li, Threedimensional finite element analysis of 14-5 degenerative lumbar disc traction under different pushing heights. Journal of Healthcare Engineering, 1322397, 2021. https://doi.org/10.1155/2021/1322397
- [19] E. Jalilvand, N. Abollfathi, M. Khajehzhadeh and M. Hassani-Gangaraj, Optimization of cervical cage and analysis of its base material: A finite element study. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H: Journal of Engineering in Medicine, 236(11), 1613-1625, 2022. https://doi.org/10.1177/09544119221128467
- [20] S. Dayanand, B. R. Kumar, A. Rao, C. CV, M. B. Khot and H. Shetty, Finite element modelling and dynamic characteristic analysis of the human CTL-Spine. Vibroengineering Procedia, 30, 116-120, 2020. https://doi.org/10.21595/vp.2020.21390
- [21] R. A. SI, C. CV and P. Goplani, Fracture strength estimation of L3-L4 intervertebral disc using FEA. Vibroengineering Procedia, 27, 67-72, 2019. https://doi.org/10.21595/vp.2019.20976
- M. H. Jalil, M. H. Mazlan and M. Todo, Biomechanical comparison of polymeric spinal cages using Ct based finite element method. International Journal of Bioscience, Biochemistry and Bioinformatics, 7(2), 110-117, 2017. https://doi.org/10.17706/ijbbb.2017.7.2.110-117
- [23] A. Kugendran, L. Mahendran and M. H. bin Jalil, Finite Element Analysis Of Different Spinal Cage Designs

For Posterior Lumbar Interbody Fusion. Proceedings of International Exchange and Innovation Conference on Engineering & Sciences (IEICES), 7, 51-57, 2021. https://doi.org/10.5109/4738560

- [24] D. Amalraju and A. S. Dawood, Mechanical strength evaluation analysis of stainless steel and titanium locking plate for femur bone fracture. Engineering Science and Technology: An International Journal, 2(3), 381-388, 2012.
- [25] L. S. Chatham, V. V. Patel, C. M. Yakacki and R. Dana Carpenter, Interbody spacer material properties and design conformity for reducing subsidence during lumbar interbody fusion. Journal of biomechanical engineering, 139(5), 0510051-0510058, 2017. https://doi.org/10.1115/1.4036312
- [26] C. H. Song, J. S. Park, B. W. Choi, J. S. Lee and C. S. Lee, Computational Investigation for Biomechanical Characteristics of Lumbar Spine with Various Porous Ti–6Al–4V Implant Systems. Applied Sciences, 11(17), 8023, 2021. https://doi.org/10.3390/app11178023
- [27] T. Serra, C. Capelli, R. Toumpaniari, I. R. Orriss, J. J. H. Leong, K. Dalgarno and D. M. Kalaskar, Design and fabrication of 3D-printed anatomically shaped lumbar cage for intervertebral disc (IVD) degeneration treatment. Biofabrication, 8(3), 035001, 2016. https://doi.org/10.1088/1758-5090/8/3/035001
- [28] N. Nishida, F. Jiang, J. Ohgi, M. Fuchida, R. Kitazumi, Y. Yamamura and T. Sakai, Biomechanical Analysis of the Spine in Diffuse Idiopathic Skeletal Hyperostosis: Finite Element Analysis. Applied Sciences, 11(19), 8944, 2021. https://doi.org/10.3390/app11198944
- [29] W. Cho, C. Wu, A. A. Mehbod and E. E. Transfeldt, Comparison of cage designs for transforaminal lumbar interbody fusion: a biomechanical study. Clinical Biomechanics, 23(8), 979-985, 2008. https://doi.org/10.1016/j.clinbiomech.2008.02.008
- [30] K. Phan and R. J. Mobbs, Evolution of design of interbody cages for anterior lumbar interbody fusion. Orthopaedic surgery, 8(3), 270-277, 2016. https://doi.org/10.1111/os.12259
- [31] X. Miao and D. Sun, Graded/gradient porous biomaterials. Materials, 3(1), 26-47, 2009. https://doi.org/10.3390/ma3010026
- [32] A. Calvo-Echenique, J. Cegoñino, R. Chueca and A. Pérez-del Palomar, Stand-alone lumbar cage subsidence: A biomechanical sensitivity study of cage design and placement. Computer methods and programs in biomedicine, 162, 211-219, 2018. https://doi.org/10.1016/j.cmpb.2018.05.022
- [33] B. Yu, C. Zhang, C. Qin and H. Yuan, FE modeling and analysis of L4-L5 lumbar segment under physiological loadings. Technology and Health Care, 23(s2), S383-S396, 2015. https://doi.org/10.3233/THC-150975.







Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Effect of SnCl₂ heat treatment on SnS thin films deposited by RF sputtering

RF saçtırma ile üretilen SnS ince filmlerine SnCl₂ ısıl işleminin etkisi

Ali Çiriş^{1,*} 匝

¹ Niğde Ömer Halisdemir University, Nanotechnology Application and Research Center, 51240, Niğde Türkiye

Abstract

In this study, the effect of SnCl₂ treatment on SnS thin films was investigated. SnS thin films were grown by RF sputtering and SnCl₂ treatment was applied by wet chemical processing. While the samples grouped as SnCl₂ heat treated and annealed were subjected to annealing in air atm, the as-deposited sample was not applied any annealing process. The as-deposited sample grew in the orthorhombic SnS phase. Annealing of the SnS sample in air environment led to the formation of orthorhombic SnS as well as nondominant SnS₂ and SnO₂ phases. It was found that applying SnCl₂ heat treatment to SnS deteriorated the crystallization and especially the SnO₂ oxide phase became more dominant. Raman spectra confirmed the presence of SnS and SnS₂ phases in the samples, but no evidence of SnO₂ phase was found. SEM images showed bladelike, dense grain formation in the as-deposited and annealed samples. However, SnCl₂ heat treatment completely changed the surface morphology of the sample, causing it to transform into a structure consisting of several domains split by deep fractures. EDS revealed a distinct Sn-rich composition of the as-deposited and annealed samples (Sn/S~1.2). On the other hand, SnCl₂ heat treatment caused a massive loss of sulphur in the atomic distribution of the SnS and it was seen that the Sn/S ratio increased to around 7.5. The band gaps of the as-deposited and annelaed samples were calculated as 1.43 eV and 1.45, respectively. However, SnCl₂ heat treatment led to an increase to 1.56 eV of the band gap. Analysis results show that SnCl₂ treatment by the wet processing causes a significant change on the characteristics of SnS thin film. In this context, it can be said that SnCl₂ heat treatment can be further improved with optimization processes.

Keywords: SnS, SnCl₂ treatment, RF sputtering, air annealing

1 Introduction

SnS semiconductor material has substituted in the photovoltaic world as environmentally friendly, costeffective materials with features such as suitable band gap, high absorption coefficient, p-type conductivity, and binary structure [1]. In SnS solar cells, a record efficiency of 4.36% has been achieved so far, although the theoretical cell efficiency of about 30% is predicted [2, 3]. In order to improve the device efficiency, it is necessary to develop material properties such as crystallization quality, grain

Öz

Bu çalışmada SnCl₂ işleminin SnS ince filmlerine etkisi araştırıldı. SnS ince filmleri, RF saçtırma ile büyütülürken, SnCl₂ işlemi ıslak kimyasal yöntem ile uygulandı. SnCl₂ ısıl işlemi uygulanan ve tavlanan olarak gruplandırılan örnekler, hava atmosferinde 1s1l işlemine tabi tutulurken, tavlanmayan örneğe herhangi bir ısıl işlem uygulanmadı. Hiçbir işlem uygulanmayan örnek, ortorombik SnS fazında büyüdü. SnS örneğinin hava ortamında tavlanması, ortorombik SnS'nin yanı sıra baskın olmayan SnS₂ ve SnO₂ fazlarının oluşumuna neden oldu. SnS'ye SnCl₂ ısıl işlemi uygulanmasının kristallenmeyi kötüleştirdiği ve özellikle SnO₂ oksit fazının daha baskın hale getirdiği görüldü. Raman spektrumları, numunelerde SnS ve SnS₂ fazlarının varlığını doğruladı, ancak SnO2 fazına dair bir bulguya rastlanmadı. SEM görüntüleri, işlem uygulanmayan ve tavlanan örneklerde bıçağa benzeyen, yoğun tane oluşumu sergiledi. Bununla birlikte, SnCl2 1s1l işlemi, numunenin yüzey morfolojisini tamamen değiştirerek, derin kırıklarla bölünen birkaç bölgeden oluşan bir yapıya neden oldu. EDS, işlem uygulanmayan ve tavlanan numunelerin belirgin bir Sn zengini kompozisyonunu ortaya çıkardı (Sn/S~1.2). SnCl₂ 1s1l işlemi ise SnS'nin atomik dağılımında büyük bir kükürt kaybına neden olarak Sn/S oranının 7.5 civarına yükselmesine yol açtı. İşlem görmeyen ve tavlanan örneklerin bant aralıkları, sırasıyla 1.43 eV ve 1,45 olarak hesaplandı. Bununla birlikte, SnCl₂ ısıl işlemi, bant aralığının 1.56 eV'ye yükselmesine neden oldu. Analiz sonuçları, ıslak kimyasal yöntem ile SnCl2 ısıl işlemi uygulanmasının SnS ince filmlerin özelliklerinde ciddi bir değişime neden olduğunu göstermektedir. Bu bağlamda, SnCl₂ ısıl işleminin optimizasyon süreçleriyle daha da geliştirilebileceği söylenebilir.

Anahtar kelimeler: SnS, SnCl₂ işlemi, RF saçtırma, havada tavlama

structure, defect structure, and carrier concentration which limit cell efficiency [4]. In this context, researches on deposition with various methods (RF sputtering, spray pyrolysis, thermal evaporation, close space sublimation, etc.) and optimization of deposition parameters have been carried out [5, 6].

One of the most effective ways to improve the characteristics of SnS thin films is post-deposition heat treatment. This is usually accomplished by annealing the materials in various atmospheres after growing SnS thin

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: aliciris@ohu.edu.tr (A. Çiriş) Gelis / Recieved: 22.03.2023 Kabul / Accepted: 23.05.2023 Yayımlanma / Published: 1

Geliş / Recieved: 22.03.2023 Kabul / Accepted: 23.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1269037

films [7, 8]. Besides, one of the most promising applications for post-deposition process may be also chlorination treatment. The mainstay of the chlorination step for SnS thin films is the fact that the device performance is improved by applying the CdCl₂ treatment on CdTe absorption layers. It was observed that the application of CdCl₂ treatment on CdTe increased the grain size, reduced grain boundaries and defectivity, and improved heterojunction quality [9, 10]. In this sense, SnCl₂ can be used for the chlorination of SnS thin films instead of CdCl₂ used for CdTe. There is a limited number of studies examining SnCl₂ treatment to SnS thin films. Di Mare et al. showed that recrystallization and improvement of grain quality can be provided with SnCl₂ treatment at high temperatures in SnS films produced by close space sublimation method [11]. Spalatu et al. coated a thin SnCl₂ layer on the SnS films deposited by the close space sublimation and annealed at different temperatures. It was revealed that SnCl₂ treatment caused the formation of liquid flux, assisting grain growth by favor of recrystallization [12]. The above explanations infer that SnCl₂ treatment has a significant effect on the characteristic properties of SnS thin films. Therefore, the effect of SnCl₂ treatment on SnS produced under different conditions should be investigated.

In this study, SnS layers were produced by RF sputtering method due to quality and controlled deposition process. Then $SnCl_2$ treatment was applied using wet chemical processing method. Using a detailed analysis of the structural and optical properties of the samples annealed in air atmosphere, the effect of $SnCl_2$ treatment on SnS thin films was investigated.

2 Material and methods

In order to examine the effect of SnCl₂ treatment on the structural and optical properties of SnS thin films, the samples were grown on soda lime glass (SLG) substrates. Before deposition, the glass substrates were carefully cleaned using acetone, isopropanol, and de-ionized water, respectively.

SnS thin films were coated on the substrates by RF sputtering method. Details on the sputtering system are specified in Ref. [8]. The thin films were grown using single SnS target in high purity. The growth of the films was performed at Ar working pressure of 6 mTorr. Also, SnS layers were deposited at a substrate temperature of 300° C to improve the film quality and at a rotational speed of 8 rpm for homogeneous growth of the films. The deposition was performed at 44 W RF power with a growth rate of 0.9 Å/s. The thickness of the SnS films was set to about 1 μ m. Then, the deposited films were divided into three groups for comparison the effect of SnCl₂ treatment.

i) SnS sample with SnCl₂ heat treatment (SnCl₂ treated SnS): After growing SnS thin film by RF sputtering, SnCl₂ treatment was applied to it by wet chemical processing. Firstly, the SnCl₂ solution used in the treatment was obtained by dissolving $0.62 \text{ g SnCl}_2.2H_2O$ powder in 5 mL of ethanol. Then, the SnCl₂ treatment was carried out by dripping a solution of 1 drop/cm² on the film surface, followed by drying the sample at 60°C. Finally, the SnS/SnCl₂ structure

was post-annealed at 300°C for 15 min in air atmosphere using the conventional tube furnace.

ii) SnS annealed without $SnCl_2$ (annealed SnS): After SnS thin film was deposited by RF sputtering, it was postannealed at 300°C in air atmosphere for 15 minutes using a conventional tube furnace.

iii) As-deposited SnS: no process was applied after growing SnS thin film.

In this context, all samples used in the study are shown schematically in Figure 1.



Figure 1. Schematic representation of SnS samples used in the study

The crystallization properties and structural parameters of the samples were examined with X-ray diffractometer (XRD) using CuK_a radiation ($\lambda = 1.5406$ Å). Raman spectra as a complementary structural analysis were measured with confocal Raman microscope at a wavelength of 633 nm. Morphological features were examined with the scanning electron microscope (SEM) instrument. Atomic ratios were determined with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Optical properties were analyzed with the spectroscopic ellipsometer.

3 Results and discussions

3.1 XRD spectra

In order to investigate the crystallographic effect of SnCl₂ heat treatment on SnS films, the XRD spectra of the samples are shown in Figure 2. The XRD spectrum of the asdeposited SnS sample, which did not undergo any heat treatment, showed the SnS phase structure crystallized in the orthorhombic structure (Card No: 00-039-0354). Annealing of the SnS at 300°C for 15 min led to recrystallization. In the sample, the orthorhombic structure of SnS slightly improved and a rather weak hexagonal SnS₂ phase emerged (Card No: 00-023-0677). In addition, the tetragonal SnO_2 phase was formed with the effect of annealing in air atmosphere (Card No: 00-001-0625). It can be said that this phase is taken place as a result of the reaction of Sn atoms in SnS thin films with oxygen molecules in air. In this context, it has also been shown that SnO₂ phase can be formed by annealing in air under suitable conditions [13].

Processing the SnS thin film with the SnCl₂ treatment markedly deteriorated the crystallization of the sample. Therefore, deconvolution operation was applied to make the diffraction peaks clearer. According to the deconvolution results, heat treatment with SnCl₂ did not change the orthorhombic phase structure of SnS. However, it led to the SnS₂ secondary phase and more strong formation of SnO₂ phase, compared to the annealed SnS sample.



Figure 2. XRD patterns of SnS samples used in the study

In addition, the presence of some recessive peaks belonging to the $Cl_2H_4O_2Sn$ compound used for the chlorination solution was also revealed (Card No: 00-001-0521). The reason for the formation of the $Cl_2H_4O_2Sn$ phase may be due to the residual chlorination solution. On the other hand, this may have remained on the film structure due to not using dilute solution for chlorination and not rinsing the sample after final annealing.

The XRD results of the samples revealed that annealing of SnS in air atmosphere promoted the formation of strange phases. On the other hand, the $SnCl_2$ treatment prepared the infrastructure for the undesirable phases to become more evident.

In order to specify the structural parameters of the samples, the values of crystallite size (D), micro-strain (ϵ), and dislocation density (δ) were calculated using Equation (1-3) [14].

$$D = \frac{K\lambda}{\beta_{bkl}\cos\theta} \tag{1}$$

$$\varepsilon = \frac{\beta_{hkl} \cos \theta}{4} \tag{2}$$

$$\delta = \frac{1}{D^2} \tag{3}$$

this equations, the symbols K , λ , $~\beta_{hkl}$ and $\theta~$ denote the Scherrer constant (K=0.94), the X-ray wavelength (λ =1.5406 Å), the full width at half maximum (FWHM) and the Bragg's angle, respectively. The calculations were performed according to (111) orientation of the orthorhombic SnS phase. The calculation results for the structural parameters are presented in Table 1. As seen in Table, the crystallite size for the as-deposited sample was determined as 15.6 nm. The crystal size was slightly reduced in the annealed sample, while it decreased down to 12.7 nm in the SnCl₂ treated sample. On the other hand, the strain values and dislocation densities increased in the annealed and SnCl₂ treated samples compared to the as-deposited sample. All these values show that orthorhombic SnS deteriorates the crystallization in annealed and SnCl₂ heat treated samples.

Table 1. The structural parameters of the samples

Sample	D (nm)	ε (x10 ⁻³)	δ (x10 ¹⁵)
As-deposited	15.6	2.3	4.1
Annealed	14.1	2.6	5.0
SnCl ₂ treated	12.7	2.9	6.2

3.2 Raman spectra

The Raman spectra of the SnS samples are shown in Figure 3. In the figure, there are Raman modes at 163, 188, 224, 264, and 290 cm⁻¹ in the as-deposited SnS sample without any heat treatment. While the bands at 188, 224 and 264 cm⁻¹ of these peaks belong to A_g mode of the SnS structure; the bands at 163 and 290 cm⁻¹ are attributed to the B_{2g} mode of the SnS [15-17].



Figure 3. Raman spectra of SnS samples

Annealing of the SnS sample resulted in Raman peaks similar to the as-deposited sample, revealing the presence of SnS phase. In addition, it can be said that the crystallization of the SnS phase is higher than that of the as-deposited sample with the effect of annealing in air atmosphere. Besides, it was noted that the peak of the B_{2g} mode at 161 cm⁻¹ was revealed more sharply [18]. In addition, a weak peak recorded at 316 cm⁻¹ is attributed to the A_{1g} mode of the SnS₂ phase [19, 20]. In the heat treated SnS thin film with SnCl₂, the well-crystallized SnS phase was exposed. Besides, the A_{1g} mode of SnS₂, which appeared weakly in the annealed sample, appeared more dominantly with a slight shift, due to the re-crystallization process resulting from the effect of SnCl₂ heat treatment. Unlike the annealed sample, Raman modes appeared at 357, 526, and 665 cm⁻¹, which are

attributed to the SnO_2 surface phonon modes in the $SnCl_2$ treated sample [21].

The results of Raman spectra are considerably compatible with XRD data. The minor differences are due to the nature of the Raman analysis technique, collecting data from regions close to the surface rather than deep regions. Thus, it only gives information about the phase structures up to a certain depth of the surface. Since XRD scans the film through its depth, it collects data from a wider region and the presence of different phase structures can also be detected.

3.3 SEM Images

Surface photographs of the samples are shown in Figure 4. The as-deposited SnS sample shown in Figure 4a has rough grain morphology randomly distributed over the substrate with a dense, bladelike grain structure [22]. Annealing of SnS in air atm (Figure 4b) did not cause a significant change in the morphological structure. However, annealing the SnS thin film after SnCl₂ treatment led to a radical change in the surface morphology, as can be seen in Figure 4c. The SnCl₂ treatment resulted in the surface structure being composed of several domains split by deep fractures. The reason for this interesting surface structure may be its atomic ratios and/or the presence of the strong oxide phase [11].



Figure 4. SEM images of the samples of a) as-deposited, b) annealed, c) SnCl₂ treated

3.4 EDS Results

The EDS spectra of the samples produced to examine the effect of $SnCl_2$ heat treatment on SnS films are shown in Figure 5. The atomic ratios of the samples obtained using the EDS spectra are presented in Table 2. In the table, it was revealed that SnS without any treatment was grown as Snrich (Sn/S ~1.17) and thus, sulfur loss occurred in the growth process of the films. This may be due to the fact that the 'Sn' atoms with higher atomic mass have lower mobility than 'S' atoms at the substrate temperature of 300°C used to grow the films, and therefore the loss of S atoms is greater compared

to Sn [23]. Annealing of SnS in air atmosphere led to a slight increase in the proportion of Sn (Sn/S~1.21).

The application of $SnCl_2$ heat treatment to the SnS film caused a significant change in the atomic ratios. $SnCl_2$ treatment gave rise to a significant loss of sulfur, resulting in a Sn/S ratio of about 7.48. This may be due to the inclusion of extra Sn atom in the SnS structure due to the presence of Sn atoms in the SnCl₂ solution, resulting in an increment in the Sn/S ratio. In addition, a significant amount of Cl was released due to the SnCl₂ heat treatment. This is because the samples were not rinsed after the heat treatment step and the applied experimental conditions were not sufficient to remove the chlorine from the structure. This is also evident in the XRD spectra.

Table 2. Atomic ratios of the SnS samples

Sample	Sn (%)	S (%)	Cl (%)	
As-deposited	54.01	45.99	-	
Annealed	54.68	45.32	-	
SnCl ₂ treated	80.01	10.70	9.29	
SnC1 ₂ treated	80.01	10.70	9.29	



Figure 5. EDS spectra of the samples a) as-deposited, b) annealed, and c) SnCl₂ treated

3.5 Optical properties

In order to survey the optical properties of the samples, the measurements of optical absorbance versus wavelength were performed in the range of 400-1300 nm. Using the absorbance measurements, the absorption coefficients (α) were calculated using Equation (4).

$$\alpha = 2.303 \frac{A}{d} \tag{4}$$

where 'A' is absorbance and d is the thickness of the material. Figure 6 shows the variation of the absorption coefficient with wavelength. The absorbance graph of the samples is also presented in the inset of the figure. The absorbance curves show that the absorption edges of the samples are in the near-infrared region and annealing of the as-deposited SnS with/without SnCl₂ causes a slight shift to the short wavelength region. In addition, all SnS samples exhibited a high optical absorption coefficient (~10⁵ cm⁻¹) in the visible region.



Figure 6. The variation graph of absorption coefficients versus wavelength of the samples (Inset: absorbance curves of the samples)

The band gap of thin film material can be calculated by Tauc method using Equation (5) [24].

$$(\alpha hv) = C(hv - E_{g})^{n}$$
⁽⁵⁾

In this equation, E_g is the band gap, C is the proportionality constant, hv is the photon energy ' α ' is the absorption coefficient, and 'n' is a value depending on the nature of the transition. The 'n' value is equal to 1/2 for direct-transition materials and 2 for indirect-transition. However, 'n' was taken as 1/2, due direct-transitive nature of the SnS films used in our study. In this context, the $(\alpha hv)^2$ -hv graph drawn to determine the band gap is shown in Figure 7. In the figure, band gap values are calculated with the point in which the linear part of the curve intersects the x-axis [25]. The calculated band gap values of the sample are presented in Table 3. As seen in Table, the band gap of the as-deposited SnS sample without any heat treatment was calculated as about 1.43 eV. On the other hand, annealing of the SnS film

caused the band gap to increase slightly (~1.45 eV). The application of $SnCl_2$ heat treatment to the SnS led to the band gap changing significantly, increasing to 1.56 eV.

The band gap values of as-deposited and annealed SnS samples are in agreement with previous studies [8, 26]. However, it can be said that the variation in the band gap of the SnCl₂ treated sample is related to the surface morphology and composition [27].



Figure 7. $(\alpha hv)^2$ -hv graphs of the samples

Urbach energy (E_U) associates the localized states with lattice disorder and crystal defects [28]. E_U values of the samples can be determined using Equation (6) [29].

$$\alpha = \alpha_o \exp\left[\frac{hv}{E_U}\right] \tag{6}$$

where ' α ' is the absorption coefficient, ' α_o ' is constant, 'E_g' is the band gap, and 'E_U' is Urbach energy. In the In(α)-hv curve obtained by deriving from this formula, the inverse of the slope gives the Urbach energy value. The obtained Urbach energy values are shown in Table 3. The table shows that annealing of the as-deposited sample caused a slight increase in Urbach energy. However, SnCl₂ treatment led to a significant increase, due to an increment in disorder and deterioration in crystallinity [28, 30].

Table 3. Urbach energies and band gap values of the samples

Sample	Urbach energy (eV)	Bang gap (eV)
As-deposited	0.68	1.43
Annealed	0.69	1.45
SnCl ₂ treated	0.95	1.56

4 Conclusions

In this study, the impact of SnCl₂ heat treatment on the structural and optical properties of SnS thin films deposited by RF sputtering was examined. While it was determined that the as-deposited sample without any treatment crystallized in the orthorhombic SnS phase, annealing of SnS at 300°C for 15 minutes in air atmosphere led to the formation of non-dominant SnS₂ secondary phase and SnO₂ structure together with orthorhombic SnS with SnCl₂ resulted

in a significant deterioration of crystallization. The deconvolution process applied to determine the phase structure showed the orthorhombic SnS phase, the intensified SnS2 and SnO2 phases as well as Cl2H4O2Sn compound due to the residual chlorination solution. The orthorhombic SnS phase was seen in all samples in Raman spectra. Besides, SnS₂ phase was revealed in the annealed and SnCl₂ heat treated samples. The SnO₂ phase that appeared in the XRD spectrum was only seen in the Raman spectrum of the SnCl₂ treated SnS sample. SEM images showed the bladelike, dense, and coarse-grained structure of the as-deposited and the annealed samples. However, it turned out that the SnCl₂ treated sample had a morphology consisting of several domains. In EDS analysis, it was determined that as-deposited and the annealed samples were Sn-rich (Sn/S~1.2), however, SnCl₂ treatment severely affected the atomic composition, resulting in Sn/S ratio of about 7.5. In optical calculations, the band gaps of asdeposited SnS and annealed SnS were detected as 1.43 eV and 1.45 eV, respectively. The band gap of SnCl₂ treated SnS was calculated to be 1.56 eV with a significant increment. It can be said that this increase is due to the obvious changes in the grain structure and composition of the sample. In addition, the Urbach energy associated with the structural disorders was calculated as 0.68 eV for the as-deposited sample, while the annealed sample did not significantly change. However, the SnCl₂ process caused a significant increase.

Acknowledgment

A. Çiriş would like to thank to Y. Atasoy for the XRD, SEM and EDS measurements and M.A. Olgar for the material source.

Conflict of interest

The author declares that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): 15%

References

- K.R. Reddy, N.K. Reddy, R. Miles, Photovoltaic properties of SnS based solar cells. Solar energy materials and solar cells, 90 (18-19), 3041-3046, 2006, https://doi.org/10.1016/j.solmat.2006.06.012.
- [2] P. Sinsermsuksakul, L. Sun, S.W. Lee, H.H. Park, S.B. Kim, C. Yang, R.G. Gordon, Overcoming efficiency limitations of SnS-based solar cells. Advanced Energy Materials, 4 (15), 1400496, 2014, https://doi.org/ 10.1002/aenm.201400496.
- [3] W. Shockley, H.J. Queisser, Detailed balance limit of efficiency of p-n junction solar cells. Journal of Applied Physics, 32 (3), 510-519, 1961, https://doi.org/10.1063/1.1736034.
- [4] S. Di Mare, D. Menossi, A. Salavei, E. Artegiani, F. Piccinelli, A. Kumar, G. Mariotto, A. Romeo, SnS thin film solar cells: perspectives and limitations. Coatings, 7 (2), 34, 2017, https://doi.org/10.3390/coatings 7020034.
- [5] N. Koteeswara Reddy, M. Devika, E. Gopal, Review on tin (II) sulfide (SnS) material: synthesis, properties,

and applications. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 40 (6), 359-398, 2015, https://doi.org/10.1080/10408436.2015.1053601.

- [6] R. Banai, M. Horn, J. Brownson, A review of tin (II) monosulfide and its potential as a photovoltaic absorber. Solar energy materials and solar cells, 150, 112-129, 2016, https://doi.org/10.1016/j.solmat.2015. 12.001.
- [7] N. Revathi, S. Bereznev, M. Loorits, J. Raudoja, J. Lehner, J. Gurevits, R. Traksmaa, V. Mikli, E. Mellikov, O. Volobujeva, Annealing effect for SnS thin films prepared by high-vacuum evaporation. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 32 (6), 061506, 2014, https://doi.org/10.1116/1.4896334.
- [8] M. Olgar, A. Çiriş, M. Tomakin, R. Zan, Impact of in/ex situ annealing and reaction temperature on structural, optical and electrical properties of SnS thin films. Journal of Molecular Structure, 1241, 130631, 2021, https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.130631.
- [9] I.M. Dharmadasa, Review of the CdCl₂ Treatment Used in CdS/CdTe Thin Film Solar Cell Development and New Evidence towards Improved Understanding. Coatings, 4 (2), 282-307, 2014, http://doi.org/ 10.3390/coatings4020282.
- [10] N.A. Shah, Z. Rabeel, M. Abbas, W.A. Syed, Effects of CdCl2 treatment on physical properties of CdTe/CdS thin film solar cell. Modern Technologies for Creating the Thin-film Systems and Coatings, 2017, http://dx.doi.org/10.5772/67191.
- [11] S. Di Mare, A. Salavei, D. Menossi, F. Piccinelli, P. Bernardi, E. Artegiani, A. Kumar, G. Mariotto, A. Romeo, A study of SnS recrystallization by post deposition treatment. 2016 IEEE 43rd Photovoltaic Specialists Conference (PVSC), 0431-0434, 2016, http://doi.org/10.1109/PVSC.2016.7749627.
- [12] N. Spalatu, J. Hiie, R. Kaupmees, O. Volobujeva, J. Krustok, I. Oja Acik, M. Krunks, Postdeposition processing of SnS thin films and solar cells: prospective strategy to obtain large, sintered, and doped SnS grains by recrystallization in the presence of a metal halide flux. ACS Applied Materials & Interfaces, 11 (19), 17539-17554, 2019, https://doi.org/10.1021/acsami. 9b03213.
- [13] S.C. Ray, M.K. Karanjai, D. DasGupta, Structure and photoconductive properties of dip-deposited SnS and SnS2 thin films and their conversion to tin dioxide by annealing in air. Thin Solid Films, 350 (1-2), 72-78, 1999, https://doi.org/10.1016/S0040-6090(99)00276-X.
- [14] B.H. Baby, D.B. Mohan, The effect of in-situ and post deposition annealing towards the structural optimization studies of RF sputtered SnS and Sn2S3 thin films for solar cell application. Solar Energy, 189, 207-218, 2019, https://doi.org/10.1016/j.solener.2019. 07.059.
- [15] V.R.M. Reddy, S. Gedi, C. Park, R. Miles, R.R. KT, Development of sulphurized SnS thin film solar cells.

Current Applied Physics, 15 (5), 588-598, 2015, https://doi.org/10.1016/j.cap.2015.01.022.

- [16] H. Chandrasekhar, R. Humphreys, U. Zwick, M. Cardona, Infrared and Raman spectra of the IV-VI compounds SnS and SnSe. Physical Review B, 15 (4), 2177, 1977, https://doi.org/10.1103/PhysRevB.15. 2177.
- [17] S. Sohila, M. Rajalakshmi, C. Ghosh, A. Arora, C. Muthamizhchelvan, Optical and Raman scattering studies on SnS nanoparticles. Journal of Alloys and Compounds, 509 (19), 5843-5847, 2011, https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.02.141.
- [18] J.M. Skelton, L.A. Burton, A.J. Jackson, F. Oba, S.C. Parker, A. Walsh, Lattice dynamics of the tin sulphides SnS₂, SnS and Sn₂S₃: vibrational spectra and thermal transport. Physical Chemistry Chemical Physics, 19 (19), 12452-12465, 2017, https://doi.org/10.1039/ C7CP01680H.
- [19] A. Smith, P. Meek, W. Liang, Raman scattering studies of SnS2 and SnSe2. Journal of Physics C: Solid State Physics, 10 (8), 1321, 1977, https://doi.org/ 10.1088/0022-3719/10/8/035.
- [20] N. Revathi, S. Bereznev, J. Iljina, M. Safonova, E. Mellikov, O. Volobujeva, PVD grown SnS thin films onto different substrate surfaces. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 24, 4739-4744, 2013, http://doi.org/10.1007/s10854-013-1468-8.
- [21] R. Mariammal, K. Ramachandran, B. Renganathan, D. Sastikumar, On the enhancement of ethanol sensing by CuO modified SnO2 nanoparticles using fiber-optic sensor. Sensors and Actuators B: Chemical, 169, 199-207, 2012, https://doi.org/10.1016/j.snb.2012.04.067.
- [22] O.V. Bilousov, Y. Ren, T. Törndahl, O. Donzel-Gargand, T. Ericson, C. Platzer-Björkman, M. Edoff, C. Hägglund, Atomic layer deposition of cubic and orthorhombic phase tin monosulfide. Chemistry of Materials, 29 (7), 2969-2978, 2017, https://doi.org/ 10.1021/acs.chemmater.6b05323.
- [23] V.K. Arepalli, Y. Shin, J. Kim, Influence of working pressure on the structural, optical, and electrical properties of RF-sputtered SnS thin films. Superlattices and Microstructures, 122, 253-261, 2018, https://doi.org/10.1016/j.spmi.2018.08.001.
- [24] J. Tauc, R. Grigorovici, A. Vancu, Optical properties and electronic structure of amorphous germanium. physica status solidi (b), 15 (2), 627-637, 1966, http://doi.org/10.1002/pssb.19660150224.
- [25] P. Makuła, M. Pacia, W. Macyk, How to correctly determine the band gap energy of modified semiconductor photocatalysts based on UV–Vis spectra. 9 (23), 6814-6817, 2018, https://doi.org/ 10.1021/acs.jpclett.8b02892.
- [26] J. Xu, Y. Yang, Z. Xie, Effect of vacuum annealing on the properties of sputtered SnS thin films. Chalcogenide Letters, 11 (10), 485-491, 2014.
- [27] P. Jain, P. Arun, Influence of grain size on the band-gap of annealed SnS thin films. Thin Solid Films, 548, 241-246, 2013, https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.09.089.

- [28] P. Norouzzadeh, K. Mabhouti, M. Golzan, R. Naderali, Investigation of structural, morphological and optical characteristics of Mn substituted Al-doped ZnO NPs: a Urbach energy and Kramers-Kronig study. Optik, 204, 164227, 2020, https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020. 164227.
- [29] F. Urbach, The long-wavelength edge of photographic sensitivity and of the electronic absorption of solids. Physical review, 92 (5), 1324, 1953.
- [30] M. Messaoudi, S. Boudour, Extent of dependence of crystalline, morphological, optical and electrical properties on deposition time of sprayed SnS thin films. Microscopy Research and Technique, 86 (3), 342-350, 2023, https://doi.org/10.1002/jemt.24275.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 965-972



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Orta kulak tasarımı ve akustik harmonik performansının sonlu elemanlar yöntemiyle modellenmesi

Modeling of middle ear design and acoustic harmonic performance with finite element method

Fatma Uzundemir^{1,*} , Mevlüt Yunus Kayacan², İsmail Şen³

^{1,3} Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Biyomedikal Mühendisliği Bölümü, 32000, Isparta, Türkiye
 ² Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 32000, Isparta, Türkiye

Öz

İşitme, insanlardaki beş duyudan biri olup sosyal yaşam için önemlidir. İnsan kulağının doğru ve kapsamlı bir sonlu eleman modelinin oluşturulması ses iletiminin daha iyi anlaşılmasını sağlayabilir. Bu çalışmada, insan orta kulağının bir sonlu eleman (FE) modeli geliştirilerek stapes tabanındaki titreşim nedeni ile oluşan hız ve genlik etkilerinin frekans spektrumundaki değişimi araştırılmıştır. İnsan orta kulak sistemi üzerindeki geometrik modeller, literatürdeki orta kulak bileşenlerinin özellikleri dikkate alınarak CAD yazılımı (Solidworks) ile oluşturulmuştur. FE modeli olarak Ansys yazılımı kullanılmıştır. 100 Hz ile 10 kHz frekans aralığında timpanik membrandan 90 dB SPL(ses basınç seviyesi)'ye eşit olan 0.632 Pa ses basıncı uygulanmıştır. Elde edilen sonuca göre sağlıklı insan orta kulak modelinin stapes tabanında 500 Hz'de 3.43E-05 mm'lik genlik ve 1.07E-01 mm/s'lik hızla en yüksek değerlere ulaşıldığı görülmüstür. Stapes tabanında 10 kHz'e kadar da kademeli olarak genlik ve hız değerlerinin azaldığı, sayısal açıdan da önemli bir farkın oluşmadığı tespit edilmiştir. Elde edilen bulguların literatür ile tutarlı olduğu belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Orta kulak, Protez, Bilgisayar destekli tasarım, Sonlu elemanlar yöntemi, Harmonik analiz

1 Giriş

Kulak, her biri işitme sürecinde farklı bir rol oynayan dış, orta ve iç kulak olmak üzere üç ana bölümden oluşan karmaşık bir duyu organıdır [1, 2]. İşitme; ses dalgalarının kulak yoluyla alınması, seslerin titreşimler halinde sinir sinyallerine dönüştürülerek beyne iletilmesi ve beyin tarafından algılanması sonucunda gerçekleşmektedir [3, 4]. İnsanlar genellikle 0 dB ile 130 dB arasındaki şiddetlerde ve 20 Hz ile 20 kHz arasındaki frekanslarda sesleri duyabilmektedirler. İnsan sesi yaklaşık olarak 500–2000 Hz arasındadır [5].

Dünya Sağlık Örgütü (DSÖ), dünya nüfusunun %5'inden fazlasının işitme kaybı yaşadığını bildirmektedir. İşitme kayıplarının bazıları sesin iletilmesini sağlayarak duyma yeteneğinde hayati bir rol oynayan orta kulakta meydana gelen travmalar, enfeksiyonlar, kemikçik yapıların

Abstract

Hearing is one of the five senses in humans and is important for social life. An accurate and comprehensive finite element model of the human ear can provide a better understanding of sound transmission. In this study, a finite element (FE) model of the human middle ear is developed to investigate the variation of velocity and amplitude effects in the frequency spectrum due to vibration at the base of the stapes. Geometric models of the human middle ear system were created with CAD software (Solidworks), taking into account the characteristics of middle ear components in the literature. Ansys software was used as FE model. In the frequency range of 100 Hz to 10 kHz, 0.632 Pa sound pressure equal to 90 dB SPL (sound pressure level) was applied through the eardrum. According to the results obtained, it was observed that the highest values of 3.43E-05 mm amplitude and 1.07E-01 mm/s velocity were reached at 500 Hz at the base of the stapes of the healthy human middle ear model. It was determined that the amplitude and velocity values gradually decreased until 10 kHz at the base of the stapes, and no significant numerical difference was observed. It was determined that the findings were consistent with the literature.

Keywords: Middle ear, Prosthesis, Computer aided design, Finite element method, Harmonic responce

kemikleşmesi ve diğer patolojiler gibi çeşitli faktörler nedeniyle oluşabilmektedir [6-9]. Orta kulakta meydana gelen bu hastalıkların sonucunda iletim tipi adı verilen işitme kaybı ortaya çıkmaktadır. İletim tipi işitme kaybı, hasarlı kemikçiğin yerine uygun bir protezin yerleştirildiği kemikçik zincir onarım ameliyatları ile tedavi edilmektedir [9]. Kemikçik zincirin neden olduğu işitme kayıplarının tedavisinde çoğunlukla stapes protezleri kullanılmaktadır. Stapes protezi, kişinin kulak kemiğine uygun şekilde üretilen ve stapes kemiği çıkarılarak bu bölgeye yerleştirilen protezlerdir. Ticari olarak üretilen stapes protezleri üç temel tasarım tipi (tel kanca, piston ve kova) temelinde üretilmektedirler [10]. Ticari üretimde malzeme olarak ise üç temel malzeme sınıfı kullanılmaktadır: seramik, polimer ve metaller. Günümüzde protez üretiminde en çok paslanmaz çelik, platin, teflon, titanyum ve alaşımlar gibi farklı tür

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: fatmauzundemir20@gmail.com (F. Uzundemir) Geliş / Recieved: 31.03.2023 Kabul / Accepted: 19.06.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1274879

malzemeler tercih edilmektedir [11, 12]. Titanyum protezler, mükemmel korozyon direncine sahip olup doku tarafından iyi tolere edilmektedir. Hafif olmasının yanında MRI ile uyumlulukları nedeniyle en yaygın kullanılan ve çoğu otolog tarafından tercih edilen bir malzemedir [13, 14]. Seramik protezler mükemmel akustik özellikleriyle bilinmektedir, ancak kırılganlıkları ve yüksek maliyetleri nedeniyle daha az kullanılmaktadırlar. Polietilen protezler ise ekonomik olup kolavca sekillendirilebilirler ancak daha düsük akustik özelliklere sahiptirler. Son yıllarda, hidroksiapatit protezler ve şekil hafizalı alaşım protezler gibi yeni protezler de geliştirilmiştir [13, 15, 16]. Eklemeli imalat teknolojisi ve lazer mikro işleme dahil olmak üzere gelişmiş üretim teknikleri, gelişmiş biyouyumluluk ve mekanik özelliklere sahip orta kulak protezlerinin hassas ve özelleştirilebilir üretimine olanak sağlamaktadır [17].

Orta kulak sistemi üzerine birçok araștırmacı çalışmalarında sonlu elemanlar (FE) modelini kullanmaktadır. Orta kulağın biyomekanik davranısı hakkında FE modeli kullanılarak yapılan ilk çalışma, Funnell ve Laszlo (1978) tarafından bir kedi üzerinde yapılmıştır [2, 18]. O zamandan beri, orta kulak biyomekaniğinin FE modellemesi hızla büyüyen bir araştırma alanı haline gelmiştir. Gan ve arkadaşları tarafından yapılan diğer bir çalışmada, dış kulak kanalı, timpanik membran, kemikçikler, orta kulak asıcı bağ/kaslar ve orta kulak boşluğunu içeren insan kulağının üç boyutlu sonlu eleman modelini oluşturmuşlardır. İnsan kulağının FE modeli, üzengi tabanı ve timpanik membranda model tarafından öngörülen kemikcik hareketlerinin insan temporal kemikleri üzerinde deneysel ölçümlerle karşılaştırılmasıyla doğrulanmış ve kulak kanalı hava sütunu ve orta kulak kemikçikleri arasındaki akustik-yapısal eşleştirme ile FE analizi de yapılmıştır [19]. Gentil ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, timpanik membrana uygulanan farklı ses basınç seviyeleri için harmonik titreşimlerin yapısal tepkisini incelemek üzere orta kulağın sonlu bir eleman modelini geliştirmişlerdir. 100 Hz ile 10 kHz arasındaki umbo ve üzengi tabanındaki yer değiştirmelerinin harmonik tepkilerini elde etmiş ve elde edilen sonuçları daha önce yayınlanan çalışmalarla karşılaştırmışlardır [20]. Krzysztof ve diğerleri yaptıkları çalışmada, şekil hafızalı alaşımdan yapılmış bir orta kulak protezinin doğal titreşimlerini, insan orta kulağına uygulanma olasılığını sonlu elemanlar yöntemi olan yardımıyla ABAQUS araştırmışlardır. Ardından, basitleştirilmiş protez kulak modeline tanıtılarak sistem tepkisini arastırmıslardır [21]. Gyliene ve arkadaslarının yaptıkları calısmada standart ayarlanabilir açılı üzengi protezin üç boyutlu modelleri oluşturulmuştur. Sonuç olarak, pistonun kalın kısım teflondan, örs uzun islemine sabitlenen ince kısmın ise titanyum alaşımından olacağı varsayılarak protezin mekanik davranışının değerlendirilmesi için modal analiz yapılmıştır. Son olarak üzengi protezin kemikçik zincirine bağlandığı yer olan protez kısıtlamasına göre sınır koşulları değiştirilerek sayısal analizi yapılmıştır [4].

Geleneksel yöntemler kullanılarak belirlenemeyen insan orta kulağının doğal frekansları, titreşim modları, frekans yanıtı ve zaman geçmişi yanıt analizleri sonlu elemanlar analizi ile hesaplanabilmektedir [22, 23]. Bu çalışmada, en iyi geometrik yapıya sahip timpanik membran ve orta kulak kemikçik zinciri oluşturularak sağlıklı insan orta kulağının modellenmesi amaçlanmıştır. Ayrıca insan kulağının işleyişinin incelenmesi için timpanik membrandan stapese kadar ses iletiminin sayısal olarak simüle edilmesi amaçlanmıştır.

2 Materyal ve metot

2.1 Tasarım

Timpanik membran, malleus, inkus, stapes, bağlı ligamentler ve tendonlardan oluşan normal orta kulak yapılarının 3D modeli, literatürde bulunan modeller temel alınarak Solidworks programı kullanılarak oluşturulmuştur. Oluşturulan modelde, timpanik membranın ve her bir kemiğin boyutu ve şekli normal orta kulak yapılarının anatomisiyle yakından eşleşmiştir. Timpanik membran, dış kulağı ve orta kulağı ayıran içbükey bir zardır. Timpanik membran modeli literatürde verilen değerler dikkate alınarak 9 mm genişlik, 10 mm yükseklik ve 0.1 mm kalınlık ile içbükey şeklinin yüksekliği 1.5 mm'dir [23].



Şekil 1. Sağlıklı orta kulak yapılarının 3 boyutlu modeli: timpanik membran, üç kemikçik (Malleus, Incus, Stapes) ve orta kulak bağları



Şekil 2. Timpanik membran ve stapes taban plakasının hareketini gösteren sağlıklı orta kulak modelinin harmonik analizi

Orta kulak bağlantıları dört ligament ve iki kastır: superior malleolar ligament, anterior malleolar ligamentler, superior inkudal ligament, posterior inkudal ligament, tensor timpani tendonu ve stapedius tendonudur. Şekil 1'de görüldüğü gibi bağlar ve tendonlar basitleştirilmiş geometriye sahiptir ve elastik özellikleri uygun şekilde verilmiştir.

Model ilk olarak Ansys üzerinde harmonik analiz yapılarak doğrulanmış ve her bir bileşenin hareketini, özellikle de Şekil 2'de gösterildiği gibi timpanik membran ve stapes taban plakasının hareketini taklit etmek için literatürle karşılaştırılmıştır.

2.2 Sonlu elemanlar modeli

Kemikçik zincirinin tatmin edici performansı, 100 ile 10 kHz frekans aralığında harmonik analiz yapılarak gerçekleştirilmiştir. Tüm bağlar, kemikler ve tendonlar için malzeme özellikleri Tablo 1'de listelendiği gibi literatürden alınmıştır. Poisson oranı 0.33'lük bir sabittir [24-26]. Modeldeki eleman sayısı 18245 ve düğüm sayısı 34822 idi.

Tablo 1. Kulak bileşenlerinin malzeme özellikleri [25]

Anatomik Bileşenler	Yoğunluk	Elastisite	Modül
	[kg/m ³]	[Pa]	
Timpanik membran	1.2×10^{3}	3.2×10^{7}	
Çekiç (Malleus)	2.55×10^{3}	1.41×10^{10}	
Örs (İnkus)	2.36 ×10 ³	1.41×10^{10}	
Üzengi (Stapes)	2.2×10^{3}	1.41×10^{10}	
Incudomalleolar joint	3.2×10^{3}	1.41×10^{10}	
Incudostapedial joint	1.2×10^{3}	6.0×10^{5}	
Tympanic annulus	1.2×10^{3}	6.0×10^{5}	
Superior mallear ligament	2.5×10^{3}	4.9×10^{4}	
Lateral mallear ligament	2.5×10^{3}	6.7×10^{4}	
Anterior mallear ligament	2.5×10^{3}	2.1×10^{6}	
Superior incudal ligament	2.5×10^{3}	4.9×10^{4}	
Posterior incudal ligament	2.5×10^{3}	6.5 ×10 ⁵	
Stapedial annular ligament	2.5×10^{3}	2.0×10^{5}	
Tensor tympani tendon	2.5×10^{3}	2.6×10^{6}	
Stapedial tendon	2.5 ×10 ³	5.2 ×10 ⁵	

Orta kulak sisteminin tüm malzemeleri için Rayleigh sönümleme parametreleri $\alpha = 0$ s⁻¹ ve $\beta = 0,0001$ s olarak tanımlanmıştır. Rayleigh sönüm matrisi, C, bir rijitlik ve kütle matrisinin bir kombinasyonu olarak ifade edilir ve formulü Denklem (1) ile gösterilir.

$$C = \alpha M + \beta K \tag{1}$$

Burada M, kütle matrisidir, K, rijitlik matrisidir ve α ve β , Rayleigh sönüm katsayılarıdır. Dış kulak kanalındaki ve orta kulak boşluğu içindeki hava, akustik elemanlar olarak modellenmiş ve havanın akustik özelliğinde yoğunluk 1.21 kg/m³ olarak kabul edilmiştir [26].

Orta kulak kasları, ses iletimi sırasında küçük eklemlerle birlikte hızla kasılır. Bu çalışmada, küçük kas yapısı küçük bir mekanik yapı ile değiştirilmiş ve orta kulaktaki küçük bağlantı eklemleri küçük bir yay ve dashpot ile değiştirilmiştir. İnsan orta kulak kemiklerinin simülasyonu için yaylar ve dashpotlarla bağlanan dört kütleden oluşan hesaplama modeli, Şekil 3'te görüldüğü gibi dış kulak kanalı, TM, malleus, incus, stapes ve kokleayı içermektedir. Bu diyagramda, üç kulak kemikçiğini (malleus, incus ve stapes) birbirine bağlayan malleus ve incus arasındaki eklemler ve incus-stapes (sırasıyla M-I ve I-S) iki ana yay katsayısı olan K3, K4 ve sönümleme katsayısı olan C3, C4 ile temsil edilmektedir. Malleus (M2), K2 ve C2 aracılığıyla timpanik membrana (M1) bağlanır. Stapesin bağlantısı kokleaya giden taban plakası K5 ve C5, dış kulak ile timpanik membran bağlantısı K1 ve C1 olan yay ve sönümleme katsayıları ile temsil edilmektedir [27].



Şekil 3. İnsan kulağının parametrik modeli

Ses basınç seviyesi kulak kanalının yanından timpanik membran üzerine eşit olarak uygulanmıştır. Sesin şiddetinin desibel olarak karşılaştırılması Denklem (2)'de yer alan formül ile hesaplanmaktadır (P: İlgili ses basıncı, Pr: Referans ses basıncı) [27].

$$dB = 20 \log_{10} P/Pr \tag{2}$$

2.2.1 Sınır koşulları

Ses basınç seviyesi (SPL) 90 dB (0,632 Pa), kulak kanalının yanından timpanik membran üzerine eşit olarak uygulanmıştır [29, 30]. Kemikçikler, inkudo-malleolar eklem ve inkudo-stapedial eklemin birleşik hareketini temsil etmek için çok noktalı kısıtlama yoluyla birbirleriyle temas halindedir.



Şekil 4. Sonlu elemanlar modeli mesh yapısı; sağlıklı orta kulak modeli

Bağlar ve tendonlar kemikçiklere bağlanırken, tendonların ve bağların diğer ucu sabitlenmiştir. Bağlar ve tendonlar elastik yapılar olarak kabul edilmiştir. Harmonik analiz titreşim çözücüsünün frekans aralığı sağlıklı insan orta kulak modeli için 100 ile 10 kHz'e ayarlanmıştır [31, 32]. Tüm gövdelerin kafeslenmesi için 10 düğümlü tetrahedral (Tet10) elemanlar kullanılmıştır [33]. Şekil 4'te sonlu elemanlar modeli ile oluşturulan sağlıklı insan orta kulak modelinin mesh yapısı gösterilmektedir.

3 Bulgular ve tartışma

Harmonik titreşim analizi ile stapes tabanındaki genliğin frekans yanıtı ve hız değerleri hesaplanmıştır. Analizden elde edilen sonuçlar grafik şeklinde çizdirilmiştir. Stapes tabanından elde edilen sonuçlar, literatürde yer alan diğer araştırmacılar tarafından yapılan deneylerde gözlemlendiği gibi benzer genlik ve hız eğilimi göstermektedir. Bu sonuçlar, bu çalışmada geliştirlen modelin orta kulağın ses iletim davranışını analiz etmek için kullanışlı olduğunu ortaya koymaktadır. Stapes tabanından elde edilen genlik ve hız değerleri çok küçük olduğundan genlik ve hızın davranış eğilimini daha doğru gözlemlemek için grafikler logaritmik ölçek kullanılarak MATLAB programında grafik şeklinde çizdirilmiştir. Model, patolojik duruma göre kullanılabilecek stapes protezinin çap, uzunluk ve malzeme özelliklerinde değişiklik yapılmasını sağlayabilmektedir. Bu işlem, orta kulağın karmaşık geometrisinin geliştirilmesi ve frekans yanıtını belirlemek için orta kulak elemanlarına özelliklerin ve sınır koşullarının atanmasıyla gerçekleştirilir.

Stapes protezleri kişinin kulak kemikçiğine uygun şekilde üretilen protezler olup, çalışma kapsamında 0.6 mm çapında 4.75 mm uzunluğa sahip teflon malzemeden üretilen Nitibond model bir ticari protez modellenmiştir.

Titreșim enerjisi stapes tabanı aracılığıyla kokleaya iletildiğinden, model doğrulaması için ilk olarak stapes tabanının genlik ve hızı seçilmiştir. Sağlıklı insan orta kulak modeli ve modellenen stapes protezine ait stapes tabanında elde edilen genlik büyüklüğü grafikleri Şekil 5'te gösterilmektedir. Literatürde yer alan Yao vd. [33], Liu vd. [34] ve Seıvur vd. [35] yaptıkları çalışmalardan elde edilen sağlıklı insan orta kulak modelinin stapes tabanında elde edilen genlik büyüklüğü ise Şekil 6'da yer almaktadır. Ayrıca sağlıklı insan orta kulak modeli ve modellenen stapes protezine ait stapes tabanında elde edilen hız büyüklüğüne ait grafikler Şekil 7'de yer almaktadır. Elde edilen sağlıklı insan orta kulak modeli ile modellenen stapes protezinin hız sonuçları literatürdeki Sun vd. [36] ve Gan vd. [24] tarafından elde edilen sayısal sonuçlarla karşılaştırılarak model doğrulaması yapılmıştır.

Şekil 5 ve Şekil <mark>6</mark>'da yer alan grafikler karşılaştırıldığında, her iki eksen için logaritmik bir ölçekte düşük frekanslarda neredeyse sabit bir genlik ve yüksek frekanslarda doğrusal bir azalma görülmektedir. Stapes tabanının hareketi, genellikle timpanik membranının ses girişine yanıt olarak orta kulağın mekanik çıktısını temsil etmektedir. Modellemiş olduğumuz sağlıklı insan orta kulak modeli ile stapes protezine ait stapes tabanındaki genlik büyüklüğü, düsük frekanslarda (0-1000 Hz) 10⁻⁶ ile 10⁻⁴ mm'de, 500 Hz ile 700 Hz frekansında rezonans zirvesi elde edilmiştir. Genlik büyüklüğü yüksek frekanslarda (1000 Hz ve üstü), stapes tabanındaki kazanç farkları için daha az fark edilmiş ve kademeli olarak artış azalmıştır. Şekil 6'da yer alan literatürdeki Yao vd. [33], Liu vd. [34] ve Seıvur vd. [35] elde ettikleri verilere benzer sonuçlar elde edildiği görülmüştür.



Şekil 5. Timpanik membrana uygulanan 90 dB SPL için stapes tabanında titreşim genliği; Sağlıklı insan orta kulak modeli, Nitibond 0.6 mm çapında 4.75 mm uzunlukta teflon protez



Şekil 6. Sağlıklı insan orta kulak modelinde timpanik membrana uygulanan 90 dB SPL için stapes tabanında titreşim genliği (Yao vd., 2012 ; Liu vd., 2020; Seıvur vd., 2022)

Şekil 7 ve Şekil 8'deki grafikler karşılaştırıldığında, literatürdeki Gan ve diğerlerinin elde ettiği grafiğe en yakın sonucu modellediğimiz sağlıklı insan orta kulak modeli ile Sun ve diğerlerinin elde ettiği grafiğe en yakın sonucu modellediğimiz Nitibond stapes protezi sağlamıştır [24, 36]. Düşük frekanslarda (0-1000 Hz), sağlıklı insan orta kulak modelinde 10⁻² mm/s, modellediğimiz stapes protezinde ise 10⁻¹ mm/s'de stapes tabanındaki hız büyüklükleri elde edilmiştir. Yüksek frekanslarda (1000 Hz ve üstü), stapes tabanındaki kazanç farkları için daha az fark ortaya çıkarken kademeli olarak artışın azaldığı görülmüştür.

Her 2000 Hz'lik frekans aralıklarında stapes tabanında meydana gelen genlik ve hız değerleri kutu grafiği olarak da sunulmuştur. Elde edilen genlik ve hız değerlerine ait kutu grafikleri için insan konuşma aralığı olan 500–2000 Hz frekans aralığının yorumlanması önem arz etmektedir. Buradan yola çıkarak 2000 Hz'e kadar olan aralıklarda stapes tabanında meydana gelen titreşim sonucu etkilerinin frekans yanıtı ile ses iletimindeki hız dağılımlarının tayininin yapılması amaçlanmıştır.



Şekil 7. Timpanik membrana uygulanan 90 dB SPL için stapes tabanının hız büyüklüğü; Sağlıklı insan orta kulak modeli, Nitibond 0.6 mm çapında 4.75 mm uzunlukta teflon protez modeli



Şekil 8. Literatürdeki sağlıklı insan orta kulak modelinde timpanik membrana 90 dB SPL için stapes tabanının hız büyüklüğü (Sun vd., 2002; Gan vd., 2007)

Şekil 9'da yer alan sağlıklı insan orta kulak modeli ile literatürde yer alan Seıvur vd. [35] deneysel verilerinden elde edilen stapes tabanındaki titreşim genliğinin rezonans zirvesi ile Şekil 10'da yer alan Nitibond model stapes protezinin literatürdeki Yao vd. [33], Liu vd. [34] yaptıkları çalışmalardan elde edilen stapes tabanındaki titreşim genliğinin rezonans zirvesi 2000 Hz aralığında elde edilmiştir [30-32]. Bu durum insan sesinin ilk 2000 Hz aralığında duyulabilir olmasını ve modellediğimiz sağlıklı orta kulak modeli ile stapes protezinin anlamlı sonuçlar verdiğini göstermektedir. İnsan işitebilir ses düzeyinin 2000 Hz'den sonraki frekans aralıklarında ise stapes tabanındaki titreşim genliğinin kademeli olarak artışın azaldığını ortaya koymaktadır.



Şekil 9. Sağlıklı insan orta kulak modelinde stapes genlik sonuçlarının gösterimi



Şekil 20. 0.6 mm çapında 4.75 mm uzunlukta teflon protez stapes tabanındaki genlik sonuçlarının gösterimi

Şekil 11'de yer alan sağlıklı insan orta kulak modeli iteratürde yer alan Gan ve diğerlerinin deneysel verilerinden elde edilen stapes tabanındaki hız büyüklüğü rezonans zirvesi ile Şekil 12'de yer alan Nitibond model stapes protezinin literatürdeki Sun ve diğerlerinin yaptıkları çalışmalardan elde edilen stapes tabanındaki hız büyüklüğü rezonans zirvesi 2000 Hz aralığında elde edilmiştir.

Analiz sonucu elde edilen stapes tabanındaki genlik ve hıza ait değerlerde düşük frekanslarda (100 Hz - 2000 Hz) bir artış olduğu görülürken, yüksek frekans (2000 Hz – 10000 Hz) aralığında hem sağlıklı insan orta kulak modeli hem de stapes protez modeli için belirli bir azalmanın ve sayısal açıdan önemli bir farkın olmadığı görülmüştür. Modellediğimiz sağlıklı insan orta kulak modeli ile Nitibond model stapes protezinin FE model tahminleri ve literatürdeki mevcut modellerin elde ettikleri stapes tabanındaki genlik ve hıza ait deneysel verileri arasında bazı farklılıklar olmasına rağmen, nihai FE modelinin orta kulağın dinamik davranışlarını tahmin etmek için yararlı olduğu sonucuna varabiliriz. Bu farklılığında literatürdeki deneysel verilerde ele alınan orta kulak bileşenlerine ait malzeme özelliklerinin farklı olmasından kaynaklı olabileceği düşünülmüştür.



Şekil 31. Sağlıklı insan orta kulak modelinde stapes tabanındaki hız sonuçlarının gösterimi



Şekil 42. Nitibond model 0.6 mm çapında 4.75 mm stapes tabanındaki hız sonuçlarının gösterimi

4 Sonuçlar

Bu çalışmada FE modeli ilk olarak sağlıklı orta kulağın frekans, genlik ve hız yanıt grafiği literatürde yayınlanan sonuçlarla karşılaştırılarak doğrulanmıştır. Harmonik analiz 100 Hz ile 10 kHz arasında gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada timpanik membrana 90 dB' lik SPL (0.63 Pa) ses basıncı uygulanmıştır.

i. Sağlıklı insan orta kulak modelinin stapes tabanında 500 Hz'de 3,43E-05 mm'lik genlik ve 1,07E-01 mm/s'lik bir hızla en yüksek genliğe ve hıza ulaştığını, ardından Şekil 4 ve Şekil 6'da görüldüğü gibi genliğin ve hızın stapes tabanı için 10000 Hz'e kadar kademeli olarak azaldığı ve sayısal açıdan önemli bir farkın olmadığını göstermiştir.

ii. Nitibond model 0.6 mm çapında 4.75 mm uzunluğundaki teflon stapes protezinin stapes tabanında 700 Hz'de 3,65E-04 mm'lik genlik ve 1,59E+00 mm/s'lik bir hızla en yüksek genliğe ve hıza ulaştığını, ardından Şekil 5 ve Şekil 7'de görüldüğü gibi genliğin ve hızın stapes tabanı için 10000 Hz'e kadar kademeli olarak azaldığı ve sayısal açıdan önemli bir farkın olmadığını göstermiştir.

iii. Çalışmada elde edilen sonuçlar, literatürde yer alan çalışmaların sonuçları ile oldukça yakındır. Bu anlamda yapılan bu çalışmanın araştırma alanına katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Önerilen modelin, kullanılan stapes protezlerinin çap, uzunluk ve malzeme özelliklerinin etkilerinin belirlenmesinde de kullanılabileceği söylenebilir.

Yapılan çalışma sonucunda koklear sıvı kısıtlamalarının ve dış kulak kanalı ile orta kulak boşluğunun akustik etkilerini içermemesi gibi bazı sınırlamaları vardır. Bir diğer önemli kısıtlama ise koklea ve orta kulaktaki basiller membran, yuvarlak pencere zarı ve stapedial anüler ligament gibi yumuşak dokuların mekanik özelliklerinin eksikliğinden kaynaklanmaktadır. Sonuç olarak burada bahsedilen eksiklikler giderilerek çalışmada sunulan modelin geliştirilebileceği ve böylece tüm kulağın bütüncül olarak modellenmesiyle daha kesin sonuçlar elde edilebileceği düşünülmektedir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %9

Kaynaklar

- K. L. Moore and A. F. Dalley, Clinically oriented anatomy. Wolters Kluwer Health/Lippincott Williams & Wilkins, 2018.
- [2] S. Shaho, Finite-Element Modelling of the Newborn Middle Ear at Two Different Ages. Master Thesis, The Faculty of Medicine of the Eberhard Karls Universitat Tubingen, 2020.
- [3] F. Gentil, M. Parente, P. Martins, C. Santos, E. Almeida, A. Ferreira and R. Natal, Numerical study of Hough technique in surgery of otosclerosis, using the finite element method. Acta of Bioengineering and Biomechanics, 17, 4, 2015. https://doi.org/10.5277/ABB-00289-2015-03.
- [4] V. Gylienė, V. Eidukynas, G. Gylys, and S. Murugesan, Numerical analysis of stapes prosthesis constraining in the case of otosclerosis. Materials (Basel), 14(24), 7747, 2021. https://doi.org/10.3390/ma14247747.
- [5] Ö. Oymak Ay, İşitme Rekonstrüksiyonunda Glass İonomer Cement Kullanımının Fonksiyonel Sonuçları. Uzmanlık Tezi, Çukurova Üniversitesi, Tıp Fakültesi Kulak Burun Boğaz Anabilim Dalı, 2015.
- [6] Hidayat, S. Okamoto, J. H. Lee, K. Matsuura, N. Hato, H. Yamada and D. Takagi, Dynamics analyses of human middle ear system using finite element method. Full Paper Proceeding, 127(5), 10-21, 2016.
- [7] E. Sözen, Ö. Yıldırım, Y. O. Ucal, Ö. Unsal, B. Uslu Coşkun and B. Dadaş, Bone cement ossiculoplasty: our long-term results. Turk Arch Otolaryngol, 51(2), 37-40, 2013. https://doi.org/10.5152/Tao.2013.12.
- [8] E. Ocak, İşitme Rekonstrüksiyonunda Kullanılan Yöntemlerin Fonksiyonel ve Anatomik Sonuçlarının

Değerlendirilmesi. Uzmanlık Tezi, Ankara Üniversitesi Tıp Fakültesi, 2013.

- [9] S. S. Balu, A. B. Deoghare and K. M. Pandey, Design and Modeling of Human Middle Ear for Harmonic Response Analysis. International Scholarly and Scientific Research & Innovation, 12(2), 2018.
- M. H. Fritsch and I. C. Naumann, Phylogeny of the stapes prosthesis. Otology & Neurotology, 29, 407-415, 2008. http://doi.org/10.1097/MAO.0b013e3181690775.
- [11] Z. Çiler Büyükatalay, A. Hasanova, M. Baydan, S. Yılmaz and C. Meco, Stapedotomi cerrahisinde teflon ve titanyum pistonun odyolojik sonuçlarının karşılaştırması. Kbb-Forum, 18(3), 193-198, 2019.
- [12] A. Koukkoullis, Innovations in stapes surgery. Doktora Tezi, Doctoral School of Clinical Medical Sciences Medical School, University of Pécs, Hungary, 2022.
- [13] M. Uçar, Hidroksiapatit Kemik Çimento ve Porp (Parsiyel Ossiküloplasti Replasman Protezi) Kullanılan Kulak Operasyonları Sonrasında İşitme Sonuçlarının Karşılaştırılması. Uzmanlık Tezi, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Atatürk Eğitim ve Araştırma Hastanesi Kulak Burun Boğaz Anabilim Dalı, 2017.
- [14] D. D. Walker and S. C. Babu, History of ossicular chain reconstruction. Current Otorhinolaryngology Reports, 8(6), 61–64, 2020. https://doi.org/10.1007/s40136-020-00259-w.
- [15] A. Koukkoullis, I. Gerlinger, A. Kovács, Z. Szakács, Z. Piski, I. Szanyi, I. Tóth and P. Révész, Comparing intermediate-term hearing results of NiTiBOND and Nitinol prostheses in stapes surgery. The Journal of Laryngology & Otology, 135(9), 795-798, 2020. https://doi.org/10.1017/S0022215121001821.
- [16] J. T. Jr. McElveen, R. A. Tange and I. C. Naumann, Prosthesis selection in stapessurgery. Current Otorhinolaryngology Reports, 10, 23–33, 2022. https://doi.org/10.1007/s40136-021-00381-3.
- [17] K. Sıvacı, E. E. Özgüvenç and Y. Bozkurt, Biyomedikal uygulamalarında eklemeli imalat teknolojileri. Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi, 27(1), 503–522, 2022. https://doi.org/10.17482/uumfd.991197.
- [18] T. S. Ahn, M. J. Baek and D. Lee, Experimental measurement of tympanic membrane response for finite element model validation of a human middle ear. *Springer Plus*, 2(1), 527, 2013. https://doi.org/10.1186/2193-1801-2-527.
- [19] R. Z. Gan, B. Feng and Q. Sun, Three-dimensional finite element modeling of human ear for sound transmission. *Annals of Biomedical Engineering*, 32(6), 847–859, 2004. http://doi.org/0090-6964/04/0600-0847/1.
- [20] F. Gentil, M. Parente, P. Martins, C. Garbe, R. N. Jorge, A. Ferreira and J. M.R.S. Tavares, The influence of the mechanical behaviour of the middle ear ligaments: a finite element analysis. *Proceedings of the Institution* of Mechanical Engineers, Part H: Journal of Engineering in Medicine, 225(1), 68-76, 2010. http://doi.org/10.1243/09544119jeim783.

- [21] K. Krzysztof, K. Wojciech and R. Rafal, FEM model of middle ear prosthesis with pseudo-elastic effect. *Computer Methods in Mechanics, 1922*(1), 1-6, 2018. https://doi.org/10.1063/1.5019129.
- [22] F. Gentil, C. Garbe, M. Parente, P., Martins, C. Santos, E. Almeida and R. N. Jorge, The biomechanical effects of stapes replacement by prostheses on the tympanoossicular chain. International Journal for Numerical Methods in Biomedical Engineering, 30(12), 1409 – 1420, 2014. http://doi.org/10.1002/cnm.2664.
- [23] Hidayat, S. Okamoto, J. H. Lee, N. Hato, H. Yamada and D. Takagi, Finite element dynamics of human ear system comprising middle ear and cochlea in inner ear. *Journal of Biomedical Science and Engineering*, 9(13), 597-610, 2016. https://doi.org/10.4236/jbise.2016.913051.
- [24] R. Z. Gan, B. P. Reeves and X. Wang, Modeling of sound transmission from ear canal to cochlea. Annals of Biomedical Engineering, 35(12), 2180-2195, (2007. http://doi.org/10.1007/s10439-007-9366-y.
- [25] Y. Liu, S. Li and X. Sun, Numerical analysis of ossicular chain lesion of human ear. Acta Mechanica Sinica, 25, 241-247, 2009. https://doi.org/10.1007/s10409-008-0206-6.
- [26] B. Areias, Santos, R. N. Natal Jorge, Gentil, F. and M. P. L. Parente, Finite element modelling of sound transmission from outer to inner. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H: Journal of Engineering in Medicine, 230(11), 999-1007, 2016. https://doi.org/10.1177/0954411916666109.
- [27] Y. C. Hsieh, D. M. Hai and Y. L. Hsieh, A Threedimensional lump model on performances of the stapes displacement under different mechanics property conditions of a middle ear. International Journal of Acoustics and Vibration, 25(2), 162-173, 2019. https://doi.org/10.20855/ijav.2020.25.21543.
- [28] F. Zeynalov, Otosklerozlu Hastalarda Yüksek Rezolüsyonlu Bilgisayarlı Tomografide Dansitometri Ölçümleri ile Stapes Açısı ve Fasiyal Sinir Stapes Mesafesi Arasındaki İlişki. Uzmanlık Tezi, Atatürk Eğitim ve Araştırma Hastanesi Radyoloji Kliniği, 2018.
- [29] L. B. Fragoso, M. De C. Magalhães, E.B. de L. Casas, Santos, J. N. A. T. V. Rabelo and R. C. Oliveira, A mass-spring model of the auditory system in otosclerosis. Revista Brasileira de Engenharia Biomedica, 30(3), 281-288, 2014. http://dx.doi.org/10.1590/1517-3151.0252.
- [30] J. Zhang, C. Jiao, D. Zou, N. Ta and Z. Rao, Assigning viscoelastic and hyperelastic properties to the middleear soft tissues for sound transmission. Biomechanics and Modeling in Mechanobiology, 19(3), 957–970, 2019. https://doi.org/10.1007/s10237-019-01263-w.
- [31] B. Areias, M. Parente, F. Gentil, C. Santos and R. N. Jorge, A numerical study of the human ear. IEEE 5th Portuguese Meeting on Bioengineering (ENBENG), 2017.

https://doi.org/10.1109/ENBENG.2017.7889442.

[32] L. Mendonça, C. F. Santos, F. Gentil, M. Parente, B. Areias and R. N. Jorge, On the hearing effects of a

cholesteatoma growing: A biomechanical study. J Engineering in Medicine, 236(1), 72–83, 2022. https://doi.org/10.1177/09544119211046675.

- [33] W. Yao, B. Li, X. Huang, C. Guo, X. Luo, W. Zhou and M. Duan, Restoring hearing using total ossicular replacement prostheses analysis of 3d finite element model. Acta Oto-Laryngologica, 132, 152–159, 2012. https://doi.org/10.3109/00016489.2011.633229.
- [34] H. Liu, W. Wang, Y. Zhao, J. Yang, S. Yang, X. Huang and W. Liu, Effect of stimulation sites on the performance of electromagnetic middle ear implant: A finite element analysis. *Computers in Biology and*

Medicine, *124*, 103918, 2020. https://doi.org/10.1016/j.compbiomed.2020.103918.

- [35] S. Servur, S. H. Rathnakara and G. K. Ananthasuresh, Design of a S-shape middle-ear ossicular replacement prosthesis and its comparison with present-day prostheses using finite element modelling. 2022. https://doi.org/10.1007/s12046-022-02000-3.
- [36] Q. Sun, R. Z. Gan, K. H. Chang and K. J. Dormer, Computer-integrated finite element modeling of human middle ear. Biomechanics and Modeling in Mechanobiology, 1, 109–122, 2002. https://doi.org/10.1007/s10237-002-0014-z.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., Eng. Sci. 2023; 12(3), 973-982 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



The investigation of mill scale utilization as a reinforcement in aluminum matrix composites

Alüminyum matrisli kompozitlerde takviye olarak tufal kullanımının incelenmesi

Burak Birol^{1,*} 🗓

¹ Yıldız Technical University, Metallurgical and Materials Department, 34210, İstanbul Türkiye

Abstract

Industrial waste is frequently utilized as reinforcing material in aluminum matrix composites (AMC) to improve their mechanical qualities. Mill Scale (MS), which is mainly composed of iron oxides, is obtained during the forming process of steel. In the present study, the utilization of MS as a reinforcement material in AMC was investigated. The MS obtained from a steel mill was initially pulverized by highenergy ball milling, and the milling parameters were studied. 20 hours of milling at 800 RPM provided the finest distribution of particle sizes with a d(0.5) value of 1.553 µm. The milled MS was blended with commercially pure aluminum with a ratio of 0-10 wt. % in a high-energy ball mill at 300 RPM for 60-300 min, then pressed and sintered for 2 h at 600-650 °C. It was observed that increasing milling time increases the hardness and lowers the porosity of the samples and increasing the temperature up to 615°C also decreases the porosity values. On the other hand, increasing reinforcement amount increases porosity up to ~10 vol. %, especially over 2.5 wt. %. However, increasing the MS amount results in higher hardness values and lower sample wear rates because of the harder particle reinforcement.

Keywords: Aluminium matrix composites, Mill scale, High energy ball milling, Hardness, Wear

1 Introduction

The requirements for high-strength properties in lightweight materials have led to the development of aluminum matrix composites (AMC) [1]. The reinforcement materials used in aluminum matrix composites can be in the form of fibers (carbon, glass, boron, etc.), short fibers/whiskers (graphite, mica, BN, TiB₂, etc.), or particles (oxides, carbides, etc.) [2–5]. Fiber reinforcements positively affect many properties like tensile strength and elastic modulus, while ceramic particle reinforcement materials such as SiC, TiC, Al₂O₃, etc., which lead with their high melting points and high hardness, improve the properties of AMCs like hardness and resistance to wear [1,6,7]. The application of ceramic particles as reinforcement attracts more attention due to the adjustable distribution, fraction, and particle size of the reinforcements. This results

Öz

Endüstriyel atıklar, alüminyum matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini arttırmak için takviye partikülleri olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. Celiğin sekillendirilmesi sırasında esas olarak demir oksitlerden oluşan tufaller açığa çıkmaktadır. Bu çalışmada tufalin alüminyum matrisli kompozitlerde takviye malzemesi olarak kullanımı araştırılmıştır. İlk olarak bir çelikhaneden elde edilen tufal, yüksek enerjili bilyeli öğütme ile öğütülmüş ve öğütme parametreleri incelenmiştir. En iyi parçacık boyutu dağılımı (d(0.5)=1.553 µm), 800 RPM'de 20 saatlik öğütmeden elde edilmiştir. Öğütülmüş tufal, ticari olarak saf alüminyum ile ağırlıkça %0-10 oranında gezegen tipi bir bilyalı değirmende 300 RPM'de 60-300 dakika harmanlanmıştır, ardından preslenenerek 600-650 °C'de 2 sinterlenmiştir. Öğütme süresinin saat artmasının numunelerin sertliğini arttırıp gözenekliliğini azalttığı, sıcaklığın artmasının da gözeneklilik değerlerini 615°C'ye kadar azalttığı görülmüştür. Öte yandan, artan takviye miktarı gözenekliliği, özellikle ağırlıkça %2.5'in üzerinde, hacimce ~%10'a kadar artırmaktadır. Ancak daha sert tane takviye miktarı nedeniyle tufal miktarının artması sertlik değerlerini artırmakta ve numunelerin aşınma oranlarını düşürmektedir.

Anahtar kelimeler: Alüminyum matrisli kompozitler, Tufal, Yüksek enerjili bilyalı öğütme, Sertlik, Aşınma

with adjusting the microstructural and mechanical properties of the AMCs [8,9].

The increasing amount of agricultural and industrial waste arises problems related to environmental pollution. Therefore, the use of these wastes has great potential in solving these problems. Some industrial wastes are also used in the production of many advanced materials, especially metal matrix composites, with their excellent physical and mechanical properties [1,6,10]. These wastes are thermal power plant fly ashes [1,11–15], red mud, [1,6,16–21], varying organic waste ashes like rice husk ashes [22], bamboo leaf ash [23], etc., iron and steelmaking slags [24,25], or hybrid composites that contain a combination of varying wastes waste and/or ceramic particles [26–29].

On the other hand, AMCs containing iron oxide are a relatively new subject and there are many studies investigating the properties of AMCs containing iron oxide.

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: bbirol@yildiz.edu.tr (B. Birol)

Geliş / Recieved: 24.12.2022 Kabul / Accepted: 10.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1223650

According to these studies, it was stated that iron oxidereinforced composite materials increased the mechanical properties of the matrix while adding magnetic properties [30–38].

In the present study, the utilization of iron oxidecontaining mill scales (MS) as reinforcement in commercially pure aluminum was investigated. To achieve this goal, initially, high-energy ball milling parameters of the MS were investigated. Subsequently, the finest particle size obtained MS was blended with aluminum between 1-10 wt. % in a high-energy ball mill. Then the mixtures were compacted and sintered under argon flow to determine the optimum parameters. The produced AMC products were characterized by optical microscopy. Additionally, the influence of reinforcing particle concentration on the AMCs' hardness and wear characteristics was examined.

2 Material and methods

2.1 Preparation of the samples

To prepare the AMC samples, commercially pure aluminum with a particle size of less than 125 µm and MS containing 69.95 wt. % of total iron (Fe_T) were utilized as raw materials. The phases that are present in the MS were determined by a Panalytical X'PertPro XRD equipment with Cu-Ka radiation. The obtained raw materials were initially dried at 105 °C for 2 h. Then the MS was crushed and ground for 1 h in a conventional ball mill. The ground MS were sieved under 500 µm and to investigate the high energy ball milling properties, the sieved MS was placed in stainless steel vials containing stainless steel balls with 10 mm diameter (10:1 ball/powder ratio) and ground in a DECO-PBMV-0.4 L planetary ball mill at 300, 500 and 800 r/min (RPM) velocities for 5, 10 and 20 h. To eliminate the overheating of the vials, the milling was paused for 5 min at 30 min intervals. The particle size distribution after each milling process was determined by Malvern Hydro 2000MU Mastersizer.

The Al particles and high-energy ball-milled MS that has the finest average particle size (d(0.5)=1.553 µm) were blended with MS ratios of 1, 2.5, 5, and 10 wt. %. (MS1, MS2.5, MS5 and MS10, respectively) by a planetary ballmill at 300 RPM for 1, 3, and 5 h with a 10:1 ball-to-powder ratio. In order to prevent Al oxidation during the blending tests, 1 wt. % of stearic acid was used as a process controlling agent (PCA).

Using a uniaxial die, 3 g of ball-milled specimens were compressed for 5 min at 575 MPa to obtain cylindrical agglomerates with a 15 mm diameter. Then, they were sintered to produce AMCs at 600, 615, 625, and 650 °C. The sintering process was carried out in a tube furnace under an argon atmosphere with a determined heating regime to remove the stearic acid and prevent cracking in the samples. For the initial heating, stearic acid was removed by heating the samples at a rate of 3 °C/min to 400 °C and holding it there for 30 min. The samples were then heated at a rate of 5°C/min to sintering temperature and held for 2h at the sintering temperature and finally cooled in the furnace.

2.2 Characterization of the AMCs

Visual inspection, density measurements (ρ_m), and the porosity values (in vol. %) calculated using the Archimedes' principle as a mean of four measurements were used to evaluate the characteristics of the AMC samples. To be able to determine the porosity values, initially, theoretical density (ρ_T) was calculated with Equation 1 [4,39].

$$\rho_T = m_{Al} \times \rho_{Al} + m_{MS} \times \rho_{MS} \tag{1}$$

where, accordingly, *m* and ρ define the weight percentage and density of the components. The density of the mill scale (ρ_{MS}) was measured as 5.72 g/cm³ by a Quantachrome Ultrapyc 1200e helium pycnometer. The theoretical density of the aluminum (ρ_{Al}) was considered as 2.7 g/cm³. Equation 2 was used to determine the AMCs' porosity [4,39].

Porosity (% vol.) =
$$100 \times (1 - (\rho_T / \rho_m))$$
 (2)

The BMS 200-RBOV Brinell hardness test apparatus, which has a 2.5 mm ball diameter and a 62.5 kgf force, was used to determine the hardness of the AMCs.

Wear tests were applied to AMC samples by pin-on-disc wear equipment according to ASTM G133-05. A 100Cr6 steel ball with an 840 HV hardness and of 10 mm diameter was used for the tests. The samples were subjected to a 10N force that was applied while sliding over a 300-meter distance at a speed of 0.05 m/s. Initially, volume loss (m³) was calculated from Equation 3.

$$\Delta V = 1000 \times (W_i - W_f)/\rho \tag{3}$$

 ΔV is the volume loss, W_i and W_{f_i} are the initial, and final weight, and ρ is density of the sample. Then, a specific wear rate (k_s) value (m³/N.m) was calculated by using Equation 4.

$$k_s = \Delta V / (L \times d) \tag{4}$$

Here, d is the sliding distance, and L is the standard load. A Jeol JSM 5410LV Scanning Electron Microscope (SEM) and a Nikon Eclipse MA100 Microscope were used for the microstructural characterization of the AMCs.

3 Results and discussions

3.1 Characterization of MS after high-energy ball-milling

The XRD analysis of the MS is presented in Figure 1, where Fe₂O₃, Fe₃O₄, and FeO phases were observed. Figure 2 (a) illustrates the particle size distribution of MS after initial grinding and sieving, and high-energy ball-milled products after 5, 10, and 20 h with 300, 500, and 800 RPM velocities. d(0.1) and d(0.9) values which give an opinion about the fine and coarse particle size distribution, respectively, and d(0.5), which is the average particle size for all the ball-milling parameter variation are also given in Figure 2 (b). The conventional ball milling process for 1 h



rigure is much patients of the

had particle sizes of d(0.1), d(0.5), and d(0.9) as 32.912, 93.564, and 412,923 µm, respectively. Both increasing milling speed and time lowered all these values as shown in Figure 2. When 5 h of milling is examined in detail, increasing milling speed lowered the d(0.1) and d(0.9)proportionally. On the other hand, the average particle size (d(0.5)) did not change considerably and it can be deduced that milling speed does not significantly affect the average particle size. Additionally, 300 RPM and 500 RPM milling speeds resulted in a more homogenous particle size distribution after 5h of milling, but at 800 RPM speed most of the particles coagulated at nearly 100 μ m, while very fine particles, which were not encountered at the lower milling velocities, also formed.

After 10 and 20h of milling time at all velocities, the amount of bigger particles lowered and the number of particles less than 1 μ m increased, especially at 800 RPM speed. Because the lowest particle size distribution was observed at 800 RPM for 20 h of milling time, the AMCs were produced with the MS particles that were produced with these parameters.

3.2 Investigation of the AMC production parameters

To determine the optimum sintering temperature, composite powders were prepared by blending as obtained Al powder with 1 wt. % stearic acid addition and a reinforcement ratio of 1, 2.5, 5, and 10 wt. %. Blending was conducted in a planetary ball mill at 300 RPM speed for 3 hours with a 10:1 ball-to-powder ratio. Then, pellets were pressed under 575 MPa pressure for 5 min and then sintered for 2 hours at 600, 615, 625, and 650 °C. Figure 3 (a) and (b), respectively, present the macrographs, theoretical density, observed density, and porosity values of the samples produced by Equations 1 and 2.



Figure 2. (a) Particle Size Distribution and (b) the change of d(0.1), d(0.5), and d(0.9) of MS after ball milling for 1h and sieving and high-energy ball milled products after 5, 10, and 20h with 300, 500 and 800 RPM velocities



Figure 3. (a) The macrographs and (b) theoretical density, measured density, and determined porosity values of the samples containing 0, 1, 2.5, 5, and 10 wt. %. MS sintered at 600, 615, 625, and 650 °C

The macrographs of the samples (Figure 3 (a)), which were sintered at 600, 615, and 625 °C, revealed a smooth metallic surface. However, when examined in detail, some black dots began to appear on the samples sintered at 625 °C. Additionally, on the samples that were sintered at 650 °C. metallic droplets were observed on the composite structure. Also, in Figure 3 (b), as the sintering temperature is raised, there is a slight decrease in porosity up to 615 °C, a slight rise at 625 °C, and a significant increase at 650 °C. The partial melting of the Al particles over 615 °C can explain this behavior. Due to the low wetting of molten Al, these molten particles penetrate through the structure and coalesces on the surface of the samples as droplets by evacuating the area they were present and increasing the porosity of the samples. Generally, the sintering was applied up to 615 °C in the literature, regardless of the sintering method (conventional, spark plasma, microwave sintering methods, etc.) and it was reported that increasing temperature increases the density and accordingly lowers the porosity of the AMC [40–47]. Especially at temperatures near the matrix metal's melting point, compact swelling of the matrix metal occurs and the liquid exudes from pores as explained by German et al. [48].

Figure 3 (b) also shows that as the amount of reinforcement rose, the range between theoretical and measured densities widened, which also affected the samples' porosity values for all the sintering temperatures. According to the literature, it is expected for the porosity to increase as the amount of reinforcement increases [4,6,49,50]. Birol et al. [4] and Maleki et al. [50] asserted that aggregation and uneven distribution of the reinforcing are responsible for the porosity increase. Additionally, Calin et al. [51] claim that the liquid aluminum does not wet the reinforcing surfaces and it is responsible for the development of porosity in stir-cast parts. The creation of porosity and clustering of the reinforcing material as a result of the hydrated oxide coating on metal powders was documented by Borgohain et al. [49].



Figure 4. (a) Theoretical density, measured density, determined porosity values, and (b) hardness of the samples containing 0, 1, 2.5, 5, and 10% wt. MS, blended with high energy ball milling at 300 RPM for 1, 3, and 5 h and sintered at $615 \,^{\circ}\text{C}$

Figure 4 (a) illustrates the porosity and Brinell hardness variation of the samples blended in a planetary ball mill at 300 RPM for 1, 3, and 5 h and sintered at 615 °C. According to the results, the porosity values are strongly influenced by the blending time. Up to 2.5 % of the reinforcement amount increasing blending time from 1h to 3h, a nearly 25 - 40 % of porosity reduction was obtained. However, higher reinforcement amounts resulted with a porosity reduction of nearly 4 %. On the other hand, a slight decrease in the porosity (~4 %) for all the MS amounts was observed when the blending time was expanded from 3 to 5 h. As given in Figure 4 (b) increasing the reinforcement amount increased the hardness of the specimens, however, milling time exclusively played an important role in the hardness values. Extending the milling period from 1 to 3 h resulted with a significant increment in hardness where 5 h of milling time displayed a minor effect, just as observed in the porosity values.

An akin phenomenon was noted by Cabeza et al. [52] where work hardening of aluminum occurred after 3 h of milling and the hardness value of pure aluminum had risen from 31.1 to 34.5 HB. However, after 5 h of milling, the hardness had only increased to 35.1 HB. Moreover, the addition of only 1 % of MS to the AMC, elevated the hardness values for 1, 3, and 5 h of milling, 39.6, 47.4, and 47.6 HB, respectively. This significant increment was obtained due to the work hardening of aluminum, especially for 3h and 5 h milling, and grain refinement of the matrix due to interactions between reinforcement particles and grain boundaries acting as pinning points, delaying, or preventing grain growth. This results in fine matrix grain microstructure and higher mechanical properties as mentioned in the literature [3,53-55]. Additionally, the increasing amount of hard reinforcement particles in a composite material is well known to increase its hardness [4]. There is a linear increase with increasing reinforcing amount, as seen in Figure 4 (b).

3.3 Investigation of the MS amount influence on the microstructural and wear properties

Figure 5 exhibits the micrographs of the samples containing MS0, MS2.5, MS5, and MS10 blended at 300 RPM for 3h and sintered at 615 °C. The light grey areas are the Al matrix, the darker areas are the MS reinforcements, and the black areas are the voids. The porosity was examined between the Al grain boundaries in the sample MS0. Additionally, in sample MS2.5, the voids were discernible at the interface of the Al matrix and the reinforcing particles; as a result, no appreciable increase in porosity was found. On the other hand, the samples MS5 and MS10 demonstrate an

Table 1	Wear	data	of	the	samp	les
---------	------	------	----	-----	------	-----

elevation in the clustering of the particles in samples having more than 2.5% MS. This also increased the number of spaces between the reinforcing particles, which explains the marked increase in porosity values.

The wear data measured and obtained by Equations (3) and (4) are presented in Table 1 and Figure 6, respectively.

According to the wear test results, which were carried out under a 10N load for 300 m, the sample without MS had the greatest volume loss and specific wear rate values (MS0). A significantly lower k_S was found for the sample (MS1) which included 1 wt. % of MS. A linear decrease with the increasing MS amount was observed. Coefficient of friction (CoF) changes with the sliding distance reveal that especially over 200 m, the wear properties of the samples reached a steady-state condition and severe deformation was not observed. The lowest CoF values were obtained from the samples containing the highest MS amount. Moreover, according to Ozturk et al. [56] and Li et al. [57], hardness and wear resistance have a direct correlation, which was also observed in the current study.



Figure 5. The micrographs of the samples containing MS with 0, 2.5, 5, and 10 wt. %. amounts blended at 300 RPM for 3h and sintered at $615 \,^{\circ}\text{C}$

Additionally, Figure 7 reveals the SEM micrographs of the worn surfaces of MS1, MS2.5, MS5, and MS10, respectively. On the worn surfaces of MS1 and MS2.5 (Figure 7 (a) and (b)), mainly delamination and plastic deformation were observed. Although some grooves and defragmented particles were present in both of these samples, the main wear mechanism can be accounted as adhesive wear [4,52].

	MS0	MS1	MS2.5	MS5	MS10
Initial Weight, W_i , g	2.8239	2.4699	2.3792	2.3149	2.8844
Final Weight, W _f , g	2.7853	2.4461	2.3609	2.3022	2.8801
Weight Loss, ΔW , g	0.0386	0.0238	0.0183	0.0127	0.0043
Density, ρ , kg/m ³	2629	2656	2678	2651	2703
Volume Loss, ΔV , m ³ x 10 ⁻⁹	14.682	8.961	6.833	4.791	1.591
Specific Wear Rate, k_s , m ³ /N.m x 10 ⁻¹²	4.894	2.987	2.278	1.597	0.530



Figure 6. (a) Specific wear rate and (b) coefficient of friction (CoF) values of the samples

Additionally, the samples containing 5% and 10% MS, exhibit higher amounts of defragmented particles and deeper grooves as well as accumulated oxide particles throughout the worn surfaces as shown in Figure 7 (c) and (d). Thus, it may be claimed that these formations are indicative of abrasive wear as Mazahery et al. [58] explained. The harder reinforcement particles protrude out from the surface of the soft matrix as it wears. As the wear process progressed, some of these fragmented particles were re-embedded inside the soft matrix, but the rest were caught between the sample and the pin. As a result, there is abrasive activity between these broken-up and protruded particles. As a result, the wear rate lowers as the number of protruded particles (reinforcement particles) increases [1,4,58].

4 Conclusions

It was intended for the current study to examine the usability of mill scale, which is a waste obtained during the forming process of steel and mainly composed of iron oxides. To accomplish this goal, the mill scale obtained was ball milled and blended with commercially pure aluminum by using a planetary high-energy ball mill with different milling parameters. Then pressed and sintered at varying temperatures.



Figure 7 SEM micrographs of worn surfaces obtained from (a) M1, (b) M2.5, (c) M5, and (d) M10 with a magnification of 50x and 200x

Finally, the produced AMCs were characterized by Archimedes' principle, hardness, and wear tests. Depending on the results, the following statements were concluded;

- 1. Increasing ball milling rate and time, lowers the median particle size (d(0.5)) of the MS particles. At 800 RPM, lower milling times produce a non-homogenous particle size distribution where both bigger and very small particle sizes are present. However, increasing milling time grinds the bigger particles to obtain a final d(0.5) of 1.553 µm.
- 1. The sintering temperature has a positive role in the densification of the samples up to 615 °C. Over this temperature the aluminum particles begin to partially melt, leaving their original places into porosity and therefore densification lowers.
- 2. With the increasing blending time of ball-milled MS and aluminum at 300 RPM, increases the densification and hardness of all the samples. On the other hand, no significant differences were encountered between 180 and 300 min of milling time. It can be explained by the work hardening of aluminum and this mechanism affects the properties of the samples up to 180 min significantly, where the effectiveness of this mechanism is lower at blending times over 180 min.
- 3. The density of the samples is negatively impacted by the reinforcement amount, and the porosity rises with the increment of the reinforcement amount, due to the coagulation of the fine MS particles. On the other hand, reinforcement amount increment results in higher hardness values and wear resistance.
- 4. The wear resistance experiments reveal that up to 2.5% of reinforcement addition, the adhesive wear mechanism is dominant, while over this ratio abrasive wear mechanism is more prevailing.

Acknowledgement

This work was conducted with the support of the Yıldız Technical University, Metallurgical and Materials Engineering Department. Also, the author would like to acknowledge Samed GEZ for his assistance with the experiments and Rıdvan GECÜ for his comments on the wear data.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): 19%

References

- M.O. Bodunrin, K.K. Alaneme, and L.H. Chown, Aluminium matrix hybrid composites: a review of reinforcement philosophies; mechanical, corrosion and tribological characteristics. Journal of Materials Research and Technology, 4(4), 434–45, 2015. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2015.05.003.
- [2] R. Bauri and D. Yadav, Introduction to Metal Matrix

Composites, Metal Matrix Composites by Friction Stir Processing, Elsevier, 2018, pp. 1–16

- [3] A. Lakshmikanthan, S. Angadi, V. Malik, K.K. Saxena, C. Prakash, S. Dixit, and K.A. Mohammed, Mechanical and Tribological Properties of Aluminum-Based Metal-Matrix Composites. Materials, 15(17), 6111, 2022. https://doi.org/10.3390/ma15176111
- [4] B. Birol, B. Süngü Misirlioğlu, and Ö. ÇAKIR, Investigation of magnetite concentrate utilization as reinforcement in aluminum matrix composites. Journal of Composite Materials, 56(25), 3897–910, 2022. https://doi.org/10.1177/00219983221124753
- [5] C. Suryanarayana and N. Al-Aqeeli, Mechanically alloyed nanocomposites. Progress in Materials Science, 58(4), 383–502, 2013. https://doi.org/10.1016/ j.pmatsci.2012.10.001
- [6] N.K. Bhoi, H. Singh, and S. Pratap, Developments in the aluminum metal matrix composites reinforced by micro/nano particles – A review. Journal of Composite Materials, 54(6), 813–33, 2020. https://doi.org/ 10.1177/0021998319865307
- [7] A. Lakshmikanthan, S. Angadi, V. Malik, K.K. Saxena, C. Prakash, S. Dixit, and K.A. Mohammed, Mechanical and Tribological Properties of Aluminum-Based Metal-Matrix Composites. Materials, 15(17), 6111, 2022. https://doi.org/10.3390/ma15176111
- [8] L.A. Dobrzański, A. Włodarczyk, and M. Adamiak, The structure and properties of PM composite materials based on EN AW-2124 aluminum alloy reinforced with the BN or Al2O3 ceramic particles. Journal of Materials Processing Technology, 175(1–3), 186–91, 2006. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.04.031
- [9] M. Rahimian, N. Parvin, and N. Ehsani, Investigation of particle size and amount of alumina on microstructure and mechanical properties of Al matrix composite made by powder metallurgy. Materials Science and Engineering: A, 527(4–5), 1031–8, 2010. https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.09.034
- [10] M.K. Gupta, P.K. Rakesh, and I. Singh, Application of Industrial Waste in Metal Matrix Composite. Journal of Polymer & Composites, 4(3), 27–34, 2016
- [11] I. Dinaharan and E.T. Akinlabi, Low cost metal matrix composites based on aluminum, magnesium and copper reinforced with fly ash prepared using friction stir processing. Composites Communications, 9, 22–6, 2018. https://doi.org/10.1016/J.COCO.2018.04.007
- [12] I. Dinaharan, R. Nelson, S.J. Vijay, and E.T. Akinlabi, Microstructure and wear characterization of aluminum matrix composites reinforced with industrial waste fly ash particulates synthesized by friction stir processing. Materials Characterization, 118, 149–58, 2016. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.05.017
- [13] I. Dinaharan and E.T. Akinlabi, Low cost metal matrix composites based on aluminum, magnesium and copper reinforced with fly ash prepared using friction stir processing. Composites Communications, 9, 22–6, 2018. https://doi.org/10.1016/J.COCO.2018.04.007
- [14] T.P.D. Rajan, R.M. Pillai, B.C. Pai, K.G.

Satyanarayana, and P.K. Rohatgi, Fabrication and characterisation of Al-7Si-0.35Mg/fly ash metal matrix composites processed by different stir casting routes. Composites Science and Technology, 67(15–16), 3369–77, 2007. https://doi.org/10.1016/J.COMPSCITECH.2007.03.028

- [15] V.K. Sharma, R.C. Singh, and R. Chaudhary, Effect of flyash particles with aluminium melt on the wear of aluminium metal matrix composites. Engineering Science and Technology, an International Journal, 20(4), 1318–23, 2017. https://doi.org/10.1016/ J.JESTCH.2017.08.004
- [16] N. Prasad, Dry Sliding Wear Behavior of Aluminium Matrix Composite Using Red Mud an Industrial Waste. International Research Journal of Pure and Applied Chemistry, 3(1), 59–74, 2013. https://doi.org/10.9734/ IRJPAC/2014/2906
- [17] C. Kar, B. Surekha, H. Jena, and S.D. Choudhury, Study of Influence of Process Parameters in Electric Discharge Machining of Aluminum – Red Mud Metal Matrix Composite. Procedia Manufacturing, 20, 392– 9, 2018. https://doi.org/10.1016/ J.PROMFG.2018.02.057
- [18] Y.K. Singla, R. Chhibber, H. Bansal, and A. Kalra, Wear behavior of aluminum alloy 6061-based composites reinforced with SiC, Al2O3, and red mud: a comparative study. JOM, 67(9), 2160–9, 2015. https://doi.org/10.1007/s11837-015-1365-0
- [19] P. Samal, R.K. Mandava, and P.R. Vundavilli, Dry sliding wear behavior of Al 6082 metal matrix composites reinforced with red mud particles. SN Applied Sciences, 2(2), 313, 2020. https://doi.org/10.1007/s42452-020-2136-2
- [20] S. Rajesh, D. Devaraj, R. Sudhakara Pandian, and S. Rajakarunakaran, Multi-response optimization of machining parameters on red mud-based aluminum metal matrix composites in turning process. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 2012 67:1, 67(1), 811–21, 2012. https://doi.org/10.1007/S00170-012-4525-1
- [21] N. Panwar and A. Chauhan, Development of aluminum composites using Red mud as reinforcement- A review, in: 2014 Recent Advances in Engineering and Computational Sciences (RAECS), IEEE, 2014, pp. 1– 4
- [22] J.A.K. Gladston, N.M. Sheriff, I. Dinaharan, and J.D. Raja Selvam, Production and characterization of rich husk ash particulate reinforced AA6061 aluminum alloy composites by compocasting. Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition), 25(3), 683–91, 2015. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63653-6
- [23] B.P. Kumar and A.K. Birru, Microstructure and mechanical properties of aluminium metal matrix composites with addition of bamboo leaf ash by stir casting method. Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition), 27(12), 2555–72, 2017. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60284-X

- [24] K.S.S. Raja, V.K.B. Raja, K.R. Vignesh, and S.N.R. Rao, Effect of Steel Slag on the Impact Strength of Aluminium Metal Matrix Composite. Applied Mechanics and Materials, 766–767, 240–5, 2015. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.766-767.240
- [25] K.S. Sridhar Raja, V.K. Bupesh Raja, and M. Gupta, Using Anthropogenic Waste (Steel Slag) To Enhance Mechanical and Wear Properties of A Commercial Aluminium Alloy A356. Arch. Metall. Mater, 64(1), 279–84, 2019. https://doi.org/10.24425/amm.2019. 126249
- [26] R.N. Prabu, Taguchi Method Analysis of Machining Properties of Al- Slag / Flyash Hybrid Composite. Turkish Journal of Computer and Mathematics Education, 11(03), 1596–603, 2020
- [27] I.N. Murthy, N.A. Babu, and J.B. Rao, Comparative Studies on Microstructure and Mechanical Properties of Granulated Blast Furnace Slag and Fly Ash Reinforced AA 2024 Composites. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 02(04), 319–33, 2014. https://doi.org/ 10.4236/jmmce.2014.24037
- [28] K.S.S. Kumar, K.V. Rao, K. Anjaneyulu, and C. Ramakrishna, Study On Material Properties of Aluminum With Silicon Carbide And Blast Furnace Slag. Anveshana's International Journal of Research in Engineering and Applied Sciences, 3(2), 207–13, 2018
- [29] G. Siva Karuna, S.V.G. Swamy, and G.S. Naidu, Effect of Blast Furnace Slag and Red Mud Reinforcements on the Mechanical Properties of AA2024 Hybrid Composites. Advanced Materials Research, 1148, 29– 36, 2018. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/ amr.1148.29
- [30] N. Ashrafi, A.H. Mohamed Ariff, D. Jung, M. Sarraf, J. Foroughi, S. Sulaiman, and T.S. Hong, Magnetic, Electrical, and Physical Properties Evolution in Fe3O4 Nanofiller Reinforced Aluminium Matrix Composite Produced by Powder Metallurgy Method. Materials, 15(12), 4153, 2022. https://doi.org/10.3390/ ma15124153
- [31] L.-M.-P. Ferreira, E. Bayraktar, I. Miskioglu, and M.-H. Robert, New magnetic aluminum matrix composites (Al-Zn-Si) reinforced with nano magnetic Fe 3 O 4 for aeronautical applications. Advances in Materials and Processing Technologies, 4(3), 358–69, 2018. https://doi.org/10.1080/2374068X.2018.1432940
- [32] S. a, R. Subramanya, and Y. Basavaraj, Tensile hardness and wear properties of iron oxide (Fe3O4) reinforced aluminium 7075 metal matrix composites. Advances in Materials and Processing Technologies, 00(00), 1–15, 2022. https://doi.org/ 10.1080/2374068X.2022.2079227
- [33] L.-M.-P. Ferreira, E. Bayraktar, M.-H. Robert, and I. Miskioglu, Optimization of Magnetic and Electrical Properties of New Aluminium Matrix Composite Reinforced with Magnetic Nano Iron Oxide (Fe3O4), in: C. Ralph, M. Silberstein, P. R. Thakre, R. Singh (Eds.), Conference Proceedings of the Society for

Experimental Mechanics Series, Vol. 7, Springer International Publishing, Cham, 2016, pp. 11–8

- [34] L.-M.-P. Ferreira, E. Bayraktar, and M.-H. Robert, Magnetic and electrical properties of aluminium matrix composite reinforced with magnetic nano iron oxide (Fe 3 O 4). Advances in Materials and Processing Technologies, 2(1), 165–73, 2016. https://doi.org/10.1080/2374068X.2016.1164529
- [35] E. Bayraktar and D. Katundi, Development of a new aluminium matrix composite reinforced with iron oxide (Fe 3 O 4). Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 38(1), 7–14, 2010
- [36] E. Bayraktar, F. Ayari, M.J. Tan, A. Tosun-Bayraktar, and D. Katundi, Manufacturing of Aluminum Matrix Composites Reinforced with Iron Oxide (Fe3O4) Nanoparticles: Microstructural and Mechanical Properties. Metallurgical and Materials Transactions B, 45(2), 352–62, 2014. https://doi.org/10.1007/s11663-013-9970-1
- [37] E. Mahmoud and M. Tash, Characterization of Aluminum-Based-Surface Matrix Composites with Iron and Iron Oxide Fabricated by Friction Stir Processing. Materials, 9(7), 505, 2016. https://doi.org/10.3390/ma9070505
- [38] E. Bayraktar, F. Ayari, M. Jen Tan, A. Tosunbayraktar, and D. Katundi, Manufacturing of Aluminum Matrix Composites Reinforced with Iron Oxide (Fe 3 O 4) Nanoparticles: Microstructural and Mechanical Properties. n.d. https://doi.org/10.1007/ s11663-013-9970-1
- [39] M.C. Şenel and M. Gürbüz, Partikül Boyutunun ve B4C Katkı Oranının Al-B4C Kompozitlerin Mekanik ve Mikroyapı Özellikleri Üzerine Olan Etkisi. Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 8, 1864–76, 2020. https://doi.org/10.29130/dubited.683876
- [40] M. Toozandehjani, K.A. Matori, F. Ostovan, K.R. Jamaludin, A. Amrin, and E. Shafiei, The Effect of the Addition of CNTs on the Microstructure, Densification and Mechanical Behavior in Al-CNT-Al2O3 Hybrid Nanocomposites. JOM, 72(6), 2283–94, 2020. https://doi.org/10.1007/s11837-020-04132-5
- [41] G. Tosun and M. Kurt, The porosity, microstructure, and hardness of Al-Mg composites reinforced with micro particle SiC/Al2O3 produced using powder metallurgy. Composites Part B: Engineering, 174, 106965,2019.https://doi.org/10.1016/j.compositesb.20 19.106965
- [42] E. Özer, M. Ayvaz, M. Übeyli, and İ. Sarpkaya, Properties of Aluminum Nano Composites Bearing Alumina Particles and Multiwall Carbon Nanotubes Manufactured by Mechanical Alloying and Microwave Sintering. Metals and Materials International, 1–18, 2022. https://doi.org/10.1007/s12540-022-01238-0
- [43] M. Toozandehjani, F. Ostovan, K.R. Jamaludin, A. Amrin, K.A. Matori, and E. Shafiei, Process-microstructure-properties relationship in Al-CNTs-Al2O3 nanocomposites manufactured by hybrid powder metallurgy and microwave sintering process. Transactions of Nonferrous Metals Society of

China, 30(9), 2339–54, 2020. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(20)65383-3

- [44] H. Kwon, M. Estili, K. Takagi, T. Miyazaki, and A. Kawasaki, Combination of hot extrusion and spark plasma sintering for producing carbon nanotube reinforced aluminum matrix composites. Carbon, 47(3), 570–7, 2009. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2008.10.041
- [45] E. Tekoğlu, D. Ağaoğulları, Y. Yürektürk, B. Bulut, and M. Lütfi Öveçoğlu, Characterization of LaB6 particulate-reinforced eutectic Al-12.6 wt% Si composites fabricated via mechanical alloying and spark plasma sintering. Powder Technology, 340, 473– 83, 2018. https://doi.org/10.1016/ j.powtec.2018.09.055
- [46] U. Çavdar, Energy Consumption Analysis of Sintering Temperature Optimization of Pure Aluminum Powder Metal Compacts Sintered by Using The UHFIS. Uluslararası Muhendislik Arastirma ve Gelistirme Dergisi, (December 2018), 174–85, 2017. https://doi.org/10.29137/umagd.348072
- [47] V. Chak, H. Chattopadhyay, and T.L. Dora, A review on fabrication methods, reinforcements and mechanical properties of aluminum matrix composites. Journal of Manufacturing Processes, 56(May 2019), 1059–74, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.05.042
- [48] R.M. German, P. Suri, and S.J. Park, Review: liquid phase sintering. Journal of Materials Science, 44(1), 1– 39, 2009. https://doi.org/10.1007/s10853-008-3008-0
- [49] C. Borgohain, K. Acharyya, S. Sarma, K.K. Senapati, K.C. Sarma, and P. Phukan, A new aluminum-based metal matrix composite reinforced with cobalt ferrite magnetic nanoparticle. Journal of Materials Science, 48(1), 162–71, 2013. https://doi.org/10.1007/s10853-012-6724-4
- [50] A. Maleki, A.R. Taherizadeh, H.K. Issa, B. Niroumand, A.R. Allafchian, and A. Ghaei, Development of a new magnetic aluminum matrix nanocomposite. Ceramics International, 44(13), 15079–85, 2018. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.141
- [51] R. Calin, M. Pul, and Z.O. Pehlivanli, The effect of reinforcement volume ratio on porosity and thermal conductivity in Al-Mgo composites. Materials Research, 15(6), 1057–63, 2012. https://doi.org/10.1590/S1516-14392012005000131
- [52] M. Cabeza, I. Feijoo, P. Merino, G. Pena, M.C. Pérez, S. Cruz, and P. Rey, Effect of high energy ball milling on the morphology, microstructure and properties of nano-sized TiC particle-reinforced 6005A aluminium alloy matrix composite. Powder Technology, 321, 31– 43, 2017.https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.07.089
- [53] S. Aktaş and E. Anıl Diler, Effect of ZrO2 Nanoparticles and Mechanical Milling on Microstructure and Mechanical Properties of Al–ZrO2 Nanocomposites. Journal of Engineering Materials and Technology, 143(4), 2021. https://doi.org/ 10.1115/1.4050726
- [54] C.F. Deng, D.Z. Wang, X.X. Zhang, and A.B. Li, Processing and properties of carbon nanotubes

reinforced aluminum composites. Materials Science and Engineering: A, 444(1–2), 138–45, 2007. https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.08.057

- [55] J.B. Fogagnolo, E.M. Ruiz-Navas, M.H. Robert, and J.M. Torralba, The effects of mechanical alloying on the compressibility of aluminium matrix composite powder. Materials Science and Engineering: A, 355(1– 2), 50–5, 2003. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00057-1
- [56] K. Ozturk, R. Gecu, and A. Karaaslan, Microstructure, wear and corrosion characteristics of multiplereinforced (SiC–B4C–Al2O3) Al matrix composites produced by liquid metal infiltration. Ceramics

International, 47(13), 18274–85, 2021. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.03.147

- [57] J. Li, Y. Lu, H. Zhang, and L. Xin, Effect of grain size and hardness on fretting wear behavior of Inconel 600 alloys. Tribology International, 81, 215–22, 2015. https://doi.org/10.1016/j.triboint.2014.08.005
- [58] A. Mazahery and M.O. Shabani, Microstructural and abrasive wear properties of SiC reinforced aluminumbased composite produced by compocasting. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 23(7), 1905–14, 2013. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(13)62676-X.





Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş polikarbonat malzemelerin çevresel gerilme çatlaması davranışlarının incelenmesi

Environmental stress cracking behavior of polycarbonate materials produced by injection molding method

Hacı Abdullah Taşdemir^{1,*} 🗓

¹ İstanbul Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 34437, İstanbul, Türkiye

Öz

1ÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ

Bu çalışmada, iki farklı polikarbonat ve bir adet polikarbonat/akrilonitril bütadien stiren karısımı reçinelerden üretilmiş numunelerin ÇGÇ davranışı analiz edilmiştir. Araştırma için plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi ile endüstride yaygın olarak kullanılan farklı bileşiklere sahip Lexan EXL9330, Lexan EXL5689 ve CYCOLOY Cx 7240-701 recinelerden deney numuneleri üretilmiştir. Üretilen numunelerin ÇGÇ davranışlarının incelenmesi için çekme testi, ÇGÇD testi gibi mekanik testler uygulanmıştır. Analiz ve ölçüm yöntemleri olarak sırasıyla Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ve Yüzev Gerilimi / Temas Acısı ölcümü kullanılmıştır. ÇGÇ testlerinde sıvı olarak distile saf su, Polietilen Glikol 400 (PEG400) ve saf gliserin kullanılmıştır. Yapılan testler neticesinde PEG400 ortamında numunelerin çok hızlı bir şekilde hasara uğradıkları gözlemlenmiştir. Hasar mekanizması ÇGÇ olarak değerlendirilmiş, FTIR sonuçları hasar oluşumunda kimyasal bir etkinin olmadığını göstermiştir. Meydana gelen hasarın gevrek kırılma davranışı gösterdiği, malzemenin sünekliğinin ve yüzeyin hidrofilik olmasının hasarda etken olduğu değerlendirilmiştir.

Anahtar kelimeler: Çevresel gerilme çatlaması, Polikarbonat, FTIR

1 Giriş

Polimerler uzun zincir yapılı kovalent bağlara sahip plastik mühendislik malzemeleridir. Polimer moleküllerinin zincir yapıları birleşik veya birleşmemiş yapıda ya da üç boyutlu geometri oluşturacak şekilde çapraz bağlı olabilir [1]. Polimerler temelde oluşturdukları zincir geometrisine göre kategorilendirilirler. Zincir yapısı birleşik veya birleşmemiş yapıda olan polimerlere termoplastikler (ısıl yumusar), capraz bağlı olanlara ise termoset (1sıl sertlesir) plastikler adı verilir [2]. Termoplastiklerin termosetlerden farkı erime-dondurma ve tekrar kullanıma katılabilme durumuna müsait olmalarıdır. Termoplastik malzemelerin görece düşük üretim maliyetleri, eritilip tekrar kalıplanarak geri dönüşüme uygun olmaları, düşük yoğunlukları nedeniyle hafiflikleri ve kolay şekillendirilebilmeleri nedeniyle amaca uygun olarak çeşitli formlarda imal edilebilmeleri gibi benzersiz özellikleri sebebiyle

Abstract

In this study, Environmental Stress Cracking (ESC) behavior of samples produced from two different Polycarbonate and one Polycarbonate/Acrylonitrile Butadiene Styrene mixture resins were analyzed. Experimental samples were produced from Lexan EXL9330, Lexan EXL5689 and CYCOLOY Cx 7240-701 resins by plastic injection molding method. Mechanical tests such as tensile test and environmental stress cracking test were applied to examine the ESC behavior of the samples. Fourier Transform produced Infrared Spectroscopy (FTIR) and Surface Tension / Contact Angle measurement were used as analysis and measurement methods. In ESC tests, distilled water, Polyethylene Glycol 400 (PEG400) and pure glycerin were used as liquids. As a result, it was observed that the samples were damaged very quickly in the PEG400 medium. The damage mechanism was evaluated as ESC, and FTIR results showed that there was no chemical degragation effect in damage formation. It has been evaluated that the resulting damage shows brittle fracture behavior, the ductility of the material and the hydrophilicity of the surface are factors in the damage.

Keywords: Environmental stress cracking, Polycarbonates, FTIR

günümüzde otomobil, uçak, biyomedikal, elektronik ve diğer birçok sektörde mühendislik malzemesi olarak yaygın olarak kullanılmaktadır [3, 4].

Bir grup amorf termoplastik polimer olan polikarbonatlar (PC), yüksek tokluk, şeffaflık, yüksek darbe direnci, yüksek sıcaklık direnci, iyi elektrik yalıtımı, UV direnci, sürünme direnci ve hafiflik gibi çekici mekanik özellikler sahiptirler [5]. PC'ler enjeksiyon kalıplama, ekstrüzyon, şişirme, termoform gibi seri üretim yöntemleri ile kolaylıkla işlenebilirler [5, 6]. Bu özelliklerinden dolayı PC'ler, far lenslerinde, uçak panellerinde, kasklarda, ev aletleri muhafazalarında, CD'lerde, kateter konektörlerinde, fiş anahtarları için kapaklarda, araç tamponlarında ve şeffaf filtre yuvalarında yaygın olarak kullanılmaktadırlar [7-9]. Bununla birlikte, PC gibi amorf polimerlerden yapılan maddeler, düşük uzama altındayken bir sıvıya maruz kaldıklarında kendiliğinden çatlayabilir veya bozulabilir.

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: tasdemirh@itu.edu.tr (H. A. Taşdemir) Geliş / Recieved: 19.12.2022 Kabul / Accepted: 24.04.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1221428
Polimer malzemelerde görülen, malzeme türü, malzemeye uygulanan gerilme, ortam sıcaklığı, malzemenin temasta olduğu kimyasal sıvı gibi çeşitli parametrelere bağlı olarak erken çatlak oluşumu ve ilerlemesi olgusuna Çevresel Gerilme Çatlaması (ÇGÇ) denmektedir [10,11].

Polimerlerde ÇGÇ içerdiği faktörlerden dolayı oldukça karmasık bir olgudur. Temel olarak CGC davranısına malzemeye uygulanan çekme gerilmesi ve malzemenin maruz kaldığı sıvı ajanın ortak çalışması neden olur. Çekme gerilmesinin etkisi ile polimerik malzeme içerisinde oluşan serbest hacme sıvının emilmesi bölgesel olarak şişmeye ve zincir hareketliliğine neden olur. Emilen sıvı, malzemeyi yerel olarak plastikleştirir ve plastikleşen malzemenin akma mukavemeti ve camsı hale geçiş sıcaklığı (Tg) düşer. Düşen değerlerle birlikte malzemenin sıvı ile temas noktasında çatlak oluşumu başlar. Oluşan çatlağa emilen sıvı yeni yüzey oluşumu için gerekli enerji değerini düşürür yeni çatlakların oluşmasına yardım ederek nihayetinde malzemenin mekanik hasara uğramasına neden olur [12]. Diğer taraftan polimere emilen sıvı ajan doğrudan molekül yapısını bozacak kimyasal bir etkide bulunmaz, bunun yerine polimer zincirlerini birbirine bağlayan moleküller arası kuvvetleri zayıflatarak moleküler çözünme meydana getirir. Sürünme çatlağı oluşumuna benzer şekilde, ÇGÇ süreci de sıvı emiliminin başlamasına ek olarak, plastikleşme, sır çatlağı oluşumu, çatlak büyümesi ve son olarak kırılma hasarını içermektedir. ÇGÇ süreci kimyasal ortamın polimer yapısı üzerindeki etkisine bağlı olduğundan, sıvı ajanın polimer malzemeye emilme hızı çatlak başlangıç süresi ve çatlak ilerleme hızı üzerinde etkili bir parametredir [13]. Sıvı çevrenin hızlı emilmesi bozulmayı ve çatlamayı hızlandıracaktır. Yüksek düzeyde lokalize sıvı emilimi genellikle yüksek dilatasyonel gerilmeler oluşan bölgelerde meydana gelir [14].

ÇGÇ, tüm plastik bileşen arızalarının %15-30'undan sorumludur [15]. Bu keskin yüzde nedeniyle ÇGÇ aynı zamanda "Plastik Katili" olarak da adlandırılır. Amorf yapılı polimerler bünyelerinde daha fazla boş alan barındırdıklarından yarı kristal ve kristal yapılı polimerlere göre ÇGÇ'ye karşı daha hassastırlar. Moleküler ağırlığı ve moleküler ağırlık dağılımı daha yüksek olan polimerlerin ÇGÇ direncinin de yüksek olduğu bilinmektedir. Moleküler ağırlığı büyük olan sıvıların boş kısımlara dolması küçük moleküllere nazaran daha zor olacağı için ÇGÇ oluşturma riski daha azdır [16, 17]. Aromatik hidrokarbonlar, eter, keton, ester gibi orta hidrojen bağlı akışkanlar çeşitli malzemelerle çözünürlük uyumluluğu sebebi ile yüksek hidrojen bağlı (su, alkol) ve hic hidrojen bağlı akıskanlardan CGC oluşturması açısından daha tehlikelidir. Tüm bunların yanı sıra üretim parametreleri, kalıcı gerilmeler, kullanılan polimer reçinenin türü, üretim yöntemi, kalıcı gerilmeler, fiber dolgular, micro-nano katkılar ve maruz kalınan gerilme veya şekil değiştirmenin seviyesi ÇGÇ davranışını etkileyen önemli parametrelerdir [18-21].

Bu çalışmada, endüstride yaygın olarak kullanılan farklı bileşiklere sahip iki farklı polikarbonat (PC) ve bir polikarbonat/akrilonitril bütadien stiren (PC/ABS) reçineden plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmiş deney numunelerinin gerçek kullanım ortamında maruz kalma ihtimallerinin yüksek olduğu 3 farklı kimyasal sıvıya karşı ÇGÇ davranışları incelenmiştir. Test numuneleri sabit bir eğilme gerinmesi (şekil değiştirme) altında çevresel gerilme çatlaması direnci (ÇGÇD) testlerine ve mekanik özellikleri belirlemek için çekme deneyine tabi tutulmuştur. Oluşan hasarların analizi için Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), optik mikroskop ve temas açısı ölçümü testleri yapılmıştır.

2 Materyal ve metot

Bu çalışmada yapılacak olan testlerde Sabic EXL 9330, Sabic EXL 5689 ve CYCOLOY Cx 7240-701 olmak üzere üç farklı polimer reçine çeşidi kullanılmıştır. Sabic EXL 9330 reçine, özellikle mükemmel işlenebilirlik için tasarlanmış opak bir polikarbonat-siloksan kopolimeridir. Sabic EXL 5689, cam elyaf takviyeli bir PC reçinesi olan alev geciktirici enjeksiyon kalıplama kopolimer karısımıdır. CYCOLOY Cx 7240 reçinesi, ince duvar uygulamaları için iyi bir aday olan enjeksiyonla kalıplanabilir bir PC/ABS karışımlarıdır. Bu çalışmada kullanılan tüm polimer reçineler pelet formundadır. Numuneler, ASTM 8.50 inçlik çekme çubuğu ve ASTM D683 standardına göre Hastek BT 120 marka plastik enjeksiyon kalıplama makinesi ile üretilmiştir. Üretim parametreleri Tablo 1'de verilmiş olup, değerler malzemelerin tavsiye edilen üretim bu parametrelerine göre seçilmiştir. Plastik enjeksiyon kalıplama yönteminde kullanılan kalıp ayırıcı kimyasalların ÇGÇ üzerine negatif etkileri bilindiğinden [22,23], bu çalışmada kullanılan deney numunelerinin üretimin esnasında herhangi bir kalıp ayırıcı sıvı kullanılmamıştır. Üretilen numunelerin boyutları Şekil 1'de gösterilmiştir.

 Tablo 1. Numunelerin imalat parametreleri

	EXL 5689	EXL 9330	CYCOLOY
			Cx 7240-701
Kurutma Sıcaklığı	120 °C	120 °C	90 °C
Kurutma Süresi	4 Saat	4 Saat	4 Saat
Kalıp Sıcaklıkları			
Şartlandırıcı	80 °C	80 °C	80 °C
Kalıp Yüzeyi	70 °C	70 °C	70 °C
Silindir Sıcaklıkları			
Meme	315 °C	290 °C	270 °C
1	310 °C	285 ^o C	265 °C
2	305 °C	280 °C	260 °C
3	295 °C	260 °C	255 °C
Enjeksiyon Hidrolik Basınç Sınırı	120 bar	130 bar	128 bar

Üretilen numunelerin ÇGÇ testleri için sıvı ajan olarak saf su, polietilen glikol 400 (PEG400) ve saf gliserin olmak üzere üç farklı sıvı madde kullanılmıştır. Deneyde kullanılan bu sıvılar günlük hayatta ve endüstriyel uygulamalarda sıklıkla kullanılan malzemeler olup, üretilen polimer numunelerin günlük hayatta kullanımında bu sıvılara maruz kalmaları oldukça yüksektir. PEG400, düşük moleküler ağırlığa sahip berrak, renksiz, viskoz bir sıvı olup kişisel temizlik ürünlerinde, farmasötik ürünlerde ve birçok endüstriyel uygulamada çözücü, yağlayıcı ve dağıtıcı olarak kullanılan suda çözünür polieter alkollerdir. Su ile homojen bir karışım oluşturabilen gliserin başta sabun olmak üzere birçok temizlik malzemesinde, farmasötik ürünlerde ve gıdalarda kullanılmaktadır. Bu iki sıvının yanında testler distile saf su ile de yapılmıştır.

olarak kullanılmak için herhangi bir sıvıyla test edilmemiş numunelerde FTIR analizine tabii tutulmuştur.



Şekil 1. Numunelerin boyutları (ölçüler mm'dir) ve gerçek numuneler

Enjeksiyon kalıplama ile üretilen numunelerin ÇGÇD performansını anlamak için ASTM 8.50 inçlik çekme çubuğuna tam uyumlu basit bir test düzeneği tasarlanmıştır. Her bir PC ve PC/ABS malzemesinden üç numune, numunelerin orta noktasındaki gerinim %1,5'da sabit olacak şekilde düzeneğe yerleştirildi. Numunelerin kalınlığı h ve düzenekle numunelere verilen eğriliğin yarıçapı R olmak kaydıyla düzenekte numunelere verilen gerilim ($\mathcal{E}x$) aşağıdaki Denklem (1) ile hesaplanmıştır [4].

$$\varepsilon_x = \frac{h}{2R+h} \tag{1}$$

Deney düzeneğine yerleştirilen numuneler ters çevrilerek Şekil 2'deki gibi sıvı maddeye daldırılmıştır. Deney düzeneğinde sadece numunelerin tepe noktalarının sıvı ile temas etmesi sağlanmıştır. Tüm test süreçleri boyunca 25 °C sıcaklıktaki fırına yerleştirilen sıvıda numuneler zorlanmaya maruz bırakılmıştır. Test düzeneği, çatlak veya hasar oluşumu için belirli aralıkla fırından çıkarılarak çıplak gözle gözlem yapılmış ve tekrar fırına yerleştirilmiştir. ÇGÇD testi, numunelerin en az üçte ikisi hasara uğradığında sonuçlandırılmıştır. Test edilen yüzeylerde optik mikroskoplarla çatlak analizleri yapılmıştır.

ASTM D683 standardına göre üretilen numunelerin mekanik davranışlarının belirlenmesi için ASTM D638 standardına uygun olarak çekme deneyi gerçekleştirilmiştir. Çekme deneyi 25 °C oda sıcaklığında ve 10⁻² (1/s) gerinim hızında yapılmıştır. ÇGÇD testlerinde sıvıya maruz bırakılan numunelerde herhangi bir kimyasal değişim olup olmadığını belirlemek adına test edilen numuneler üzerinde FTIR analizleri yapılmıştır. Test edilen numunelerde sapma veya bozulma olup olmadığının karşılaştırmasında referans değer



Şekil 2. ÇGÇD deney düzeneği

Sıvıların bir katı yüzeyle etkileşim süreci olan ıslanırlık özelliği için sıvı, hava ve katının buluştuğu ara yüzdeki temas açısı en önemli parametredir [24]. Temas açısı yüzeyin sıvı tarafından ıslanma olasılığının bir ölçüsüdür. Düşük temas açısı değerleri sıvının yayılma ve yüzeye yapışma eğilimini (hidrofilik) gösterirken, yüksek temas açısı değerleri yüzeyin sıvıyı itme eğilimini (hidrofobik) gösterir. Temas açısı ölçümü için yüzeye PEG400, saf gliserin ve saf su sıvıları damlatılarak yüzey ıslatma testi yapılmıştır.

3 Deney sonuçlarının değerlendirilmesi ve tartışmalar

CGCD testi ile numuneler sabit bir gerilme altında sabit sıcaklıkta test sıvılarına maruz bırakılarak nasıl bir davranış sergilediği gözlemlenmiştir. Saf su ve gliserin içerisinde CGCD testine tabi tutulan numunelerden elde edilen sonuçlara göre, bir hafta süren deneyin ardından çıplak gözle yapılan incelemelere göre numunelerin hiç birinin hasara uğramadığı gözlemlenmiştir. Şekil 3'te görüldüğü üzere sabit gerinim altında bir hafta boyunca gliserine maruz bırakılan numunelerin hiç birinde hasar gözlenmemiştir. Diğer taraftan PEG400 sıvısına maruz kalan numunelerin ikinci günün sonunda hasara uğrayarak iki parçaya ayrıldıkları gözlemlenmiştir. Şekil 4'te ikinci günün sonunda deneye giren CYCOLOY Cx 72404-701 numunelerinin tamamının kırıldığı ve iki parçaya ayrılmış olduğu, üçer adet EXL 9330 ve EXL5689 numunelerinden ikişer adedinin kırıldığı gözlemlenmiştir. ÇGÇD sonuçları, gerilim altında PEG400 ile temas ettirildiğinde tüm polimer reçine türlerinin hızla hasara uğradığını ancak CYCOLOY Cx 72404-701'in EXL 9330 ve EXL 5689'dan daha savunmasız olduğunu göstermektedir.



Şekil 3. Gliserin ile yapılan ÇGÇ testi sonrası numunelerdeki hasar durumu

ÇGÇD testleri sonunda optik mikroskopla yapılan gözlemlerde saf su ve gliserin ile yapılan deneylerde numunelerin yüzeylerinde Şekil 5a ve 5b'de görüldüğü gibi kılcal çatlakların oluştuğu görülmüştür. Bu tür kılcal catlakların numunelerin deney düzeneğine verlestirilirken verilen %1.5 seviyesindeki gerinim nedeniyle oluştukları düşünülmektedir. PEG400 ile yapılan deneylerde numunelere verilen çekme gerilmesi nedeniyle dikey yüzeylerde yani kırılma yüzeyine paralel düzlemlerde (Şekil 5c) derin çatlaklarının oluştuğu görülmüştür. Şekil 5c'de görüldüğü üzere PEG400 ile yapılan ÇGÇD deneyi sürecinde öncelikle sır çatlağı oluşumu devamında derin çatlakların oluşumu ve son olarak kırılma hasarının meydana geldiği anlaşılmaktadır. Yapılan gözlemlerde kırılma yüzeyine yakın yerlerde herhangi bir sünek uzama davranışının gözlemlenmediği ve hasarın gevrek bir davranış neticesinde gerceklestiği değerlendirilmistir.



Şekil 4. PEG400 ile yapılan ÇGÇ testi sonrası numunelerdeki hasar durumu



Şekil 5. PEG400 ile yapılan ÇGÇ testi sonrası numunelerdeki hasar durumu

Calışmada kullanılan numunelerin mekanik davranışlarının ÇGÇ'ye etkisini anlamak için çekme deneyi yapılmıştır. Şekil 6'da EXL 9330 ve EXL 5689'un ilk eğimden sonra non-lineer gerilme-birim şekil değiştirme davranışı gösterdikleri görülmektedir. EXL 9330 ve EXL 5689 birbirlerine oldukça yakın oranda akma gerilmesi (σ_y) değerine sahipken EXL 5689'un elastiklik modülünün (E) EXL 9330'dan daha yüksek olduğu görülmüştür. CYCOLOY Cx 72404-701 numuneleri diğer numunelere oranla daha lineer bir gerilme-birim şekil değiştirme davranışı göstermiş ancak aynı zamanda akma noktasından önce lineer davranıştan saptığı görülmüştür. CYCOLOY Cx 72404-701 bariz bir şekilde diğer numunelerden daha yüksek σ_v değerine sahipken elastiklik modülü değerinin EXL 5689'dan küçük, EXL 9330'dan büyük olduğu anlaşılmaktadır. Diğer taraftan EXL 9330 numunelerinin diğer numunelerden daha sünek bir davranış gösterdiği anlaşılmaktadır. Diğer numunelerle kıyaslandığında, akma mukavemeti yüksek ancak sünekliği az olan CYCOLOY Cx 72404-701 numunelerinin ÇGÇD neticesinde tüm numunelerinin hasara uğraması göz önüne alındığında, sünek davranış gösteren polimerlerin ÇGÇ dirençlerinin daha yüksek olduğu değerlendirmesi yapılmıştır.



Şekil 6. Çalışmada kullanılan numunelerin çekme deneyi neticesinde elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme eğrileri

ÇGÇ süreci sıvı çevrenin polimer yapısı üzerindeki etkisine bağlı olduğundan, sıvı çevrenin emilme hızı çatlak başlangıç süresi ve çatlak ilerlemesi üzerinde etkili bir parametredir. Sıvı çevrenin hızlı emilmesi bozulmayı ve çatlamayı hızlandıracaktır. ÇGÇ davranışının anlaşılabilmesinde yüzey ıslanmasının önemli olduğu düşünülmektedir. Çünkü temas açısı ne kadar düşükse sıvı yüzeye o kadar iyi tutunup yayılacak ve numune içerisine emilmesi daha hızlı olacaktır. Böylelikle ÇGÇ'nin meydana gelme olasılığı yükselecektir. Numuneler üzerinde yapılan ıslatma testi ölcümleri neticesinde elde edilen ortalama temas açıları değerleri Tablo 2'de verilmiştir. Yapılan tüm ölçümlerde temas açıları 90°'nin altında olduğu ve deneyde kullanılan sıvıların yüzeylere yapışma eğilimi gösterdiği yani yüzeylerin hidrofilik davranış gösterdiği görülmüştür. Tablo 2'ye dikkatli bakıldığında PEG400 ile yapılan temas acısı ölcümlerinin diğerlerinden daha düsük acısal değer gösterdiği görülmektedir. Elde edilen sonuçlar PEG400'ün yüzeylere daha iyi tutunup yayıldığı ve netice olarak numune icerisine daha hızlı emildiği anlasılmaktadır. CGCD ve temas açıları ölçümleri birlikte değerlendirildiğinde PEG400'le yapılan deneylerde numunelerin hızlıca hasara uğramalarında sıvı-katı ara yüzünün daha hidrofilik davranış göstermesi ÇGÇ hasarının hızlanmasında etkili olduğu gözlemi yapılmıştır.

Tablo 2. Deney sıvılarının polimerik malzemeler üzerindeki temas açılarının ortamala değerleri

		Distile Saf Su	Gliserin	PEG400
EXL 9330		78.27°	81.42°	62.92°
EXL 5689		89.07°	82.30°	68.30°
CYCOLOY 72404-701	Cx	82.17°	84.64°	57.12°

PEG400 sıvısı ile yapılan deneylerde EXL 9330, EXL5689 ve CYCOLOY Cx 7240-701 numunelerinin hasara uğrayarak iki parçaya ayrıldıkları gözlemlenmiştir. Hasar nedeninin kimyasal bir reaksiyon sonucunda meydana gelip gelmediğini anlamak için PEG400 ile yapılan testlerden önce ve sonra tüm numunelerin FTIR spektrumları elde edilerek moleküler gruplar arasındaki farklar karşılaştırılmıştır. PEG400 ile yapılan testlerde hasara uğrayan numuneler distile suda bekletilerek PEG400'den arındırılmıs daha sonra yumuşak bezlerle kurulandıktan sonra hasar bölgelerinden FTIR spektrumları alınmıştır. Bu analizler sonrasında elde edilen FTIR grafikleri Şekil 7, Şekil 8 ve Şekil 9'da verilmiştir. Her üç FTIR grafiğinde 3000 cm-¹ civarında görülen pikler C-H aromatik halka bağını, 1769 cm^{-1} civarında görülen pikler C = O bağını göstermektedir. 1504 cm⁻¹ civarında görülen pikler C - H bağını, 1220 cm⁻¹ civarında görülen pikler C - O - (C- - O) - O - C bağını, 1158 cm-1 civarında görülen pikler C - O bağını işaret etmektedir. 828 cm⁻¹ civarında görülen pikler ise C(CH₃)₂ bağını işaret etmektedir [4, 25, 26].



Şekil 7. EXL 9330 polikarbonat numunelerinin FTIR spetrumu analizleri; PEG400 ile yapılan ÇGÇD'den önce ve sonra



Şekil 8. CYCOLOY Cx 72404-701 polikarbonat numunelerinin FTIR spektrumu analizleri; PEG400 ile yapılan ÇGÇD'den önce ve sonra

Testlerden önce sıvıya temas etmemiş orijinal numuneler ile PEG400 sıvısında hasara uğramış numuneler üzerinde yapılan detaylı karşılaştırmalarda hiç bir numunede deney sonrasında farklı pik noktalarının oluşmadığı görülmüştür. Şekil 7, Şekil 8 ve Şekil 9'da tüm pik noktalarının birebir örtüştükleri görülmektedir. Karşılaştırılmalı bir şekilde yapılan incelemelerde sıvıyla temas etmemiş ve sıvıyla hasara uğramış numuneler arasında herhangi yeni bir kimyasal bağ oluşumu gözlemlenmemiştir. Var olan tüm bağlar ilgili polimer için bilinen ve literatür ile uyumlu bağlardır [4, 25, 26]. FTIR grafikleri neticesinde PEG400 sıvısının deney numunelerine kimyasal olarak saldırmadığı, hasara uğrayan numunelerin kimyasal yapısında herhangi bir değişim veya bozulmaya sebep olmadığı görülmüştür.



Şekil 9. EXL 5689 polikarbonat numunelerinin FTIR spetrumu analizleri; PEG400 ile yapılan ÇGÇD'den önce ve sonra

Distile su ve saf gliserinle yapılan testlerle kıyaslandığında PEG400 sıvısıyla yapılan deneylerde neden daha hızlı hasar oluşumu gözlemlendiğini açıklayabilmek adına sıvıların ve kullanılan numunelerin Hansen parametreleri çözünebilirlik (HÇP) araştırılmış ve НÇР karşılaştırılmıştır. teorisine göre, polimerik malzemenin çözünürlük parametresi kimyasalın çözünürlük parametresine ne kadar yakınsa, polimerik malzemenin kimyasal varlığında hasara uğrama şansı o kadar fazladır. C. M Hansen'e göre [27] polimer ve sıvı arasında emme oranı yüksekse polimer sıvı içerisinde çözülür. Buna karşın, düşük çözülme oranlarında polimer plastikleşir ve ÇGC riski artar. Yani $|\delta p - \delta s|$ değeri arttıkça ÇGÇ direnci artmaktadır. Burada δp ve δs sırasıyla polimerin ve sıvının çözünürlük parametrelerini ifade etmektedir.

Tablo 3. Temas çiftleri ve Hansen çözünürlük parametreleri farkı

Temas Çifti	$\left \delta_p - \delta_s\right (MPa^{\frac{1}{2}})$
EXL 9330 / Saf Su	26.60
EXL 9330 / Gliserin	14.90
EXL 9330 / PEG400	2.30
EXL 5689 / Saf Su	26.60
EXL 5689 / Gliserin	14.90
EXL 5689 / PEG400	2.3
CYCOLOY Cx 72404-701 / Saf Su	26.79
CYCOLOY Cx 72404-701 / Gliserin	15.09
CYCOLOY Cx 72404-701 / PEG400	2.11

Literatür taraması neticesinde temas eden çiftlerin $|\delta p - \delta s|$ değerleri Tablo 3'te verilmiştir [28-31]. Tablo 3'e göre ÇGÇ'ye maruz kalma ihtimali en yüksek olan çift CYCOLOY Cx 72404-701 / PEG400 çiftidir. Bununla birlikte her üç polimer için de aynı sıvıya karşılık gelen parametre farkı değerleri çok yakın olduğu için polimerleri kendi aralarında ÇGÇ riskine göre sınıflandırmak mümkün değildir. Fakat her üç polimer için de en tehlikeli sıvının

sırasıyla PEG400, Gliserin ve Saf su olduğu söylenebilir. Son olarak EXL 9330 ve EXL 5689'un Hansen çözünürlük parametreleri aynı olmasına rağmen EXL 5689 cam elyafla takviye edildiği için aynı sıvı için ÇGÇ direncinin EXL 9330'dan daha yüksek olduğu düşünülmektedir.

4 Sonuçlar

Mühendislik uygulamalarındaki genel polimer hasarlarının temel faktörlerinden biri olan ÇGÇ mekanizması uygulanan gerinim, emilim, sıvı difüzyonu, yerel plastikleşme, yüzey uyumluluğu, çözünürlük ve malzemenin mekanik özelliklerini içeren karmaşık bir mekanizmadır. Bu çalışmada yapılan testlerin sonucu olarak polikarbonat malzemeler için ÇGÇ kapsamında en tehlikeli sıvı olarak sırasıyla PEG400, saf gliserin ve saf su belirlenmiştir. Elde edilen test sonuçları Hansen çözünürlük parametresi tahmini ile yüksek oranda tutarlılık sergilemektedir. FTIR analizlerinde CGC mekanizmasının kimyasal ayrışma süreci içermediği, hasara uğrayan numunelerde herhangi yeni bir kimyasal bağ oluşumu olmadığı gözlemlenmiştir. Daha gevrek bir mekanik davranışa ve daha hidrofilik bir yüzeye sahip olan CYCOLOY Cx 7240-701 numunelerinin daha hızlı hasara uğraması neticesince gevrekliğin ve hidrofilikliğin ÇGÇ direnci üzerinde negatif bir sonuç doğurduğu sonucuna varılmıştır.

Teşekkür

Çalışmada kullanılan hammaddelerin temini ve numunelerin üretimi için ASELSAN Akademi Programına çok teşekkür ederiz.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %6

Kaynaklar

- [1] L. Mascia, Polymers in industry from A to Z: A concise encyclopedia. John Wiley & Sons, 2012.
- [2] M. Gilbert (ed.), *Brydson's plastics materials*. William Andrew, 2016.
- [3] S. Ramakrishna, J. Mayer, E. Wintermantel and K. W. Leong, Biomedical applications of polymer-composite materials: a review. Composites science and technology, 61(9), 1189-1224, 2001. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(00)00241-4
- [4] A. K. Bhalla, Environmental Stress Cracking of Interior Polymers used in the car. MS thesis. NTNU, 2018.
- [5] D. Kyriacos, Polycarbonates. Brydson's Plastics Materials. Butterworth-Heinemann, 457-485, 2017.
- [6] P. Mitschang and K. Hildebrandt, Polymer and composite moulding technologies for automotive applications. Advanced materials in automotive engineering. Woodhead Publishing, 210-229, 2012. https://doi.org/10.1533/9780857095466.210
- M. M. Ferreira and V.D.F.C Lins, Failure in automobile headlight lenses. Engineering Failure Analysis, 104, 844-855,2019. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.06.051

- [8] P.R. Lewis, Environmental stress cracking of polycarbonate catheter connectors. Engineering Failure Analysis, 16.6:1816-1824, 2009, https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2008.08.026
- [9] A. Kausar, A review of filled and pristine polycarbonate blends and their applications. Journal of Plastic Film & Sheeting, 34.1: 60-97, 2018. https://doi.org/10.1177/8756087917691088
- [10] L. Andena, M. Rink, C. Marano, F. Briatico-Vangosa and L. Castellani, Effect of processing on the environmental stress cracking resistance of highimpact polystyrene. Polymer Testing, 54: 40-47, 2016. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.06.017
- [11] M. L. Robeson, Environmental stress cracking: A review. Polymer Engineering & Science, 53.3: 453-467, 2013. https://doi.org/10.1002/pen.23284
- [12] S. Koch, M. Meunier, C. Hopmann and D. Alperstein, A combined experimental and computational study of environmental stress cracking of amorphous polymers. Polymers for Advanced Technologies, 31.2: 297-308, 2020. https://doi.org/10.1002/pat.4769
- [13] L.F. Al-Saidi, K. Mortensen and K. Almdal, Environmental stress cracking resistance. Behaviour of polycarbonate in different chemicals by determination of the time-dependence of stress at constant strains. Polymer Degradation and Stability, 82.3:451-461, 2003.https://doi.org/10.1016/S0141-3910(03)00199-X
- [14] J. Nomai and A. K. Schlrb, Environmental stress cracking (ESC) resistance of polycarbonate/SiO₂ nanocomposites in different media. Journal of Applied Polymer Science, 134 (43), 45451 2017. https://doi.org/10.1002/app.45451
- [15] J. Jansen, The plastic killer. Advanced materials and Processes, 50-53, 2004,
- [16] C.D. Wright, Environmental stress cracking of plastics. iSmithers Rapra Publishing, 1996.
- [17] V. Altstädt, The influence of molecular variables on fatigue resistance in stress cracking environments. Intrinsic Molecular Mobility and Toughness of Polymers II, 105-152, 2005. https://doi.org/10.1007/b136975
- [18] J. Nomai, On the Effect of Nanofillers on the Environmental Stress Cracking Resistance of Glassy Polymers. 2019.
- [19] M. Contino, L. Andena, M. Rink, G. Marra and S. Resta, Time-temperature equivalence in environmental stress cracking of high-density polyethylene. Engineering Fracture Mechanics, 203, 32-43, 2018. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.04.034
- [20] B. H. Choi, M. Cassiday and P. Jimenez, Improvement of the test procedure of an environmental stress cracking resistance test of high-density polythelene. Experimental Techniques, 33 (4), 43-51, 2009. https://doi.org/10.1111/j.1747-1567.2008.00366.x

- [21] H. T. Wang, B. R. Pan, Q. G. Du and Y. Q. Li, The strain in the test environmental stress cracking of plastics. Polymer testing, 22 (2), 125-128 2003. https://doi.org/10.1016/S0142-9418(02)00042-9
- [22] M. Şengül and H.A. Tasdemir, The effect of mold release agents used in injection on environmental stress cracking behavior of polycarbonates. Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 38(1), 331-343, 2023. https://doi.org/10.17341/gazimmfd.947761
- [23] M. Şengül and H.A. Taşdemir, The evidence of mold releasing agent for environmental stress cracking of polycarbonates. 5. International Conference on Material Science and Technology (IMSTEC 2020), 16-18 October 2020
- [24] A. Kibar, Süperhidrofobik ve hidrofobik yüzeyler üzerinde sıvı damlası gaz kabarcığı ve sıvı jeti dinamiğinin incelenmesi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 22 (7), 613-619, 2016. https://doi: 10.5505/pajes.2016.07088
- [25] J. Li, F. Chen, L. Yang, L. Jiang and Y. Dan, FTIR analysis on aging characteristics of ABS/PC blend under UV-irradiation in air. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 184, 361-367, 2017. https://doi.org/10.1016/j.saa.2017.04.075
- [26] C. M. Delpech, F. M. B. Coutinho and M. E. S. Habibe, Bisphenol A-based polycarbonates: characterization of commercial samples. Polymer testing, 21 (2), 155-161, 2002. https://doi.org/10.1016/S0142-9418(01)00063-0
- [27] C. M. Hansen, On predicting environmental stress cracking in polymers. Polymer degradation and stability, 77 (1), 43-53, 2002. https://doi.org/10.1016/S0141-3910(02)00078-2
- [28] H. W. Milliman, D. Boris and D. A. Schiraldi, Experimental determination of Hansen solubility parameters for select POSS and polymer compounds as a guide to POSS–polymer interaction potentials. Macromolecules, 45 (4), 1931-1936, 2012. https://doi.org/10.1021/ma202685j
- [29] V. N. S. Pendyala and S. F. Xavier, Prediction of a synergistic blend composition range based on polymersolvent interactions. Polymer, 38 (14), 3565-3572, 1997. https://doi.org/10.1016/S0032-3861(96)00920-2
- [30] M. H. Alqarni, N. Haq, P. Alam, M. S. Abdel-kader, A. I. Foudah and F. Shakeel, Solubility data, Hansen solubility parameters and thermodynamic behavior of pterostilbene in some pure solvents and different (PEG-400+ water) cosolvent compositions. Journal of Molecular Liquids, 331, 115700, 2021. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.115700
- [31] Surface Tension, Hansen Solubility Parameters, Molar Volume, Enthalpy of Evaporation, and Molecular Weight of Selected Liquids. (2022b). Accudynetest. https://www.accudynetest.com/solubility_table.html



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 990-997



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Bilecik/Söğüt bölgesi kaolininin termal davranışı üzerine aşırı öğütmenin etkisi

Effect of over grinding on the thermal behavior of kaoline of Bilecik/Söğüt

region

Meryem Göktaş^{1,*}

¹ Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Metalurji Programı, 11230, Bilecik Türkiye

Öz

Kaolin başta seramik sektörü olmak üzere birçok farklı uygulama alanına sahip alüminyum hidro silikat bileşimli en önemli kil minerallerinden biridir. Bu çalışmada İnhisar-Yakacık-Çaltı-Küre (Söğüt-Bilecik) Bölgesi kaolini kullanılmıştır. Ham kaolin ve mekanik aktivasyon (aşırı öğütme) işlemine maruz kalan (gezegensel değirmende 400 dev/dk. öğütme hızında, 1/30 Katı/bilya oranında ve 45 dk. öğütme süresinde elde edilen) örnekler 800, 900, 950, 1000 ve1100°C sıcaklıkları arasında 60 dk. süreyle kalsinasyon işlemine tabi tutulmuş, ham (ÖM) ve aktive edilmiş (1-30-45) kalsine kaolin örneklerinin XRF, XRD, TG-DSC ve SEM-EDX analizleri yapılmıştır. Mekanik aktive edilen örneklerin yapısal özellikleri üzerine kalsinasyonun etkisi aktive edilmemiş örnek ile karşılaştırılarak incelenmiştir. Sonuç olarak termal olarak aktifleştirilmiş aşırı öğütmeyle elde edilen örneğin mekanik aktivasyonu kil minerallerinin amorflaşmasına neden olduğu tespit edilmiştir. Kalsine edilen ürünlerin analiz sonuçlarından mekanik aktive edilen örneklerin kalsinasyonu ile daha düşük pişme sıcaklıklarında seramik ürün elde edilebileceği ortaya konulmuştur.

Anahtar kelimeler: Kaolin, Aşırı öğütme, Kalsinasyon

1 Giriş

Bilecik/Söğüt bölgesi kaolin kilinin Türkiye'de üretildiği ilk bölgedir. Seramik sektörünün artan kil ihtiyacı ile kil minerallerinin üretim miktarları artmıştır. Kaolin kili kağıt, plastik, lastik ve seramik sanayiilerinin en önemli hammaddesidir [1]. Kaolin kilinin en önemli kullanılma nedeni yüzey aktivitesinin yüksek olmasıdır. Killerin özellikleri önemli ölçüde mineral yapılarına ve bileşimlerine bağlı olarak değişir. Kaolin killerinin saflığı, vizkositesi, parlaklığı, aşındırıcılığı, tane boyu-şekli ve bunlara bağlı olarak reolojisi kullanım alanları için oldukça önemlidir. Bu özellikler kaolin kilinin üretiminden sonraki islemler ile geliştirilebilir. Türkiye'de %75-80 kaolinit minerali içeren olarak kaolin killeri esas seramik sanaviinde kullanılmaktadır. Seramik sektöründe kullanılan kaolin kilinin homojen olmamasından kaynaklanan bazı problemler (pișme renginin temiz olmaması, serbest silis ve diğer safsızlıkları fazla içermesi v.b.) ortaya çıkmaktadır. [2]. Bu nedenle seramik sanayiinde kullanılan kaolin kilinin

Abstract

Kaolin is one of the most important clay minerals with aluminum hydro silicate composition, which has many different applications, especially in the ceramic industry. In this study, Kaolin from İnhisar-Yakacık-Çaltı-Küre (Söğüt-Bilecik) Region was used. Raw kaolin and samples subjected to mechanical activation (over-grinding) (obtained in a planetary mill at a grinding speed of 400 rpm, a solid/ball ratio of 1/30 and a grinding time of 45 minutes) 800, 900, 950, 1000 and 1100°C 60 minutes between temperatures. XRF, XRD, TG-DSC and SEM-EDX analyzes of raw (ÖM) and activated (1-30-45) calcined kaolin samples were calcined for a period of time. The effect of calcination on the structural properties of the mechanically activated samples was investigated by comparing them with the non-activated sample. As a result, it has been determined that the mechanical activation of the thermally activated over-milling sample causes amorphous clay minerals. From the analysis results of the calcined products, it has been revealed that ceramic products can be obtained at lower firing temperatures by calcination of mechanically activated samples.

Keywords: Kaolin, Over-grinding, Calcination

mekanik aktivasyonu ve termal aktivasyonu ile özelliklerinin iyileştirilmesi büyük önem taşımaktadır.

Geleneksel teknolojik yöntemlerle karşılaştırıldığında öğütme işlemiyle mekanik aktivasyon işleminin çevre dostu olduğu kabul edilir. Mekanik aktivasyon yönteminin başlıca avantajları: (1) öğütme sırasında meydana gelen karmaşık olgulara rağmen yöntemin basitliği; (2) çevresel yönden güvenli çözücülerin kullanımına olanak sağlaması; ve (3) geleneksel teknolojik yöntemler kullanılarak ürün elde etme olasılığı zor (veya imkansız) olan yarı kararlı durumlarda kullanım kolaylığı sağlamasıdır [3-5]. Ayrıca öğütme işleminin kaolinin yapısal değişimine etkisi son yıllarda yayınlanan çok sayıda çalışmanın konusu olmuştur [6-15].

Yapılan çalışmalarda; mekanik aktivasyon işlemin tane boyutunu azalttığı ve öğütmenin ilk aşamasında özgül yüzey alanını arttırdığı tespit edilmiştir [16]. Uzun süreli öğütmenin, taneler arasında topaklaşmaya (aglomerasyona) neden olduğu belirtilmiştir [17]. Aşırı öğütme ile mekanik aktivasyon sonucunda yapısal bozukluk, kısmi

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: meryem.goktas@bilecik.edu.tr (M. Göktaş) Geliş / Recieved: 03.01.2023 Kabul / Accepted: 08.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1229009

dehidroksilasyonun eşlik ettiği ve kaolinit fazının tamamen amorfizasyonunun gerçekleştiği bildirilmiştir [18, 19]. Kil mineralleri yüksek sıcaklıklarda kalsinasyonu ile reaktivitesi arttırılır. Kaolin kilinin kalsinasyonu ile elde edilen ürüne metakaolin denilir [20]. Kil mineralleri yüksek sıcaklıklarda kalsine edilerek gözeneklilikleri ve sertlikleri artar. Sertlikleri arttıkça ortamda bulunan alumina silikatlar çatlamaları engelleyerek sağlamlığı arttırır. Kaolin kalsine olduğunda sağlamlaşır ve bu sağlamlaşma iğne şeklindeki mullit kristallerinin varlığından kaynaklanır [21].

Bu çalışmada, öğütülmemiş ve optimum şartlarda mekanik aktive edilmiş kaolinin termal davranışları karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda mekanik aktivasyon ve kalsinasyon işlemlerinin kaolinin yapısında meydana gelen fizikokimyasal değişimleri ve yüzey morfolojisi üzerine etkisi incelenmiştir. Böylece seramik testlerinde kullanılmak üzere aktive edilmiş kaolin elde edilmiştir.

2 Materyal ve metot

Çalışmada tullanılan ham kaolin Bilecik İli, Söğüt İlçesi, Has Özçelik Madencilik San. ve Tic. Ltd. Şti'den temin edilmiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda elde edilen ham kaolin örnekleri üzerinde mekanik aktivasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Gezegensel hareketli bilyalı değirmende (Planetary Ball Mill) 400 dev/dk hızında, çeşitli katı/bilya oranlarında (1/10, 1/20, 1/30) ve çeşitli sürelerde (0, 15, 30, 45, 60 dk.) kuru öğütme işlemi yapılarak kaolin örneklerinin mekanik aktivasyonu sağlanmıştır. Yapılan çalışmalarda katı/bilya oranının 1/30 ve öğütme süresinin 45 dk. olduğu öğütme sonucunda elde edilen örneğin (1-30-45 kodlu örnek) mekanik aktivasyon işleminin daha başarılı olduğu sonucuna varılmıştır [22].

Yapılan çalışmalarla mekanik aktivasyon yöntemi [23, 24] kullanılarak, 1-30-45 kodlu kaolin örneğinin yapısında amorflaşma sağlanmıştır [25]. Karakterizasyon calısmalarında elde edilen veriler kullanılarak mekanik aktive edilmis kaolinin optimum kosullar tespit edilmis ve seramik sanayiinde kullanılabilir aktive edilmiş kaolin örnekleri elde edilmiştir [22]. Bu çalışma da ise ham kaolin ve önceki çalışmada elde edilen 1-30-45 kodlu aktive edilmiş kaolin örnekleri üzerinde farklı sıcaklıklarda (800, 850, 900, 950, 1000°C) kalsinasyon testleri yapılmıştır. Böylece seramik sanayiinde kullanım sırasında pişme sıcaklığının düşürülmesi hedeflenmiştir. Deneyler sonucu elde edilen mekanik olarak aktive edilmemiş ÖM ve aktive edilmiş 1-30-45 kodlu örnekler üzerinde XRF, XRD, TG-DSC ve SEM-EDX analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen mekanik aktive edilmemiş ve mekanik aktive edilmiş örnekler X-Işını Kırınımı (XRD, PAN analitik, 5-80° tarama aralığında ve 1º/dk' lık tarama hızında Empyrean marka cihaz ile) CuKα (λ=1.540590 Å) radyasyonu kullanılarak karakterize edilmiştir. TG-DSC analizleri Netzsch Marka, Sta 449 F3 Jupiter Model Diferansiyel Taramalı Kalorimetri cihazı ile 10-20°C/dak ısıtma hızında ve 25-400°C sıcaklık aralığında inert atmosfer ortamında gerçekleştirilmiştir. SEM-EDX analizi, yüzey özelliklerini incelemek için Zeiss Supra 40 VP marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) 5 kV gerilimde gerçekleştirilmiştir. Kalsinasyon çalışmaları

için MSE furnace marka M-1800-12 (12L/1800°C) model fırın ve porselen krozeler kullanılmıştır. Örnekler üzerinde nonizotermal deneyler yapılmış ve ısıtma hızı 10°C/dakika seçilmiştir. Fırın sıcaklığı sabit sıcaklığa gelince örnekler 60 dk. süre ile kalsine edilmiştir. Kalsinasyon deneyleri sırasında 2 g örnek kullanılmıştır. Çalışmadaki tüm tartım işlemleri Mettler Toledo marka AB104-S model hassas terazi kullanılarak yapılmıştır.

Böylece, elde edilen sonuçlar ile ÖM ve mekanik olarak aktive edilmiş 1-30-45 kodlu kaolin örneklerinin yapılarında meydana gelen değişimler karşılaştırılmıştır. Mekanik aktive edilmemiş ve mekanik aktive edilmiş 1/30 oranlarındaki karışımların kalsinasyonu ile (800, 850, 900, 950, 1000°C'de 60 dk.) oluşan tanelerin temel özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 XRF Analizi ve kütle kaybı

Kaolin örneklerini aktif hale getirmek için termal aktivasyon işlemi yapılmıştır. Öğütmenin kalsinasyon işlemiyle kütle kaybı (%) değerlerine etkisinin belirlenmesi amacıyla öğütülmemiş ÖM kodlu ve öğütülmüş 1-30-45 kodlu kaolin örnekleri farklı sıcaklıklarda 60 dk. süre ile kalsine edilmiş ve elde edilen ürünlerin kütlesi, kalsinasyon öncesinde baslangıç kütlesine oranlanarak kütle kaybı miktarı hesaplanmıştır. Tablo 1 ve Tablo 2'de sırasıyla çalışmada kullanılan İnhisar-Yakacık-Çaltı-Küre (Söğüt-Bilecik) öğütülmemiş (aktive edilmemiş) ÖM kodlu kaolinine [22] ve öğütülmüş (aktive edilmiş) 1-30-45 kodlu örneğe ait majör oksit bileşenlerinin yer aldığı XRF analiz sonuçları verilmiştir. Mebrek ve ark. [26] kaolinin SiO2 (silika) ve Al2O3 (alümina) olmak üzere iki ana kimyasal yapıdan oluştuğunu ve ateşte kayıp oranının mineralin bünyesinde bulunan suyun varlığından kaynaklandığını ifade etmişlerdir. Literatürde de bahsedildiği üzere, Tablo 1'de verilen ÖM örneğine ait XRF analiz sonuçlarından elde edilen % Al₂O₃ (% 17,02) ve SiO₂ (% 72,64) ve diğer bileşen içerikleri, yer karosu gibi seramik uygulamalarında uygun bir kil hammaddesi olduğunu göstermiştir [22, 27].

Tablo 1. ÖM örneğine ait majör oksit bileşenlerinin kimyasal analiz sonuçları (ağ.%)[22]

3	
Oksit	Bileșim
	(%)
SiO ₂	72.64
Al_2O_3	17.02
TiO_2	0.68
Fe_2O_3	1.70
CaO	0.44
MgO	0.35
K_2O	2.39
Na ₂ O	0.72
Kütle Kaybı	4 06

Artan safsızlık miktarı seramik üretimi sırasında bünye ve sırın yapısını etkileyerek bozulmasına sebep olmaktadır [27, 28]. Tablo 2 incelendiğinde, kaolinin kalsinasyon sıcaklığı arttıkça Al₂O₃ ve SiO₂ miktarının arttığı görülmüştür. 1-30-45 kodlu örnekte 800°C'den itibaren Fe₂O₃ ve TiO₂ gibi renk veren oksitlerin de miktarlarının ise artan kalsinasyon sıcaklığı ile azalmalar görülmüştür. 800°C de kalsine olan kaolininde %1,17 olan Fe₂O₃ içeriği 1100°C'de kalsinasyon sonucunda %0,62'ye düşürülmüştür. Sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmüştür [29].

Tablo 2. 1-30-45 kodlu örneğe ait majör oksit bileşenlerinin yer aldığı kalsınasyon sıcaklığına göre kimyasal analiz sonuçları (ağ.%)

Oksit Bileşim (%)	800 °C	900°C	950°C	1000°C	1100°C
SiO ₂	71.70	71.74	71.78	72.17	73.05
Al_2O_3	17.07	17.10	17.15	17.17	17.33
TiO ₂	0.73	0.72	0.64	0.56	0.47
Fe_2O_3	1.17	1.10	1.00	0.91	0.62
K ₂ O	2.14	2.16	2.26	2.18	2.11
Diğer	1.32	1.33	1.35	1.21	0.63
Kütle Kaybı	5.87	5.85	5.82	5.80	5.79

Öğütmenin kalsinasyon sırasındaki kütle kaybı (%) değerlerine etkisinin belirlenmesi amacıyla ÖM kodlu numune ve 1-30-45 kodlu kaolin örnekleri farklı sıcaklıklarda 60 dk. süre ile kalsine edilmiş ve ürünlerin kütlesi, kalsinasyon öncesi kaolinin başlangıç kütlesine oranlanarak kütle kaybı (%) değerleri hesaplanmıştır. Kalsinasyon deneyleri sonucunda kütle kaybı stokiyometrik olarak en çok %5.87 bulunmuştur.

Şekil 1a ve b'de, ÖM kodlu numune ve 1-30-45 kodlu kaolin örneklerinin kalsinasyon sonrası kütle kaybı (%) değerleri verilmiştir. Şekil 1a)'da Öğütülmemiş örneklerin 1000°C'de (ÖM-1000 kodlu numune) kütle kaybı miktarı ~%4 düzeyine yükselmiş olduğu tespit edilmiştir. Şekil 1a ve b karşılaştırıldığında; ÖM örneğine kıyasla 1-30-45 örneğinin daha yüksek kalsinasyon verimi ve düşük sıcaklıklarda kalsine edilmiş ürün elde edilebileceği düşünülmüş ve TG-DSC analizleriyle de bu durum tespit edilmiştir. Kalsinasyon deneyleri sırasında 514 °C' de kaolinit dehidroksilasyonu sonucuyla yapı metakaolinite dönüşmüş, 1000°C'nin üzerinde ise mullit oluşumu belirlenmiş ve kütle kaybı değerlerinde uyumlu olduğu sonucuna varılmıştır [27].

3.2 XRD analizi

ÖM kodlu kaolin örnekleri üzerinde farklı sıcaklıklarda (800, 900, 950, 1000 ve 1100°C'de) 60dk. süre ile kalsinasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Kalsine olmamış ÖM örneğine ait XRD deseni Şekil 2'de verilmiştir. Şekil 2 incelendiğinde ÖM örneğinin difraksiyon paterninden, kaolinite () ait pikler açık bir şekilde gözlenmiştir. ÖM örneğinin 12.4°'de rastlanan belirgin kaolinit pikinin yanında çok sayıda kaolinit piki tespit edilmiştir [22, 30]. Kaolinit piklerinin yanında kristobalit (\blacktriangle) ve kuvarsa (\bigcirc) ait piklerde görülmüştür [22, 31].

XRD analizinden yapıdaki amorflaşma yüzdeleri tespit edilmeye çalışılmış ve kaolinit pikleri göz önüne alınarak aşağıda verilen Denklem (1)'deki formül yardımıyla hesaplanmıştır.

$$Amorfluk Derecesi = 100 - [(UoIx/IoUx) \cdot 100]$$
(1)

Burada Io öğütülmemiş cevher için difraksiyon pikinin alanı, Ix öğütülmüş cevher için difraksiyon pikinin alanı, Uo öğütülmemiş cevher için difraksiyon pikinin zemin değeri, Ux öğütülmüş(mekanik aktive edilmiş) cevher için difraksiyon pikinin zemin değerleridir.



Şekil 1. a) ÖM ve b)1-30-45 kodlu kaolin örneklerinin kalsinasyon sonrası kütle kaybı (%)



Şekil 2. ÖM kodlu kalsine olmamış ham kaolin örneğine ait XRD analiz sonuçları [22]

Daha önce yapılan çalışmada elde edilen veriler ışığında öğütme (mekanik aktivasyon) süresi ve katı/bilya oranı arttıkça % amorflaşma derecelerinin arttığı görülmüştür. 1-30 katı/bilya oranında ve 45 dk. mekanik aktivasyon sonrası amorflaşma derecesi % 80,61 olarak hesaplanmıştır [22]. Elde edilen amorfluk derecesi sonuçları ile XRD desenleri birlikte değerlendirilmiş ve özellikle kaolinit mineralinin en fazla, kuvars mineralinin ise en az amorflaştığı öğütme koşullarındaki örneğin 1-30-45 kodlu örnek olduğu sonucuna varılmıştır. Katı/bilya oranının 1-30 ve öğütme süresinin 45 dk. olduğu öğütme koşullarında elde edilen 1-30-45 kodlu örneğin mekanik aktivasyon işleminin yapıyı yoğun şekilde bozması ve kısmi amorfizasyon sağlaması nedeniyle daha basarılı olduğu sonucuna varılmıştır [22]. Sekil 3' de ÖM kodlu kaolin örneklerinin farklı sıcaklıklarda kalsinasyonuyla elde edilen ürünlerin XRD desenlerinin karsılastırılmıştır. XRD paternleri incelendiğinde genel anlamıyla kuvarsın kristal yapısını koruduğu gözlenmiştir. Şekil 3 incelendiğinde kuvars, kaolinit, metakaolin, silis ve mullit gibi minerallerin pikleri tespit edilmiştir. 800°C kalsinasyon sıcaklıklarında elde edilen XRD desenlerinde kuvars, kaolinit, silis, kristobalit piklerinin varlığı görülmüştür. Şekil 3 de verilen XRD analiz sonucundada görüldüğü üzere ÖM örneğinin 900°C kalsinasyon sıcaklıklarında elde edilen XRD desenlerinde metakaoline ait pikler belirgin şekilde gözlemlenirken kristobalit varlığı da tespit edilmiştir [32, 33]. Ancak 950, 1000 ve 1100°C sıcaklıklarda metakaolinin yapısı değişmiş, silis ve mullite (M) ait piklerin varlığı saptanmıştır [33, 34]. XRD sonuçlarına göre örneklerden elde edilen birbirinden farklı değerler ve kalsinasyon sıcaklığındaki değişimler çıktıları etkilemiştir. Elde edilen bu sonuçlar, kalsinasyon sırasındaki yüksek sıcaklığın kaolinin kristal yapısının bozulmasına neden olduğu şeklinde yorumlanmıştır [35]. Şekil 2 ve 3 birlikte değerlendirildiğinde kalsine edilmemiş ÖM kaolin örneği ile kıvaslandığında, kalsine edilmis ÖM kodlu kaolin örneklerinin XRD sonuclarında, önemli değisiklikler olduğu görülmüstür. Kalsinasyon ile kuvars pik siddetleri düsmüs ve kaolinit piklerininin çoğu gözden kaybolmuştur. Bunun nedeni, yapının yoğun bir şekilde bozulması ve kısmen amorflaşmasıdır. Bu azalmalar literatürle uyumluydu [36, 37].



Şekil 3. ÖM kodlu kaolin örneklerinin farklı sıcaklıklarda kalsinasyonuyla elde edilen ürünlerin XRD desenlerinin karşılaştırılması

1-30-45 kodlu kaolin örneklerinin farklı sıcaklıklarda (800, 900, 950, 1000 ve 1100°C'de) kalsinasyonuyla elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 4'de karşılaştırılmıştır. Şekil 4 incelendiğinde 800–1000 °C sıcaklık aralıklarında kaolin mineralinin dehidroksilasyonu sonucu metakaolin oluşumu gözlenmiştir [38]. Kısacası, 800°C'den itibaren kaolin bünye suyunu kaybetmiş ve dehidroksilasyonu ile kristal kaolin metakaoline dönüşmüştür [39]. 900 ve 950°C' de kalsine edilen ürünlerin XRD desenlerinde farkedilebilir bir değişim gözlenmemiştir. Bunun yanında 1000-1100°C'de kalsinasyon (yüksek sıcaklıklarında), metakaolinin kristal yapısının bozulduğu görülmüstür. 1-30-45 kodlu örneğin XRD analiz sonuclarından daha düsük kalsinasvon sıcaklıklarında amorflasma sağlandığı görülmüstür. Bu durum mekanik aktive olmus örneklerin (1-30-45) aktive edilmemiş (ÖM) örneklere kıyasla kalsinasyon sırasında daha düşük sıcaklıklarda aktivitelerinin arttığını göstermiştir.



Şekil 4. 1-30-45 kodlu kaolin örneklerinin farklı sıcaklıklarda kalsinasyonuyla elde edilen ürünlerin XRD desenlerinin karşılaştırılması

3.3 TG-DSC analizi

Şekil 5. ve Şekil 6. da verilen TG-DSC analiz sonuçları incelendiğinde bir dizi termal olay gözlemlenmiştir. ~100 °C'de kaolinitin bünye suyunu kaybetmesinden kaynaklanan kütle kaybı gerçekleşmiş ve bu durum örneklerin dehidrasyonu nedeniyle yaklaşık ~350 °C ye kadar sürmüştür [40]. 450°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda kaolinitin termal dehidroksilasyonundan (kristal fazdan amorf faza dönüşümünden) kaynaklanan kütle kaybı görülmüştür [41]. Endotermik bir tepe ile karakterize edilen gösterilen ~514 °C' eğrisinde DSC de kaolinit dehidroksilasyonu sonucuyla yapisi metakaolinite dönüşmüştür [42]. XRD sonuçlarında benzer sonuçlar gözlenmiştir. Dehidroksilasyon sıcaklığındaki değişmeler öğütme süresine ve kütle kaybına bağlı olarak değişmiştir [43]. ~990 °C'de gözlemlenen ekzotermik tepe noktası yeni bir kristal faz olan mullitin oluşumunu göstermiştir [36, 44]. Elde edilen TG-DSC sonuçları XRD sonuçlarını destekler niteliktedir. ÖM örneğinde ~1005 °C'de gözlemlenen ekzotermik pik birincil müllit oluşumuna atfedilmiştir. Mekanik aktive edilmiş 1-30-45 örneğinde ise aynı oluşum ~990°C' de gerçekleşmiştir. Bu durum kaolinin artan öğütme süresi ile dehidroksilasyonun arttığını göstermiştir [43]. Literatürde 1300°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ikincil mullit fazının oluştuğunu ve katı oranı ilavesi ile ikincil mullit fazının kristallenmesinin arttığı ifade edilmiştir [45]. ÖM örneğinde ~1327°C' de ikincil müllit oluşumunu

gösteren ekzotermik pik gözlemlenirken aynı pik mekanik aktive edilmiş 1-30-45 örneğinde ~1260 °C' de görülmüştür [36]. Bu durum, yeni bir kristal faz olan mullit oluşumunun daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesine mekanik aktivasyonun neden olduğunu göstermiştir [37, 46, 47]. ÖM ve 1-30-45 örneklerinin TG verileri birlikte incelendiğinde absorbe edilen suyun buharlasmasından kaynaklanan ve ilk endotermik tepe noktasına karsılık gelen ~% 0.8'lik bir kütle kaybı hesaplanmıştır. İkincil kütle kaybı ~514 °C'de ikincil endotermik tepe noktası ile iliskili, 450 °C ile 750 °C sıcaklık aralığında meydana gelmiş (~%6) ve bu durum kaolinitin dehidroksilasyonundan kaynaklanmıştır [25, 26]. TG eğrilerinin daha düşük sıcaklıklara kaymasının, öğütme ile ilişkili olduğu görülmüş ve aynı eğilim DSC eğrilerindeki kaymalar için de gözlenmiştir. TG ve DSC analizi sonuçlarından 1-30-45 kodlu örnekte aşırı öğütmenin etkisiyle kütle kaybının daha düşük sıcaklıklarda meydana geldiği belirlenmiştir [22].



Şekil 5. ÖM örneğine ait TG/DSC analiz sonuçları



Şekil 6. 1-30-45 örneğine ait TG-DSC analiz sonuçları

3.4 SEM-EDX analizi

ÖM ve 1-30-45 kodlu kaolin örneklerinden alınan 40 g'lık numuneler 1 saat süre ile 800, 900, 950, 1000, 1100°C'de kalsine edilmiştir. Kalsinasyon sonucu elde edilen öğütülmemiş ÖM kodlu ve 1-30-45 kodlu kalsinasyon ürünlerinin yapısal değişimleri SEM-EDX analizi yapılarak gözlenmiştir. Farklı sıcaklıklarda kalsine edilen ÖM örneklerine ait SEM ve EDX görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. Örneklere ait EDX analizinde tüm örnekler için ana elementler olarak O, Si, Al, K, C, Na ve Fe seçilmiştir. Ayrıca Şekil 7'de verilen 1-30-45 örneğine ait SEM-EDX analizleri incelendiğinde büyük miktarda ağırlıkça % 45.16 O, 25.40 Si ve 22.11 Al içeriğinin sahip olduğu belirlenmiştir. 1-30-45 örneğinin EDX analizi sonucundan seramik sanayii için fayans ve karo üretiminde kullanılabilecek oranda %Al içeriğine sahip olduğu tespit edilmiştir [48]. Şekil 7'de verilen ÖM örneğinin kalsinasyon öncesi 1.00 KX büyütmede SEM görüntüsü incelendiğinde küçük boyutlu tanelerin büyük boyutlu taneler arasında (farklı boyutlarda düzensiz şekillerden oluşan büyük ve küçük taneler) yer aldığı [26] ve bu tanelerin yaprağımsı bir yapıya sahip olduğu görülmüştür [30].



Şekil 7. Kalsinasyon sonrası ÖM örneğine ait SEM-EDX görüntüleri (1KX büyütme)

SEM-EDX analizi sonucunda kalsinasyon işlemiyle kaolin kilinin tabakalarında açılma ve gözenekli yapı gözlenmemiştir. Farklı sıcaklıklarda kalsine edilen 1-30-45 kodlu örneklere ait SEM-EDX görüntüleri Şekil 8'de verilmiştir. Şekil 8'de verilen 1-30-45 kodlu örneğin kalsinasyon sonrası 1.00 KX büyütmede SEM-EDX görüntüsü incelendiğinde 950 ve 1000 °C'de kalsine edilen örneklerle gerçekleştirilen deneylerde kaolin yanında metakaolin oluşumuna rastlanırken, 800 ve 900 °C'de kalsine edilen örneklerle yapılan deneylerde metakaolin yanında mullit ve kristobalit oluşumu tespit edilmiştir. Sonuçlar XRD analiz sonuclarını desteklemektedir. Sekil 8'de 1-30-45 kodlu öğütülmüs kalsine kaolinin ince tane bovutuna, vüksek yüzey alanına sahip olması ve yapısındaki müllit sayesinde yüksek sıcaklıklarda kararlı olması nedeniyle seramik sır kompozisyonlarında kullanılabileceği bildirilmiştir [49]. Kalsine kaolin kullanımının alümina içeriği bakımından, yüzey alanını iyileştirmesi, sırda, pişme öncesi kuru küçülmeyi azaltması, sırın bünye ile uyumunu sağlaması, kimyasal ve aşınma dirençlerini iyileştirmesi gibi birçok avantajı bulunmaktadır [49].



Şekil 8. 1-30-45 kodlu örneğin kalsınasyon sonrası SEM-EDX Görüntüleri (1KX büyütme)

4 Sonuçlar

ÖM ve mekanik aktive edilmiş 1-30-45 kodlu örnekler üzerinde XRF, XRD, TG-DSC ve SEM-EDX analizleri yapılarak farklı sıcaklık ve sürelerde kalsine etmenin mekanik aktivasyon üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

-XRD analiz sonuçlarına göre; aktivasyondan sonra piklerin şiddetlerinde önemli miktarlarda azalmalar kaydedilmiştir. Bunun nedeni, mekanik aktivasyona bağlı olarak yapıda meydana gelen yoğun bozulma ve kısmi 1000amorflaşmanın olmasından kaynaklanmasıdır. 1100°C'de kalsinasyon (yüksek sıcaklıklarında), metakaolinin kristal yapısının bozulduğu görülmüştür. 1-30-45 kodlu örneğin XRD analiz sonuçlarından daha düşük kalsinasyon sıcaklıklarında amorflaşma sağlandığı görülmüştür. Bu durumun sonucu mekanik aktive olmuş 1-30-45 kodlu örneklerin aktive edilmemiş ÖM örneklerine kıyasla kalsinasyon sırasında daha düşük sıcaklıklarda aktivitelerinin artmasıdır.

-TG ve DSC analizi sonuçlarından ÖM örneği ile karşılaştırıldığında 1-30-45 kodlu örnekte aşırı öğütmenin etkisiyle kütle kaybının daha düşük sıcaklıklarda meydana geldiği belirlenmiştir.

-SEM-EDX analizi; aktive edilmemiş ÖM kodlu kaolinde mikron boyutlu tanelerin daha büyük taneler arasında yığıldığı ve özellikle yaprağımsı yapılardan oluştuğunu göstermiştir. Mekanik aktivasyona maruz kalan 1-30-45 kodlu kaolinin SEM-görüntülerinde mikron boyutlu tanelere rastlanırken, 60 dk. mekanik aktivasyona tabi tutulmuş kaolin örneklerinin SEM resimlerinde ise gelişi güzel dağılmış kaolin taneleri arasında aglomera olmuş tanelere rastlanmıştır. XRD, TG-DSC ve SEM-EDX sonuçları birlikte değerlendirildiğinde, kaolinin yapısal özelliklerinin mekanik aktivasyona bağlı olduğunu ancak, kalsinasyon sıcaklığının kaolinin mekanik aktivasyonu ile düşürüldüğünü göstermiştir.

Sonuç olarak 1-30-45 kaolininin 900°C'de kalsinasyonu ile üretilen kalsine kaolin yani seramik endüstrisinde bilinen adı ile şamot seramik opak sır ve firitlerde çeşitli amaçlarda kullanılabileceği belirlenmiştir. Pişme sıcaklığını düşüreceği öngörülmüştür.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %9

Kaynaklar

- [1] S. Chandrasekhar and P.N. Pramada, Investigation on the synthesis of zeolite NaX from Kerala kaolin, Journal of Porous Materials. 6, 283-297, 1999. https://doi.org/10.1023/A:1009632606671.
- [2] Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı, Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu Endüstriyel Hammaddeler Alt Komisyonu Toprak Sanayii Hammaddeleri I (Seramik-Killeri-Kaolen-Feldspat-Pirofillit-Wollastonit-Talk). Çalışma Grubu Raporu, Ankara, ISBN 975 – 19 – 2837 - 0 (basılı nüsha), 2001.

- [3] E. Avvakumov, M. Senna and N. Kosova, Soft mechanochemical synthesis, Springer. Berlin, 2002. https://doi.org/10.1007/0-306-47646-01.
- [4] P. Balaž, Mechanochemistry in nanoscience and minerals engineering. Springer, Verlag, Berlin, 2008. https://doi.org/10.1007/978-3-540-74855-7.
- [5] V.V. Boldyrev, Mechanochemistry and mechanical activation of solids, Russian Chemical Reviews. 75, 177–189,2006. https://doi.org/10.1070/RC2006v075n 03ABEH001205.
- [6] E.F. Aglietti, J.M. Porto Lopez and E. Pereira, Mechanochemical effects in kaolinite grinding. I. Textural and physicochemical aspects, International Journal of Mineral Processing. 16, 1–2, 125-133, 1986. https://doi.org/10.1016/0301-7516(86)90079-7.
- [7] F. Gonzalez Garcia, M. Ruiz Abrio, and M. Gonzalez Rodriguez, Effects of dry grinding on two kaolins of different degrees of crystallinity, Clay Minerals. 26(4), 549-565, 1991.

https://doi.org/10.1180/claymin.1991.026.4.09.

- [8] É. Kristóf, A.Z. Juhász and I. Vassányi, The effect of mechanical treatment on the crystal structure and thermal behavior of kaolinite, Clays Clay Minerals. 41, 608–612, 1993. https://doi.org/10.1346/ CCMN.1993.0410511.
- [9] K. Sugiyama, J.M. Filio, F. Saito and Y. Waseda, Structural change of kaolinite and pyrophyllite induced by dry milling, Mineralogical Journal. 17, 28–41,1994.
- [10] G. Suraj, C.S.P. Iyer, S. Rugmini, M. Lalithambika, The effect of micronization on kaolinites and their sorption behaviour, Applied Clay Science. 12, 111– 130, 1997. https://doi.org/10.1016/S0169-1317(96)00044-0.
- [11] J.L. Bombazaro, A.M. Bernardin, Improving plasticity of kaolins by high-energy milling for use in porcelain tile compositions, Open Ceramics. 10, 100256, 2666-5395, 2022. https://doi.org/10.1016/ j.oceram.2022.100256.
- [12] P.J. Sánchez-Soto, M.C. Jiménez de Haro, L.A. Pérez-Maqueda, I. Varona, J.L. Pérez-Rodríguez, Effects of dry grinding on the structural changes of kaolinite powders, The American Ceramic Society. 83, 1649– 1657, 2000.

https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01444.x.

- [13] F. Perrin-Sarazin, M. Sepehr, S. Bouaricha and J. Denault, Potential of ball milling to improve clay dispersion in nanocomposites, Polymer Engineering and Science. 49, 651–665, 2009. https://doi.org/10.1002/pen.21295.
- [14] C. Vizcayno, R.M. de Gutiérrez, R. Castello, E. Rodriguez and C.E. Guerrero, Pozzolan obtained by mechanochemical and thermal treatments of kaolin, Applied Clay Science. 49, 405–413, 2010. https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.09.008.
- [15] F. Dellisanti and G. Valde, The role of microstrain on the thermostructural behaviour of industrial kaolin deformed by ball milling at low mechanical load, International Journal of Mineral Processing.102–103,

69–77, 2012. j.minpro.2011.09.011 .

https://doi.org/10.1016/

- [16] N. Salahudeen, A. S. Ahmed, A. H. Al-Muhtaseb, M. Dauda, S. M.Waziri, B. Y. Jibril and J. Al-Sabahi, Synthesis, characterization and adsorption study of nano-sized activated alumina synthesized from kaolin using novel method, Powder Technology. 280, 266–272, 2015. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.024
- [17] A. Mıtrović and M. Zdujić, Preparation of pozzolanic addition by mechanical treatment of kaolin clay, International Journal of Mineral Processing. 132, 59–66, 2014.https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.09.004.
- [18] P.J. Sanchez-Soto, M.C.J. Haro, L. A. Perez-Maqueda, I. Varona and J. L. Perez-Rodriguez, Effects of dry grinding on the structural changes of kaolinite powders, Journal of the American Ceramic Society. 83,7, 1649– 57, 2000. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01444.x.
- [19] G. Suraj, C.S.P. Iyer, S. Rugmini and M. Lalithambika, The effect of micronization on kaolinites and their sorption behaviour, Applied Clay Science. 12, 111-130, 1997.https://doi.org/10.1016/S0169-1317(96)00044-0.
- [20] K. Güçlüer, Zeolit metakaolin ve yüksek fırın cürufunun birlikte kullanımının gazbeton özelliklerine etkisinin araştırılması. Doktora Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı, Ocak, 2019.
- [21] H. H. Tanışan ve Z. Mete, Seramik teknolojisi ve uygulamaları. 232, İzmir, 1988.
- [22] M. Göktaş, İnhisar-Yakacık-Çaltı-Küre (Söğüt-Bilecik) Bölgesi Kaolininin Mekanik Aktivasyonu. Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi Birimi, 2021-01.BŞEÜ.11-05, 2022.
- [23] P. Baláž, Extractive Metallurgy of Activated Minerals. Elsevier, 2000.
- [24] M. Şener and M. Erdemoğlu, Effect of mechanical activation on thermal behavior of gypsum, Mining. 53(4), 3-4, 19-26, 2014.
- [25] M. Göktaş, Mechanical activation applications in mineral processing, Mining. 57, 1, 57-66, 2018. https://doi.org/10.30797/madencilik.422881.
- [26] A. Mebrek, H. Rezzag, S. Benayache, A. Azzi and Y. Bouchoucha, Effect of chamotte on the structural and microstructural characteristics of mullite elaborated via reaction sintering of Algerian kaolin, Journal of Materials Research and Technology. 8(5), 4010–4018, 2019.https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.07.009.
- [27] G. Kakali, T. Perraki, S. Tsivilis and E. Badogiannis, Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity, Applied Clay Science. 20, 1-2, 73-80, 2001.https://doi.org/10.1016/S0169-1317(01)00040-0.
- [28] T. Uçar, Sanatsal seramiklerin yapımında kullanılan çamura fiber katkısı sonucu ürün özelliklerinin incelenmesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı Ana Bilim Dalı, Seramik, Haziran, 2008.

- [29] İ. Tatar, N. Ediz ve A. Aydın, Balıkesir bölgesi alunitli kaolininin kalsinasyon ile zenginleştirilmesi ve puzolanik malzeme olarak kullanımı, Journal of Science and Technology of Dumlupınar University. 036, 13-24, 2016. https://dergipark.org.tr/tr/pub/dpufbed/ issue/35812/401289.
- [30] E. C. Leonel, E. J. Nassar, K. J. Ciuffi, M. J. dos Reis and P. S. Calefi, Effect of high-energy ball milling in the structural and textural properties of kaolinite, Cerâmica. 60, 267-272, 2014.https://doi.org/10.1590/S0366-69132014000200016.
- [31] F. Kart, Geology, mineralogy, geochemistry and genesis of kaolin deposits in pegmatitic and aplitic granite and granodiorite complex and overlained sedimentary units of the İnhisar-Yakacık-Çaltı-Küre (Söğüt-Bilecik) Region, Master of Science Thesis, Eskişehir Osmangazi University, Department of Geological Engineering, August, 2007.
- [32] G. Görhan, Geopolimer harç özelliklerine metakaolin kalsinasyon sıcaklığının etkisi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi. 20, 015601, 83-89, 2020. http://dx.doi.org/ 10.35414/akufemubid.591117.
- [33] H. El-Diadamony, A. A. Amer, T. M. Sokkary and S. El-Hoseny, Hydration and characteristics of metakaolin pozzolanic cement pastes. HBRC Journal, 14, 150-158, 2018.http://dx.doi.org/10.1016/j.hbrcj.2015.05.005.
- [34] O. E. Kök, H. Vapur ve Y. Erdoğan, Sındırgı-Balıkesir kaolenlerinin termal karakterizasyonu, Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi. 42, 40-45, 2022. http://dx.doi.org/10.31590/ejosat.1189007.
- [35] A. Gültekin ve K. Ramyar, Mikrodalga ısıl işlemi uygulanan kaolinin puzolanik aktivitesinin incelenmesi, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi. 11(3), 758-765, 2022. http://dx.doi.org/10.28948/ngmuh.1144737.
- [36] S. Yürüyen, Talk-kaolen-alumina seramik sisteminde kordiyerit oluşumuna mekanik aktivasyonun etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mayıs, 2011.
- [37] T. Uysal ve M. Erdemoğlu, Profillit cevherinden alüminyum titanat üretimi, Journal of Polytechnic. 25, 313-319, 2022. http://dx.doi.org/10.2339/ politeknik.773466.
- [38] K. Kaya, S. Soyer-Uzun, K. Kaya and S. Soyer-Uzun, Evolution of structural characteristics and compressive strength in red mud-metakaolin based geopolymer systems, Ceramics International. 42, 6, 7406-7413, 2016.http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.01.144
- [39] I. Ozer, and S. Soyer-Uzun, Relations between the structural characteristics and compressive strength in metakaolin based geopolymers with different molar

Si/Al ratios, Ceramics International. 41, 8, 10192– 10198,2015. http://dx.doi.org/10.1016/ j.ceramint.2015.04.12.

- [40] J. Ondruška, Š. Csáki, V. Trnovcová, I. Štubňa, F. Lukáč, J. Pokorný, L. Vozár and P. Dobroň, Influence of mechanical activation on dc conductivity of kaolin, Applied Clay Science. 154, 36–42, 2018. http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2017.12.038.
- [41] A. Shvarzman, K. Kovler, G.S Grader and G.E. Shter, The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic activity of kaolinite, Cement and Concrete Research. 33, 405–416, 2003. http://dx.doi.org/ 10.1016/s0008-8846(02)00975-4.
- [42] Y.F. Chen, M.C. Wang and M.H. Hon, Phase transformation and growth of mullite in kaolin ceramics, Journal of the European Ceramic Society. 24, 2389-2397, 2004. http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00631-9.
- [43] E. Horváth, R. L. Frost, É. Makó, J. Kristóf and T. Cseh, Thermal treatment of mechanochemically activated kaolinite, Thermochimica Acta. 404, 227–234, 2003. http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031(03)00184-9.
- [44] D.R. Pinheiro, L.R. Gonçalves, R.L. Pacheco de Sena, M. Cruz Martelli, R. Freitas Neves and N. Fernando da Paixão Ribeiro, Industrial kaolin waste as raw material in the synthesis of the SAPO-34 molecular sieve, Materials Research. 23, 1980-5373, 2020. http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2020-0043.
- [45] Y.F. Chen, M.C. Wang and M.H. Hon, Phase transformation and growth of mullite in kaolin ceramics, Journal of the European Ceramic Society. 24, 2389-2397, 2004. http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00631-9.
- [46] R. Hamzaoui, F. Muslim, S. Guessasma, A. Bennabi and J. Guillin, Structural and Thermal behavior of proclay kaolinite using high energy ball milling process, Powder Technology. 271, 228–237, 2015. http://dx.doi.org/ 10.1016/j.powtec.2014.11.018.
- [47] A. Mıtrović, M. and Zdujić, Mechanochemical treatment of Serbian kaolin clay to obtain a highly reactive pozzolana, Journal of the Serbian Chemical Society. 78, 4, 579–590, 2013. http://dx.doi.org/10.2298/JSC120829107M.
- [48] İ. Tezcan, Türkiye'de seramik madenciliği, İstanbul Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yer Bilimleri Dergisi. Jeoloji Eğitiminde 60. Yıl Özel Sayısı, 8, 1-2-3, 1991,1992,1993.
- [49] A. E. Kaplan, Vitrifiye seramik beyaz opak sırlarında zirkonyum silikat miktarının kalsine kaolin kullanılarak azaltılması, Yüksek Lisans Tezi, Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Bartın, 2017.





Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Degradation of methylene blue and rhodamine B by hollow ZnO microspheres formed of radially oriented nanorods

Metilen mavisi ve rhodamine B'nin radyal olarak yönlendirilmiş ZnO nanoçubuklardan oluşan içi boş mikroküreler tarafından bozunması

Hasan Eskalen¹, Mustafa Kavgacı^{2*}

¹ Kahramanmaraş Sütçü İmam University, Vocational School of Health Services, Department of Opticianry, 46100, Kahramanmaraş, Türkiye
² Kahramanmaraş İstiklal University, Elbistan Vocational School of Health Services, Department of Opticianry, 46300, Kahramanmaraş, Türkiye
^{1,2} Kahramanmaraş Sütçü İmam University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Material Science and Engineering, 46050, Kahramanmaraş, Türkiye

Abstract

NDİSLİK FAKÜLTES

It is crucial to find effective solutions to environmental contamination that are also ecologically friendly. Zinc oxide (ZnO) is well-known as a promising photocatalyst. In this work, ZnO microspheres were synthesized using the solvothermal technique. X-ray diffraction (XRD), UV-Vis, and scanning electron microscopy (SEM) were used to evaluate the structural, optical, and morphological features of ZnO microspheres. The hexagonal structure of ZnO was determined using XRD analysis. The crystal size of ZnO was calculated using XRD patterns and was found to be 44.27 nm by the Debye-Scherrer equation, 32.39 nm by using the Williamson Hall model, and 9.92 nm by the Modified Scherrer formula. The SEM pictures of the manufactured ZnO revealed that it has a shape in the form of microspheres formed by the conjunction of hexagonal nanorods. The average diameter of these microspheres is 5.16 µm. ZnO has a band gap energy of 3.1 eV. The photocatalytic activities of ZnO microspheres against methylene blue and Rhodamine B dyes were examined. Under sunlight, photocatalytic removal rates for methylene blue after 90 minutes and Rhodamine B after 120 minutes were 98.95% and 98.62%, respectively.

Keywords: ZnO, Microspheres, Methylene blue, Rhodamine B, Photocatalytic

1 Introduction

Water is one of the most critical components for the survival of all living organisms on the earth [1]. Water resource pollution caused by influents from diverse sectors such as textile, paper, leather pharmaceutical, cosmetics and paints a hazard to human health and the ecological system [2–4]. The majority of dyes have complex structures and great chemical stability, which enable them to linger in flowing water for extended periods of time, preventing the growth of aquatic biota by absorbing dissolved oxygen and blocking sun light, and decreasing the recreational value of the stream [5]. Detoxifying such harmful contaminants is crucial for maintaining a clean environment since industrial effluents are released directly into open water systems

Öz

Cevre kirliliğine karsı cevre dostu etkili cözümler bulmak çok önemlidir. Çinko oksit (ZnO), iyi bir fotokatalizör olarak bilinir. Bu çalısmada solvotermal teknik kullanılarak ZnO mikroküreler sentezlenmiştir. ZnO mikrokürelerin yapısal, optik ve morfolojik özelliklerini değerlendirmek için X-ışını kırınımı (XRD), UV-Vis ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı. ZnO'nun hegzagonal yapısı, XRD analiziyle belirlendi. ZnO'nun kristal boyutu, XRD desenleri kullanılarak hesaplandı ve Debye-Scherrer denklemi ile 44.27 nm, Williamson Hall modeli kullanılarak 32.39 nm ve Modifiye Scherrer formülü ile 9.92 nm olarak bulundu. Üretilen ZnO'nun SEM görüntüleri, altıgen nanoçubukların birleşmesiyle oluşan mikroküreler şeklinde bir yapıya sahip olduğunu ortaya koydu. Bu mikrokürelerin ortalama çapı 5.16 µm'dir. ZnO, 3.1 eV'lik bir bant aralığı enerjisine sahiptir. ZnO mikrokürelerin metilen mavisi ve Rhodamine B boyalarına karşı fotokatalitik aktiviteleri incelenmiştir. Güneş ışığı altında, 90 dakika sonunda metilen mavisi ve 120 dakika sonra Rhodamine B için fotokatalitik giderme oranları sırasıyla %98.95 ve %98.62'dir.

Anahtar kelimeler: ZnO, Mikroküreler, Metilen mavisi, Rhodamine B, Fotokatalitik

without adequate treatment, which poses significant risks to the environment [3]. To ensure a nontoxic and pollution-free environment, it has been prioritized to separate and degrade these organic waste products [6,7]. Coagulation, adsorption, flocculation, advanced oxidation, and precipitation are some examples of classic wastewater treatment methods that not only take a long time to complete but also create secondary sludge that is expensive to dispose of. Photocatalytic degradation of organic pollutants has drawn a lot of interest among these various techniques for treating dyecontaminated water [8] due to its cost-effectiveness, reusability, and environmental friendliness [9,10]. With this technique, organic contaminants are broken down or oxidized into less dangerous or non-hazardous compounds [11].

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: mkavgaci@gmail.com (M. Kavgacı) Geliş / Recieved: 28.12.2022 Kabul / Accepted: 16.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1225826

For the photodegradation of different organic dyes, several semiconductors such as titanium dioxide, cadmium sulfide, vanadium(V) oxide, tungsten (VI) oxide, copper oxide, and zinc oxide have been employed up to date [12]. Arundo donax L. ash was used for the first time to produce amorphous SiO₂. The increased photocatalytic degradation activity in 50 wt% SiO₂-50 wt% TiO₂ nanocomposite sample was reported due to better light absorption and charge carrier separation by modifying the electronic structure [13]. Inorganic materials' morphologies are acknowledged to significantly impact the vast range of their characteristics and associated potential uses. It is commonly known that among wide-band gap semiconductors, ZnO shows the most variety of morphologies [14]. Moreover, ZnO nanoparticles (NPs) are attractive because of their inexpensive cost, high band gap energy of 3.37 eV, and high exciton binding energy of 60 meV [14,15]. ZnO nanostructures with a unique morphology resembling flowers have received much interest due to their exceptional performance in various fields [16]. Methylene blue (MB) dye was removed using the ZnO-NFs' photocatalytic performance when exposed to sunlight, and 88.39% of the dye was photodegraded in 180 minutes [17]. After a 150 minute photodegradation operation, the MB dye's degradation efficiency of different morphological ZnO was reported as 91% (for the Zn powder source) and 93% (for the Zn sheet source) [18]. After 7 hours of exposure, visible-light photocatalytic activity of MB was reported to be 98% in ZnO particles with a triangular morphology [19]. At 180 minutes, spherical ZnO nanoparticles synthesized with oregano extract degraded Rhodamine B dye by 93% was reported [20].

With the above aforementioned factors, in this study, ZnO nanomaterial in hollow ZnO microspheres composed of radially aligned nanorods morphology was synthesized. The morphology, crystal structure and optical feature of the synthesized photocatalyst was investigated. The novelty of this study is to synthesize the hollow ZnO microspheres composed of radially aligned nanorods through hydrothermal methods. Two dyes methylene blue (MB) and Rhodamine B (RhB) were selected for the photocatalytic reaction performance test and the degradation of these dyes reached to 98.95 and 98.62, respectively. To the present, there is no report in the literature stating this maximum degradation and mineralization of MB and RhB using hollow ZnO microspheres composed of radially aligned nanorod.

2 Materials and method

2.1 Materials

Zinc nitrate hexahydrate $(Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$ was purchased from Across organics, ethylene glycol $(CH_2OH)_2$, ammonium hydroxide $(NH_3 \cdot H_2O)$ and sodium carbonate (Na_2CO_3) from Sigma Aldrich. Methylene Blue was supplied from AFG Bioscience, and Rhodamine B from Isolab. All chemicals utilized in this work were reagent grade and were not purified further.

2.2 Preparation of ZnO nanoparticles

To synthesize ZnO microspheres, $0.1M Zn(NO_3)_2.6 \cdot H_2O$ was homogeneously dissolved in 150 mL of ethylene glycol

for half an hour on a magnetic stirrer. Dropwise, 9 mL of NH₃H₂O (25-28% wt) was added to this solution. Then 5 mM Na₂CO₃ was dissolved in the resulting mixture to create a homogenous solution. This mixture was put into a teflon container. The teflon container was heated in a steel autoclave for 12 hours at 150 °C. The autoclave was allowed to cool at ambient temperature after heat treatment. The water was then filtered with filter paper. The obtained sample was washed multiple times and dried for three hours at 450 °C. Following this, it was thermally treated for 3 hours in air at 450 °C.

2.3 Characterization

Using an XRD (X-ray diffraction) instrument, the structural characteristics of the generated ZnO microspheres were studied. The XRD patterns were obtained using a Philips X'Pert PRO brand XRD device equipped with Cu Ka radiation. The optical characteristics of the generated ZnO microspheres were examined using a UV-Visible Spectrophotometer (Shimadzu UV 1800). SEM (Scanning Electron Microscopy) pictures of ZnO microspheres were obtained using an FEI Quanta 650 type electron microscope.

2.4 Photocatalytic parameters testing

The photocatalytic activities of two dyes, methylene blue (MB) and rhodamine B (RhB), were examined. As a light source, a 300-watt xenon lamp was utilized. UV-Vis spectroscopy was used to quantify photocatalytic degradation in the 400-750 nm region. Degradation was measured by preparing 50 mL solutions of dyestuffs at 5 ppm (mgL⁻¹). Each experiment utilized 10 mg of manufactured ZnO microspheres. After mixing ZnO with the microspheres dye solutions were held in the dark for 30 minutes to guarantee adsorption-desorption equilibrium. Then, from 0 to 90 minutes for MB and 0 to 120 minutes for RB, 2 ml samples were obtained every 10 minutes, and their measurements were recorded by detecting them in UV-Vis spectroscopy.

The following equation was used to calculate the percent distortions of MB and RB:

$$Degradation (\%) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100$$
(1)

where C_0 is the starting concentration of MB and RB solution (gL⁻¹) at t = 0 min, and C_t is the concentration of MB and RB dye (gL⁻¹) at various intervals.

The Langmuir-Hinshelwood model was used to investigate the kinetics of dye degradation. The L-H model works well for heterogeneous photocatalysis at low dye concentrations, and the equation is as follows.

$$ln(C_t / C_0) = -k \cdot t \tag{2}$$

where C_0 is the dye concentration in solution at time 0, C_t is the dye concentration in solution at time t, k is the rate constant, and t is the reaction time [21,22].

3 Results and discussion

X-ray diffraction was taken to confirm that the produced nanoparticles have the ZnO phase. The XRD pattern of nanoparticles is given in Figure 1. Very strong diffraction peaks were observed in the XRD pattern of the produced ZnO nanoparticles. These peaks correspond to the values of 31.73° , 34.39° , 36.22° , 47.52° , 56.59° , 62.86° , 65.96° , 67.96° , and 69.06° 20, respectively, (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112) and (201) planes. The XRD diffraction peaks are in good agreement with the literature. All peaks are in agreement with PDF: 01-080-0075 and confirm that the ZnO phase has a hexagonal structure [23].



Figure 1. XRD pattern of the ZnO

The particle sizes of produced materials may be examined using XRD patterns. The Debye-Scherrer equation is one of several methods for calculating the size of nanoparticles. Debye-Scherrer equation:

$$D = k\lambda/\beta \cos\theta \tag{3}$$

The particle size is represented by the letter D in the equation. The wavelength of the incident radiation (λ) is equal to 1,54056 A. The variable k in the equation is a constant number (k=0.94 for CuKa radiation). β denotes the breadth at position of the peak at half-maximum intensity. θ is the angle of diffraction of the peak.

The uniform deformation model (UDM) described by Williamson-Hall can be used to analyze internal tension. UDM may be used to study the samples' internal stress, as suggested by Williamson-Hall. The equation below may be used to determine the expansion brought on by lattice stress, which can result in crystal defects and deformations in materials in powder form:

$$\varepsilon = \frac{\beta_{hkl}}{4\tan(\theta)} \tag{4}$$

Following are the W-H Equations (5) and (6) that produce the overall expansion:

$$\beta_{hkl} = \frac{K \lambda}{D \cos\theta} + 4\varepsilon \tan(\theta)$$
(5)

Adjusted equation (4):

l

$$\beta_{hkl}\cos(\theta) = \frac{K\lambda}{D} + 4\varepsilon\sin(\theta)$$
(6)

The least square mean of all the peaks may be used to estimate the D value pretty precisely using the modified Scherer formula. Its formula is as follows:

$$\beta = k\lambda/D\cos\theta = (k\lambda/D)(1/\cos\theta)$$
(7)

If you take the logarithm of both sides of the equation [24-26]:

$$ln \beta = ln(k\lambda/D) + ln(1/\cos\theta)$$
(8)

The size of the particles is an important parameter. In order to evaluate the particle sizes of the ZnO nanoparticles produced in the study, it was calculated using the Debye-Scherrer, Williamson-Hall and Modified Scherrer equations. The plot is drawn with $\cos(\theta)$ on the y-axis and $1/\beta$ on the xaxis, as shown in Figure 2a. The dimensions of the produced ZnO nanoparticles were calculated using the Debye-Scherrer equation and the dimensions of the particles were found to be 44.273 nm. The crystal sizes of ZnO nanoparticles can be examined in more detail by using the Williamson-Hall plot. Williamson Hall graph is given in Figure 2b. It is seen that the graph has a linear relationship and a positive slope. The effective particle size for ZnO nanoparticles was calculated as 32.39 nm by the Williamson-Hall equation. Using the slope of the graph where $\ln(1/\cos\theta)$ is the x-axis and $\ln\beta$ is the y-axis, the dimensions of ZnO nanoparticles were estimated as 9.92 nm from the Modified Scherrer formula.



Figure 2. The plot of Debye Sherrer (a) WH (b) Modified Schere (c)



Figure 3. SEM images of ZnO at low magnification (a-b) and high magnification (c-d)

The morphological properties of the produced ZnO nanoparticles were characterized by SEM and the obtained images are presented in Figure 3. As can be seen from the SEM images, ZnO has a uniform morphology in the form of microspheres formed by the combination of hexagonal nanorods. The visible ZnO microspheres have diameters in the 3–9 μ m range. The mean diameter of these microspheres is 5.16 μ m. In Figures 3c and 3d, it can be clearly seen that the morphology of ZnO consists of nano-sized hexagonal rod structures [27]. The hexagonal structure seen here is consistent with the XRD results.



Figure 4. Absorbance and bandgap pattern of ZnO

The optical properties of ZnO microspheres were investigated by UV-vis and the spectra in the 300–900 nm range are shown in Figure 4. When the absorption spectrum of ZnO microspheres is examined, it has a strong absorption in the wavelength range of 350-400 nm in the UV region. This absorption peak peaked at about 371 nm. This result indicates that the ZnO sample can be excited by ultraviolet and visible light sources. The band gap energies of the synthesized ZnO microspheres can be obtained by the Tauc method by utilizing the (α hv)² versus (hv) plot. In this way, the band gap energies of ZnO microspheres were estimated as 3.1 eV. This result is compatible with the literature [28–30].

Photocatalytic degradation of MB dye under sunlight simulator illumination in the presence of produced ZnO microspheres is shown in Figure 5. When the UV-Vis absorption spectra for the MB dye were examined, the maximum absorbance was found at 664 nm. For MB, the absorption gradually decreased steadily with increasing illumination time. The UV absorption peaks for MB were reduced to almost zero after 90 minutes under sunlight.

In Figure 6, the degradation of ZnO microspheres on MB dyestuff after 90 minutes was determined to be approximately 98.95%. The degradation rate of the dyestuff under sunlight without a photocatalyst is 1.82%.

The rate of decay MB for ZnO microspheres is shown in Figure 7a and 7b. The decay rate constant k under the

illumination of solar simulator light was evaluated by plotting a graph of $\ln(C_t/C_0)$ against the illumination time (t) (Figure 7). To calculate the k value, a pseudo-first-order model was employed. Figure 7b makes it evident that time and $\ln(C_t/C_0)$ have a strong longitudinal reliance on ZnO microspheres. ZnO microspheres MB decay k-value was calculated to be 0.05175 min⁻¹.



Figure 5. UV-visible absorption spectra of MB in the presence of ZnO microspheres over time



Figure 6. Photocatalytic degradation of MB in the presence and scarcity of ZnO



Figure 7. Concentration ratio (C_t/C_o) vs time plot (a) Dye degradation $ln(C_t/C_o)$ against time spectrum (b)

The time-dependent photocatalytic degradation of ZnO microspheres RB in solar simulator illumination was investigated. RB degradation was determined by recording the absorbance decreases with the maximum peak in the UV-Vis absorption spectrum at 554 nm. The absorbance graph of RB is given in Figure 8. In the solar simulator light, the absorption peaks for RB approached nearly zero at the end of 120 minutes.



Figure 8. UV-visible absorption spectra of RB in the presence of ZnO microspheres over time



Figure 9. Photocatalytic degradation of RB in the presence and scarcity of ZnO



After 120 min, the degradation of the ZnO photocatalyst on RB was 98.62%. The self-degradation rate of RB dyestuff was found to be 5.5% under solar simulator light without ZnO microspheres.

Figures 10a and 10b show graphs of the degradation rate of the generated ZnO samples on RB. Using the pseudo-first-order model, the decay rate value k was computed as a 0.03405 min⁻¹.

The photocatalytic activity of freshly synthesized hollow microspheres with radially aligned nanorod ZnO and various morphologies ZnO nanoparticles is presented in Table 1.

Because of its low cost and non-toxicity, ZnO is frequently utilized as an excellent photocatalyst for the breakdown of dyes. Figure 11 schematically illustrates a proposed photodegradation mechanism of MB and RB by ZnO microspheres under sunlight. It is fair to speculate that ZnO's improved photocatalytic characteristics are owing to its huge surface area, more oxygen vacancies, and higher charge separation and transfer efficiencies. In the photocatalytic process, MB or RB molecules are adsorbed on the surface of ZnO microspheres. Under sunlight, MB or RB dye radicals are generated. Similarly, electron-hole (e⁻-h⁺) pairs may be formed in ZnO microspheres when exposed to sunshine. These electron-hole pairs can be removed from the ZnO surface. Following this, superoxide anion (\cdot O₂⁻) can be generated as a result of the interaction of electrons (e⁻) with oxygen molecules (O₂). The interaction of these superoxide anions with H⁺ can produce hydroxyl radical (\cdot OH). Holes (h⁺) may oxidize water molecules (H₂O) and hydroxyl ions (OH⁻) to generate a hydroxyl radical (\cdot OH). The O₂ and OH radicals are very reactive and can oxidize and damage MB or RB [27,38–41].



Figure 10. Concentration ratio (C_t/C_o) vs time plot (a) Dye degradation $\ln(C_t/C_o)$ against time spectrum (b)

Table 1	Comparison	study of de	pradation f	for different r	mornhologic	al ZnO nanc	particles
Lable L.	Comparison	study of ac	gradation i	of unforcher i	morphologic	a Zno nanc	particles

	1 0		L		
Morphology of Photocatalyst and	Dye and dye Concentration	Type of	Irradiation Time	%	Ref.
concentration		Irradiation	(min)	Degradation	
Spherical	RhB (15 ppm)	UV-light	100 min	94.24	[20]
ZnO (50 mg)		Solar light	180 min	93	
Disk like ZnO/nanocellulose (35 mg)	MB (3.25 g/L)	UV-light	300 min	79	[31]
Finger-like macro-voids ZnO/cellulose	MB (100 ppm)	UV-light	120 min	30	[32]
acetate (10 mg)		Solar light	120 min	75	
Oval-shaped ZnO (50 mg)	MB (10 mg/L)	UV-light	180 min	54	[33]
Cauliflower-like ZnO (20 mg)	MB (2.24 µM)	UV-light	180 min	88.2	[34]
Flowerlike ZnO (20 mg)	RhB (10 µM)	Solar light	200 min	98	[35]
Cube like ZnO (0.8 g/L)	RhB (20 mg/L)	Solar light	240 min	71	[36]
Spherical like ZnO (100 mg)	RhB (10 ppm)	Solar light	300 min	80.13	[37]
Microspheres formed of radially oriented	MB (5 ppm)	Solar light	90 min	98.95	This work
nanorods ZnO (10 mg)	RhB (5 ppm)	Solar light	120 min	98.62	



Figure 21. The photocatalytic mechanism of MB and RB degradation in a ZnO sample [42]

4 Conclusion

The hydrothermal process was used to synthesize ZnO microspheres. In ZnO microspheres, the crystal structure was found as hexagonal. The mean sphere diameter of the ZnO microspheres was 5.16 m, while their sizes ranged from 3 to 9 m. The synthesized ZnO microspheres imply that electronhole pairs may be effectively separated and transported. Therefore, it is logical to hypothesize that the effective photocatalytic qualities may be brought about by a more significant surface area, more oxygen vacancies, and higher charge separation and transfer efficiency. The ability to exploit ambient sunlight was detected in the synthesized microspheres, which were highly effective photocatalysts with wide-bandgap energy. The created microspheres show promise and may be applied in photocatalytic processes that utilize sunlight to remediate wastewater.

Acknowledgment

This study was supported by the Scientific Research Projects Coordination Unit of Kahramanmaraş Sütçü İmam University. Project number 2020/3-7 YLS, 2022/6-4 YLS.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): %16

References

- M. Binsabt, V. Sagar, J. Singh, M. Rawat and M. Shaban, Green Synthesis of CS-TiO₂ NPs for Efficient Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Dye. Polymers, 14, 2677, 2022. https://doi.org/ 10.3390/polym14132677.
- [2] N. Madima, K.K. Kefeni, S.B. Mishra, A.K. Mishra and A.T. Kuvarega, Fabrication of magnetic recoverable Fe₃O₄/TiO₂ heterostructure for photocatalytic degradation of rhodamine B dye. Inorganic Chemistry Communications, 145, 109966, 2022. https://doi.org/10.1016/j.inoche.2022.109966.
- [3] Y. Yang, H. Khan, S. Gao, A.K. Khalil, N. Ali, A. Khan, P.L. Show, M. Bilal and H. Khan, Fabrication, characterization, and photocatalytic degradation potential of chitosan-conjugated manganese magnetic nano-biocomposite for emerging dye pollutants. Chemosphere, 306, 135647, 2022. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.135647.

- [4] G.D. Okçu, H.E. Ökten and A. Yalçuk, The review study on removal of pesticides in photocatalysis and biological treatment hybrid process. Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences, 8, 675–688, 2019. https://doi.org/ 10.28948/ngumuh.598101.
- [5] S. Sugashini, T. Gomathi, R.A. Devi, P.N. Sudha, K. Rambabu and F. Banat, Nanochitosan/carboxymethyl cellulose/TiO₂ biocomposite for visible-light-induced photocatalytic degradation of crystal violet dye. Environmental Research, 204, 112047, 2022. https://doi.org/10.1016/j.envres.2021.112047.
- [6] N. Qutub, P. Singh, S. Sabir, S. Sagadevan and W.C. Oh, Enhanced photocatalytic degradation of Acid Blue dye using CdS/TiO₂ nanocomposite. Scientific Reports, 12:1, 5759, 2022. https://doi.org/ 10.1038/s41598-022-09479-0.
- [7] C.B. Özkal and S.M. Pagano, Evaluation of antibiotics and antibiotic resistant bacteria removal by photocatalysis. Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences, 5, 1–18, 2016.
- [8] S.A. Kumar, M. Jarvin, S.S.R. Inbanathan, A. Umar, N.P. Lalla, N.Y. Dzade, H. Algadi, Q.I. Rahman and S. Baskoutas, Facile green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using tea (Camellia sinensis) extract for efficient photocatalytic degradation of methylene blue dye. Environmental Technology Innovation, 28, 102746, 2022. https://doi.org/10.1016/j.eti.2022. 102746.
- [9] A. Zia, A.B. Naveed, A. Javaid, M.F. Ehsan and A. Mahmood, Facile Synthesis of ZnSe/Co₃O₄ Heterostructure Nanocomposites for the Photocatalytic Degradation of Congo Red Dye. Catalysts, 2, 1184, 2022. https://doi.org/10.3390/catal12101184.
- [10] S.Ü. Odabaşı, S.H. Altin and H. Büyükgüngör, Occurence, fate and removal of micropollutants from aquatic environment with advanced oxidation processes. Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences, 9, 57–71, 2020. https://doi.org/10.28948/ngumuh.526064.
- [11] K. Arya, A. Kumar, A. Sharma, S. Singh, S.K. Sharma, S.K. Mehta and R. Kataria, A Hybrid Nanocomposite of Coordination Polymer and rGO for Photocatalytic Degradation of Safranin-O Dye Under Visible Light Irradiation. Topics in Catalysis, 65, 1924–1937, 2022. https://doi.org/10.1007/S11244-022-01701-7.
- [12] A. M. Naji, I. Y. Mohammed, S.H. Mohammed, M.K.A. Mohammed, D.S. Ahmed, M.S. Jabir and A. M. Rheima, Photocatalytic degradation of methylene blue dye using F doped ZnO/polyvinyl alcohol nanocomposites. Materials Letters, 322, 132473, 2022. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132473.
- [13] G. Easwaran, J.S. Packialakshmi, A. Syed, A.M. Elgorban, M. Vijayan, K. Sivakumar, K. Bhuvaneswari, G. Palanisamy and J. Lee, Silica nanoparticles derived from Arundo donax L. ash composite with Titanium dioxide nanoparticles as an efficient nanocomposite for photocatalytic degradation

dye. Chemosphere, 307, 135951, 2022. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.135951.

- [14] Y. Wang, X. Li, N. Wang, X. Quan and Y. Chen, Controllable synthesis of ZnO nanoflowers and their morphology-dependent photocatalytic activities. Separation and Purification Technology, 62, 727–732, 2008. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2008.03.035.
- [15] H. Eskalen, Ş. Özğan, Ü. Alver and S. Kerli, Electrooptical properties of liquid crystals composite with zinc oxide nanoparticles. Acta Physica Polonica A, 127, 756–760, 2015. https://doi.org/10.12693/aphyspola.127.756.
- [16] A. Das, P. M. Kumar, M. Bhagavathiachari and R.G. Nair, Shape selective flower-like ZnO nanostructures prepared via structure-directing reagent free methods for efficient photocatalytic performance. Materials Science and Engineering: B, 269, 115149, 2021. https://doi.org/10.1016/j.mseb.2021.115149.
- [17] R. Vinayagam, S. Pai, T. Varadavenkatesan, A. Pugazhendhi and R. Selvaraj, Characterization and photocatalytic activity of ZnO nanoflowers synthesized using Bridelia retusa leaf extract. Applied Nanoscience, 1, 1–10, 2021.https://doi.org/10.1007/S13204-021-01816-5.
- [18] A. Mohammadzadeh, M. Khoshghadam-Pireyousefan, B. Shokrianfard-Ravasjan, M. Azadbeh, H. Rashedi, M. Dibazar and A. Mostafaei, Synergetic photocatalytic effect of high purity ZnO pod shaped nanostructures with H₂O₂ on methylene blue dye degradation. Journal Alloys and Compounds, 845, 156333, 2020. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020. 156333.
- [19] F.H. Abdullah, N.H.H. Abu Bakar and M. Abu Bakar, Low temperature biosynthesis of crystalline zinc oxide nanoparticles from Musa acuminata peel extract for visible-light degradation of methylene blue. Optik, 206, 164279, 2020. https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020. 164279.
- [20] P.A. Luque, H.E. Garrafa-Gálvez, C.A. García-Maro and C.A. Soto-Robles, Study of the optical properties of ZnO semiconductor nanoparticles using Origanum vulgare and its effect in Rhodamine B degradation. Optik, 258, 168937, 2022. https://doi.org/ 10.1016/j.ijleo.2022.168937.
- [21] V.K. Landge, S.H. Sonawane, M. Sivakumar, S.S. Sonawane, G. Uday Bhaskar Babu and G. Boczkaj, Sscheme heterojunction Bi₂O₃-ZnO/Bentonite clay composite with enhanced photocatalytic performance. Sustainable Energy Technologies and Assessments, 45, 101194, 2021. https://doi.org/10.1016/J.SETA.2021. 101194.
- [22] N. Yudasari, I.K.H. Dinata, C.J. Shearer, P.H. Blanco-Sanchez, W.P. Tresna Isnaeni, M.M. Suliyanti and H. Trilaksana, Laser-assisted deposition of Ag on selfsourced growth ZnO nanorods as reusable photocatalysts for water purification. Inorganic Chemistry Communications, 146, 110065, 2022. https://doi.org/10.1016/j.inoche.2022.110065.

- [23] J. Maalmarugan, R.Z. Ferin, G. Joesna, A. Mustafa, M.G. Mohamed, M. Bououdina, D. Sankar, M. Vimalan and K. SenthilKannan, In situ grown ZnO nanoparticles using Begonia leaves–dielectric, magnetic, filter utility and tribological properties for mechano-electronic applications. Applied Physics A, 128, 217, 2022. https://doi.org/10.1007/s00339-022-05371-w.
- [24] H. Oudghiri-Hassani, S. Rakass, F.T. Al Wadaani, K.J. Al-ghamdi, A. Omer, M. Messali and M. Abboudi, Synthesis, characterization and photocatalytic activity of α-Bi₂O₃ nanoparticles. Journal of Taibah University for Science, 9, 508–512, 2018. https://doi.org/ 10.1016/j.jtusci.2015.01.009.
- [25] A. Boumezoued, K. Guergouri, R. Barille, D. Rechem and Z. Mourad, Synthesis and characterization of ZnObased nano-powders: study of the effect of sintering temperature on the performance of ZnO-Bi₂O₃ varistors. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 32, 3125–3139, 2021. https://doi.org/10.1007/S10854-020-05062 -3.
- [26] M. Qayoom and G.N. Dar, Crystallite Size and Compressive Lattice Strain in NiFe₂O₄ Nanoparticles as Calculated in Terms of Various Models: Influence of Annealing Temperature. International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis, 29, 213– 219, 2020.

https://doi.org/10.3103/S1061386220040111.

- [27] L. Zhou, Z. Han, G.D. Li and Z. Zhao, Template-free synthesis and photocatalytic activity of hierarchical hollow ZnO microspheres composed of radially aligned nanorods. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 148, 109719, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2020. 109719.
- [28] D.T.C. Nguyen, H.T.N. Le, T.T. Nguyen, T.T.T. Nguyen, L.G. Bach, T.D. Nguyen and T.V. Tran, Multifunctional ZnO nanoparticles bio-fabricated from Canna indica L. flowers for seed germination, adsorption, and photocatalytic degradation of organic dyes. Journal of Hazardous Materials, 420, 126586, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.126586.
- J. Ridwan, J. Yunas, A.A. Umar and A.A. Mohd Raub, Hydrothermal Grow of Cu doped ZnO Nanorods for Large Spectrum Photocatalyst. 2021 IEEE Regional Symposium on Micro and Nanoelectronics, 108–111, 2021. https://doi.org/10.1109/RSM52397.2021. 9511572.
- [30] R. Kalia, Pushpendra, R.K. Kunchala, S.N. Achary and B.S. Naidu, New insights on photocatalytic hydrogen evolution of $ZnFe_2-xGa_xO_4$ ($0 \le x \le 2$) solid solutions: Role of oxygen vacancy and ZnO segregated phase. Journal of Alloys Compounds, 875, 159905, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159905.
- [31] K. Lefatshe, C.M. Muiva and L.P. Kebaabetswe, Extraction of nanocellulose and in-situ casting of ZnO/cellulose nanocomposite with enhanced photocatalytic and antibacterial activity. Carbohydrate Polymers, 164, 301–308, 2017. https://doi.org/ 10.1016/j.carbpol.2017.02.020.

- [32] M.A. Abu-Dalo, S.A. Al-Rosan and B.A. Albiss, Photocatalytic, Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using Polymeric Membranes Based on Cellulose Acetate Impregnated with ZnO Nanostructures. Polymers, 13, 3451, 2021. https://doi.org/10.3390/polym13193451.
- [33] Y.J. Shim, V. Soshnikova, G. Anandapadmanaban, R. Mathiyalagan, Z.E.J. Perez, J. Markus, Y. Ju Kim, V. Castro-Aceituno and D.C. Yang, Zinc oxide nanoparticles synthesized by Suaeda japonica Makino and their photocatalytic degradation of methylene blue. Optik, 182, 1015–1020, 2019. https://doi.org/ 10.1016/j.ijleo.2018.11.144.
- [34] M. N. M. Nor and M. Shamsuddin, Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles using Ficus Auriculata (elephant ear fig) leaf extract and their photocatalytic activity. eProceedings Chemistry, 1, 79–83, 2016.
- [35] T. Varadavenkatesan, E. Lyubchik, S. Pai, A. Pugazhendhi, R. Vinayagam and R. Selvaraj, Photocatalytic degradation of Rhodamine B by zinc oxide nanoparticles synthesized using the leaf extract of Cyanometra ramiflora. Journal of Photochemistry Photobiology B: Biology, 199, 111621, 2019. https://doi.org/10.1016/j.photobiol.2019.111621.
- [36] M.A. Al-Bedairy and H.A.H. Alshamsi, Environmentally Friendly Preparation of Zinc Oxide, Study Catalytic Performance of Photodegradation by Sunlight for Rhodamine B Dye. Eurasian Journal of Analytical Chemistry, 13, 72, 2018. https://doi.org/10.29333/ejac/101785.

- [37] H.A. Alshamsi and A.A. Jaffer, New Hibiscus Sabdariffa L petals extract based Green synthesis of zinc oxide nanoparticles for photocatalytic degradation of Rhodamine B dye under solar light. AIP Conference Proceedings, 2394, 040017, 2022. https://doi.org/10.1063/5.0121228.
- [38] H. Li, J. Liu, C. Wang, H. Yang and X. Xue, Oxygen vacancies-enriched and porous hierarchical structures of ZnO microspheres with improved photocatalytic performance. Vacuum, 199, 110891, 2022. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.110891.
- [39] S. Wang, P. Kuang, B. Cheng, J. Yu and C. Jiang, ZnO hierarchical microsphere for enhanced photocatalytic activity. Journal of Alloys Compounds, 741, 622–632, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.141.
- [40] A. Lei, B. Qu, W. Zhou, Y. Wang, Q. Zhang and B. Zou, Facile synthesis and enhanced photocatalytic activity of hierarchical porous ZnO microspheres. Materials Letters, 66, 72–75, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.08.011.
- [41] Y. Su, J. Li, Z. Luo, B. Lu and P. Li, Microstructure, growth process and enhanced photocatalytic activity of flower-like ZnO particles. RSC Advances, 6, 7403– 7408, 2016. https://doi.org/10.1039/C5RA24492G.
- [42] E. M. Samsudin, S. N. Goh, T.W. Yeong, T. T. Ling, S. B. Abd Hamid and J. C. Juan, Evaluation on the Photocatalytic Degradation Activity of Reactive Blue 4 using Pure Anatase Nano-TiO₂. Sains Malaysiana, 44, 1011–1019, 2015.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 1007-1012 Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi



Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh

Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences



Nano elmas ilaveli Mg-3Sn-2Y alaşımının mekanik ve korozyon özelliklerinin incelenmesi

Effect of nano diamond addition on mechanical and corrosion properties of Mg-3Sn-2Y alloy

Eren Üstün¹, Hüseyin Şevik^{2,*}

^{1,2} Mersin Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 33100, Mersin, Türkiye

Öz

Magnezyum biyo uyumluluğundan dolayı biyobozunur implant uygulamaları için önemli bir adaydır. Magnezyum alaşımları korozyon reaksiyonları sonucunda çok hızlıca vücut içerisinde bozunur. Bu durum alaşımın mekanik özelliklerini düşürür ve implantın deforme olmasına neden olur. Bu nedenle araştırmacılar geçtiğimiz bir kaç yıldır magnezyum alaşımlarına yoğun bir şekilde nanopartikül takviyesi yapmakta ve mekanik özellikleri iyileştirilmeye çalışılmaktadır. Çünkü nano boyuttaki malzemelerin mikro bovut ile karsılastırıldığında daha üstün özelliklere sahip olduğu bilinmektedir. Bu calısmada, Mg-3Sn-2Y alasımı matriks olarak kullanılarak ve ağırlıkça %1 nano elmas ilavesi ile nanokompozit üretimi gravity döküm yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Üretilen alaşım ve nanokompozit numunelere çekme ve makro sertlik deneyleri gerçekleştirilmiş ve bu sonuçlar optik mikroskop (OM), alan taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM) ve EDS analizleri ile desteklenmiştir. Alaşımın sertlik ve çekme mukavemetinin nano elmas ilavesi ile arttığı gözlenmiştir. Avrıca korozyon testleri gerçekleştirilmiş ve Tafel eğrileri elde edilmiştir. Korozyon testleri sonucunda nano elmas ilavesinin alaşımın korozyon direncini iyileştirdiği görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Mg-Sn alaşımı, Nano elmas, Mekanik özellikler, Korozyon özellikleri, Biyobozunur malzeme

1 Giriş

Biyouyumlu malzemeler, vücudun işleyişine yardımcı olmak amacıyla üretilen ve belirli bir süre vücutla temas halinde olan malzemelerdir. Biyomalzemeler tipik olarak iki gruba ayrılabilir: biyobozunur ve biyobozunur olmayan malzemeler. Günümüzde biyobozunur olmayan titanyum, paslanmaz çelik, kobalt krom alasımları ivi biyouyumlulukları ve mekanik özellikleri nedeniyle kardiyovasküler stentler ve kırık ameliyatlarında ortopedik implantlar olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Normalde bu ameliyatlarda kullanılan implantın damar veya kemik dokusunun iyileşme döneminden sonra vücutta biyolojik olarak parçalanması istenir. Bu nedenle son zamanlarda, biyolojik olarak parçalanabilen biyomalzemelerin (implantların) geliştirilmesi, ortopedik ve kardiyovasküler uygulamalar için kalıcı implantların neden

Abstract

Magnesium is an important candidate for biodegradable implant applications due to its biocompatibility. Magnesium alloys degrade very rapidly in the body as a result of corrosion reactions. This degrades the mechanical properties of the alloy and causes the implant to deform. For this reason, researchers have been intensively supplementing magnesium alloys with Nanoparticles for the past few years and trying to improve their mechanical properties. Because it is known that nano-sized materials have superior properties compared to micro-sized materials. In this study, using Mg-3Sn-2Y alloy as matrix and with the addition of 1 wt.% nano diamond, nanocomposites were produced by gravity casting method. Tensile and macro hardness tests were performed on the alloy and nano composite samples and these results were supported by optical microscope (OM), field scanning electron microscopy (FE-SEM) and EDS analysis. It was observed that the hardness and tensile strength of the alloy increased with the addition of nano diamond. Corrosion tests were also carried out and Tafel curves were obtained. As a result of the corrosion tests, it was observed that the addition of nano diamonds improved the corrosion resistance of the alloy.

Keywords: Mg-Sn alloy, Nano diamond, Mechanical properties, Corrosion properties, Biodegradable material

olduğu uzun vadeli komplikasyonlardan kaçınmak için bir alternatif olarak büyük ilgi görmüştür. Magnezyum, biyouyumluluğu nedeniyle biyolojik olarak parçalanabilen implant uygulamaları için umut verici bir adaydır. Ancak magnezyum alaşımları vücutta korozyon reaksiyonu yoluyla hızla biyolojik olarak bozunur, bu da mekanik özelliklerde erken bir düşüşe ve implant başarısızlığına yol açar [1–4].

Bu nedenle hem kabul edilebilir mekanik özelliklere hem de korozyon direncine sahip biyouyumlu magnezyum alaşımları elde etmenin yollarını bulmak son yılların önemli konuları arasındadır. Söz konusu sorunların üstesinden gelmek için bilim insanları tarafından birçok çalışma yürütülmekte olup, bu çalışmaların ana konularının Ca [5], Zn [6,7], Sn [8–10] ve RE (Nadir elementler) [11–13] ilavesiyle yeni biyouyumlu Mg alaşımlarının geliştirilmesi olduğu söylenebilir, ayrıca karbon nanotüpler [14,15],

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: sevik@mersin.edu.tr (H. Şevik) Geliş / Recieved: 27.02.2023 Kabul / Accepted: 19.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1256604

hidroksiapatit [16], trikalsiyum fosfat [17], Y₂O₃ [18], ZnO [19] gibi çeşitli seramik takviye malzemelerinin bu alaşımlara eklenmesiyle elde edilen nanokompozitlerin de sorunu gidereceği düşünülmektedir.

Nanokompozit, fazlardan en az birinin boyutunun (genel olarak takviye) nanometre(nm) aralığında olduğu çok fazlı bir malzeme olarak tanımlanabilir [20]. Önceki çalışmalar, nm ölçekli takviyenin Mg alaşımlarının tane boyutunu azalttığı ve dolayısıyla mekanik özellikleri iyileştirmede nano boyutlu takviyenin dikkate değer olduğu görülmüştür [21]. Ayrıca bu mekanizma, çok sayıda bilim insanının çalışmalarının kanıtladığı gibi Mg alaşımlarının korozyon direncini iyileştirebilmektedir [19,22–24].

Nano elmas (ND), bilinen tüm karbon türevi nanomalzemeler arasında en biyouyumlu malzeme olarak kabul edilmektedir [25,26]. Son çalışmalar ND'nin Mg alaşımları için yeni bir korozyon önleyici malzeme olarak kullanılabileceğini ortaya koymuştur. Örneğin, Gong ve arkadaşları [27] tarafından yapılan bir çalışmada toz metalurjisi tekniği kullanılarak Mg/Nano elmas kompozitleri üretilmiştir. Nano elmas partiküllerinin yüzeyde pasif kalsiyum fosfat tabakasının oluşumunda etkili bir rol oynadığını fark etmişler ve saf Mg'nin korozyon direncinin elmas partiküllerinin eklenmesiyle nano arttığını belirtmişlerdir. Öte yandan, α-Mg matriksi ve nano karbon arasındaki mikrogalvanik etki nedeniyle nano karbonun Mg'nin korozyon direnci üzerindeki zararlı etkisi bazı calısmalar tarafından rapor edilmistir [14,28,29]. Sonuc olarak, az miktarda nano elmas ilavesinin mukavemet ve sünekliği aynı anda artırdığı gözlenmiş, fakat korozyon direncini hangi yönde etkilediği tam anlaşılamamış görülmektedir. Literatür incelendiği zaman ortopedik implant uygulamalarında güçlü bir aday olan Mg-Sn-Y üçlü alaşım sisteminin halen tatmin edici mekanik özellik ve korozyon direncine ulaşamadığı görülmekte ve ayrıca nano elmas ve türevlerinin bahsedilen özelliklere etkisinin incelenmediği görülmektedir. Bu nedenle çalışmanın hedefi nano elmas ilavesinin Mg-Sn-Y esaslı alaşımın hem mekanik hem de korozyon özelliklerini nasıl etkileyeceğidir. Elde edilen sonuçların literatüre katkı sağlayacağı ön görülmektedir.

Bu çalışmada, Mg-3Sn-2Y alaşımına ağırlıkça %1 Nano elmas ilavesi gerçekleştirilmiştir. Üretimler gravity döküm yöntemi ile üretilmiş ve üretilen alaşım ve kompozit malzemenin mikroyapı çalışması, mekanik ve korozyon testleri yapılmıştır.

2 Materyal ve metot

Alaşım üretimi için saf magnezyum külçe, yüksek saflıkta kalay ve itriyum (%99.9) granülleri kullanılmıştır. Nanokompozit üretimi için ise Adamas Nano (ABD) tarafından üretilen nano elmas partikülleri (pozitif zeta ve 160 nm çap) kullanılmıştır. Ergitme işlemi elektrik dirençli fırın kullanılarak bir çelik pota içinde gerçekleştirilmiştir. Üretimin her aşamasında koruyucu atmosfer olarak %4 SF₆ + %96 Argon karışım gazı kullanılmış ve böylece oksitlenme minimize edilmiştir. Her bir eriyik 10 dakika 740°C sıcaklıkta bekletildikten sonra ultrasonik karıştırıcı (UIP220 – Hielscher) yardımıyla nano elmasların homojen dağılması sağlanmıştır. Ergitme işlemi gerçekleştirildikten sonra hem alaşım hem de kompozitler pota içerisinde kontrollü bir şekilde katılaştırılmıştır.

Alaşım ve kompozit malzemenin mikroyapı incelemesi geleneksel metalografi yöntemi uygulanarak gerçekleştirilmiş olup dağlayıcı olarak 8 g pikrik asit, 5 ml asetik asit, 10 ml distile su ve 100 ml etanol içeren solüsyon kullanılmıştır. Mikroyapı ve faz tanımlamaları enerji dağılımlı X-ışını (EDX) spektrometresine sahip Tescan Vega 3 taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca alaşım ve nanokompozitin tane boyutu görüntü analiz yazılımı (Clemex) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Makro sertlik testleri 31.25/2.5/30 kombinasyonlarına sahip Brinell sertlik cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Çekme numuneleri, ASTM E8M-03 standardına göre 36.5 °C vücut sıcaklığında ve 0.2 mm/dk'lık çekme hızında Raagen Universal Çekme Cihazı ile test edilmiştir.

Nano elmas ilavesinin alaşımın korozyon özelliklerine etkisini belirlemek için daldırma ve potansiyodinamik polarizasyon testleri yapıldı. Korozyon testleri için Hanks tarafından geliştirilen iyon konsantrasyonu, insan kan plazmasını başarıyla taklit edebilen tuz çözeltisi (Hank's Balanced Salt Solution: (HBSS) 8 g/L NaCl, 0.4 g/L KCl, 0.4 g/L MgCl₂·6H₂O, 0.35 g/L NaHCO₃, 0.25 g/L NaH₂PO₄·2H₂O, 0.06 g/L Na₂HPO₄·2H₂O, 0.19 g/L CaCl₂·2H₂O, 0.06 g/L MgSO₄·7H₂O, 1 g/L glikoz) kullanıldı ve testler 36.5 °C vücut sıcaklığında gerçekleştirildi. Korozyon testleri için her bir kenarı 15 mm uzunluğunda olan kare kesitli numunelerin yüzeyi parlatıldı ve yüzey temizliği etanol ile gerçekleştirildi. Çözeltilerin başlangıç pH değeri 7.4 olarak belirlendi. Daldırma testi 384 saat süre ile gerçekleştirildi.

Numunelerin bozunma davranışı kütle kaybı yöntemi ile belirlenmiştir. HBSS içerisinde belli boyutlarda kesilen numuneler 1, 2, 4, 8, 12, 14, 48, 96 ve 192 saat bekletilerek, her süre sonunda kütle kaybı ölçülmüş ve korozyon hızı hesaplanmıştır. Numunelerin kütle kaybı hızı (mg/cm²/gün) aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır.

kütle kaybı hızı =
$$\frac{\Delta m}{A.t.\rho}$$
 (1)

Burada Δm =kütle kaybı (mg), A=yüzey alanı (cm²), t=geçen süre (gün), ρ ise yoğunluk (g/cm²). Magnezyum alaşımları için bu hesaplama aşağıdaki denklem ile mm/y olarak dönüştürülür [30].

Korozyon hızı (mm/y) = (2.10 x kütle kaybı hızı ((mg/cm²/gün))

Potansiyodinamik polarizasyon testleri ise CHI602E model Potentiostat-Galvanostat (CHI Instruments, Inc. Shanghai) cihazında yukarıda içeriği verilen çözelti kullanılarak geleneksel üç elektrotlu düzenek (karşı elektrot olarak platin plaka, referans olarak doymuş Ag-AgCl elektrotu ve çalışma elektrotu olarak numune) ile gerçekleştirildi. Numunelerin tuz çözeltisine maruz kalan yüzey alanı yaklaşık 1 cm² olarak ayarlandı.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Mikroyapı ve karakterizasyon

Üretilen alaşım ve nanokompozit malzemenin SEM ile yapılan mikroyapı karakterizasyonu Şekil 1'de, EDS analizi ise Şekil 2'de görülmektedir.

Görüntü analiz programı (Clemex) kullanılarak Mg-3Sn-2Y alaşımının ortalama tane boyutu 18 µm ve Mg-3Sn-2Y-%1Nano elmas nanokompozit malzemenin ise 12 µm elde edilmiştir. Şekil 1'den görüldüğü gibi Mg-3Sn-2Y alaşımına nano elmas ilavesi katılaşma esnasında ekstra çekirdekleyici görevi gördüğü ve bir miktar tane boyutunun azalmasına neden olduğu gözlenmektedir. Şekil 2a'da Mg-3Sn-2Y alaşımın EDS analiz sonucu görülmektedir. Spot 1'deki elementel analiz sonucu göz önüne alındığı zaman Sn ve Y alaşım elementlerinin α -Mg kristal kafes içerisinde çözünmediği, Spot 2'deki atomik oranlar ise Mg₂Sn intermetaliğinin tane sınırlarında oluştuğu söylenebilir. Ayrıca spot 3'deki Sn/Y atomik oranı çubuksu MgSnY intermetaliğinin de oluştuğunu göstermektedir. Şekil 2b ise nano elmas ilaveli nanokompozit malzemenin EDS analiz sonucu vermektedir. Buradaki elementel analiz sonucu ilave edilen nano elmas partiküllerinin katılaşma esnasında tane içinde kaldığını göstermektedir.



Şekil 1. Alaşım ve nanokompozit malzemenin SEM görüntüsü; a)Mg-3Sn-2Y (Tane boyutu: 18 μm), b)Mg-3Sn-2Y-%1Nano elmas (Tane boyutu: 12 μm)



Şekil 2. Alaşım ve nanokompozit malzemenin EDS analizi; a) Mg-3Sn-2Y, b)Mg-3Sn-2Y-%1Nano elmas

3.2 Sertlik ve Çekme Testi

Mg-3Sn-2Y alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1Nano elmas ilaveli nanokompozit malzemenin sertlik ve çekme test sonuçları Şekil 3'de görülmektedir. Şekil 3'de görüldüğü gibi Mg-3Sn-2Y alaşımının akma, çekme mukavemeti, makro sertlik ve yüzde uzama değerleri sırasıyla 55,61 MPa, 70,74 MPa, 45 Brinell ve % 3,44 olarak elde edilmiştir. Nano elmas ilavesiyle alaşımın akma mukavemeti % 4,7 yükselerek 58,25 MPa değerine, çekme mukavemeti %9,6 yükselerek 70,74 MPa değerinden 77,6 MPa değerine çıkmıştır. Makro sertlik değeri ve yüzde uzama değerleri de sırasıyla % 26,6 ve 52 artarak 57 Brinell ve %5,25 değerlerine yükselmiştir. Literatür incelendiğinde Mg alaşımlarına nano boyutta farklı partikül ilaveleri yapıldığı ve genel olarak mukavemet değerlerindeki artışın dispersiyon sertleşmesi (Orowan) mekanizması ile gerçekleştiği sonucuna varılmaktadır [31,32]. Sert nano elmas partiküllerinin ilavesi sertliğin artışının temel nedeni olduğu söylenebilir. Mukavemet değerlerindeki iyileşme ise hem partikül ilavesinin bir miktar tane boyutunu azaltması hem de tane içerisinde bulunan sert nano elmasların dispersiyon sertleşmesi ve dislokasyon hareketini kısıtlayıcı rol oynamasına bağlanabilir.



Şekil 3. Mg-3Sn-2Y alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1Nano elmas ilaveli nanokompozit malzemenin sertlik ve çekme test sonuçları

3.3 Korozyon testi

Vücuda implante edilmiş malzemenin korozyon hızı, implantın çevresinde bulunan dokunun tepkisinde kritik bir rol oynamaktadır. İmplant malzemenin hızlı bozunması, osteoliz oluşumuna yol açtığı bu durumunda kemik dokusunun rejenerasyonunu olumsuz yönde etkilediği önceki çalışmalarda belirtilmiştir [12,33]. Bu nedenle, Mg-Sn esaslı alaşımların başlangıçtaki bozunma hızının azaltılması, implant uygulamaları için çok önem arz etmektedir. Şekil 4 Mg-3Sn-2Y alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1 Nano elmas nanokompozit malzemenin HBSS içerisinde gerçekleştirilen korozyon testinden elde edilen Tafel eğrilerini göstermektedir. Şekil 4'ten görülebileceği gibi, alaşımın Icorr değeri 7.9 µA.cm⁻², nanokompozit ilaveli malzemenin 5.97 μ A.cm⁻² ; E_{corr} değeri ise -1.526 V, nanokompozit malzemenin ise -1.505 V olarak bulunmuştur. Tafel eğrilerinden elde edilen korozyon hızı Mg-3Sn-2Y

alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1Nano elmas ilaveli nanokompozit malzeme için sırasıyla 6,25 mm/y ve 5,83 mm/y olarak hesaplanmıştır. Nanokompozit ilavesi malzemenin potansiyel değerini pozitif yöne kaydırarak daha soy hale gelmesini sağlayarak böylelikle korozyona daha az uğradığını söylemek mümkündür.



Şekil 4. Mg-3Sn-2Y alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1 Nano elmas nanokompozit malzemenin HBSS içerisinde gerçekleştirilen korozyon testinden elde edilen Tafel eğrileri

Nano elmas, bilinen tüm karbon türevli nanomalzemeler arasında en biyouyumlu malzeme olarak kabul edilir. Son çalışmalar, nano elmas'ın Mg alaşımları için yeni bir korozyon önleyici malzeme olarak kullanılabileceğini ortaya koydu. Örneğin, Gong ve ark. tarafından yapılan bir çalışma toz metalurjisi tekniğini kullanarak Mg/nano elmas kompozitlerini üretmiş ve korozyon testleri gerçekleştirmişlerdir [34]. Nano elmas parçacıklarının yüzeyde pasif kalsiyum fosfat tabakasının oluşumunda etkili bir rol oynadığını fark etmişler ve nano elmas parçacıklarının eklenmesiyle saf Mg'nin korozyon direncinin iyileştirildiğini rapor etmişlerdir. Öte yandan, α-Mg matrisi ve nano karbon arasındaki mikro galvanik etki nedeniyle nano karbonun Mg'nin korozyon direnci üzerindeki zararlı etkisi bazı çalışmalar tarafından belirtilmiştir [14].



Şekil 5. Mg-3Sn-2Y alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1 Nano elmas nanokompozit malzemenin HBSS içerisinde Tafel ve ağırlık kaybından elde edilen korozyon hızları

Şekil 5 Mg-3Sn-2Y alaşımı ve Mg-3Sn-2Y-%1 nano elmas nanokompozit malzemenin HBSS içerisinde Tafel ve ağırlık kaybından elde edilen korozyon hızlarını vermektedir. Şekil 5'den görüldüğü gibi her iki yöntem ile hesaplanan korozyon hızları nano elmas ilavesinde daha düşüktür. Bir başka söylem ile nano elmas ilavesi alaşımın korozyon direnci iyileştirmiştir. Bu iyileşmenin temel nedenleri literatür ile de paralel olarak nano elmas partiküllerinin yüzeyde pasif kalsiyum fosfat tabakasını oluşturmuş olabileceği ve tane boyutundaki azalma olarak sıralanabilir.

4 Sonuçlar

Bu çalışmada Mg-3Sn-2Y alaşımına ağırlıkça %1 nano elmas ilavesi gerçekleştirilmiş ve elde edilen alaşım ve nanokompozit malzemenin mekanik ve korozyon özellikleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir;

- Nano elmas ilavesi ile alaşımın tane boyutu bir miktar azalmıştır. Tane boyutunun azalmasının temel nedeninin nano elmas partiküllerinin katılaşma esnasında çekirdekleyici görevi görmüş olmasına bağlanmıştır.
- Nano elmas ilavesi ile alaşımın sertlik ve mukavemet değerlerinin iyileşmesi genel olarak hem partikül ilavesinin bir miktar tane boyutunu azaltması hem de tane içerisinde bulunan sert nano elmasların dispersiyon sertleşmesine neden olmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.
- Nano elmas ilavesi ile alaşımın korozyon direnci iyileşme göstermiştir. Korozyon direncindeki artış nano elmas partiküllerinin yüzeyde pasif kalsiyum fosfat tabakasını oluşturmuş olabileceği ve tane boyutundaki azalma ile ilişkilendirilmektedir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %5

Kaynaklar

- [1] Y. Eren, A. Gökçe, F. Findik, H. Ozkan and İ. Osman, Mechanical properties and electrochemical behavior of porous Ti-Nb biomaterials, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 87, 59–67, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.07.018.
- Z.Q. Zhang, Y.X. Yang, J.A. Li, R.C. Zeng and S.K. Guan, Advances in coatings on magnesium alloys for cardiovascular stents A review, Bioactive Materials 6, 4729–4757,2021. https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.04.044.
- [3] N. Li and Y. Zheng, Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review, Journal Materials Science Technology 29, 489–502, 2013. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005.
- [4] M. Shahin, K. Munir, C. Wen and Y. Li, Magnesium matrix nanocomposites for orthopedic applications : A review from mechanical, corrosion, and biological perspectives, Acta Biomaterialia 96, 1–19, 2019. https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.06.007.

- [5] N.T. Kirkland, M.P. Staiger, D. Nisbet, C.H.J. Davies and N. Birbilis, Performance-driven design of biocompatible Mg alloys, Journal of Materials, 63, 28– 34, 2011. https://doi.org/10.1007/s11837-011-0089-z.
- [6] W. Wang, H. Wu, R. Zan, Y. Sun, C. Blawert, S. Zhang, J. Ni, M.L. Zheludkevich and X. Zhang, Microstructure controls the corrosion behavior of a lean biodegradable Mg–2Zn alloy, Acta Biomaterialia 107, 349–361, 2020. https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.02.040.
- [7] S. Zhang, X. Zhang, C. Zhao, J. Li, Y. Song, C. Xie, H. Tao, Y. Zhang, Y. He, Y. Jiang and Y. Bian, Research on an Mg-Zn alloy as a degradable biomaterial, Acta Biomaterialia 6, 626–640, 2010. <u>https://doi.org/</u> 10.1016/j.actbio.2009.06.028.
- [8] C. Zhao, F. Pan, S. Zhao, H. Pan, K. Song and A. Tang, Preparation and characterization of as-extruded Mg-Sn alloys for orthopedic applications, Materials and Design, 70, 60–67, 2015. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.12.041.
- [9] J. Kubásek, D. Vojtěch, J. Lipov and T. Ruml, Structure, mechanical properties, corrosion behavior and cytotoxicity of biodegradable Mg-X (X = Sn, Ga, In) alloys, Materials Science and Engineering C, 33 2421–2432, 2013. https://doi.org/10.1016/j.msec.2013.02.005.
- [10] C. Zhao, F. Pan, S. Zhao, H. Pan, K. Song and A. Tang, Microstructure, corrosion behavior and cytotoxicity of biodegradable Mg-Sn implant alloys prepared by subrapid solidification, Materials Science and Engineering C, 54, 245–251, 2015. https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.05.042.
- [11] Y. Chen, J. Dou, H. Yu and C. Chen, Degradable magnesium-based alloys for biomedical applications: The role of critical alloying elements, Journal of Biomaterials Applications 33, 1348–1372, 2019. https://doi.org/10.1177/0885328219834656.
- Y.F. Zheng, X.N. Gu and F. Witte, Biodegradable metals, Materials Science and Engineering R: Reports. 77, 1–34, 2014. https://doi.org/10.1016/j.mser.2014.01.001.
- [13] D. Liu, D. Yang, X. Li and S. Hu, Mechanical properties, corrosion resistance and biocompatibilities of degradable Mg-RE alloys: A review, Journal of Materials Research Technology 8, 1538–1549, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.08.003.
- [14] M.C. Turhan, Q. Li, H. Jha, R.F. Singer and S. Virtanen, Corrosion behaviour of multiwall carbon nanotube/magnesium composites in 3.5% NaCl, Electrochimica Acta 56, 7141–7148, 2011. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2011.05.082.
- [15] C.D. Li, X.J. Wang, W.Q. Liu, K. Wu, H.L. Shi, C. Ding, X.S. Hu and M.Y. Zheng, Microstructure and strengthening mechanism of carbon nanotubes reinforced magnesium matrix composite, Materials Science and Engineering A. 597, 264–269, 2014. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.01.008.
- [16] M. Razavi and Y. Huang, Effect of hydroxyapatite (HA) nanoparticles shape on biodegradation of Mg/HA

nanocomposites processed by high shear solidification/equal channel angular extrusion route, Materials Letters 267, 127541, 2020. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127541.

- [17] D.B. Liu, Y. Huang and P.B. Prangnell, Microstructure and performance of a biodegradable Mg-1Ca-2Zn-1TCP composite fabricated by combined solidification and deformation processing, Materials Letters, 82, 7–9, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.05.035.
- [18] C.S. Goh, J. Wei, L.C. Lee and M. Gupta, Properties and deformation behaviour of Mg-Y2O3 nanocomposites, Acta Materialia 55, 5115–5121, 2007. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.05.032.
- [19] T. Lei, W. Tang, S.H. Cai, F.F. Feng and N.F. Li, On the corrosion behaviour of newly developed biodegradable Mg-based metal matrix composites produced by in situ reaction, Corrosion Science, 54, 270–277, 2012.

https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.09.027.

- [20] M. Pozuelo, Y.W. Chang and J.M. Yang, Effect of diamondoids on the microstructure and mechanical behavior of nanostructured Mg-matrix nanocomposites, Materials Science and Engineering A, 633, 200–208, 2015. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.062.
- [21] H. Dieringa, L. Katsarou, R. Buzolin, G. Szakács, M. Horstmann, M. Wolff, C. Mendis, S. Vorozhtsov and D. StJohn, Ultrasound assisted casting of an AM60 based metal matrix nanocomposite, its properties, and recyclability, Metals (Basel). 388, 1-13 2017. https://doi.org/10.3390/met7100388.
- [22] M. Ali, M.A. Hussein and N. Al-Aqeeli, Magnesiumbased composites and alloys for medical applications: A review of mechanical and corrosion properties, Journal of Alloys and Compounds, 792, 1162–1190, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.04.080.
- [23] A. Madhan Kumar, S. Fida Hassan, A.A. Sorour, M. Paramsothy and M. Gupta, Electrochemical Corrosion and In vitro Biocompatibility Performance of AZ31Mg/Al2O3 Nanocomposite in Simulated Body Fluid, Journal of Materials Engineering Performance, 27, 3419–3428, 2018. https://doi.org/10.1007/s11665-018-3448-x.
- [24] S.Z. Khalajabadi, M.R. Abdul Kadir, S. Izman and R. Ebrahimi-Kahrizsangi, Fabrication, bio-corrosion behavior and mechanical properties of a Mg/HA/MgO nanocomposite for biomedical applications, Material and Design 88, 1223–1233, 2015. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.065.

- [25] R. Kaur and I. Badea, Nanodiamonds as novel nanomaterials for biomedical applications: Drug delivery and imaging systems, International Journal of Nanomedicine. 8, 203–220, 2013. https://doi.org/10.2147/IJN.S37348.
- [26] B.R. Lin, C.H. Chen, S. Kunuku, T.Y. Chen, T.Y. Hsiao, H. Niu and C.P. Lee, Fe Doped Magnetic Nanodiamonds Made by Ion Implantation as Contrast Agent for MRI, Science Report
- , 8, 1-6, 2018. https://doi.org/10.1038/s41598-018-25380-1.
- [27] H. Gong, B. Anasori, C.R. Dennison, K. Wang, E.C. Kumbur, R. Strich and J.G. Zhou, Fabrication, biodegradation behavior and cytotoxicity of Mgnanodiamond composites for implant application, Journal of Material Science: Materials Medicine 26, 1– 9, 2015. https://doi.org/10.1007/s10856-015-5441-3.
- [28] H. Fukuda, J.A. Szpunar, K. Kondoh and R. Chromik, The influence of carbon nanotubes on the corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy, Corrosion Science, 52, 3917–3923, 2010. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.08.009.
- [29] N.N. Aung, W. Zhou, C.S. Goh, S.M.L. Nai and J. Wei, Effect of carbon nanotubes on corrosion of Mg-CNT composites, Corrosion Science, 52, 1551–1553, 2010. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.02.025.
- [30] M.C. Zhao, M. Liu, G. Song and A. Atrens, Influence of the β-phase morphology on the corrosion of the Mg alloy AZ91, Corrosion Science, 50, 1939–1953, 2008. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.04.010.
- [31] M. Gupta and N.M.L. Sharon, Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites, 2010. https://doi.org/10.1002/9780470905098.
- [32] H. Şevik, S. Özarslan and H. Dieringa, Assessment of the Mechanical and Corrosion Properties of Mg-1Zn-0.6Ca/Diamond Nanocomposites for Biomedical Applications, Nanomaterials. 12, 1–17, 2022. https://doi.org/10.3390/nano12244399.
- [33] X. Gu and Y. Zheng, A review on magnesium alloys as biodegradable materials, Frontier Material Science China. 4, 111–115, 2010. https://doi.org/10.1007/s11706-010-0024-1.
- [34] H. Gong, B. Anasori, C.R. Dennison, K. Wang, E.C. Kumbur, R. Strich and J.G. Zhou, Fabrication, biodegradation behavior and cytotoxicity of Mgnanodiamond composites for implant application, Journal of Materials Science: Materials Medicine 26, 1–9, 2015. https://doi.org/10.1007/s10856-015-5441-3.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 1013-1020



Niğde Ömer Halisdemir Üni**ver**sitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araştırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Akımsız nikel kaplama süresinin yeni tür dentritik bakır-nikel alaşım tozlarının özellikleri üzerine etkisi

Effect of electroless nickel plating time on the properties of novel dendritic copper-nickel alloy powders

Onur Güler^{1,*} 🗓

¹ Karadeniz Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 61080, Trabzon Türkiye

Öz

Bu calısmada, elektroliz yöntemi ile hurda bakır plakadan elde edilen dentritik bakır tozları üzerine akımsız nikel kaplama işlemi uygulanmıştır. 30 dk, 60 dk ve 90 dk sürelerinde akımsız nikel kaplama işlemleri uygulanarak elde edilen dentritik bakır-nikel bimetalik tozların morfolojik ve oksidasyon incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Morfoloji incelemeleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılırken, oksidasyon direnci incelemeleri termogravimetrik analiz (TGA) yöntemi ile yapılmıştır. Elde edilen sonuclara göre, akımsız nikel kaplama süresinin artması ile elektrolitik bakır parçacıklar üzerinde indirgenen nikel miktarı artmıştır. İndirgenen nikel tabaka nano boyutta parçacıklardan oluşmuştur. Akımsız nikel kaplama süresinin artışı ile parçacıkların oksidasyon direnci değerlerinde artış sağlanırken, oksitlenmeye başlama sıcaklıkları da arttırılmıştır. Ayrıca, nano nikel parçacıkların parçacık yüzeylerinde oluşturduğu tabaka ve birikintiler, elektrolitik bakır parçacıklarının yüzey alanı değerlerini yaklaşık %20 oranında arttırmıştır. Parçacık boyutu analizi sonuclarına göre, akımsız nikel kaplama tabakası sayesinde ortalama parçacık boyutu değerleri artarak 1 µ'ye kadar bir kaplama tabakasının elde edildiği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Akımsız nikel kaplama, Dentritik bakır tozu, Oksidasyon direnci, Bakır-nikel alaşımı, Malzeme karakterizasyonu

1 Giriş

Dentritik bakır tozları, dikkat çekici özellikleri ve çeşitli alanlardaki potansiyel uygulamaları nedeniyle son yıllarda büyük ilgi gören benzersiz bir bakır tozu sınıfıdır. Bu tozlar, geniş bir uygulama yelpazesinde kullanım için ideal hale getiren yüksek yüzey alanı, yüksek saflık ve geliştirilmiş elektrik iletkenliği ile karakterize edilmektedir [1]. Dentritik bakır tozlarının önemli avantajlarından biri, çeşitli kimyasal reaksiyonlarda gelişmiş katalitik aktivite ve reaktivite sergilemelerini sağlayan yüksek yüzey alanıdır. Bu özellik onları katalizde, özellikle CO₂ emisyonlarının azaltılmasında mükemmel performans gösterdikleri elektro kataliz alanında kullanım için çekici bir malzeme haline getirmektedir [2, 3]. Ayrıca, dentritik bakır tozlarının yüksek saflığı, onları implante edilebilir tıbbi cihazlar ve sensörler gibi

Abstract

In this study, electroless nickel plating process was applied on dendritic copper powders obtained from scrap copper plate by electrolysis method. Morphological and oxidation studies of dendritic copper-nickel bimetallic powders obtained by electroless nickel plating processes for 30 min, 60 min and 90 min were carried out. While morphology studies were performed with scanning electron microscopy (SEM), oxidation resistance studies were performed with thermogravimetric analysis (TGA). According to the results obtained, the amount of reduced nickel on electrolytic copper particles increased with the increase of electroless nickel plating time. The reduced nickel layer is composed of nano-sized particles. With the increase of the electroless nickel plating time, the oxidation resistance values of the particles increased, while the oxidation starting temperatures were also increased. In addition, the layers and deposits formed by the nano nickel particles on the particle surfaces increased the surface area values of the electrolytic copper particles by about 20%. According to the results of the particle size analysis, it was determined that a coating layer up to 1 μ was obtained by increasing the average particle size values thanks to the electroless nickel plating layer.

Keywords: Electroless nickel plating, Dendritic copper powder, Oxidation resistance, copper-nickel alloy, Material characterization

biyomedikal uygulamalarda kullanıma uygun hale getirir [4]. Yüksek saflıkta dentritik bakır tozlarının kullanılması, saf olmayan bakır tozları kullanıldığında meydana gelebilecek korozyon ve diğer olumsuz reaksiyon riskini azaltmaktadır [5]. Ek olarak, dentritik bakır tozları, diğer morfolojilere sahip bakır tozlarına kıyasla daha iyi elektriksel iletkenliğe sahiptir. Bu özellik, onları, elektrik sinyallerini doğru ve güvenilir bir şekilde iletme yeteneğinin çok önemli olduğu baskılı devre kartları, sensörler ve antenler gibi elektronik cihazlarda kullanım için ideal hale getirmektedir. Elektrolitik bakır tozunun dentritik morfolojisi, iletken bir tabaka içinde çoklu temas noktaları sağladığından, küresel veya düzensiz tozlar üzerinde başka bir avantaj sağlamaktadır [6]. Ayrıca dentritik şeklin, akıllı telefonlarda ve tablet bilgisayarlarda giderek artan şekilde kullanılan esnek baskılı devre

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: onurguler@ktu.edu.tr (O. Güler) Geliş / Recieved: 01.03.2023 Kabul / Accepted: 23.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1258122

kartlarında iletken tabakanın esnekliğini sağlaması da büyük önem taşımaktadır [7].

Son çalışmalar, dentritik bakır tozlarının kataliz, enerji depolama ve biyomedikal uygulamalar dahil olmak üzere çeşitli uygulamalarda potansiyelini göstermektedir. Örneğin, dentritik bakır tozları, yüksek yüzey alanları ve iyileştirilmiş iletkenliklerinin yüksek katalitik aktivite sergilemelerini sağladığı CO₂ azaltımı icin verimli elektro katalizörler olarak kullanılmaktadır. Buradan anlaşılmaktadır ki dentritik bakır tozları, benzersiz özelliklere ve ceşitli alanlarda potansiyel uygulamalara sahip umut verici bir bakır tozu sınıfıdır. Dentritik bakır tozlarının yüksek yüzey alanı, yüksek saflığı ve geliştirilmiş elektrik iletkenliği, onları kataliz, elektronik, enerji depolama ve biyomedikal uygulamalarda kullanım için ideal hale getirmektedir. Bu tozlarla ilgili araştırmalar devam ettikçe, muhtemelen daha da fazla uygulama bulunacağı ve çeşitli teknolojilerin ilerlemesinde önemli bir rol oynayacakları düşünülebilir.

Böylelikle, dentritik morfolojinin öneminin yanında farklı özelliklerin de arandığı düşünüldüğünde dentritik tozlarının bazı özelliklerinin geliştirilebilirliği bakır düşünülmektedir. Örneğin, bakırın yüksek sıcaklıklarda gösterdiği düşük oksidasyon, korozyon ve aşınma direnci, düşük mukavemeti ve termal iletkenliği özelliği göz önüne alınarak nikel metali ile alaşımlandırılması, literatürde sıklıkla vurgulanmaktadır [8-10]. Toz metalurjisi yöntemi ile nihai malzeme üretiminde, toz morfolojisi dikkate alındığında, dentritik morfolojinin olusturduğu dentrit kollarının daha yüksek nispi yoğunluklarla daha yüksek arayüzey kuvveti sağladığı bilinmektedir [11]. Ayrıca, presleme altında dentrit kollarının diğer toz morfolojilerine nispeten oluşabilecek gözenekleri doldurarak tane sınırlarının belirsiz hale gelmesini sağladığı ve yüksek yoğunluklu ve yüksek elektriksel iletkenliğe sahip malzemelerin elde edilebildiği bulunmuştur [12]. Bakır metaline nikel, krom gibi alaşım elementlerinin eklenmesi ile hem mukavemet açısından hem de oksidasyon direnci açısından gelişme sağlandığı bilinmektedir. Ancak, bu alaşım elementleri ile sağlanan alaşımlandırma işlemleri sonucu elde edilen alaşımlarda alaşımlama etkisi ile (elementlerin birbiri içerisinde çözünmesi ile) elektriksel iletkenlik değerlerinde düşüşler saptandığı bildirilmiştir [13]. Bu bakımdan, akımsız kaplama tekniği ile bakır tozları üzerine uygulanan kaplamalar sayesinde kabuk-çekirdek mekanizması ile her toz tanesi etrafında kaplama tabakası oluşturularak tek bir toz tanesi yapısında fonksiyonel özelliklere sahip tozların eldesi mümkün kılınmaktadır [14].

Diğer yandan, bakır [15] ve nikel [16] metal tozlarının polimer matrisli kompozitlerin yapısına eklenerek, sırasıyla elektriksel/ısıl iletkenlik ve mekanik özelliklerde artışı sağlama üzerine çalışmalar gerçekleştirilmektedir. Bu bağlamda, dentritik bakır tozlarının kullanımı ile hem dentrit kollarının devasa yüzey alanı sağlaması ile yapısına eklenebilecek matrisler içerisinde de yüksek tutunma sağlayarak arayüzeyi gelişmiş kompozit eldesinin sağlanabileceği, hem de yüksek mekanik özellik sunan nikel katmanın dentritik bakır tozları üzerinde biriktirilmesi ile yüksek mekanik özellik gösteren fonksiyonel bimetalik tozların eldesinin sağlanabileceği açıktır [8].

Yukarıda verilen literatür bilgilerine dayanarak, bu çalışmada, bakır tozlarının dentritik morfolojisinin yüksek yüzey alanı sağlamasından dolayı bu tür morfolojinin en yüksek elektriksel ve termal özellik değerini sunması ve nikel elementinin yüksek mekanik özellik değeri sunması nedeniyle tek bir toz yapısında hem yüksel elektriksel ve termal iletkenlik hem de vüksek mekanik özellik gösteren bakır-nikel tozlarının akımsız nikel kaplama vöntemi ile üretilebilirliği araştırılmıştır. Literatür incelendiğinde, bakır tozları üzerine akımsız nikel kaplama tabakasının uygulanarak fonksiyonel özellikli yeni tür alaşım tozlarının üretilmesi üzerine bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ayrıca, akımsız nikel kaplama süresinin, elde edilen kabuk nikel tabakasının özellikleri ve altlık olarak kullanılan dentritik bakır tozlarının oksidasyon direnci üzerine etkisi araştırılmamıştır. Bu bağlamda, bu çalışmada bir geri dönüşüm yöntemi olan elektroliz yöntemi ile hurda bakır plakalardan elde edilen yüksek saflık değerine sahip dentritik bakır tozlarının akımsız kaplama yöntemi ile farklı sürelerde kaplama işlemi uvgulanarak nikel kaplanması sağlanmış ve elde edilen bimetalik tozların morfolojik, mikroyapı ve oksidasyon direnci özellikleri incelenmiştir.

2 Materyal ve metot

2.1 Kullanılan malzemeler

Çalışmanın ilk aşamasında %99 saflığa sahip hurda bakır plakadan elektroliz vöntemi ile dentritik bakır tozları elde edilmistir. Kullanılan hurda bakır plaka 80mm×100mm×5mm ölcülerinde olup, elektroliz hücresinde anot plaka olarak kullanılmıştır. Dentritik bakır tozların üzerine indirgenmesi için katot plaka olarak ise anot plaka ile aynı ölçülerde paslanmaz çelik plaka kullanılmıştır. Elektroliz hücresi olarak 2 litre hacimli cam beher kullanılmıştır. Elektrolit çözeltisinin oluşturulmasında, sülfürik asit (H₂SO₄), bakır sülfat (CuSO₄.5H₂O) ve saf su çözeltisi kullanılmıştır. Elde edilen dentritik bakır tozlarının elektrolit cözeltisinden alınmasından sonra kimyasal kalıntılardan arındırmak için etil alkol kullanılmıştır.

Dentritik bakır tozlarının üretilmesinden sonra akımsız nikel kaplama işlemleri için nikel kaynağı olarak nikel klorür (NiCl₂.5H₂O), indirgeyici ajan olarak ise hidrazin hidrat (N₂H₄) kullanılmıştır. pH ayarlayıcı olarak sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Elde edilen dentritik bakır tozu-nikel bimetalik tozların akımsız nikel kaplama çözeltisinden çıkarılmasından sonra kimyasal kalıntılardan arındırmak için etil alkol kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan bütün kimyasal maddeler analitik saflıkta olup, Merck Şirketi'nden temin edilmiştir.

2.2 Dentritik bakır tozlarının üretilmesi ve akımsız nikel kaplanması

Dentritik bakır tozlarının üretilmesi için, elektroliz hücresi içerisine anot olarak hurda bakır, katot olarak ise paslanmaz çelik plaka, aralarında 5 cm aralık olacak şekilde yerleştirilmiştir. 2 litrelik elektroliz hücresi içerisine bakır iyonu kaynağı olarak 3 g/L CuSO₄, elektriksel iletkenlik kaybının minimize edilmesi için 80 ml/L H₂SO₄ ve çözelti tamamlayıcı olarak saf su eklenerek elektrolit çözeltisi oluşturulmuştur. Katot akım yoğunluğu olarak 0.15 A/cm²'lik akım yoğunluğu kullanılarak işlem süresi 2 saat olarak uygulanmıştır. 35-40 °C sıcaklık sıcaklığında gerçekleştirilen elektroliz işlemi sırasında, elektrolit çözeltisinin 300 dev/dk hızında manyetik karıştırıcı-ısıtıcıda karıştırılması ve ısıtılması sağlanmıştır. Dentritik bakır tozlarının üretilmesinde kullanılan sistem şematik olarak Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Dentritik bakır tozlarının elektroliz yöntemi ile üretilmesi

Elektroliz işlemi sonrasında paslanmaz çelik katot plaka üzerinde biriken dentritik bakır tozları bir laboratuvar sıyırma bıçağı yardımıyla plaka üzerinden sıyrılarak alınmıştır. Alınan dentritik bakır tozları etil alkol ile en az 3 defa yıkanarak elektrolit çözeltisinden gelebilecek kimyasal kalıntılardan arındırılması sağlanmıştır. Yıkanan dentritik bakır tozları vakumlu etüv içerisinde 70 °C sıcaklıkta 1 saat boyunca bekletilerek kurutulmuş ve akımsız nikel kaplama işlemleri gerçekleştirilene kadar herhangi bir oksit oluşumunu engellemek adına vakumlu desikatör içerisinde saklanmıştır.

Akımsız nikel kaplama işlemleri için 150 ml hacimli beherler kullanılmıştır. Akımsız kaplama cözeltisi, 150 ml'lik beher icerisinde 30 g/L oranında NiCl₂.5H₂O ve 80 ml/L oranında N₂H₄ ve 100 ml saf su ile elde edilmiştir. Akımsız nikel kaplama işlemleri için, öncelikle NiCl₂.5H₂O ve saf sudan oluşan çözelti 300 dev/dk karıştırma hızında karıştırılarak çözelti sıcaklığının 80-85 °C'ye gelmesi beklenmiştir. Çözelti sıcaklığının ayarlanmasının akabinde 5 g/L oranında dentritik bakır tozu çözelti içerisine eklenmiştir. Daha sonra beklemeden, N₂H₄ damla damla bu çözelti içerisine ilave edilmiştir. Sonrasında pH ayarlayıcı olan NaOH çözeltisi vakit geçmeden çözeltiye eklenerek akımsız nikel kaplama çözeltisinin pH değerinin 8-10 aralığında olması sağlanmıştır. Bütün bu işlemler tamamlandıktan sonra akımsız nikel kaplama işlem süresi işletilmiştir.

Akımsız nikel kaplama işlemleri şematik olarak Şekil 2'de gösterilmiştir. Dentritik bakır tozları üzerinde elde edilen kaplama tabakasına etkisini incelemek adına ayrı ayrı kaplama işlemleri 30 dk, 60 dk ve 90 dk olacak şekilde aynı kaplama parametreleri kullanılarak uygulanmıştır. Çalışmada yer alan ve elektroliz yöntemi ile üretilen dentritik bakır tozları, E-Cu; bu tozların 30 dk, 60 dk ve 90 dk boyunca akımsız nikel kaplanması ile elde edilen bakırnikel tozları, sırasıyla; E-Cu-Ni-30; E-Cu-Ni-60 ve E-Cu-Ni-90 olarak kodlanmıştır.



Şekil 2. Dentritik bakır tozlarına akımsız nikel kaplama işlemlerinin uygulanması

2.3 Karakterizasyon işlemleri

Çalışmada, hurda bakır plakalardan elektroliz yöntemiyle üretilen dentritik bakır tozların ve daha sonra bu tozların akımsız nikel kaplama işlemleri ile kaplanması sonucu elde edilen dentritik bakır-nikel tozların morfolojik incelemeleri, kaplama tabakası ve kesit incelemeleri SEM (Carl Zeiss Evo10) ve EDS (Enerji dağılımlı spektrometri, Apex_{TM} Octane Elite) kullanılarak gerçekleştirilirken, yine bu tozların faz incelemeleri X-ray difraksiyon (XRD, PANalytical X'Pert3 Pro) yöntemi ile yürütülmüştür. Diğer yandan, akımsız nikel kaplanmamış ve kaplanmış dentritik bakır tozlarının toz boyut analizi ve yüzey alanı analizi MasterSizer (Malvern, e2000) ile yapılmıştır. Son olarak, çalışmada üretilen bütün tozların oksidasyon dirençleri TGA ile kontrol edilmiştir. Bu analiz için, ısıtma hızı 20 °C/dk olacak şekilde oda sıcaklığından 800 °C'ye kadar ısıtma gerçekleştirilerek artan sıcaklık altında toz ağırlıklarında gerçekleşen artışa göre analizler yapılmıştır.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Toz morfolojisi

Elektroliz yöntemi ile üretilen E-Cu tozlarının ve farklı sürelerde akımsız nikel kaplama işlemi uygulanan E-Cu tozlarının morfolojik incelemeleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri ve EDS spektrum analiz sonucları Sekil 3'te sunulmuştur. Elektroliz yöntemi ile elde edilen dentritik E-Cu tozlarının mat kahverengimsi renge sahip gözenekli parçacıklar halinde elde edildiği belirlenmiştir. Şekil 3a'da görüldüğü gibi, bu çalışmada üretilen E-Cu tozları, tipik dentrit kollarından oluşan ve gövde üzerinde bakır iyonlarının birikmesi ile meydana gelen kalın sekonder yapıdan meydana gelmiştir. Bu yapı araştırmacılar tarafından daha önce incelenmiş ve morfolojisi belirlenmiştir [17, 18]. Ayrıca, elde edilen E-Cu tozlarının büyütülmüş SEM görüntüsü (Şekil 3a') incelendiğinde, parçacık yüzeylerinin oldukça pürüzsüz olduğu dikkat çekmektedir. Ek olarak, bu parçacıkların EDS spektrum analizi sonuçlarına göre, oksit gibi süreksizliklerin bulunmadığı, sadece bakır elementine ait pik gösterdiği belirlenmiştir (Sekil 3a''). E-Cu tozlarına 30 dk boyunca akımsız nikel kaplama işlemi uygulanması sonucu elde edilen E-Cu-Ni-30 numunelerin morfolojisine ait SEM görüntüleri Şekil 3b'de verilmiştir. Bu parçacıkların yakınlaştırılmış SEM görüntüsüne göre, parçacık yüzeylerinin pürüzlüğünün E-Cu parçacıklarınınkine göre arttığı açıkça görülmektedir (Şekil 3b').



Şekil 3. Çalışmada üretilen parçacıkların SEM görüntüleri ve EDS spektrum pikleri; E-Cu (a-a'-a''), E-Cu-Ni-30 (b-b'-b''), E-Cu-Ni-60 (c-c'-c'') ve E-Cu-Ni-90 (d-d'-d'')

Pürüzlülüğü meydana getiren etkinin E-Cu parçacıklar üzerinde indirgenen ve nano parçacıkların oluşturduğu nikel tabakadan kaynaklandığı söylenebilir. Bunun yanında açık gri renkteki nokta halinde meydana gelen nano parçacıkların akımsız kaplama sonucu oluşan nikel elementine ait olduğu belirlenmiştir. E-Cu-Ni-30 numunelerin EDS spektrum analiz sonucunda yer alan nikel elementine ait pikler bu durumu desteklemektedir (Şekil 3b''). Şekil 3c'de görüldüğü gibi akımsız nikel kaplama işleminin 60 dk olması durumunda morfolojik olarak herhangi bir değişiklik görülmemekle birlikte, dentritik morfoloji eldesi sağlanmış ancak büyütülmüş SEM görüntüsüne göre nikel nano parçacıkların miktarının arttığı net bir şekilde görülmüştür. Parçacık yüzeylerine bakıldığında, yüzey pürüzlülüğün yine nano nikel parçacıkların indirgenerek meydana getirdiği nikel tabakasına ek olarak yüzeylere tutunmuş boşta kalan nikel nano parçacıklar nedeniyle arttığı görülmüştür (Şekil 3c'). Bu bağlamda, E-Cu-Ni-60 numunelerden elde edilen EDS spektrum piklerine göre, kaplama çözeltisinden veya havadan absorbe edilen oksit gibi süreksizliğe ait bir pike

rastlanmayarak yalnızca bakır ve nikel elementine ait pikler elde edilmiştir (Şekil 3c''). Akımsız nikel kaplama süresinin dk'ya çıkarılmasıyla elde edilen E-Cu-Ni-90 90 parçacıklarının SEM görüntüsü Şekil 3d'de gösterilmiştir. görüntüsü Tipik dentritik morfoloji korunurken parçacıkların yüzeylerinde biriken nikel nano parçacıkların miktarında büyük oranda artış saptandığı açıkça görülmektedir (Şekil 3d'). Parçacık yüzeylerinin pürüzlülüğünü büyük miktarda arttıran nano nikel parçacık birikintilerinin mevcudiyeti tespit edilmiştir. Buna göre, akımsız nikel kaplama süresinin artması, yüzeylerde zorlukla tutunan nano nikel parçacıkların birikinti şeklinde üst üste bindiğini göstermektedir. Açık gri renkte görülen nano parçacıkların bir araya gelerek topaklanma oluşturduğu açıkça görülmüştür. Bu parçacıkların EDS spektrum analizine göre ise, diğer nikel kaplı parçacıklarda olduğu gibi bakır elementi ve nikel kaplama tabakasından gelen nikel elementine ait pikler dışında herhangi bir pike rastlanmamıştır (Şekil 3d'').

3.2 Parçacık boyutu ve yüzey alanı

Sekil 4, E-Cu tozlarının ve bu tozlara farklı sürelerde uygulanan akımsız nikel kaplama sonrası elde edilen bimetalik tozların partikül boyut dağılımı eğrilerini göstermektedir. Bu bağlamda, elektroliz yöntemiyle hurda bakırdan üretilen E-Cu tozlarının ortalama boyutu (d₅₀) vaklasık 49.9 µm olarak belirlenirken; 30, 60 ve 90 dk boyunca akımsız nikel kaplama uygulanan tozların ortalama boyutlarının yaklaşık olarak, sırasıyla 51.3 µm, 51.7 µm ve 52.1 µm olduğu tespit edilmiştir. Akımsız nikel kaplama işlemi ile E-Cu tozları etrafında kabuk şeklinde oluşturulan nikel tabakası sayesinde ortalama parçacık boyutunun arttığı boyut dağılımı eğrilerinin sağa doğru kaymasından anlaşılmaktadır. Ayrıca, partikül boyut dağılımı eğrileri göz önüne alındığında, E-Cu tozlarının akımsız nikel kaplanmış tozlara göre daha dar aralığa sahip olduğu gözlenmektedir.30 dk'lık akımsız kaplama işleminden sonra ortalama boyutun yaklaşık 49.9 µm'den, yaklaşık 51.3 µm'ye çıkması ortalama nikel kaplama tabakası boyutunun yaklaşık 0.7 µm olduğunu ortaya koymaktadır. Yukarıda verilen boyut değerlerine göre kaplama süresinin 60 ve 90 dk olması durumunda ise, ile elde edilen nikel kabuk boyutunun sırasıyla yaklaşık 0.9 µm ve 1.15 µm olduğu anlaşılmaktadır. Bu durum, kaplama tabakası kalınlığının kaplama süresinin artması ile doğru orantılı olarak artmadığını göstermektedir. Bu durum, akımsız nikel kaplama işlemleri sırasında, E-Cu tozları üzerinde oluşan bir nikel katman üzerinde, işlem süresinin devam etmesi ile katmanların üst üste birikerek devam etmediğinin göstergesidir. Buradan anlaşılmaktadır ki, E-Cu tozları üzerinde akımsız nikel kaplama işlemi ile tek bir katman olarak nikel tabakası oluşmaktadır. Bu tabakanın oluşmasından sonra kaplama işlemi devam etse bile, kaplanacak olan altlığın temasının kesilmesinden dolayı, birikme işlemi E-Cu tozları üzerinde olmayıp boşta kalan nikel birikintileri olarak devam etmektedir. Şekil 4'te verilen partikül boyut dağılımı eğrilerine bakıldığında, pik noktasının sol bölümü dikkat çekmektedir.



Şekil 4. Çalışmada üretilen tozların partikül boyutu analiz eğrileri

E-Cu tozlarına ait eğri yaklaşık 10 µm mertebesine kadar bir toz bütünlüğü bulunmadığını ancak akımsız nikel kaplama uygulanan tozlarda bu bölümde bir toz bütünlüğü varlığının olduğu göze çarpmaktadır. Özellikle, akımsız nikel kaplama işleminin 90 dk'ya çıkması ile boyut dağılımı eğrisinin yukarı yönde harekete geçtiği açıkça görülmektedir. Bu durum, akımsız nikel kaplama süresinin artması ile E-Cu tozları üzerinde tutunamayan nikel birikintilerinin boşta kalarak ortalama toz boyutu eğrisinde daha küçük boyutlu tozların varlığı olarak algılanmıştır. Akımsız nikel kaplama süresinin arttırılması ile indirgenen nikel parçacıklarının birikintilere yol açarak bölgeye kaplanması yerine boşta kaldığı Yim ve arkadaşlarının [19] yaptıkları çalışmada da bulunmuştur.

E-Cu tozları üzerine uygulanan akımsız nikel kaplama süresinin artması ile tozların özgül yüzey alanı değerlerinde meydana gelen değişiklikler Şekil 5'te görülmektedir. Kaplama uygulanmayan E-Cu tozların özgül yüzey alanı değerinin yaklaşık 0.135 m²/g olduğu bulunmuştur. 30 dk akımsız nikel kaplama işlemi uygulanması ile elde edilen E-Cu-Ni-30 tozların özgül yüzey alanı ise yaklaşık 0.160 m²/g olarak belirlenirken, akımsız kaplama süresinin artması ile E-Cu-Ni-60 ve E-Cu-Ni-90 tozları için bu değerlerin yaklaşık; sırasıyla, 0.162 m²/g ve 0.165 m²/g olduğu tespit edilmiştir. Görüldüğü gibi, özgül yüzey alanı değeri akımsız nikel kaplama süresinin 30 dk olması ile kaplamasız E-Cu tozlarına göre yaklaşık %20 oranında artış gösterdikten sonra akımsız nikel kaplama süresi daha da artsa bile özgül yüzey alanı değerlerinde büyük bir değişiklik gözlenmemiştir. Özgül yüzey alanı değerlerinin toz boyutuna göre değişiklik gösterdiği bilinmektedir. Bu bağlamda, ortalama toz boyutunun artması ile özgül yüzey alanı değerlerinin azalacağı beklenmektedir. Ancak, bu calısmadaki gibi, akımsız kaplama teknikleri ile tozlar üzerinde elde edilen kabuk şeklindeki katmanlar, parçacık indirgenmesi işlemi ile ve indirgenen her parçacığın (bu çalışmada nikel) ayrı ayrı, üst üste ve/veya yan yana binmesi ile elde edilmektedir. İndirgenen bu parçacıkların her birinin ayrı taneler şeklinde altlık tozlar üzerinde yer alması daha fazla parçacık sınırı oluşturmakta ve bu durum özgül yüzey alanı değerlerinde artış meydana getirmektedir. Bu duruma benzer bir durum, tozların akımsız kaplama işlemleri ile elde edildikten sonra karakterize edilerek özgül yüzey alanı değerlendirmesi yapılan önceki çalışmalarda da açıklığa kavuşturulmuştur [20]. Diğer yandan, akımsız nikel kaplama süresinin artması ile E-Cu tozları üzerinde kabuk oluşturma yerine kaplanmadan boşta kalan mikron ve mikron altı nikel parçacıkların oluşturduğu birikintiler nedeni ile de özgül yüzey alanı değerlerinde artış meydana geldiği de düşünülmelidir.



Şekil 5. Çalışmada üretilen tozların partikül boyutu analiz eğrileri

3.3 Oksidasyon direnci

Sekil 6'da üretilen elektroliti-dentritik bakır tozlarının ve bu tozlara farklı sürelerde uygulanan akımsız nikel kaplama sonrası elde edilen dentritik bakır tozlarının TGA sonuçlarını gösteren ağırlık değişimi-sıcaklık eğrileri verilmiştir. Şekil 6a'dan görüldüğü gibi, sıcaklık artışı ile oksit oluşumundan kaynaklanan %ağırlık artısının ilk olarak basladığı ve sıcaklığın 800 °C'ye ulaşması ile elde edilen toplam %ağırlık değişim miktarının en yüksek olduğu numuneler E-Cu tozlar olarak belirlenmiştir. Diğer yandan, meydana gelen sıcaklık artışı ile oksitlenmeden kaynaklı %ağırlık artışı en son E-Cu-Ni-60 numunelerde başlamakla birlikte, test sonunda en düşük toplam %ağırlık artışı da yine bu numunelerde görülmüştür. Bu bağlamda, E-Cu tozlar yaklaşık 225 °C'de oksit oluşumu başlarken, artan sürelerde uygulanan akımsız nikel kaplama işlemleri ile elde edilen E-Cu-Ni-30, E-Cu-Ni-60 ve E-Cu-Ni-90 tozlarda bu sıcaklık değerleri, sırasıyla vaklaşık 300 °C, 350 °C ve 400 °C olarak belirlenmiştir. Benzer olarak, E-Cu numunelerde analiz sonucu belirlenen toplam %ağırlık artışı yaklaşık %27 olarak hesaplanırken, Cu-Ni-30, E-Cu-Ni-60 ve E-Cu-Ni-90 tozlar için bu değerlerin, sırasıyla %25, %24 ve %21 olduğu saptanmıştır. Ek olarak, E-Cu tozların 800 C'de bile oksitlenmeye devam ederek %ağırlık artışının devam ettiği görülürken, akımsız nikel kaplı Cu-Ni-30, E-Cu-Ni-60 ve E-Cu-Ni-90 tozlarda görülen %ağırlık artışı 800 °C sıcaklığa ulaşmadan sabitlenmiştir. Bu bağlamda, %ağırlık değişimi Cu-Ni-30 ve E-Cu-Ni-60 tozlarda yaklaşık 720 °C sıcaklıkta durağan hale gelirken E-Cu-Ni-90 tozlarda bu sıcaklık değeri yaklaşık 700 °C olarak belirlenmistir.

Buna göre, %ağırlık değişimi eğrilerine göre, sıcaklık artışına göre E-Cu tozlarında meydana gelen oksitlenmenin akımsız nikel kaplama tabakası sayesinde azaldığı ve bu kaplama tabakalarının oksitlenmeye başlama sıcaklıklarında düşüş sağladığı açıkça görülmüştür. Ayrıca, akımsız kaplama işlem süresinin artması ile elde edilen kaplama tabakasının, nikel oranında artış sağlayarak bakır tozlarının oksitlenmeye karşı direncini arttırdığı belirlenmiştir. Şekil 6b, çalışmada üretilen bütün tozlarda, sıcaklığın arttırılması ile dakikada meydana gelen ağırlık artışı (mg) eğrilerini tarif etmektedir.

Eğrilerden, hangi sıcaklık değerinde dakikada kaç mg'lık ağırlık artışının gerçekleştiği anlaşılmaktadır. Bu bağlamda, E-Cu tozlarının dakikada gerçekleşen oksitlenmeden kaynaklı ağırlık artısı geniş sıcaklık aralıklarında kendini göstermektedir. Buna göre, bu tozlarda gerçekleşen ağırlık artışları 250 °C-800 °C aralığında sürekli olarak devam etmiştir. Diğer yandan, akımsız nikel kaplı tozlarda ağırlık artışı yaklaşık 550 °C sıcaklıkta pik noktasına ulaştıktan sonra ağırlık artışı giderek azalmaya başlamıştır. Daha sonra ise ağırlık artışı değerleri sabitlenme eğilimine girmiştir. Buradan anlaşılmaktadır ki, E-Cu tozları oksitlenmeye 800 C boyunca sürekli olarak devam etmekte ve dakikada meydana gelen ağırlık artışı miktarı azalsa bile 0'dan yüksek olarak ortaya çıkmıştır. Halbuki, Cu-Ni-30, E-Cu-Ni-60 ve E-Cu-Ni-90 tozlarda oksitlenme test sonuna varılmadan sonlanmakta ve oksitlenme durma noktasına gelmektedir.

Literatür incelendiğinde, bakır tozları üzerine akımsız nikel kaplama işlemi uygulanarak elde edilen bimetalik tozların oksidasyon direnci ile ilgili bir çalışmaya rastlanmamasına karşın, akımsız nikel kaplama yöntemi bütünleşik malzeme yüzeyleri üzerine uygulanmıştır [21-23]. Diğer yandan, nikel metalinin oksitlenme eğiliminin bakır metaline göre daha yüksek sıcaklıklarda başladığı ve kaplama kalınlığına göre oksitlenmeden kaynaklanan ağırlık artısı değerinin 20 kata kadar azaltıldığı bildirilmiştir [24]. Ancak, bütünlesik malzemelerin sunduğu vüzev alanı büyüklüğünün parçacık halindeki tozlarınkinden kat be kat düşük olacağı aşikardır. Bu yüzden, akımsız nikel tabakasının tozlar üzerinde elde edilmesi halinde, toz halindeki parçacıkların devasa yüzey alanı oluşturmasından dolayı ısıya maruz kalan alanın artışı, bütünleşik malzemelerde sağlanan oksidasyon direnci artışına eş değer olamayacağı, daha düşük olacağı açıktır. Yüzey alanı ile iliskili olarak gerçekleştirilen oksidasyon direnci çalışmalarında elde edilen sonuçlar bu durumu desteklemektedir [25].



Şekil. 6. Çalışmada üretilen tozların TGA analiz sonuçları; sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşen (a) % ve (b) spesifik (mg/dk) ağırlık değişimi eğrileri

4 Sonuçlar

Bu çalışmada, geri dönüşüm ile metal tozu üretim yöntemlerinden biri olan elektroliz yöntemi ile elektrolitik bakır tozlarının üretimini takiben, elde edilen elektrolitik bakır tozları üzerine farklı işlem süreleri uygulanarak akımsız nikel kaplama işlemleri uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlara dayanarak;

-Dentritik morfolojiye sahip bakır parçacıklar başarıyla üretilerek farklı kaplama sürelerinde akımsız nikel kaplama işlemleri uygulanmış ve dentritik bakır tozları üzerinde nikel kaplama tabakası elde edilmiştir.

-Elde edilen nikel kaplama tabakası nano nikel parçacıkların indirgenmesi ile elde edilmiş, artan kaplama sürelerinde yüzeylere yalnızca tutunarak birikmiş nano nikel parçacıkların varlığı tespit edilmiştir.

-Nano nikel parçacıkların topaklanarak birikinti oluşturması ile yüzey pürüzlüğünün artması sonucu kaplama süresinin artışı ile özgül yüzey alanı değerleri dentritik bakır tozlarına göre %20 artış göstermiştir.

-Akımsız nikel kaplama tabakası sayesinde nikel nano parçacıkların oksidasyon direncinin bakıra göre yüksek olması sayesinde, oksidasyon ile meydana gelen kütle artışı değerleri yaklaşık %27'den %20'ye düşürülmüştür.

-Akımsız nikel kaplama tabakası, dentritik bakır tozlarının ortalama boyutunu yaklaşık 1 μ m mertebesinde yükseltmiştir.

Çıkar çatışması

Yazar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %5

Kaynaklar

- [1] P. Angelo, R. Subramanian and B. Ravisankar, Powder metallurgy: science, technology and applications, PHI Learning Pvt. Ltd., New Delhi, 2022.
- [2] F. Chang, M. Xiao, R. Miao, Y. Liu, M. Ren, Z. Jia, D. Han, Y. Yuan, Z. Bai and L. Yang, Copper-based catalysts for electrochemical carbon dioxide reduction to multicarbon products, Electrochemical Energy Reviews, 5 (3), 1-35, 2022. https://doi.org/10.1007/s41918-022-00139-5.
- [3] J. Choi, M.J. Kim, S.H. Ahn, I. Choi, J.H. Jang, Y.S. Ham, J.J. Kim and S.-K. Kim, Electrochemical CO₂ reduction to CO on dendritic Ag–Cu electrocatalysts prepared by electrodeposition, Chemical Engineering Journal, 299, 37-44, 2016. https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.04.037.
- [4] S. Vorotilo, P.A. Loginov, A.Y. Churyumov, A.S. Prosviryakov, M.Y. Bychkova, S.I. Rupasov, A.S. Orekhov, P.V. Kiryukhantsev-Korneev and E.A. Levashov, Manufacturing of conductive, wear-resistant nanoreinforced Cu-Ti alloys using partially oxidized electrolytic copper powder, Nanomaterials, 10 (7), 1261, 2020. https://doi.org/10.3390/nano10071261.
- [5] M. Winnicki, A. Baszczuk, M. Jasiorski and A. Małachowska, Corrosion resistance of copper coatings deposited by cold spraying, Journal of Thermal Spray

Technology, 26, 1935-1946, 2017. https://doi.org/10.1007/s11666-017-0646-2.

- [6] M. Pavlović, M. Gligorić, V. Ćosović, V. Bojanić, M. Tomić and M. Pavlović, Electrical Conductivity of the electrodeposited copper powder filled lignocellulosic composites, Contemporary Materials, 5 (2), 203-211, 2014. https://doi.org/10.7251/COMEN1402203P.
- [7] Y. Zhou, Y. Li, Y. Chen and M. Zhu, Life model of the electrochemical migration failure of printed circuit boards under NaCl solution, IEEE Transactions on Device and Materials Reliability, 19 (4), 622-629, 2019. https://doi.org/10.1109/TDMR.2019.2938010.
- [8] C.R. Thurber, Y.H. Ahmad, M.C. Calhoun, A. Al-Shenawa, N. D'Souza, A. Mohamed and T.D. Golden, Metal matrix composite coatings of cupronickel embedded with nanoplatelets for improved corrosion resistant properties, International Journal of Corrosion, 5250713, 2018. https://doi.org/10.1155/2018/5250713.
- [9] A.D. Pingale, S.U. Belgamwar and J.S. Rathore, Synthesis and characterization of Cu–Ni/Gr nanocomposite coatings by electro-co-deposition method: effect of current density, Bulletin of Materials Science, 43, 1-9, 2020. https://doi.org/10.1007/s12034-019-2031-x.
- [10] A.D. Pingale, A. Owhal, S.U. Belgamwar and J.S. Rathore, Electro-codeposition and properties of Cu–Ni-MWCNTs composite coatings, Transactions of the IMF, 99 (3), 126-132, 2021. https://doi.org/10.1080/00202967.2021.1861848
- [11] S.M. Uddin, T. Mahmud, C. Wolf, C. Glanz, I. Kolaric, C. Volkmer, H. Höller, U. Wienecke, S. Roth and H.-J. Fecht, Effect of size and shape of metal particles to improve hardness and electrical properties of carbon nanotube reinforced copper and copper alloy composites, Composites Science and Technology, 70 (16), 2253-2257, 2010. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.07.012.
- [12] C. Vincent, J.-F. Silvain, J.-M. Heintz and N. Chandra, Effect of porosity on the thermal conductivity of copper processed by powder metallurgy, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 73 (3), 499-504, 2012. https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2011.11.033.
- [13] T. Varol, O. Güler, S.B. Akçay and O. Çuvalcı, Enhancement of electrical and thermal conductivity of low-cost novel Cu–Ag alloys prepared by hot-pressing and electroless plating from recycled electrolytic copper powders, Materials Chemistry and Physics, 281, 125892, 2022. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125892.
- [14] T. Varol, O. Güler, S.B. Akçay and H.C. Aksa, The effect of silver coated copper particle content on the properties of novel Cu-Ag alloys prepared by hot pressing method, Powder Technology, 384, 236-246, 2021. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.02.020.
- [15] H.S. Tekce, D. Kumlutas and I.H. Tavman, Effect of particle shape on thermal conductivity of copper reinforced polymer composites, Journal of Reinforced
Plastics and Composites, 26 (1), 113-121, 2007. https://doi.org/10.1177/0731684407072522.

- [16] A.K. Yadav, S. Banerjee, R. Kumar, K.K. Kar, J. Ramkumar, K. Dasgupta, Mechanical analysis of nickel particle-coated carbon fiber-reinforced epoxy composites for advanced structural applications, ACS Applied Nano Materials, 1 (8), 4332-4339, 2018. https://doi.org/10.1021/acsanm.8b01193.
- [17] M. Pavlović, L.J. Pavlovic, V.M. Maksimović, N.D. Nikolić, K.I. Popov, Characterization and morphology of copper powder particles as a function of different electrolytic regimes, International Journal of Electrochemical Science 5 (12), 1862-1878, 2010.
- [18] Q. Bao, Y. Yang, X. Wen, L. Guo, Z. Guo, The preparation of spherical metal powders using the hightemperature remelting spheroidization technology, Materials & Design, 199, 109382, 2021. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109382.
- [19] Y.-J. Yim, K.Y. Rhee, S.-J. Park, Influence of electroless nickel-plating on fracture toughness of pitch-based carbon fibre reinforced composites, Composites Part B: Engineering, 76, 286-291, 2015. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.01.052.
- [20] O. Güler, T. Varol, Ü. Alver, A. Çanakçı, The effect of flake-like morphology on the coating properties of silver coated copper particles fabricated by electroless plating, Journal of Alloys and Compounds, 782, 679-

688,

https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.12.229.

- [21] S. Yae, K. Ito, T. Hamada, N. Fukumuro, H. Matsuda, Electroless deposition of pure nickel films from a simple solution consisting of nickel acetate and hydrazine, Plating & Surface Finishing, 92 (4), 58-61, 2005.
- [22] Z. Liu, W. Gao, The effect of substrate on the electroless nickel plating of Mg and Mg alloys, Surface and Coatings Technology, 200 (11), 3553-3560, 2006. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.12.001.
- [23] S. Haag, M. Burgard, B. Ernst, Pure nickel coating on a mesoporous alumina membrane: preparation by electroless plating and characterization, Surface and Coatings Technology, 201 (6), 2166-2173, 2006. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.03.023.
- [24] U. Aniekwe, T. Utigard, High-temperature oxidation of nickel-plated copper vs pure copper, Canadian Metallurgical Quarterly, 38 (4), 277-281, 1999. https://doi.org/10.1016/S0008-4433(99)00021-X.
- [25] D. Serafin, W.J. Nowak, B. Wierzba, The effect of surface preparation on high temperature oxidation of Ni, Cu and Ni-Cu alloy, Applied Surface Science, 476, 442-451, 2019. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.01.122.



2019.



NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 1021-1029 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



Al-Cu-Si üçlü alaşımının mikroyapısının ve mikrosertliğinin katılaşma hızına ve sıcaklık gradyentine bağlı olarak değişimi

The variation of microstructure and microhardness of Al-Cu-Si ternary alloy depending on solidification rate and temperature gradient

Erkan Üstün^{1,*} 🝺, Mehmet İzzettin Yılmazer² D, Emin Çadırlı³ D

¹ Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Bölümü, 51240, Niğde, Türkiye
² Erciyes Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Matematik ve Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, 38280, Kayseri, Türkiye
³ Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 51240, Niğde, Türkiye

Öz

Al-13.6Cu-6Si (%ağ.) üçlü alaşımı sabit bir katılaştırma hızında (V=17.4 µm/s), farklı sıcaklık gradyentlerinde (1.6-6.12 K/mm) ve sabit bir sıcaklık gradyentinde (G=4.64 K/mm) farklı katılastırma hızlarında (8.3-166.0 µm/s) Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırını içerisinde tek yönlü olarak doğrusal bir şekilde katılaştırılmıştır. Katılaştırma işlemi tamamlanan alaşım numuneleri metalografik işlemlere tabi tutularak mikroyapıları açığa çıkartılmıştır. Mikroyapı parametreleri (λ_1 ve λ_2) üzerine katılaştırma parametrelerinin (V ve G) etkisi incelenmiştir. Ayrıca mikrosertliğin katılaşma hızına, sıcaklık gradyentine ve mikroyapı parametrelerine bağımlılığı araştırılmıştır. Bunun yanı sıra elde edilen sonuçlar literatürde yer alan benzer deneysel sonuçlarla kıyaslanmıştır.

Anahtar kelimeler: Üçlü alaşımlar, Doğrusal katılaştırma, Mikroyapı, Mikrosertlik

1 Giriş

İnsanoğlu, tarih boyunca daha iyi ve daha yaşanabilir bir gelecek için bilimi merkeze almıştır ve bu bilimin öncülüğünde birçok yeni teknoloji geliştirilmiştir. Uzay, uçak, otomotiv ve yapay zekâ gibi alanlarda çalışmalar yapılmıştır. Günümüz teknolojisi, hızla gelişmekte ve bu gelişimin devam edebilmesi için malzeme bilimi büyük bir öneme sahiptir. Alüminyum, bakır, gümüş ve silisyum gibi malzemeler, günümüz teknolojisinin temelini oluşturmaktadır. Ancak, daha üstün özelliklere sahip malzemelerin geliştirilmesi için uzun yıllardır araştırmalar yapılmaktadır. Bu araştırmalar sayesinde yeni malzemelerin geliştirilmesi ve mevcut malzemelerin özelliklerinin iyileştirilmesi mümkün hale gelmiştir.

Alüminyum ve alüminyum tabanlı alaşımlar, birçok temel özelliğinin yanı sıra kolay şekillenmesi, mukavemeti, korozyon direnci, elektrik ve ısı iletkenliği gibi özellikleri sebebiyle önemli birçok kullanım alanına sahiptir. Malzemelerin mikroyapısını kontrol ederek, malzemenin üretim ve işlenme aşamasında ortaya çıkabilecek mikroyapısal hataları minimum düzeye getirmek, yeni malzemelerin en iyi performansını göstermesi için çok

Abstract

The Al-13.6Cu-6Si (wt.%) ternary alloy was solidified upward unidirectional directionally in a Bridgman-type directional solidification furnace at a constant solidification rate (V=17.4 µm/s), different temperature gradients (1.6-6.12 K/mm), and different solidification rates (8.3-166.0 µm/s) at a constant temperature gradient (G=4.64 K/mm). After completion of the solidification process, the alloy samples were subjected to metallographic treatments to reveal their microstructures. The effect of solidification parameters (V and G) on microstructure parameters (λ_1 and λ_2) was examined. In addition, the dependence of microhardness on solidification rate, temperature gradient, and microstructure parameters was investigated. The results were also compared with similar experimental results reported in the literature.

Keywords: Ternary alloys, Directional solidification, Microstructure, Microhardness

önemli bir faktördür. Bu nedenle, en güvenilir işlem "Doğrusal Katılaştırma" olarak kabul edilir. Doğrusal katılaştırma yönteminde, alaşım bileşimi (Co), katılaşma hızı (V) ve sıcaklık gradyenti (G) gibi katılaştırma parametreleri, mikroyapıyı ve mekanik özellikleri doğrudan etkiler [1-3]. Al-Cu-Si üçlü alaşımları ticari açıdan çok önemli bir alaşım olmasına rağmen katılaşma parametrelerinin bu alaşımın mikroyapısını ve mikrosertliğini ne ölçüde etkilediği hakkındaki bilgiler literatürde çok sınırlıdır. Bu yüzden bu çalışmada Al-13.6Cu-6Si (%ağ.) üçlü alaşımı tercih edilmiştir.

Bu çalışmada, Bridgman tipi doğrusal katılaştırma yöntemi kullanılarak G ve V parametreleri birbirlerini etkilemeden kontrol edilerek, alaşım numunelerinin doğrusal bir şekilde katılaştırılması sağlanmıştır. Bu yöntemle alaşım numuneleri önce sabit bir V değeri için farklı G değerlerinde sonra sabit bir G değeri için farklı V değerlerinde katılaştırılmıştır. Katılaştırma parametreleri olan V ve G değerlerinin malzemelerin mikroyapı parametreleri (λ_1, λ_2) ve mekanik özelliklerden mikrosertlik (HV) üzerine etkileri ve ayrıca mikrosertliğin, mikroyapı parametrelerine bağımlılığı araştırılmıştır. Bunun yanı sıra yapılan

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: erkanustun_07@hotmail.com (E. Üstün) Geliş / Recieved: 11.04.2023 Kabul / Accepted: 24.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngmuh.1280809

çalışmalardan elde edilen veriler daha önce yapılan benzer çalışmalarla kıyaslanmıştır.

2 Deneysel süreç

2.1 Numunelerin hazırlanması

Özellikleri incelenmek istenen üçlü Al-13.6Cu-6Si (%ağ.) alaşımı, yüksek saflıktaki (%99.99) Al, Si ve Cu metallerinin ağırlık oranları belirlendikten sonra ilk olarak vakum eritme fırınında eritilmiş ve homojen hale getirilmiştir. Daha sonra eriyik alaşım döküm fırını içinde bulunan grafit potaların içerisine dökülerek numune kalıpları hazırlanmıştır. Bu süreç içinde döküm boşluğunun oluşmaması için azami özen gösterilmiştir. Bu çalışmada Bridgman-tipi doğrusal katılaştırma deney sistemi (Şekil 1) kullanılarak üretilen numunelerin tek yönlü doğrusal katılaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Alaşım numunelerinin üretilmesiyle ilgili birçok teknik bilgi kaynaklar [2]'de ayrıntılarıyla açıklanmıştır.

2.2 G ve V parametrelerinin belirlenmesi

Numunenin doğrusal katılaştırma sürecine başlamadan önce farklı G ve V değerleri elde edebilmek için ilk olarak numune içerisine 5 mm aralıklarla çapı 0.5 mm olan K-tipi üç adet termal çift sabitlenmiştir. Daha sonra sürücü sistem içinde numunenin pozisyonu ve Bridgman tipi firinin sıcaklığı istenilen değere ayarlanmıştır. Son olarak Bridgman tipi firinin kararlı denge durumuna gelmesi beklenerek farklı hızlardaki motorlar yardımıyla katılaştırma süreçlerine başlanmıştır. Bu süreçlerde termal çiftler yardımıyla numunelerin sıvı fazın sıcaklık gradyentleri (G= $\Delta T/\Delta X$) ve katı–sıvı arayüzeyinin katılaştırma hızları (V= $\Delta X/\Delta t$) tespit edilmiştir. Burada; ΔT , termal çiftler arasındaki sıcaklık farkını, ΔX , termal çiftler arası mesafeyi ve Δt ise katı–sıvı arayüzeyinin iki termal çift arasındaki mesafeyi alması için gereken süreyi ifade etmektedir.

2.3 λ_1 ve λ_2 dendrit kol mesafelerinin hesaplanması

Dendrit kol mesafelerini ölçmek için numunenin boyuna kesitinde Şekil 2'de gösterildiği gibi doğrusal kesişim metodu [3] kullanılmıştır. Bu metot kullanılarak birincil dendrit kol mesafesinin (λ_1) yanı sıra ikincil dendrit kol mesafesi de (λ_2) ölçülmüştür. Adobe Photoshop CS3 programı yardımıyla Olympus BX–51 tipi optik mikroskobundan her bir numune için ayrı ayrı çekilen fotoğraflar üzerinden ölçüm güvenirliliğini artırmak için ortalama 25–30 adet λ_1 ve λ_2 değeri ölçüldü ve yapılan tüm ölçümlerin aritmetik ortalamaları hesaplanarak λ_1 ve λ_2 değeri belirlenmiştir.

2.4 Mikrosertlik ölçümü (HV)

Bu çalışmada katılaştırma parametreleri olarak adlandırılan V ve G'nin mikrosertlik (*HV*) üzerine de etkisi ve dolayısıyla mikrosertliğin mikroyapı parametrelerine bağımlılığı da araştırılmıştır. Numunelerin mikrosertlik değerleri, Future-Tech FM-700 Model mikrosertlik test ölçüm cihazına sırasıyla yerleştirilen numuneler üzerine 25



Şekil 1. Bridgman-tipi doğrusal katılaştırma deney sistemi



Şekil 2. Dendritik kol mesafe ölçümlerinin şematik gösterimi: (a) boyuna ve enine kesitlerin gösterimi, (b) boyuna kesitte λ_1 ve λ_2 ölçümler

gr'lık yüklerin 10 s boyunca uygulanması ve devamında numune üzerinde ortaya çıkan izlerin Vickers sertlik ölçme yöntemiyle [4] hesaplanmasıyla belirlenmiştir. Bu hesaplamalar hem sabit G farklı V değerlerinde hem de sabit V farklı G değerlerinde üretilen numunelerin enine ve boyuna kesitinden yapılmıştır. Sonuçların istatistiksel güvenirliliğini ve tekrarlanabilirliğini artırmak için her numuneden en az 15–20 ölçüm yapılarak istatistiksel hesaplamalar gerçekleştirilmiştir.

3 Bulgular ve tartışma

3.1 Fazların ve bileşimlerin karakterizasyonu

Al-13.6Cu-6Si alaşımının faz ve bileşim analizini yapmak için numunenin seçilmiş alanları için EDX analizi yapılmış ve SEM görüntüleri çekilmiştir. Elde edilen SEM/EDX veri ve görüntülerinden beyaz faz (ara faz), gri faz (Al zengin ana faz) ve siyah faz (α -Al fazı) olmak üzere üç farklı fazın oluştuğu tespit edilmiş ve her bir fazın kimyasal bileşim analizleri yapılmıştır.

Şekil 3'de Al-13.6Cu-6Si alaşımına ait EDX analiz sonuçlarına göre; beyaz faz olarak belirtilen ara fazın ağırlıkça 66.67Cu-33.33Si, gri faz olarak belirtilen Alzengin ana fazın 70.05Al-21.38Cu-8.57Si ve siyah faz olarak belirtilen α -Al fazın 93.56Al-4.75Cu-1.69Si bileşimine sahip olduğu tespit edilmiştir.

3.2 λ_1 'in G ve V'ye bağlılığı

Farklı katılaştırma parametrelerinde (sabit G=4.64 K/mm, farklı V=8.3-83 μ m/s ve sabit V=17.4 μ m/s farklı G=1.60-4.64 K/mm) tek yönlü doğrusal katılaştırma firininda üretilen numulerin her birinden optik mikroskop yardımıyla çok sayıda fotoğraf çekilmiştir. Ayrıca fazların ortaya çıkarılabilmesi için de SEM mikroskobu kullanılmıştır. Şekil 4 ve Şekil 5'de farklı katılaştırma şartlarına sahip Al-13.6Cu-6Si alaşımına ait optik mikroskopla çekilen mikroyapı fotoğraflarından bazıları verilmiştir. Bu fotoğraflardan da görüleceği üzere hem sabit

G artan V'de hem de sabit V artan G'de mikroyapıların ince dendritik morfolojiye dönüştüğü gözlenmiştir.

Tablo 1'de Al-13.6Cu-6Si dendritik alaşımımıza ait farklı katılaştırma parametrelerinden üretilmiş olan numunelerden ölçülen birincil (λ_1) - ikincil dendrit (λ_2) kollar arası mesafeler ve mikrosertlik (HV) ölçüm sonuçları verilmiştir. Bu ölçüm sonuçlarından da anlaşılacağı üzere artan V değerlerine bağlı olarak (sabit G'de) λ_1 değeri 448.06 µm'den 224.0 µm'ye (\cong 2 kat), λ_2 değeri 44.76 µm'den 17.95 µm'ye (≌ 2.5 kat) azalırken, HVb değeri 66.55 kg/mm²'den 76.27 kg/mm²'e (≌ 1.1 kat) ve HV_e değeri 68.73 kg/mm²'den 78.65 kg/mm²'e (≌ 1.1 kat) artış göstermiştir. Yine ayrıca artan G değerlerine bağlı olarak (sabit V'de) λ_1 değeri 590.00 µm'den 317.00 µm'ye (\cong 1.9 kat), λ_2 değeri 61.60 µm'den 35.00 µm'ye (\cong 1.8 kat) azalırken, HV_b değeri 60.14 kg/mm²'den 70.12 kg/mm²'e (≌ 1,7 kat) ve HVe değeri 63.53 kg/mm²'den 72.00 kg/mm²'e (≤ 1,1 kat) artış göstermiştir.

Al-13.6Cu-6Si dendritik alaşımı için ölçülen ve Tablo 1'de verilen bu değerlere bağlı olarak çizilen grafikler üzerinde yapılan lineer regresyon analiz yöntemiyle belirlenen parametrelere bağlı bağıntılar Tablo 2'de verilmiş, ilgili grafikler üzerinde gösterilmiştir.

Tablo 1 ve Şekil 7 (a) ve (b)'de görüldüğü gibi λ_1 ve λ_2 değerleri artan V değerlerine bağlı olarak giderek azalmaktadır. Lineer regresyon analiz sonuçları Tablo 2'den de anlaşıldığı gibi sabit sıcaklık gradyentinde katılaştırma hızı arttıkça λ_1 -0.21 ve λ_2 -0.31 üstel değeriyle azalmaktadır.

Tablo 1 ve Şekil 7 (a) ve (b)'de görüldüğü gibi λ_1 ve λ_2 değerleri artan G değerlerine bağlı olarak giderek azalmaktadır. Tablo 2'de verilen ölçüm sonuçlarına göre regresyon analizi yapıldığında ise sabit katılaştırma hızında sıcaklık gradyenti arttıkça λ_1 -0.50 ve λ_2 -0.42 üstel değeriyle azalmaktadır.

Tablo 2'de Al-13.6Cu-6Si dendritik alaşımı için katılaştırma hızına ve sıcaklık gradyentine bağlı olarak elde edilen üstel değerler, literatürdeki benzer alaşım

sistemlerinin deney sonuçlarının verildiği Tablo 3'deki üstel değerlerle oldukça iyi uyuşmaktadır. Çalışılan alaşımın mikroyapısı Şekil 4 ve Şekil 5'de görüldüğü gibi dendritik formdadır. Dendritik yapılarda teorik olarak λ_1 , G'nin 0.5 ve V'nin 0.25 kuvveti ile değişim gösterirken, λ_2 V'nin 0.50 ve 0.66 kuvveti ile değişmektedir. Bu çalışmada sıcaklık gradyentine bağlı olarak elde edilen λ_1 ve λ_2 üstel değerleri teorik modellerle oldukça uyum içerisinde iken katılaşma hızına bağlı olarak elde edilen üstel değerler biraz küçük çıkmıştır. Sayısal ve teorik modeller genellikle ikili seyreltik alaşımlara, sıcaklık gradyentlerine ve sınırlı katılaşma



Şekil 3. Al-Cu-Si dendritik alaşımının kimyasal bileşim analizi

Tablo 1. Al-Cu-Si alaşımı için elde edilen dendrit kol mesafeleri ve mikrosertlik değerleri

Katılaştırma Parametreleri		Dendrit Kollar Aras	sı Mesafeler	Mikrosertlik Değer	·leri	
G (K/mm)	V (µm/s)	λ_{1} (μm)	$\lambda_2 (\mu m)$	$HV_b(kg/mm^2)$	HV _e (kg/mm ²)	
	8.3	448.06 ± 20.00	44.76 ± 1.29	66.55 ± 1.20	68.73 ± 1.30	
	17.4	338.00 ± 16.00	38.73 ± 1.27	68.33 ± 1.10	70.95 ± 1.40	
4.64	41.5	310.66 ± 9.00	31.41 ± 1.65	72.69 ± 1.00	72.99 ± 0.80	
	83.0	282.60 ± 11.00	22.50 ± 0.69	74.15 ± 0.75	76.31 ± 0.90	
	166.0	224.00 ± 10.00	17.95 ± 0.50	76.27 ± 1.40	78.65 ± 1.40	
1.60		590.00 ± 15.0	61.60 ± 2.65	60.14 ± 0.55	63.53 ± 1.10	
2.64		515.00 ± 11.0	47.60 ± 2.84	64.40 ± 1.10	65.65 ± 1.10	
3.55	17.4	429.84 ± 10.0	40.54 ± 2.12	66.64 ± 0.90	69.26 ± 1.40	
4.64		338.00 ± 9.4	38.73 ± 2.12	68.33 ± 1.10	70.95 ± 1.40	
6.12		317.00 ± 8.5	35.00 ± 2.00	70.12 ± 1.20	72.00 ± 0.57	



Şekil 4. Doğrusal katılaştırılmış Al-13.6Cu-6Si alaşımı için sabit katılaştırma hızında (17.4 μ m/s) farklı sıcaklık gradyentlerinde oluşan mikroyapıların bazı optik mikroskop fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit (G=1.60 K/mm) (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit (G=3.55 K/mm) (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit (G=4.64 K/mm)

Bağıntılar	Sabitler (k)	Korelasyon Katsayıları (r)
$\lambda_1 = k_1 G^{-0.50}$	$k_1 = 24.66 \ (\mu m^{0.50} K^{0.50})$	r ₁ =-0.976
$\lambda_1 = k_2 V^{-0.21}$	$k_2 = 662.22 \ (\mu m^{1.21} s^{-0.21})$	$r_2 = -0.972$
$\lambda_2 = k_3 G^{-0.42}$	k ₃ =4.00 (μm ^{0.58} K ^{0.42})	$r_3 = -0.986$
$\lambda_2 = k_4 V^{-0.31}$	$k_4=91.83 \ (\mu m^{1.31} s^{-0.31})$	$r_4 = -0.987$
$HV_{b} = k_{5} \lambda_{1}^{-0.23}$	k ₅ =55.34 (kg mm ^{-1.77})	r ₅ =-0.972
$HV_{b} = k_{6}\lambda_{2}^{-0.19}$	$k_6=36.14 (kg mm^{-1.81})$	$r_6 = -0.961$
$HV_e = k_7 G^{0.11}$	k ₇ =57.28 (kg K ^{-0.11} mm ^{-1.89})	$r_7 = 0.994$
$HV_{b} = k_{8}G^{0.10}$	k ₈ =60.40 (kg K ^{-0.10} mm ^{-1.90})	$r_8 = 0.996$
$HV_{e} = k_{9}V^{0.05}$	k ₉ =83.18 (kg mm ^{-2.05} sn ^{0.05})	$r_9 = 0.990$
$HV_{b} = k_{10}V^{0.05}$	k_{10} =84.92 (kg mm ^{-2.05} sn ^{0.05})	$r_{10} = 0.995$



Şekil 5. Doğrusal katılaştırılmış Al-13.6Cu-6Si alaşımı için sabit sıcaklık gradyenti (4.64 K/mm) ve farklı katılaştırma hızlarında oluşan mikroyapıların bazı optik mikroskop fotoğrafları (a) Boyuna kesit (b) Enine kesit (V=8.3 μ m/s) (c) Boyuna kesit (d) Enine kesit (V=41.5 μ m/s) (e) Boyuna kesit (f) Enine kesit (V=83 μ m/s)



Şekil 6. Doğrusal katılaştırılmış Al-13.6Cu-6Si alaşımı için (a) V'ye göre λ_1 (b) V'ye göre λ_2



Şekil 7. Doğrusal katılaştırılmış Al-13.6Cu-6Si alaşımı için (a) G'ye göre λ_1 (b) G'ye göre λ_2

Tablo 3. Farklı alaşımlarda kontrollü katılaştırma üzerineyapılan çalışmalardan elde edilen bağıntılar

Alaşım (%ağ.)	λ=kV ⁻ⁿ	Referans
Al-3Si	$\lambda_1 = 866.96 V^{-0.28}$	
	$\lambda_1 = 49.09 G^{-0.47}$	[5]
	$\lambda_2 = 124.17 V^{-0.47}$	
	$\lambda_2 = 140.9 G^{-0.58}$	
Al-7Ni	$\lambda_1 = 851.1 V^{-0.26}$	[6]
	$\lambda_2 = 124.2 V^{-0.48}$	
	$\lambda_1 = 567.5 V^{-0.23}$	
	$\lambda_1 = 31.6G^{-0.43}$	[7]
Al-15Cu	$\lambda_2 = 82.2 V^{-0.39}$	
	$\lambda_2 = 3.0 G^{-0.48}$	
Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu	$\lambda_1 = 743 V^{-0.26}$	[8]
0	$\lambda_2 = 100 V^{-0.41}$	
Al-1.94Mn-0.5Si	$\lambda_1 = kV^{-0.22}$	[9]

hızlarına bağlı olması nedeniyle deneysel ve teorik değerler arasındaki tutarsızlıklar bileşimler, numune boyutları ve sıcaklık gradyentlerinden kaynaklanıyor olabilir.



Tablo 1 ve Şekil 8 (a) ve (b)'de verilen grafikler incelendiğinde hem sıcaklık gradyenti hem de katılaştırma arttığında mikrosertlik değerlerinin hizi arttığı görülmektedir. Tablo 1'de verilen regresyon bağıntılarına göre sabit G değerinde V değerindeki artışa bağlı olarak HV_b 0.05 ve HVe 0.05 üstel değeriyle, sabit V değerinde G değerindeki artışa bağlı olarak HV_b 0.10 ve HV_e 0.11 üstel değeriyle artış göstermektedir. Bu üstel değerlerden de görüleceği üzere, G'ye bağlı mikrosertlik üstel değerlerindeki değişim, V'ye bağlı mikrosertlik üstel değerlerindeki değişime kıyaslandığında yaklaşık olarak iki katlık daha fazla bir artış olduğu görülmektedir.

Tablo 1 ve Şekil 9 (a) ve (b)'de verilen grafikler incelendiğinde, mikrosertlik değerlerinin artan λ_1 ve λ_2 değerlerine bağlı olarak azaldığı görülmektedir. Tablo 2'de verilen ölçüm sonuçlarına göre HV değerinin λ_1 ve λ_2 'ye bağlılığı regresyon analiziyle incelendiğinde λ_1 'in -0.23 ve λ_2 'nin -0.19 üstel değerleriyle giderek azalma eğilimi gösterdiği görülmüştür.



Şekil 8. Doğrusal katılaştırılmış Al-13.6Cu-6Si alaşımı için (a) V'ye göre HV (b) G'ye göre HV



Şekil 9. Doğrusal katılaştırılmış Al-13.6Cu-6Si alaşımı için (a) λ_1 'ye göre HV (b) λ_2 'ye göre HV

Tablo 4. Farklı alaşımlarda mikrosertlik üzerine yapılan çalışmalardan elde edilen bağıntılar

Alaşım (%ağ.)	Mikrosertlik	Referans
Al-7Ni	HV=66.1V ^{0.11}	[6]
	HV=309.0λ1-0.35	
	$HV = 114.8\lambda_2^{-0.24}$	
Al-15Cu	HV=121.9\lambda1-0.25	[7]
	HV=67.9λ2-0.17	
	$HV = 111\lambda_2^{-0.11}$	[8]
Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu	HV=92V ^{0.04}	
Al-1.94Mn-0.5Si	$HV = kV^{0.05}$	[9]

Tablo 2'de Al-13.6Cu-6Si dendritik alaşımı için verilen katılaştırma hızı, sıcaklık gradyenti ve dendrit kol mesafeleriyle mikrosertlik arasındaki bağımlılığı gösteren üstel değerler ile literatürdeki benzer alaşım sistemlerinin deney sonuçlarının verildiği Tablo 4'deki üstel değerlerin oldukça uyumlu oldukları görülmektedir.

4 Sonuçlar

Yapılan bu deneysel çalışmada, katılaşma hızının ve sıcaklık gradyentinin tek yönlü doğrusal katılaştırılan üçlü Al-13.6Cu-6Si alaşımının mikroyapısı ve mikrosertliği üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Bu araştırmaya göre;

- Hem sabit sıcaklık gradyentinde (G=4.64 K/mm) artan katılaşma hızında (8.3-166.0 μm/s) hem de sabit katılaşma hızında (17.4 μm/s) artan sıcaklık gradyentinde (1.6-6.12 K/mm) katılaşan alaşımların dendritik mikroyapılarının inceldiği gösterilmiştir.
- 2. Dendritik kol mesafe değerleri (λ_1 ve λ_2), V arttıkça azaldığı gibi G arttıkça da azalmıştır. Bu parametreler arasında elde edilen üstel değereler ($\lambda_1 = k_1 G^{-0.50}$, $\lambda_1 = k_2 V^{-0.21}$, $\lambda_2 = k_3 G^{-0.42}$ ve $\lambda_2 = k_4 V^{-0.31}$) bulunmuş ve literatürde benzer katılaştırma parametreleri için elde edilen üstel değerlerle karşılaştırılmıştır.
- Mikrosertlik değerlerinin (HV_b ve HV_e), hem V hem de G değeri arttıkça arttığı, aynı zamanda λ₁ ve λ₂ değerleri arttıkça ise azaldığı bulunmuştur. HV, λ₁,

 λ_2, V ve G arasındaki ilişki $(HV_L = k_5 \lambda_1^{-0.23}, HV_L = k_6 \lambda_2^{-0.19}, HV_T = k_7 G^{0.11}, HV_L = k_8 G^{0.10}, HV_T = k_9 V^{0.05}$ ve $HV_L = k_{10} V^{0.05}$) ifade edilmiş ve literatürde yerini almış üstel değerlerle uyumlu olduğu gösterilmiştir.

Teşekkür

Bu proje Niğde Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FEB 2011/08 kod numarası ile desteklenmiştir. Yazarlar bu mali destek için Niğde Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi'ne teşekkür eder.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %14

Kaynaklar

- L.R.Garcia, L.C.Peixoto, W.R.Osorio and A.Garcia, Globular-to-needle Zn-rich phase transition during transient solidification of a eutectic Sn-9%Zn solder alloy, Materials Letters, 63, 1314–1316, 2009. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2009.03.011.
- [2] E. Üstün and E. Çadırlı, Investigation of the microstructure and physical properties of directionally solidified ternary Al-8.8La-1.2Ni alloy, Journal of Alloys and Compounds, 855, p 157731, 2021. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157331.
- [3] D.G. McCartney and J.D. Hunt, Measurements of cell and primary dendrite arm spacings in directionally solidified aluminium alloys, Acta Metallurgica, 29, 1851–1863, 1981. https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90111-5.
- [4] H. Kaya, E. Çadırlı, U. Böyük and N. Maraşlı, Variation of microindentation hardness with solidification and microstructure parameters in the Al based alloys, Applied Surface Science, 255, 3071-3078,2008.

https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.08.080.

[5] H. Kaya, E. Çadırlı, M. Gündüz, Dendritic growth in an aluminum-silicon alloy, Journal of Materials

Engineering and Performance, 16(1), 12–21, 2007. https://doi.org/10.1007/s11665-006-9002-2.

- [6] H. Kaya, U. Böyük, Çadırlı, E. and N. Maraşlı, Influence of growth rate on microstructure, microhardness, and electrical resistivity of directionally solidified Al-7 wt% Ni hypo-eutectic alloy. Metals and Materials International, 19(1), 39-44, 2013. https://doi.org/10.1007/s12540-013-1007-4.
- [7] E. Çadırlı, Effect of solidification parameters on mechanical properties of directionally solidified Alrich Al-Cu alloys, Metals and Materials International, 19, 411–422, 2013. https://doi.org/10.1007/s12540-013-3006-x.
- [8] E. Çadırlı, E. Nergiz, H. Kaya, U. Büyük, M. Şahin and M. Gündüz, Effect of growth velocity on microstructure and mechanical properties of directionally solidified 7075 alloy, International Journal of Cast Metals Research, 33:1, 11-23, 2020 https://doi.org/10.1080/13640461.2020.1738131
- [9] H. Kaya, E. Çadırlı and U. Büyük, Microstructure, microhardness, tensile, electrical, and thermal properties of the Al-Mn-xSi ternary alloys. Kavove Materialy Metallic Materials, 58(4), 275-285, 2020. https://doi.org/10.4149/km_2020_4_275.





NÖHÜ Müh. Bilim. Derg. / NOHU J. Eng. Sci., 2023; 12(3), 1030-1036 Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences

Araștırma makalesi / Research article

www.dergipark.org.tr/tr/pub/ngumuh / www.dergipark.org.tr/en/pub/ngumuh



A case study on the technical and economical feasibility of different types of central heating systems for ÇATES lodgements

ÇATES lojmanları için merkezi ısıtma sistemlerinin farklı türlerinin teknik ve ekonomik yapılabilirliği üzerine bir durum çalışması

Suat Öztürk^{1,*} 🝺

¹ Zonguldak Bülent Ecevit University, Department of Electronic and Automation, Zonguldak Vocational School, 67100, Zonguldak, Türkiye

Abstract

In this study, the practicability of central heating systems of water source heat pump, coal and natural gas boiler-radiator are economically investigated for ÇATES lodgements in Zonguldak Çatalağzı. The effects of prices of coal, natural gas and electricity with TL/USD exchange rates over the total costs of these systems are also examined for next 15 year projections. The results indicate that natural gas boilerradiator system is more applicable and the heat pump system comes the head to head point with the coal boilerradiator system in the total costs 3.5 years approximately after their installations because of increasing prices of coal. Under the conditions that the other variables are in the trends of the last ten years, the increase in the value of dollar decreases the costs of all systems and prolongs the time of reaching to the head to head point for the systems of heat pump and coal. Moreover, ascending electricity's price significantly increases the cost of heat pump system. Coal heating system become more economic according to heat pump system by 13% decrease in coal's price every year, and annual 12% increment in the price of natural gas makes heat pump system feasible.

Keywords: Heating, Heat pump, Boiler-radiator, Economic analysis

1 Introduction

The industrial development, population growth and rise of global urbanization rate increase heating requirements and energy needs in the last years. With decreasing energy sources, emerging political crises among countries and environmental difficulties, the efficient, renewable and green friendly heating systems [1] has begun to be crucial issues for researchers and HVAC companies [2].

The conventional systems for building heating use fuels as coal, oil or natural gas in boiler [3]. The combustion systems of solid and liquid fuels disperse harmful oxides of nitrogen, carbon and sulfur to atmosphere much more according to the gas fuels [4, 5]. Moreover, they cause acid rains, air pollution and global warming with emitted all greenhouse gases. HVAC systems mostly consuming electricity generated from nuclear power are able to be utilized for heating and cooling of buildings in developed

Öz

Bu çalışmada, Zonguldak Çatalağzı ÇATES lojmanları için su kaynaklı ısı pompası, kömür ve doğal gaz kazanradyatörlü merkezi ısıtma sistemlerinin ekonomiksel olarak uygulanabilirliği araştırılmıştır. Bu sistemlerin toplam maliyetleri üzerinde TL/USD döviz kuru ile birlikte kömür, doğal gaz ve elektrik fiyarlarının etkileri gelecek 15 yıllık projeksiyonlar için ayrıca incelenmiştir. Sonuçlar, doğal gaz kazan-radyatör sisteminin daha çok yapılabilir olduğu ve 1s1 pompası sisteminin kömürün artan fiyatlarından dolayı kurulumlarından yaklaşık olarak 3.5 yıl sonra toplam maliyetlerde kömür kazan-radyatör sistemi ile basa baş noktasına geldiğini göstemektedir. Diğer değişkenlerin son on yılın eğilimde olduğu şartlar altında, doların değerindeki artış tüm sistemlerin maliyetini düşürmekte ve ısı pompası ve kömür sistemleri için başa baş noktasına ulaşma zamanını uzatmaktadır. Buna ilaveten, yükselen elektrik fiyatları ısı pompası sisteminin maliyetini önemli derecede artırmaktadır. Kömür ısıtma systemi ısı pompası sistemine göre her yıl kömür fiyatındaki %13 azalma ile daha çok ekonomik olmaktadır. Doğal gazın fiyatında yıllık % 12 artış ısı pompası sistemini daha uygulanabilir yapmaktadır.

Anahtar kelimeler: Isıtma, Isı pompası, Kazan-radyatör, Ekonomik analiz

countries as USA. The other heating systems consist of renewable energy systems counting on solar, geothermal, ground, biomass, wind, wave [6].

Heat pumps send it to the residences and take the heat from a geothermal source, ground or condensing water of a power plant [7]. Nowadays, 20 million heat pumps in different capacities are used with the intention of heating in the world. Sweden seems like a leader country which uses heat pumps for more than 50% of generated heat [8]. The biggest problem for heat pump is technical implementation difficulties and economically feasibility. It is quite an ecofriendly system with respect to other heating systems although the costs of installation and electricity needs of heat pumps prolong the amortization time [9].

Many studies on economic and technical feasibilities of several central heating systems have been carried out in literature. Bazarchi et al. [1] found solar system decrease

^{*} Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: suatozturk@beun.edu.tr (S. Öztürk) Geliş / Recieved: 08.03.2023 Kabul / Accepted: 10.05.2023 Yayımlanma / Published: 15.07.2023 doi: 10.28948/ngumuh.1262017

energy consumption and CO₂ emission of a building 81% and 63022.6 kg in city of Bandar Abbas. Busato et al. [2] presented the design, the control logic, and the energy performance of two different multisource heat pump systems. Salim et al. [3] analyzed central heating systems of heat pump, fuel oil and electric hot water boilers on resdential villa in Duhok for five years and concluded that heat pump system is more efficient and eco-friendly. Asumadu-Sarkodie and Owusu [4] pointed out biomass heating system in Northern Cyprus Campus of METU has lower costs in comparison with conventional type and reduces greenhouse gas emissions. Junpeng et al. [5] expressed that solar district heating is only option for substation of fossil fuels in China, it reduces energy import and contributes heating cost savings. Cui et al. [6] designed a hybrid heating system of a photovoltaic/thermal array with geothermal heat pump for the poultry houses in East Midlands, UK and presented that the houses require an extra gas burner heater between December and February. Yeong et al. [7] compared the energy consumption and performance efficiency of two heating systems and concluded that the seasonal performance of the devised hybrid system is better 55.3% than ground source heat pump system. Sokolova et al. [8] researched the economic benefit of a low-grade heating with geothermal heat pump for housing estate. Youn and Im [9] suggested an interconnection operation model with the present district heating system to improve the energy saving. Sangmu et al. [10] developed a ground source heat pump with new installation method of 70% lower cost and better system performance. Szodrai and Lajos [11] introduced an appropriate drill hole depth and economically heat production coefficient for a geothermal energy heat pump to run in low cost. Negro et al. [12] found the cogeneration heating system is more advantageous than a heat pump with a solar thermal and high temperature electrical heat pump systems for both heating and electric requests of school district in the town of Matera. Narula et al. [13] indicated seasonal thermal energy storage system is a better option compared with solar collector, heat pump and boiler systems for the heating of 1,000 dwellings in Swiss. Xiao et al. [14] studied large heat pump systems using hot water store for heating systems of residental areas with operation strategies in Germany. Saini et al. [15] realised techno-economic analysis of solar thermal collectors and high-temperature heat pump systems. Gong et al. [16] actualized a literature search for districh heating systems using heat pump system technologies. Assareh at al. [17] did techno-economic analysis for multiple renewable energy sources on heating, cooling and power systems. Arslan et al. [18] modelled geothermal heating system of heat pump for a district. Liu et al. [19] optimized performance of a dx-pvt heat pump systems for residental heating. Altinkaynak et al. [20] designed a ground source heat pump system of pv-t collector for a vineyard house. Stokowiech et al. [21] studied a hybrid building heating system in terms of economy and ecology.

Hereby, a techno-economically analysis of three different heating systems is actualized for 30 houses of ÇATES lodgement in Çatalağzı, Zonguldak. Additionally, the effects of prices of coal, natural gas, electricity and TL/USD exchange rates over the total costs of heating systems are investigated for next 15 year projections.

2 Zonguldak Çatalağzı thermal power plant (ÇATES)

Çatalağzı is a town connected to Kilimli district of Zonguldak. ÇATES-B thermal power plant has two units of 150 MW. The wet stream outcoming from its low pressure turbine is condensated by Black Sea's water and the sea water warmed to nearly 25 °C is drained to Black Sea with a flow rate of 18000 m³/h. The waste heat is able to be 306.000.000 kcal/h (355.814 kW) as the temperature of sea water is roughly 8 °C in March.

The central heating system used to heat 90 house of ÇATES lodgements has 3 boilers of 500.000 kcal/h delivering 90 °C hot water to radiators of houses. A water source heat pump system devised by Çalık uses the drained 25 °C sea water of ÇATES and its 500000 kcal/h capacity heat 30 houses. The designed heat pump system has 2 cycles including one between the heat pump and houses (50-40 °C) and the other of the heat pump itself presented in Figure 1. The flow rate of ammoniac as cooling fluid of the heat pump is 1894 kg/h. This system includes 1150 m isolated steel pipes between the heat pump and ÇATES houses and 60m copper pipes between the evaporator of the heat pump and river in addition to several pipes, valves of different diameters and lengths [22].



Figure 1. Heat pump sytem designed for ÇATES [22]

3 Material and methods

The graphic plots, curve fits, trend line equations and all the calculations are realized in Excel software. Present Value and Future Value Methods are utilized for the economic analysis of heating systems. Trend line equations for TL/USD exchange rates [23], prices of electricity [24], natural gas [25], and coal [26] in regard to the last ten years are y=1.377x-2.126, y=0.102x-0.055, y=0.348x-0.299, and y=345.4x-649.5, respectively. These equations are used for next 15-year projection as well.

The calculations of engineering economy require initial investment costs, operational expenditures and maintenance expenditures of systems. In this study, coal and heat pump systems are revised [22, 27] by adding natural gas heating system. The initial investment costs for heat pump, coal, and gas systems are 143696, 28484.9, and 24500.5 \$ [28]. The total cost of isolated pipes buried under the ground is 53.5% of the initial investment cost of the heat pump system. The isolated pipes have 30-year economic life. The annual operational expenditures of the heat pump, coal, and natural gas systems are 138.6 kW x (6x30x10) h = 246240 kWh, HWP2 (0.8 kW x 1800 h = 1440 kWh) and the cost of annual 255 ton of coal, and HWP2 (0.8 kW x 1800 h = 1440 kWh) with gas burner motor (0.74 kW x 1800 h = 1332 kWh) and the cost of 64909 m³ natural gas yearly. The calculations of projections are made for next 15 years because the economic life of elements of these three heating systems is around 15 years. The maintenance expenditures of the heat pump system do not include the isolated pipes of 30-year economic life. The maintenance expenditures of all the systems is thought as 5% of the initial investment costs. The maintenance expenditures of systems for the next 15-year projections are realized with Future Value Method. The annual nominal interest rate for cash flows calculations is 9%. The cash flows for coal, natural gas, and heat pump heating systems are given in Table 1, 2, and 3, respectively.

Tablo 1. The cash flow for coal system (Initial investment: 28484.9 \$)

Years	Coal Cost (\$/ton)	Coal Need (ton)	Total (\$)	Maintenance(\$)	Electricity Cost (\$/kWh)	Electricity Need(kWh)	Total (\$)	Total Operating Expenditures (\$)	PVM (\$)
2024	242.78	255	61909.1	1552.42	0.0818	1440	117.89	63579.4	58329.7
2025	243.48	255	62088.6	1692.14	0.0812	1440	116.99	63897.7	112111.3
2026	244.07	255	62239.3	1844.44	0.0807	1440	116.24	64200.0	161685.4
2027	244.57	255	62367.6	2010.43	0.0802	1440	115.59	64493.6	207374.4
2028	245.01	255	62478.1	2191.37	0.0798	1440	115.04	64784.5	249479.9
2029	245.38	255	62574.4	2388.60	0.0795	1440	114.56	65077.5	288283.6
2030	245.72	255	62658.9	2603.57	0.0792	1440	114.13	65376.6	324046.8
2031	246.01	255	62733.8	2837.89	0.0790	1440	113.76	65685.4	357012.2
2032	246.27	255	62800.5	3093.31	0.0787	1440	113.42	66007.3	387403.7
2033	246.51	255	62860.4	3371.70	0.0785	1440	113.12	66345.2	415428.7
2034	246.72	255	62914.4	3675.16	0.0783	1440	112.85	66702.4	441278.1
2035	246.91	255	62963.4	4005.92	0.0782	1440	112.61	67082.0	465128.1
2036	247.09	255	63008.1	4366.46	0.0780	1440	112.38	67486.9	487140.9
2037	247.25	255	63048.9	4759.44	0.0779	1440	112.18	67920.5	507465.9
2038	247.39	255	63086.4		0.0777	1440	111.99	63198.4	524816.3

Tablo 2. The cash flow for natural gas system (Initial investment: 24500.5 \$)

Years	N. Gas Cost (\$/m ³)	N. Gas Need (m ³)	Total (\$)	Maintenance (\$)	Electricity Cost (\$/kWh)	Electricity Need (kWh)	Total (\$)	Total Operating Expenditures (\$)	PVM (\$)
2024	0.2697	64909	17512.1	1335.28	0.0818	2772	226.95	19074.3	17499.4
2025	0.2683	64909	17417.9	1455.45	0.0812	2772	225.22	19098.6	33574.3
2026	0.2671	64909	17338.9	1586.44	0.0807	2772	223.76	19149.1	48361.0
2027	0.2660	64909	17271.6	1729.22	0.0802	2772	222.52	19223.3	61979.3
2028	0.2651	64909	17213.6	1884.85	0.0798	2772	221.46	19319.9	74536.0
2029	0.2644	64909	17163.1	2054.49	0.0795	2772	220.53	19438.2	86126.3
2030	0.2637	64909	17118.8	2239.40	0.0792	2772	219.71	19577.9	96836.2
2031	0.2631	64909	17079.5	2440.94	0.0790	2772	218.99	19739.5	106742.7
2032	0.2625	64909	17044.5	2660.63	0.0787	2772	218.34	19923.5	115916.1
2033	0.2621	64909	17013.1	2900.09	0.0785	2772	217.77	20131.0	124419.7
2034	0.2616	64909	16984.8	3161.09	0.0783	2772	217.24	20363.1	132311.0
2035	0.2612	64909	16959.1	3445.59	0.0782	2772	216.77	20621.4	139642.7
2036	0.2609	64909	16935.7	3755.70	0.0780	2772	216.34	20907.7	146462.4
2037	0.2605	64909	16914.2	4093.71	0.0779	2772	215.95	21223.9	152813.6
2038	0.2602	64909	16894.6		0.0777	2772	215.58	17110.2	157511.0

Years	Electricity Cost (\$/kwh)	Electricity Need (kWh)	Total (\$)	Maintenance (\$)	Total Operating Expenditures (\$)	PVM(\$)
2024	0.0818	246240	20160.7	3640.81	23801.6	21836.3
2025	0.0812	246240	20006.8	3968.48	23975.3	42015.8
2026	0.0807	246240	19877.5	4325.64	24203.2	60705.2
2027	0.0802	246240	19767.5	4714.95	24482.5	78049.2
2028	0.0798	246240	19672.7	5139.30	24812.0	94175.3
2029	0.0795	246240	19590.1	5601.84	25192.0	109196.5
2030	0.0792	246240	19517.6	6106.00	25623.6	123213.5
2031	0.0790	246240	19453.4	6655.54	26109.0	136316.8
2032	0.0787	246240	19396.2	7254.54	26650.7	148587.5
2033	0.0785	246240	19344.8	7907.45	27252.3	160099.2
2034	0.0783	246240	19298.5	8619.12	27917.6	170918.2
2035	0.0782	246240	19256.5	9394.84	28651.3	181104.8
2036	0.0780	246240	19218.2	10240.38	29458.6	190713.5
2037	0.0779	246240	19183.2	11162.02	30345.2	199794.2
2038	0.0777	246240	19151.0		19151.0	205051.9

ablo 3 . The cash flows for heat pump system (Initial investment: 143696-76892=66803 \$)

Labio is the comparation of nearing systems and of your projection	Tablo 4	I. The com	paration	of heating	systems	under	15-year	projecti
---	---------	------------	----------	------------	---------	-------	---------	----------

Years	Natural Gas System]	Heat Pump System			Coal System		
	PV (\$)	Initial Investment (\$)	Total (\$)	PV (\$)	Initial Investment (\$)	Total (\$)	PV (\$)	Initial Investment (\$)	Total (\$)	
2023	0	24500.5	24500.5	0	143696.7	143696.7	0	28484.9	28484.9	
2024	17499.4	24500.5	42000.0	21836.3	143696.7	165533.0	58329.7	28484.9	86814.6	
2025	33574.3	24500.5	58074.9	42015.8	143696.7	185712.6	112111.3	28484.9	140596.2	
2026	48361.0	24500.5	72861.6	60705.2	143696.7	204401.9	161685.4	28484.9	190170.4	
2027	61979.3	24500.5	86479.9	78049.2	143696.7	221745.9	207374.4	28484.9	235859.3	
2028	74536.0	24500.5	99036.6	94175.3	143696.7	237872.1	249479.9	28484.9	277964.8	
2029	86126.4	24500.5	110627.0	109196.5	143696.7	252893.2	288283.6	28484.9	316768.5	
2030	96836.2	24500.5	121336.8	123213.6	143696.7	266910.3	324046.8	28484.9	352531.7	
2031	106742.8	24500.5	131243.4	136316.8	143696.7	280013.5	357012.2	28484.9	385497.1	
2032	115916.2	24500.5	140416.7	148587.6	143696.7	292284.3	387403.7	28484.9	415888.7	
2033	124419.7	24500.5	148920.3	160099.2	143696.7	303795.9	415428.7	28484.9	443913.6	
2034	132311.1	24500.5	156811.7	170918.3	143696.7	314615.0	441278.1	28484.9	469763.0	
2035	139642.8	24500.5	164143.3	181104.8	143696.7	324801.5	465128.1	28484.9	493613.0	
2036	146462.4	24500.5	170963.0	190713.6	143696.7	334410.3	487140.9	28484.9	515625.8	
2037	152813.6	24500.5	177314.2	199794.3	143696.7	343491.0	507465.9	28484.9	535950.8	
2038	157511.0	24500.5	182011.6	205052.0	143696.7	348748.7	524816.3	28484.9	553301.2	

4 Results and discussion

The projected total costs of all the heating systems for next 15-year are compared in Table 4 and presented in Figure 2. It is seen that natural gas heating system ought to be clearly preferred with the total cost of 182011.6 \$ and the costs of coal and heat pump systems roughly overlap at the end of 3.5 years.

The total cost of heat pump heating system is 348748.7 \$ at the end of 15 years. However, some can see this system more valuable without taking into consideration its cost difference with natural gas system due to environmental concerns because it does not need carbon fuel as an eco-friend renewable system and there is no fuel's cost.

The parameters for the sensibility analysis are nominal interest rates, prices of coal, electric, natural gas, and TL/USD exchange rates. The altering interest rates do not make important differences over the total costs of heating systems [27].

The effect of TL/USD exchange rates on the total costs of all the systems is shown in Figure 3. If US Dollar's value increases against TL in the next fifteen years, the costs of heating systems decrease and the costs of coal and heat pump systems get closer. But, it prolongs the head to head point. Natural gas system is still economically applicable. Moreover, heat pump system might be though after annual 7% increment because it does not require carbon based fuels and green friendly much more.



Figure 2. The costs of central heating systems for next 15 years

The variation in the price of electricity affects the total cost of the heat pump system more because it needs much more electricity according to the other systems. The increment causes the costs of coal and natural gas systems to ascend slightly. Natural gas boiler-radiator heating system seems to indisputably be applicable. If the price of electricity increases more than yearly 14% as shown in Figure 4, the total cost of heat pump system becomes same as coal system. The increase in electricity price also extends the time to reach to head to head point for both systems.



Figure 3. The effects of changes in TL/USD exchange rates on the costs of heating systems

The total costs of the heating systems with ascending price of coal are given in Figure 5. If price of coal decreases in at a certain rate, it just affects and lowers the total cost of coal boiler-radiator heating system. If the environmental concerns are neglect, after its price decrease more than 10%, the heat pump system isn't feasible with additional costs of the maintenance of the isolated pipes after 30 years.



Figure 4. Total costs for heating systems with variation of the electricity's price



Figure 5. The total costs of heating systems with variation of coal's price

The variation in price of natural gas is presented in Figure 6. It does not affect the cost of coal and heat pump systems. If the price increases more than annual 12%, heat pump heating system is applicable in regard to natural gas system. In consideration of climate concerns, even ones can think to install the water source heat pump heating system feasible with nearly annual 5% cost increment of natural gas.



Figure 6. The total costs of heating systems with variation of natural gas's price

5 Conclusion

Environmental constraints, decrease in carbon based fuels, global crisis, and increment in population and urbanization rate impels the search of new energy sources and the installation of renewable heating systems. However, conventional heating systems are still to be opted due to high installation costs of modern and hybrid heating systems for dwellings.

This paper aims to present a technical and economic analysis for three different heating systems of water source heat pump, coal and natural gas boiler-radiator for 30 houses of ÇATES lodging. Moreover, the effects of prices of coal, natural gas, electricity and TL/USD exchange rates over the total costs of heating systems are examined for the projections of next 15 years.

According to the results, natural gas boiler-radiator system seems to be more feasible under all the conditions. The total cost of heat pump system roughly overlaps with that of the coal boiler-radiator system in 3.5 years due to high coal's price. Increment in the value of US dollar reduces the total costs of all the systems and enlarges the time of the head to head point for heat pump and coal boiler-radiator heating systems. Besides, rise in price of electricity enhances the total cost of heat pump system. Annual 13% decrease in price of coal makes coal boiler-radiator heating system preferable compared to heat pump system, and heat pump heating system becomes applicable with yearly 12% increment in natural gas's price.

Conflict of interest

The author declares that there is no conflict of interest.

Similarity rate (iThenticate): 8%

References

- [1] S. Bazarchi, G. R. N. Bidhendi, I. Ghazi and A. A. Kasaeian, Techno-economic feasibility study for reducing the energy consumption in a building: A solar energy case study for Bandar Abbas. Journal of Thermal Engineering, 6, 4, 633-650, 2020.
- [2] F. Busato, R. Lazzarin and M. Noro, The control of renewable energies to improve the performance of multisource heat pump systems: A two-case study. Appl. Sci., 11, 6653, 17, 2021. https://doi.org/10.339 0/app11146653.
- [3] B. M. Salim, I. F. Abdulqadir, and F. M. Younis, Economic feasibility study of modern and conventional central heating systems for villa located in Duhok City, Iraq. Engineering and Technology Journal, 35, 725-736, 7, 2017.
- [4] S. Asumadu-Sarkodie and P. A. Owusu, Feasibility of biomass heating system in Middle East Technical University, Northern Cyprus Campus. Cogent Engineering, 3, 15, 1134304, 2016. http://dx.doi.org/ 10.1080/23311916.2015.1134304.
- [5] J. Huang, J. Fan, and S. Furbo, Feasibility study on solar district heating in China. ISES Solar World Congress, Daegu, Korea, 2015.
- [6] Y. Cui, E. Theo, T. Gurler, Y. Su and R. Saffa, Feasibility of hybrid renewable heating system application in Poultry House: A case study of East Midlands, UK. International Journal of Low-Carbon Technologies, 16, 73–88, 2021. http://dx.doi:10.1093/ijlct/ctaa037.
- [7] Y. D. Jeong, M. G. Yu and Y. N. Narula, Feasibility study of a heating, cooling and domestic hot water system combining a photovoltaic-thermal system and a ground source heat pump. Energies, 10, 1243, 29, 2017. http://doi:10.3390/en10081243.
- [8] E. A. Sokolova, V. Linhartova and V. V. Sergeev, Economic feasibility of geothermal heat pumps for housing estate heating. St. Petersburg State Polytechnical University Journal. Economics, 228, 5, 43-53, 2015.
- [9] Y. N. Youn and Y. H. Im, Technical feasibility assessment for a novel fifth-generation district heating model of interconnected operation with a large-scale building. Sustainability, 14, 12857, 30, 2022. https:// doi.org/10.3390/su141912857.
- [10] B. Sangmu, K. Jaemin and N. Yujin, Feasibility study of high-efficiency ground heat exchanger using double u-tube through a real-scale experiment. KIEAE Journal, 17, 4, 33-39, 2017. http://dx.doi.org/10.12813/ kieae.2017.17.4.033.
- [11] F. Szodrai and F. Z. Lajos, Operational feasibility assessment of geothermal heat harnessing systems. International Journal of Engineering and Management Sciences, 6, 4, 46-53, 2021. https://doi.org/ 10.21791 /ijems.2021.4.5.
- [12] E. Negro, N. Cardinale and G. Rospi, Technical feasibility of heating systems for two school districts in the town of Matera. International Journal of Heat and Technology, 35, 4, 1051-1060, 2017. https://doi.org/ 10.18280/ijht.350442.

- [13] K. Narula, F. D. O. Filho, J. Chambers, E. Romano, P. Hollmuller and M. K. Patel, Assessment of technoeconomic feasibility of centralised seasonal thermal energy storage for decarbonising the Swiss residential heating sector. Renewable Energy, 161, 1209-1225, 2020. https://doi.org/10.1016/j.renene.2020.06.099.
- [14] S. Xiao, D. Nefodov, M. Richter, M. Wordemann, and T. Urbaneck, Large heat pumps with hot water store in local heating systems – Investigation of operation strategies. Journal of Energy Storage, 63, 106924, 2023. https://doi.org/10.1016/j.est.2023.106924.
- [15] P. Saini, M. Ghasemi, C. Arpagaus, F. Bless, S. Bertsch, and X. Zhang, Techno-economic comparative analysis of solar thermal collectors and high-temperature heat pumps for industrial steam generation. Energy Conversion and Management, 277, 116623, 2023. https://doi.org/10.1016/j.enconman.2022.116623.
- [16] Y. Gonga, G. Maa, Y. Jianga, and L. Wanga, Research progress on the fifth-generation district heating system based on heat pump technology. Journal of Building Engineering, 71, 106533, 2023. https:// doi.org/10.101 6/j.jobe.2023.106533.
- [17] E. Assareh, A. Dejdar, A. Ershadi, M. Jafarian, M. Mansouri, A. S. Roshani, E. Azish, E. Saedpanah, and M. Lee, Techno-economic analysis of combined cooling, heating, and power (CCHP) system integrated with multiple renewable energy sources and energy storage units. Energy & Buildings, 278, 112618, 2023. https:// doi.org/10.1016/j.enbuild.2022.112618.
- [18] O. Arslan, A. E. Arslan and T. E. Boukelia, Modelling and optimization of domestic thermal energy storage based heat pump system for geothermal district heating. Energy & Buildings, 282, 112792, 2023. https:// doi.org/10.1016/j.enbuild.2023.112792.

- [19] W. Liu, J. Yao, T. Jia, Y. Zhao, Y. Dai, J. Zhu, and V. Novakovic, The performance optimization of DX-PVT heat pump system for residential heating. Renewable Energy, 206, 1106–1119, 2023. https:// doi.org/10.10 16/j.renene.2023.02.089.
- [20] M. Altınkaynak, R. Demirekin, and A. K. Yakut, Energy and exergy analysis of a PV-T collector welded heat pump system. NOHU J. Eng. Sci., 10, 2, 753-762, 2021. https://doi:10.28948/ngumuh.693384.
- [21] K. Stokowiec, S. Wcislik and D. Kotrys-Działak, Innovative Modernization of building heating systems: The economy and ecology of a hybrid district-heating substation. Inventions, 8, 43, 2023. https://doi.org/10 .3390/inventions8010043.
- [22] K. Çalık, Utilizing thermal power plant's condensate cooling water's waste heat fot heating of buildings. Ms.S. Thesis, Zonguldak Karaelmas University Graduate School of Natural and Applied Sciences, Mechanical Engineering Department, Zonguldak, 2003.
- [23] Investing, TL USD exchange rates. http://tr.investing.com, Accessed 12 February 2023.
- [24] Energy Market Regulatory Authority, Price of electricity. http://www.epdk.gov.tr, Accessed 12 February 2023.
- [25] Enerya, Price of natural gas. http://portal.enerya.com.tr, Accessed 12 February 2023.
- [26] Veri Kaynağı, Price of coal. http://www.verikay nagi.com, Accessed 12 February 2023.
- [27] S. Öztürk, M. Eyriboyun and K. Çalık, ÇATES lojmanları için su kaynaklı isı pompası sisteminin ekonomik analizi. TTMD, 34-37, 2009.
- [28] The Ministiry of public works and settlement of the republic of Turkey. Unit Prises, 2023.

