



e-ISSN: 2149-3367

e-ISSN: 2149-3367

CİLT / VOLUME: XXIII

SAYI / NUMBER: 5

EKİM / OCTOBER 2023

## FEN BİLİMLERİ DERGİSİ

Afyon Kocatepe Üniversitesi  
Ahmet Necdet Sezer Kampüsü  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
AFYONKARAHİSAR  
Tel: 444 03 03 / 1460-1470  
Belgegeçer: 0 272 218 14 62  
E-posta: fmbd@aku.edu.tr

# Afyon Kocatepe Üniversitesi FEN ve MÜHENDİSLİK BİLİMLERİ DERGİSİ

Afyon Kocatepe University  
Journal of Science and  
Engineering



<http://fmbd.aku.edu.tr>

<http://fmbd.aku.edu.tr>

**AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ  
FEN VE MÜHENDİSLİK  
BİLİMLERİ  
DERGİSİ**

*Afyon Kocatepe University  
Journal of Science and Engineering*

Cilt / Volume 23  
Sayı / Number 5

e – ISSN: 2149-3367

EKİM 2023

OCTOBER 2023





## **Derginin Amacı ve İÇeriĐi**

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi (AKÜ FEMÜBİD), fen ve mühendislik bilimleri alanlarındaki güncel gelişmeleri takip etmek, meslek kuruluşları ve bireylerin ulusal ve uluslararası gelişmelerine katkıda bulunmak ve bu alanlarda nitelikli bir kaynak oluşturmak amacıyla yayımlanmaktadır.

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, özgün bilimsel arařtırmalar ile uygulama çalışmalarına yer veren bir dergidir. Dergide, fen ve mühendislik bilimlerinde yapılmıř deneysel ve teorik ilerlemeleri içeren bilimsel ve özgün arařtırma makalesi türündeki çalışmalara yer verilir.

Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi; Afyon Kocatepe Üniversitesi tarafından 1999'dan bu yana yılda 2 sayı (Haziran ve Aralık) Türkçe veya İngilizce olarak hazırlanan çalışmaları yayınlanan, bilimsel ve hakemli bir dergidir.

Dergimizde makale değerlendirme sürecinin daha şeffaflaştırılması ve hızlandırılması için Şubat 2013 itibarıyla online makale değerlendirme ve takip sistemi uygulamaya alınmıştır.

Ocak 2015 itibaren dergimiz; yayınlanma süreci ile yazarlara ve gerekse yapılan çalışmalara pratik ulaşma imkânları nedeniyle okuyuculara birçok avantajlar sağlayan; elektronik dergi (e-ISSN: 2149-3367) olarak yılda 3 sayı (Nisan, Ağustos ve Aralık) Türkçe ve İngilizce makaleleri kabul edecek ve çift taraflı kör hakemlik esasına göre en az iki hakemli olarak değerlendirilmektedir. Makale göndermek isteyen yazarlarımız, dergi sayfamızdan (<https://fenbildergi.aku.edu.tr/> yada <https://dergipark.org.tr/tr/pub/akufemubid>) kayıt yaptırarak, özgün bilimsel makalelerini çevrimiçi olarak gönderebilir ve süreci takip edebilirler. Özellikle lisansüstü tezlerden hazırlanan yayınlar veya bu tezlerin bir alt çalışması olarak yapılan özgün bilimsel çalışmalar teşvik edilmektedir.

Ocak 2020 yılından itibaren dergimiz; yılda 6 sayı (Şubat, Nisan, Haziran, Ağustos, Ekim ve Aralık) olmak üzere özgün arařtırma makalelerini kabul etmektedir.

Dergimizde yayımlanan makaleler izin alınmaksızın başka bir yerde yayımlanamaz veya bildiri olarak sunulamaz. Makalelerin bir kısmı veya tamamı dergimiz kaynak gösterilmeden kullanılamaz.

Dergimize hem hakem hem de yazar olarak katkılarınızı beklemekteyiz. Dergimize olan desteĐiniz için şimdiden teşekkür eder, çalışmalarınızda başarılar dilerim.

**AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN VE MÜHENDİSLİK BİLİMLERİ DERGİSİ**  
*Afyon Kocatepe University*  
*Journal of Science and Engineering*

**İMTİYAZ SAHİBİ/OWNER**

---

Bekir YALÇIN, Mechanical Engineering Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: bekiryalcin@aku.edu.tr*

**EDİTÖR / EDITOR-IN-CHIEF**

---

Tamer BAYBURA, Survey Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: tbaybura@aku.edu.tr*

**YARDIMCI EDİTÖR/ ASSOCIATE EDITOR**

---

Hakan ÖZTÜRK, Mathematics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: hozturk@aku.edu.tr*

**ALAN EDİTÖRLERİ / EDITORIAL BOARD**

---

Afife Binnaz HAZAR, Metallurgy and Materials Engineering, Yıldız Teknik University,  
(Turkey)  
*e-mail: afife.hazar@gmail.com*

Ahmet ÇETKİN, Mechanical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: acetkin@aku.edu.tr*

Ahmet SERTESER, Molecular Biology and Genetics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: aserteser@aku.edu.tr*

Ahmet YILDIZ, Geological Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: ayildiz@aku.edu.tr*

Atilla EVCİN, Material Science and Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: evcin@aku.edu.tr*

Ahmet YÖNETKEN, Mechatronic Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: yonetken@aku.edu.tr*

Bojan Zlender, Civil Engineering, University of Maribor, (Slovenia)  
*e-mail: bojan.zlender@um.si*

Cevat İNAL, Survey Engineering, Konya Teknik University, (Turkey)  
*e-mail: cinal@ktun.edu.tr*

Engin TAŞ, Statistics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: engintas@aku.edu.tr*

Ersin KIVRAK, Department of Science Education, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: ekivrak@aku.edu.tr*

Ertuğrul ERGÜN, Internet and Information Technologies Management, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: ertugrulergun@gmail.com, ertue@aku.edu.tr.*

Fatih Onur HOCAOĞLU, Electrical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: fohocaoglu@gmail.com*

Hüseyin Ali YALIM, Physics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: hayalim@aku.edu.tr*

Hüseyin BAYRAKÇEKEN, Automotive Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: bceken@aku.edu.tr*

İbrahim Hakkı CİĞERCİ, Molecular Biology and Genetics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: cigerci@aku.edu.tr*

İsmail DEMİR, Civil Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: idemir@aku.edu.tr*

İsmail Sedat BÜYÜKSAĞIŞ, Mining Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: sbsagis@aku.edu.tr*

İsmail ZORLUER, Civil Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: izarluer@aku.edu.tr*

Levent ÖZCAN, Biomedical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: leventozcan@aku.edu.tr*

Mehmet ÇAKMAKKAYA, Automotive Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: cakmakkaya@aku.edu.tr*

Mehmet KAHRAMAN, Computer, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: kahraman@aku.edu.tr*

Mehmet ÖZKAN, Physics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: mozkan@aku.edu.tr*

Meltem DİLEK, Chemical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: mdilek@aku.edu.tr*

Muhammed YÜRÜSOY, Mechanical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: yurusoy@aku.edu.tr*

Mustafa Kemal YILDIZ, Mathematics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: myildiz@aku.edu.tr*

Mustafa Serhat BAŞPINAR, Metallurgy and Materials Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)

*e-mail: sbaspinar@aku.edu.tr*

Mustafa YILMAZ, Survey Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: mustafayilmaz@aku.edu.tr*

Mustaque Hossain, Civil Engineering, Kansas State University, (USA)  
*e-mail: mustak@k-state.edu*

Ömer HAZMAN, Chemistry, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: ohazman@aku.edu.tr*

Ramazan ŞEVİK, Food Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: ramazansevik03@yahoo.com*

Regita Bendikiene, Department of Production Technologies, Kaunas University of Technology,  
(Lithuania)  
*e-mail: regita.bendikiene@ktu.lt*

Yüksel OĞUZ, Electrical Electronics Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)  
*e-mail: yukseloguz@aku.edu.tr*

**ADRES/ADDRESS:**

Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,  
Ahmet Necdet Sezer Kampusu, 03200, AFYONKARAHİSAR  
Telefon: 444 03 03 / 1460-1470  
Belgegeçer: 0 272 218 14 62  
e-posta: fmbd@aku.edu.tr

## İÇİNDEKİLER / CONTENTS

### FEN BİLİMLERİ / SCIENCE

#### BİYOLOJİ / BIOLOGY (10)

<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Cortinarius hinnuleus (Basidiomycota): Türkiye Mikotası İçin Yeni Bir Kayıt Cortinarius hinnuleus (Basidiomycota): A New Record for the Turkish Mycota Ertuğrul SESLİ	<b>051001 (1081-1084)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Domateste Tuz Stresi İle Mücadelede Potansiyel Bir Organik Madde Olan Kitosanın Rolü The Role of Chitosan, a Potential Organic Substance, in Combating Salt Stress in Tomato Hüseyin BULUT, Halil İbrahim ÖZTÜRK	<b>051002 (1085-1093)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Topraktan İzole Edilen Bacillus sp. Suşlarının Lipid Üretim Kapasitelerinin Taranması ve Farklı Boyama Teknikleri ile Lipid Boyama Screening of Lipid Production Capacities of Bacillus Sp. Strains Isolated from Soil and Lipid Staining with Different Staining Techniques Elif DEMİRKAN, İrem YILDIRIM	<b>051003 (1094-1102)</b>

#### KİMYA / CHEMISTRY (12)

<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Su Örneklerinde 4-Nonylfenolün Tayini için Dispersif Sıvı-Sıvı Mikroekstraksiyon-Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometrik Bir Yöntem A Dispersive Liquid-Liquid Micro Extraction-Gas Chromatography-Mass Spectrometric Method for The Determination of 4-Nonylphenol in Water Samples Sabahattin DENİZ	<b>051201 (1103-1111)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> L-Sistein Tayini için Çiçek Benzeri DOPANFs Modifiye Kalem Grafit Elektroda Dayalı Basit Bir Elektrokimyasal Sensör A Simple Electrochemical Sensor Based on Flower-like DOPANFs Modified Pencil Graphite Electrode for L-Cysteine Determination Mükerrem FINDIK	<b>051202 (1112-1121)</b>

## MÜHENDİSLİK BİLİMLERİ / ENGINEERING

### BİLGİSAYAR & BİLİŞİM / COMPUTER & INFORMATICS (51)

<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Kaotik Yılan Optimize Edici Chaotic Snake Optimizer Gülner YILDIZDAN	<b>055101 (1122-1141)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> KNN Algoritması Uzaklık Metrik Yöntemlerinin Buğday Tohumları Veri Seti Üzerinde Sınıflandırma Başarısının Tespit Edilmesi Determination of the Classification Success of KNN Algorithm Distance Metric Methods on Wheat Seeds Dataset Ahmet ÇELİK	<b>055102 (1142-1149)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Otokodlayıcı Tabanlı Boyut Azaltma ve Akıllı Saat Tabanlı Giyilebilir Hareket Algılayıcıları Kullanarak Yaşlılarda Düşme Tespiti Elderly Fall Detection Using Autoencoder Based Dimensionality Reduction and Smartwatch Based Wearable Motion Detectors Ensar Arif SAĞBAŞ, Serkan BALLI	<b>055103 (1150-1159)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Meme Ultrason Görüntülerinde Kanser Hücre Segmentasyonu için Yeni Bir FCN Modeli A New FCN Model for Cancer Cell Segmentation in Breast Ultrasound Images Cüneyt ÖZDEMİR	<b>055104 (1160-1170)</b>

### ELEKTRİK & ELEKTRONİK / ELECTRICAL & ELECTRONICS (52)

<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Anlık Güneş Işınımı ve Meteorolojik Parametrelere Bağlı Olarak Fotovoltaik Panel Güç Üretiminin Değerlendirilmesi Evaluation of Photovoltaic Panel Power Generation Based on Instant Solar Radiation and Meteorological Parameters Erşan Ömer YÜZER, Altuğ BOZKURT	<b>055201 (1171-1179)</b>
--	---------------------------

<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Mask R-CNN ile Mikroskopik İdrar Görüntüsü İçeriklerinin Tespiti</p> <p>Detection of Microscopic Urine Image Contents with Mask R-CNN</p> <p>Yunus Emre YÖRÜK, Hamdi Melih SARAĞLU, Ömer Faruk ÖZER</p>	<p><b>055202 (1180-1189)</b></p>
<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Meme Mikrodalgası Hipertermi Aplikatörü İçin Geliştirilen Doku Taklidi Jel Karakterizasyonu</p> <p>Tissue Mimicking Gel Characterization Developed for a Breast Microwave Hyperthermia Applicator</p> <p>Ömer IŞIK, Erdal KORKMAZ</p>	<p><b>055203 (1190-1196)</b></p>
<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Ekstra Alıcı Anten Olmadan Mikrodalga Enerji Toplama</p> <p>Microwave Energy Harvesting With No Extra Receiving Antenna</p> <p>Ahmet YAŞLI, Sadık ÜLKER</p>	<p><b>055204 (1197-1205)</b></p>

*HARİTA, MİMARLIK & ŞEHİR VE BÖLGE PLANLAMA / MAP, ARCHITECTURE & CITY AND REGIONAL PLANNING (55)*

<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Derinkuyu Yeraltı Şehrinin Sabit Saçılı İnterferometri Tekniği İle İncelenmesi</p> <p>Investigation of Derinkuyu Underground City by Persistent Scatterer Interferometry Technique</p> <p>Osman OKTAR</p>	<p><b>055501 (1206-1213)</b></p>
--	----------------------------------

*İNŞAAT & ULAŞTIRMA / CIVIL ENGINEERING & TRANSPORTATION (56)*

<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Çimento Hamurlarının Mekanik Özelliklerine CO<sub>2</sub> Kürünün Etkisi</p> <p>Effect of CO<sub>2</sub> Curing on Mechanical Properties of Cement Pastes</p> <p>Mehmet Uğur TOPRAK, Merve YÜKSEL, Ahmet ÖZCAN</p>	<p><b>055601 (1214-1221)</b></p>
---	----------------------------------



<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> 06 Şubat 2023 Kahramanmaraş Depremlerinde (Mw 7.7-Mw 7.6) Meydana Gelen Gerçek Can Kayıpları Ve Yapısal Hasar Değerlerinin Tahmin Edilen Değerler İle Karşılaştırılması Comparison of Actual Loss of Life and Structural Damage in 06 February 2023 Kahramanmaraş Earthquakes (Mw 7.7-Mw 7.6) with Estimated Values Ömer Faruk NEMUTLU, Ali SARI, Bilal BALUN	<b>055602 (1222-1234)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Silindirik Depolama Tanklarında Oluşan Çalkantı Etkisinin Akışkan Türüne Bağlı Değişimi Variation of Sloshing Effect in Cylindrical Storage Tanks Depending on Fluid Type Begüm DAĞLI, Muhammet Ensar YİĞİT, Yalçın BOSTANCI	<b>055603 (1235-1245)</b>

*KİMYA & METALURJİ VE MALZEME / CHEMISTRY & METALLURGY AND MATERIALS (57)*

<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Grafen Oksit/Altın/Polianilin Nanokompozitlerinin Eş Zamanlı Çöktürme/Polimerizasyon Yöntemleriyle Sentezi ve Fototermal Performansı Synthesis and Photothermal Performance of Graphene Oxide/Gold/Polyaniline Nanocomposites via Simultaneous Precipitation/Polymerization Methods Furkan SOYSAL, Zafer ÇIPLAK	<b>055701 (1246-1255)</b>
<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Bir Yük Depolama Elektrodu Olarak Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Sentezi İçin Eriyik Tuz Yaklaşımı Molten Salt Approach for Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Synthesis as a Charge Storage Electrode Ümran KURTAN	<b>055702 (1256-1266)</b>

*MADEN & JEOLJİ / MINES, & GEOLOGICAL (58)*

<b>Araştırma Makalesi / Research Article</b> Beyaz Mermerlerin Frezelemesinde Radyal Genişlik ve Eksenel Derinlik Parametrelerinin Yüzey Kalitesine Etkisinin Araştırılması Investigation of the effect of radial width and axial depth parameters on surface quality in milling of white marbles Oğuzhan ÖZ, Erkan ÖZKAN, Nazmiye TUĞRAL	<b>055801 (1267-1280)</b>
--	---------------------------

<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Hacılar Ocağı Kireçtaşı Mermerin Jeolojisi, Petrografik ve Jeokimyasal Özellikleri (Batı Toroslar, Burdur)</p> <p>Geology, Petrographic and Geochemical Signatures of Hacılar Quarry Limestone (Western Taurides, Burdur)</p> <p>Didem KIRAY, Oya CENGİZ, Yeliz EĞİN KARACA</p>	<p><b>055802 (1281-1292)</b></p>
<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Sivaslı (Uşak) Yöresi Mermerlerinin Mühendislik Özelliklerinin Araştırılması</p> <p>Investigation of Engineering Characteristics of Marble In Sivaslı (Uşak) Region</p> <p>Metin BAĞCI, Haluk ÇELİK, Ayşe Nur ALPEREN</p>	<p><b>055803 (1293-1306)</b></p>

*MAKİNE , İMALAT & OTOMOTİV / MACHINERY, MANUFACTURING & AUTOMOTIVE (59)*

<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Al6061 Matrisli Hibrit Kompozitlerin Mekanik Özelliklerine SiC Al2O3 ve Yumurta Kabuğu Tozu Takviyesinin Etkilerinin İncelenmesi</p> <p>Investigation of the Effects of SiC Al2O3 ve Eggshell Powder Reinforcement on the Hardness and Tensile Strength of Al6061 Matrix Hybrid Composites</p> <p>Serkan ATEŞ, Akif TOK</p>	<p><b>055901 (1307-1317)</b></p>
<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Nikel Partiküller ile Takviye Edilmiş Magnezyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu</p> <p>Processing and Characterization of Magnesium Matrix Composites Reinforced by Nickel Particles</p> <p>Fevzi KELEN</p>	<p><b>055902 (1318-1327)</b></p>

*MÜHENDİSLİK DİĞER / OTHER ENGINEERING (72)*

<p><b>Araştırma Makalesi / Research Article</b></p> <p>Jenerik Katı Bir Füze Kanat Geometrisinin Doğal Frekans Değerlerinin Çok Amaçlı Geometrik Optimizasyonu</p> <p>Multi-Objective Geometric Optimization of a Generic Solid Missile Wing Based on Modal Analysis</p> <p>Ceyhun TOLA, Ukte AKSEN</p>	<p><b>057201 (1328-1338)</b></p>
---	----------------------------------

## *Cortinarius hinnuleus* (Basidiomycota): Türkiye Mikotası İçin Yeni Bir Kayıt

Ertuğrul SESLİ

Trabzon Üniversitesi, Fatih Eğitim Fakültesi, Biyoloji Eğitimi Anabilim Dalı, Söğütü, Trabzon, Türkiye

e-posta: ertugrulsesli@trabzon.edu.tr ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-3779-9704>

Geliş Tarihi: 02.02.2023

Kabul Tarihi: 14.09.2023

### Öz

*Cortinarius hinnuleus* türüne ait frükatifasyonlar 2022 Yılı'nın Ekim ayında Trabzon İli Maçka İlçesi Mataracı Mahallesi'nde saptandı. Öncelikli olarak fotoğrafları çekildi, şapka ve sapa ait önemli morfolojik özellikler not edildi, birkaç tanesi standart yöntemle toplanarak laboratuvara getirildi ve nihayet kurutulmuş olarak fungaryuma yerleştirildi. Mikroskopik incelemeler için kuru materyal kullanıldı, bazidiyosporları görüntülemek için şapkadan bir parça kesildi, %5'lik amonyak çözeltisi içerisinde birkaç dakika tutuldu ve lamel üzerinde pens yardımı ile sıkıldı. Diğer hücresel yapıları inceleme sırasında ince kesitler alındı, araştırma mikroskobu ile görüntüleme sağlandı ve mikroskopik fotoğraflar çekildi. Çalışmalar sonucunda türün Türkiye için yeni kayıt olduğu sonucuna varıldı. Kanıtlayıcı materyal Trabzon Üniversitesi'nde saklanmaktadır.

### Anahtar kelimeler

Bazidiyomikota;  
*Cortinarius*; Mikoloji;  
Sistematik, Trabzon

## *Cortinarius hinnuleus* (Basidiomycota): A New Record for the Turkish Mycota

### Abstract

Fruiting bodies belonging to the *Cortinarius hinnuleus* species were detected in the Mataracı Neighbourhood of the Maçka District of Trabzon Province in October 2022. Firstly, their photographs were taken, important morphological features of the pileus and stem were noted, a few of them were collected by standard method and brought to the laboratory, and finally dried and placed in the fungarium. The dry material was used for microscopic examinations. To view the basidiospores, a piece of the pileus was cut, kept in 5% ammonia solution for a few minutes, and tightened on the coverslip with forceps. During the examination of other cellular structures, thin sections were taken, imaging was provided with a research microscope, and microscopic photographs were taken. As a result of the studies, it was concluded that the species is a new record for Turkey. The evidentiary material is stored at Trabzon University.

### Keywords

Basidiomycota;  
*Cortinarius*; Mycology;  
Systematics; Trabzon

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

*Cortinarius hinnuleus* Fr. (Fam. Cortinariaceae, Cins *Cortinarius*, alt cins *Telamonia*, seksiyon *Hinnulei*) sarımsı veya turuncumsu kahverengi frükatifasyonlar ile diğer öbeklerden ayrılır. Bu seksiyonda şapka genellikle siyahımsı benekli ve kuruyunca renk değiştirir. Dış zar beyazımsı, sarımsı veya turuncumsu, bazidiyosporlar oval veya eliptik ve genellikle fazlaca dikenlidir. Üyeleri keskin bir koku yayar ve genellikle yaprak döken ağaçlarla mikorizal yaşar (Knudsen ve Vesterholt 2008). Günümüzde *Cortinarius* dünyada yaklaşık 5817,

Türkiye'de ise yaklaşık 145 kayıtla temsil edilmektedir (Kirk vd. 2008; Sesli 2020, Sesli vd. 2020, Şengül Demirak vd. 2020, Kaygusuz 2022). Elbette bu kayıtlar gerçek tür sayısını ifade etmez fakat cinsin ne denli büyük olduğunu ortaya koyar. Bazı yazarlara göre bu cins tüm şapkalı mantarların en çok tür içeren öbeğidir (Kirk vd. 2008). *Cortinarius talimultiformis* Kytöv., Liimat., Niskanen, A.F.S.Taylor & Sesli, *Cortinarius conicoumbonatus* E. Sesli, Liimat. & K. Demirel, *Cortinarius squamosus* E. Sesli ve *Cortinarius gueneri* E. Sesli türlerinin tip örnekleri Türkiye'dendir. Bu zamana değin

gerçekleştirilen çalışma sonuçlarına göre (Sesli vd. 2020) *Cortinarius* cinsi Doğu Karadeniz yöresinde oldukça zengin bir yayılış göstermektedir. Bunun nedeni ise yörenin hem iğne ve hem de geniş yapraklı ağaçlar yönünden zengin olması ve bu cinsin zorunlu olarak ağaçlarla mikorizal yaşamasıdır. Mevcut çalışmanın amacı *Cortinarius hinnuleus* türünü Türkiye'den ilk kez toplanan örneklerle göre betimlemek, akraba türlerle karşılaştırıp yeni kayıt olarak araştırmacıların ilgisine sunmaktır.

## 2. Materyal ve Metot

Bu çalışmanın materyalini 2022 Yılı'nın Ekim ayında Trabzon İli Maçka İlçesi Mataracı Mahallesi'nden toplanan *Cortinarius hinnuleus* türüne ait fruktifikasyonlar oluşturmaktadır. Arazide saptanan fruktifikasyonların ilk olarak fotoğrafları çekildi, mikorizal ilişkileri ile şapka ve sapa ait ölçüleri ve renkleri gibi belli başlı morfolojik özellikleri not edildi ve birkaç tanesi toplanarak laboratuvara götürüldü. Geriye kalan tat, koku ve diğer bazı morfolojik özellikleri belirlendikten sonra spor izleri alındı, materyalin kalan kısmı kurutularak kalıcı fungaryum numunesi haline getirildi ve etiketlenerek ilgili dolaba yerleştirildi. Bazidiyosporlar yaklaşık bir santimetre kare olarak kesilen şapka parçasının %5'lik amonyak çözeltisi içerisinde 3-5 dakika bekletilmesinden sonra pens yardımı ile birkaç defa sıkılıp bırakılması sonucu elde edildi. Bazidiyumlar, kenar hücreleri ve şapkanın yüzey hücrelerinin incelenmesi için stereo mikroskop altında ince kesitler alındı. Daha sonra mikroskopik yapılar Zeiss Axio Imager A2 araştırma mikroskobu ile görüntülendi, sisteme ait kamera ve bilgisayar yardımı ile gerekli ölçümleri yapıldı ve fotoğrafları çekildi. Yeni kaydın Türkçe ismi Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi'nin Türkçe isimler veri tabanı uzmanlarına danışılarak verildi. Kurutulmuş örnekler Trabzon Üniversitesi'ndeki bir kişisel fungaryumda muhafaza edilmektedir.

## 3. Bulgular

### 3.1. Cortiariaceae / Örumcekmantarıgiller

#### 3.1.1. *Cortinarius hinnuleus* Fr., Epicr. Syst. Mycol.: 296 (1838) / Tepeli Örumcekmantarı [Şekil 1]

Bu türe ait fruktifikasyonların şapkası yarım küre, çan veya koni biçiminde, 35–65 mm, belirgin ve büyükçe tepe çıkıntılı, soluk kırmızımsı veya turuncumsu kahverengi, yüzeyi hafif çizgili ve higroskopiktir. Kenarında beyazımsı misel kalıntıları bulunur. Lameller soluk sarımsı veya kırmızımsı kahverengi ve seyrek. Eti ince, soluk sarımsı veya grimsi kahverengi, sap tabanında daha koyu, kokusu zayıf veya keskindir. Sap silindirik, beyazımsı lifli veya sarımsı soluk kahverengi ve yaklaşık 50–115 × 5–13 mm'dir. Sap üzerinde beyazımsı dış zarın yüzüksü kalıntıları bulunur. Bazidiyumlar çomak biçiminde, 4 sporlu, kancalı ve yaklaşık 25–35 × 7–10 µm'dir. Bazidiyosporlar yuvarlağimsi, oval, aşırı dikenli ve 7–9 × 5–8 µm'dir. Kenar hücreleri çomak veya kese biçiminde ve 10–35 × 5–10 µm'dir. Şapka derisi düzenli veya düzensiz, şeffaf veya kahverengimsi, kancalı ve yaklaşık 3–10 µm genişliğinde hücrelerden oluşmuştur.

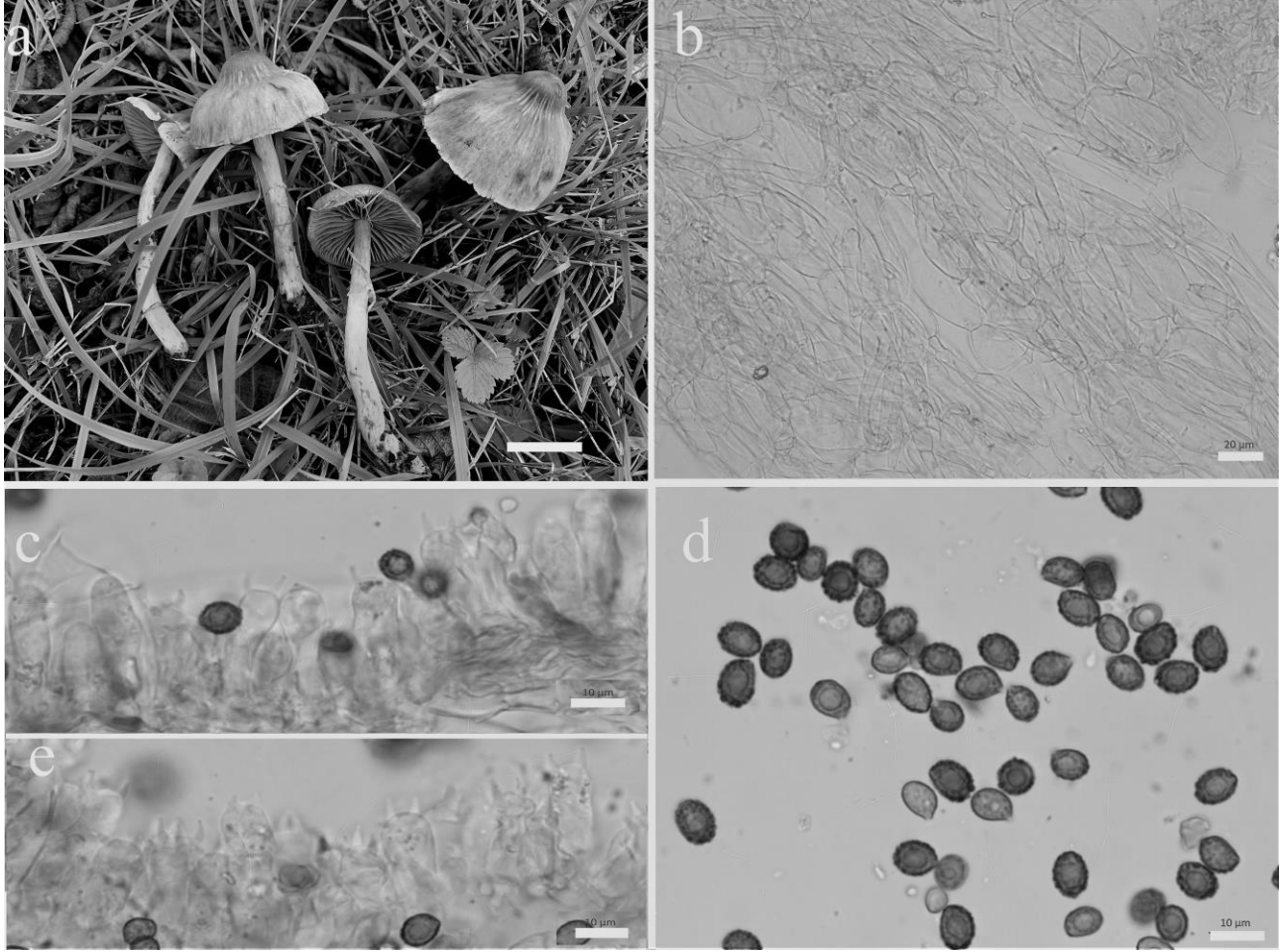
**İncelenen örnekler:** Türkiye, Trabzon, Maçka, Mataracı, 40°51'04.57" K ve 39°37'42.52" D, 867 m, 25.10.2022. Yaz sonlarından sonbahar sonlarına kadar karışık ağaçlı ve geniş yapraklı ağaç ormanlarında, parklarda, meşe, fındık, gürgen, kayın, kavak, huş ve diğer bazı ağaçlar altında öbekler halinde yayılış gösterir. E. Sesli 4571.

## 4. Tartışma ve Sonuç

Araştırma konusu *Cortinarius hinnuleus* bazı yazarlar tarafından birkaç varyeteye ayrılmıştır (Breitenbach ve Kränzlin 2000). Bazı yazarlar varyeteleri pek dikkate almamaktadır (Kirk vd. 2008). Türk koleksiyonu *C. hinnuleus* var. *minutalis*, *C. hinnuleus* var. *hinnuleus* ve *C. hinnuleus* var. *hinnuleus* f. *subtypicus* ile benzerlik göstermektedir (Breitenbach ve Kränzlin 2000). Bazı yazarlar ise bu tür konusunda varyete veya form ayırımına girmemiş ve daha genel bir tanımlama yapmıştır (Knudsen ve Vesterholt 2008). Yeni kaydın bu varyeteler dışında

morfolojik olarak benzerlik gösterdiği diğer bir tür, *C. helvolus* Fr. ss. Bres. şapka ve sapın rengi yönünden yakın olmakla birlikte hafif çıkıntılı bazidiyosporlara ve ayrıca zaman zaman iki sporlu bazidiyumlara sahiptir. *C. helobius* Romagn. benzer şapka ve sapa fakat farklı olarak daha da eliptik bazidiyosporlara sahiptir. *C. fusco-peronatus* Kühn. daha büyük şapka ve oldukça büyük bazidiyosporlar ( $8-12 \times 6-8 \mu\text{m}$ ) içerir. Bir diğer benzer fakat farklı

bir tür *C. galerinoides* Lamoure renk ve şekil olarak benzer fakat daha küçük şapkaya, yeni kayıttan küçük sapa ve bazidiyosporlara sahiptir. Bir diğer tür, *C. illuminus* Fr. yakın büyüklükte şapkalı ve saplı olmasına rağmen daha küçük ve daha az dikenli bazidiyosporları ( $7-8 \times 5-6 \mu\text{m}$ ) ile yeni kayıttan farklılık gösterir (Breitenbach ve Kränzlin 2000; Høiland ve Holst-Jensen 2000; Roux 2006; Knudsen ve Vesterholt 2008).



**Şekil 1.** *Cortinarius hinnuleus*: a- fruktifikasyonlar, b- şapka derisi kesiti, c ve e- bazidiyumlar ve kenar hücreleri, d- bazidiyosporlar (ölçek çubukları: a: 30 mm, b: 20  $\mu\text{m}$ , c, d ve e: 10  $\mu\text{m}$ )

### Teşekkür

Bu araştırmanın finansmanı Trabzon Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimince (TAP: 20TAP00123) sağlanmıştır.

### 5. Kaynaklar

Breitenbach, J., Kränzlin, F., 2000. Fungi of Switzerland, vol: 5, Agarics 3. Verlag Mykologia, Luzern, Switzerland.

Høiland, K., Holst-Jensen, A., 2000. *Cortinarius* Phylogeny and Possible Taxonomic Implications of ITS rDNA Sequences. *Mycologia*, **92**, 694-710.

Kirk, P.M., Cannon, P.F., Minter, D.W., Stalpers, J.A., 2008. Dictionary of the Fungi (10th ed.). CAB International, Wallingford, UK.

Knudsen, H., Vesterholt, J., 2008. Funga Nordica. Agaricoid, Boletoid and Cyphelloid Genera. Nordsvamp, Denmark.

Roux, P., 2006. Mille et un champignons. Édition Roux, Sainte-Sigolène.

Sesli, E., 2020. Presence of *Cortinarius atroalbus* M.M.Moser and *C. duracinobtus* Rob. Henry (Basidiomycota, Cortinariaceae) in Turkey. *Anatolian Journal of Botany*, **4(2)**, 92-95.

Abacı Günyar, Ö., Akata, I., Akgül, H., Aktaş, S., Alkan, S., Allı, H., Aydoğdu, H., Berikten, D., Demirel, K., Demirel, R., Doğan, H.H., Erdoğan, M., Ergül, C.C., Eroğlu, G., Giray, G., Halikî Uztan, A., Kabaktepe, Ş., Kadaifçiler, D., Kalyoncu, F., Karaltı, İ., Kaşık, G., Kaya, A., Keleş, A., Kırbağ, S., Kıvanç, M., Ocak, İ., Ökten, S., Özkale, E., Öztürk, C., Sevindik, M., Şen, B., Şen, İ., Türkel, İ., Ulukapı, M., Uzun, Ya., Uzun, Yu., Yoltaş, A., 2020. Türkiye Mantarları Listesi. Sesli, E., Asan, A., Selçuk, F. (editörler), Ali Nihat Gökyiğit Vakfı Yayını, İstanbul.

Şengül Demirak M.Ş.Ş, Işık H., Türkel, İ., 2020. Morphological and molecular phylogeny of *Cortinarius rufo-olivaceus* (Pers.) Fr. (Subgenus *Phlegmacium* sect. *Calochroi*) collected from Tokat region. *KSU J. Agric Nat*, **23(3)**, 600-605.

Kaygusuz, O., 2022. Taxonomy & phylogeny of *Cortinarius dibaphus* new to Turkey. *Nova Hedwigia*, **114(3-4)**, 402-412.

## Araştırma Makalesi / Research Article

# Domateste Tuz Stresi ile Mücadelede Potansiyel Bir Organik Madde Olan Kitosanın Rolü

Hüseyin BULUT<sup>1\*</sup>, Halil İbrahim ÖZTÜRK<sup>1</sup><sup>1</sup> Erzinan Binali Yıldırım Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu, Erzinan, TürkiyeSorumlu yazar e-posta\*: huseyinbulut@erzinan.edu.tr  
e-posta: hiozturk@erzinan.edu.trORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-3424-7012>  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-8977-0831>

Geliş Tarihi: 25.04.2023

Kabul Tarihi: 01.09.2023

## Öz

Domates yetiştiriciliğinde verim kayıplarına neden olan kritik faktörlerden birisi toprak tuzluluğudur. Tuzluluğun neden olduğu stres ile mücadele son zamanlarda küresel bir konu haline gelmiştir. Kitosanın abiyotik streslerin bitkiler üzerinde neden olduğu zararlı etkilerini azaltmada rolü olduğu bilinmektedir. Toksik olmayan, biyolojik olarak uyumlu, biyolojik olarak parçalanabilen ve organik bir takviye olarak kullanılan kitosan, tarımsal üretimde son yıllarda büyük ilgi görmektedir. Bu çalışmada, tuz stresi altındaki domates fidelerinde kitosanın morfolojik büyüme parametrelerine etkisi ve çekirdek hasarını iyileştirmedeki rolü incelenmiştir. Domates fidelerinde tuz hasarının boyutu ve kitosanın buna karşı etkisi morfolojik parametreler ve Comet assay ile DNA hasarı değerlendirilmiştir. Tuz stresinin fideler üzerindeki morfolojik etkisi bitki boyu, gövde yüksekliği, gövde çapı, yaprak alanı ve yaprak sapı uzunluğu verilerinden elde edilmiştir. Stres etkisiyle oluşan DNA hasar düzeyi, DNA hasarının göstergesi olarak kabul edilen kuyruk uzunluğu, kuyruk DNA % değeri ve kuyruk momenti ile belirlenmiştir. Uygulanan kitosanın domates fidelerinin morfolojik özellikleri üzerinde olumlu etkisi olduğu saptanmıştır. Kitosan takviyesinin bazı dozlarda DNA hasarını azaltmada etkili olmuştur. Çalışma sonuçlarımız uygulanan tuzun domates fidelerinde doz miktarına bağlı olarak strese neden olduğunu ve kitosanın domates fidelerini tuz stresinin yıkıcı etkilerinden korumak için etkin bir şekilde kullanılabileceğini ortaya koymuştur.

### Anahtar kelimeler

Comet assay; Domates;  
Kitosan; Tuzluluk stresi

## The Role of Chitosan, a Potential Organic Substance, in Combating Salt Stress in Tomato

### Abstract

Soil salinity is one of the critical factors that cause yield losses in tomato cultivation. Dealing with stress caused by salinity has recently become a global issue. It is known that chitosan has a role in reducing the harmful effects of abiotic stresses on plants. Chitosan, which is used as a non-toxic, biocompatible, biodegradable, and organic supplement, has attracted great interest in agricultural production in recent years. In this study, the effect of chitosan on morphological growth parameters and its role in healing seed damage in tomato seedlings under salt stress was investigated. The extent of salt damage in tomato seedlings and the effect of chitosan against it was evaluated by morphological parameters and DNA damage by Comet assay. The morphological effect of salt stress on seedlings was obtained from plant height, stem height, stem diameter, leaf area, and petiole length data. The level of DNA damage caused by stress was determined by the tail length, tail DNA % value, and tail moment, which are considered as indicators of DNA damage. It was determined that the applied chitosan had a positive effect on the morphological characteristics of tomato seedlings. It was determined that chitosan supplementation was effective in reducing DNA damage at some doses. Our study results determined that the applied salt caused stress in tomato seedlings depending on the dose and chitosan could be used effectively to protect tomato seedlings from the destructive effects of salt stress. It can also be used to detect DNA damage in future studies with the comet assay technique.

### Keywords

Chitosan; Comet assay;  
Salinity stress; Tomato

## 1. Giriş

Toprak tuzluluğu, karmaşık etkileşim mekanizmalarıyla bitkilerin beslenme durumlarına müdahale ederek büyüme ve verimliliği etkileyen kurak ve yarı kurak alanlardaki temel sorunlardan biridir. Tipik tuza maruz kalan bitkiler, azaltılmış besin emilimi, besinlerin köklerden sürgünlere zayıf bir şekilde taşınması, azalmış kuru yaprak ve bodur kök büyümesi, indirgenmiş klorofil ve karotenoit miktarı fotosentez metabolizmasını etkiler ve genel büyümede bir azalmaya neden olur (Zayed vd. 2017, Safikhan vd. 2018, Ashour vd. 2020, Mosavikia vd. 2020, Sen vd. 2020). Reaktif oksijen türleri (ROS), stres koşullarında aşırı birikerek lipid peroksidasyonunu tetikleyen (malondialdehit-MDA), antioksidant enzimleri etkisizleştirerek proteinlere ve nükleik asitlere zarar veren ve sonuçta hücre ölümüne neden olan reaktif moleküllerdir (Sheikhalipour vd. 2021). Bundan dolayı hücre sinyali ve doku homeostazında önemli bir rol oynarlar (Su vd. 2019). Ayrıca, tuz stresine maruz kalan bitkiler, hücreleri oksidatif stresten korurken ROS'u uzaklaştırmak için fenolik bileşikler ve flavonoidler, askorbat (C vitamini), klorofiller, karotenoitler, glutatyon oluşumu ve  $\alpha$ -tokoferoller gibi enzimatik olmayan bileşikler de kullanırlar (Gerami vd. 2020, Sen vd. 2020, Sheikhalipour vd. 2021). Ek olarak, tuz stresi,  $H^+$ -ATPase aktivitesini, klorofil biyosentezini, osmolit birikimini indükleyerek gen ekspresyonu ve protein fonksiyonu üzerindeki nitrik oksit (NO) modülasyonunu aktive edebilir (Oliveira vd. 2016). Genomda dolayısıyla gen ekspresyonunda meydana gelen etkileşimler çekirdek hasarına neden olabilmektedir (Gerami vd. 2020, Hassan vd. 2021).

Kitosan, kendisini nükleofilik davranışa sahip kılan ve çeşitli kimyasal reaksiyonlar için kolayca bulunabilen amin ( $NH_2$ ) ve hidroksil ( $OH$ ) grupları sayesinde tarım dahil olmak üzere çeşitli biyolojik alanlarda geniş bir uygulama alanına sahiptir (Rabêlo vd. 2019). Mısır (Turk 2019), fasulye (Sen ve Mandal 2016), pirinç (Garude vd. 2019), aspir (Golkar vd. 2019), stevia (Gerami vd. 2020), ayçiçeği (Bakhroum vd. 2020), ve domates (Hernández-Hernández vd. 2018, Ullah vd. 2020) bitkilerinde rapor edildiği gibi kitosanın doğru şekilde ve uygun

konsantrasyonda uygulanması, yüksek tuzluluk seviyelerinin zararlı etkilerini azaltabilir ve bitki büyümesini ve/veya verimini artırabilir (Safikhan vd. 2018). Ullah vd. (2020) yaptıkları çalışmada doğru şekilde ve uygun konsantrasyonda kitosan uygulanmasının, daha yüksek tuzluluk seviyelerinin tehlikeli etkisini etkili şekilde azaltabileceğini morfolojik parametrelerden elde edilen veriler ile ifade etmişlerdir. Örneğin kitosan uygulamasının bitki boyu, yaprak alanı, kök çapı ve ortalama bileşik yaprak sayısı gibi domatesin morfolojik yönlerini ve klorofil kalitesini iyileştirerek bitkilerin büyümesini ve verimini iyileştirebileceğini belirtmişlerdir. Ayrıca yaptıkları çalışmaya dayanarak, tuzlu koşullarda yetiştirilen domatesin daha iyi büyümesi ve üretimi için  $150 \text{ mg L}^{-1}$  kitosan uygulama dozunu önermişlerdir. Bununla beraber kitosanın antioksidan (Jabeen ve Ahmad 2013, Safikhan vd. 2018), anti-mikrobiyal (Gerami vd. 2020), biyolojik olarak parçalanabilir (Ullah vd. 2020), biyoaktif (Bakhroum vd. 2020, Turk, 2019), biyoyumlu (Hassan vd. 2021, Safikhan vd. 2018), suda çözünebilmesi (Golkar vd. 2019) ve toksik olmaması (Sen vd. 2019) gibi özelliklerinden dolayı kullanımı tercih edilmektedir. Stres toleransını teşvik etmek ve bitki performansını iyileştirmek için yapraktan sprey veya toprak uygulaması yoluyla uygulanabilirler. Ayrıca tohum kaplama (Garude vd. 2019) ve katı matris astarlama (SMP) veya matris şartlandırma olarak da uygulanabilir. SMP'de tohumlar katı veya yarı katı maddelerle belirli bir miktar su ile karıştırılarak katıların kimyasal ve fiziksel özelliklerinden yararlanılarak tohumların su emmesi sınırlandırılır (Sen ve Mandal, 2016).

Bu çalışma da önemli bir besin kaynağı olan domateste tuz stresinin neden olduğu olumsuz etkileri gidermek için kitosan uygulaması yapılmıştır. Tuz stresinin etkileri morfolojik parametreler ve çekirdek hasarı üzerinden değerlendirilmiştir.

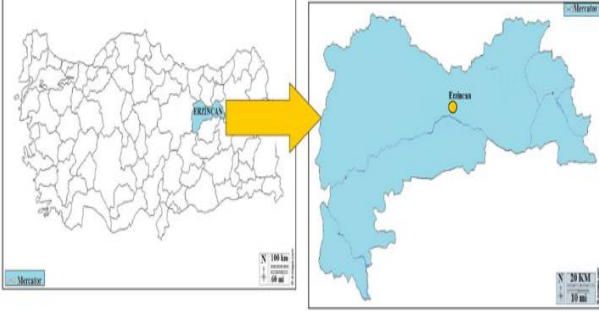
## 2. Materyal ve Metot

### 2.1 Materyal

Çalışma, 39.78856100289532, 39.3538486672705 lokasyonunda sera koşullarında Mart-Temmuz 2022 tarihlerinde gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın yapıldığı



bölge Şekil 1’de belirtilmiştir. Denemede Kayra F1 (Anamas Seed Company) domates çeşidi (*Solanum lycopersicum* L.) kullanılmıştır. Fideler, her biri 40 x 40 mm olan 128 oyuklu viollerde büyütülmüştür. Fide yetiştirme ortamı olarak turba (Klasmann TS 1®) ve perlit (Agrobit®) (%60 turba, %40 perlit) karışımı kullanılmıştır. İstenilen büyüklüğe ulaşan fideler Mayıs ayında 20x25 cm ebatlarındaki turba ve perlit içeren saksılara aktarılmıştır.



Şekil 1. Uygulama yapılan bölgenin konumu

## 2.2 Tuz ve Kitosan Uygulamaları

Bu çalışmada Adaga firmasından temin edilen %95 deasetilasyon dereceli %2 Chitosan® kullanılmıştır. Çalışmada uygulanan tuz ve kitosan dozları Ullah vd. (2020) yaptıkları çalışma referans alınarak belirlenmiştir. Fideler, farklı dozlarda NaCl (0, 100 ve 200 mM) içeren su ile sulanmış ve tuzluluk uygulamalarına fidelerin aktarımından 2 gün sonra başlamıştır. NaCl konsantrasyonları, bitkilere ozmotik şoku önlemek için 50 mM'lik artışlarla ilgili seviyeye ayarlanmıştır. Çalışma boyunca NaCl uygulamasına devam edilmiştir. Kitosan solüsyonu değerleri 0, 50, 100 ve 150 ppm'lik dozlar olmak üzere 4 farklı konsantrasyonda saf su ile hazırlanmıştır. Yaprakların üst ve alt taraflarına ekimden bir gün önce başlanmış ve fide örnekleri toplanana kadar her hafta düzenli olarak (bitki başına 15 ml) püskürtülmüştür. Uygulamalar tamamlandıktan sonra analiz çalışmaları için fidelerden yaprak örnekleri alınmış ve -80° C de stoklanmıştır. Kontrol grubuna 0 ppm tuz ve 0 ppm kitosan uygulanmıştır. Domates fidelerinin uygulamalardan sonraki durumu Şekil 2.'de verilmiştir.

## 2.3 Morfolojik parametreler

Domates bitkisinin tuz stresi ve kitosan uygulaması sonrası gelişimini belirlemek için fide boyu (cm), gövde yüksekliği (cm), gövde çapı (mm), yaprak alanı, yaprak sapı uzunluğu ve yaprak klorofil içeriği (SPAD) ölçülmüştür. Metre ile bitki boyu (cm) ve gövde yüksekliği (cm), gövde çapı (mm) ise dijital kumpas yardımıyla belirlenmiştir. Yaprak klorofil içeriği SPAD (Chlorophyll Meter SPAD-502Plus, Konica Minolta) kullanılarak belirlenmiştir. Verilerin istatistiksel analizinde SPSS 22.0 istatistik programı kullanılmıştır.

## 2.4 Comet assay ile DNA hasar analizi

Comet testi ile çekirdekte meydana gelen fiziksel hasarlar tespit edilmiştir. Çekirdekler, uygulama ve kontrol gruplarından tesadüfi seçilen 5'er domates bitkisinin yapraklarından izole edilmiştir. Mukherjee ve Gichner (2009) tarafından belirtilen yöntem uygun olarak grup başına üç slayt hazırlanmıştır. Slaytlar, 80 µl etidyum bromür (20 ug/ml) ile boyanmış ve puanlama için bir floresan mikroskobuna (Leica, Wetzlar, Almanya) bağlı görüntü analiz sistemi (Kinetic görüntüleme; Andor Technology, Nottingham, UK) kullanılmıştır. DNA hasarının boyutu, kuyruktaki kuyruk DNA (%) değeri DNA fragmanları tarafından puanlanmıştır. Muamele grubu başına üç slayttan her biri için elli çekirdek (toplam 150 çekirdek), Comet 5.5 yazılımı ile analiz edilmiş ve yüzde kuyruk DNA'sının medyan değerlerinin ortalaması, istatistiksel analiz için temsil edilmiştir. Deney üç tekerrürlü olarak uygulanmış ve her grup için değerlerin ortalaması analiz edilmiştir. Bu çalışmada istatistiksel analizler GraphPad Prism 5 (Windows için) programı kullanılarak yapılmıştır. Farklı konsantrasyonlar için elde edilen DNA hasarlarının birbirlerinden istatistiksel olarak farklı olup olmadığını belirlemek için parametrik olmayan Kruskal Wallis H testi kullanılmıştır. DNA hasarı bakımında uygulanan konsantrasyonların istatistiksel olarak farklılığı ise Dunn testi ile analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar negatif kontrol ile karşılaştırılmış ve pozitif kontrolün negatif kontrole göre anlamlılığı Mann-Whitney U testi kullanılarak yapılmıştır.

### 3. Bulgular

Çalışmada tuz ve kitosan uygulamaları sonrasında incelenen tüm morfolojik parametreler arasında %1 önem düzeyinde istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar tespit edildi. Uygulama sonucu elde edilen fidelerin son halleri Şekil 2' de verilmiştir.

#### 3.1 Bitki Boyu (cm)

Tuz stresinin dozu arttıkça bitki boyunda baskılanma tespit edildi. Uygulanan kitosanın tuz stresine karşı etkinlik gösterdiği boy ölçümlerinde tespit edildi. Ancak Tuz stresini azaltmada en etkili kitosan dozunun 150 ppm uygulaması olduğu belirlendi. Kontrol ve uygulama gruplarına ait fidelere ait boy verileri Çizelge 1'de verilmiştir.

#### 3.2 Gövde Uzunluğu (cm)

Çalışmada tuz stresinin fide gövde uzunluğunda önemli derecede azalmaya neden olduğu tespit edildi. Özellikle 200 mM tuz uygulamasının gövde boyu büyümesini baskıladığı belirlendi. Tuz streslerine karşı uygulanan her üç doz kitosanın tuz stresine karşı etki gösterdiği belirlendi. Bununla beraber 100 mM tuz konsantrasyonunun neden olduğu stresi azaltmada 100 ppm ve 150 ppm dozlarının daha etkili olduğu belirlendi. 200 mM tuz konsantrasyonunda ise 150 ppm kitosan uygulamasının gövde uzunluğundaki olumlu etkisinin daha bariz olduğu tespit edildi (Çizelge 1; Şekil 2).

#### 3.3 Yaprak Alanı (cm<sup>2</sup>)

Çalışmada tuz stresinden dolayı yaprak alanında önemli azalmalar tespit edildi. Her iki tuz konsantrasyonunda da tuz stresinin etkisini azaltmak için en etkili kitosan dozunun 150 ppm uygulaması olduğu ölçümler sonucunda belirlendi (Çizelge 1; Şekil 2).

#### 3.4 Yaprak Sap Uzunluğu (cm)

Yaprak sapı uzunluğu açısından kontrol grubu ile karşılaştırıldığında uygulamalar arasında önemli farklılıklar bulunmuştur. Her iki tuz konsantrasyonunda da tuz stresinin etkisini azaltmada en etkili kitosan dozunun 100 ppm uygulaması olduğu belirlenmiştir (Çizelge 1; Şekil 2).

#### 3.5 Gövde Çapı (mm)

Uygulamalar arasında gövde çapı açısından önemli farklılıklar bulunmuştur. 100 mM tuz konsantrasyonunun ve 200 mM tuz konsantrasyonunun neden olduğu olumsuz etkiyi azaltmada en etkili dozun 150 ppm kitosan uygulamasının olduğu belirlenmiştir (Çizelge 1; Şekil 2).

#### 3.6 SPAD (Yaprak Klorofil İçeriği)

SPAD değerleri açısından uygulamalar arasında anlamlı farklılıklar tespit edilmiştir. Her iki tuz konsantrasyonunda da SPAD değerine olumlu etki yapan en etkili kitosan uygulamalarının 150 ppm uygulamaları olduğu belirlenmiştir (Çizelge 1; Şekil 2).

**Çizelge 1.** Tuz stresi altındaki domates bitkilerinin morfolojik özellikleri üzerine kitosanın etkisi

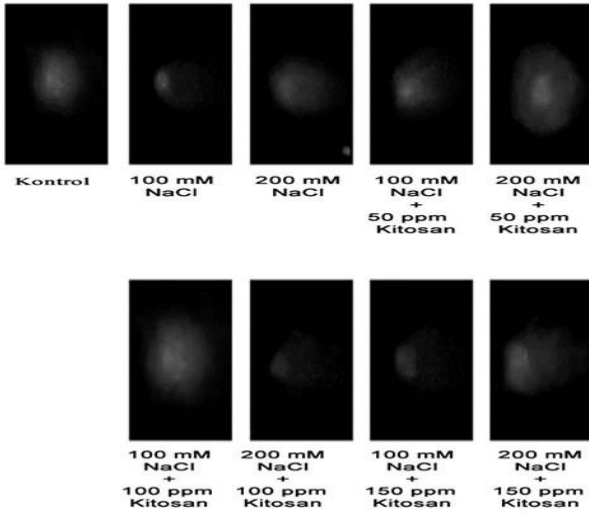
NaCl (mM)	Kitosan (ppm)	BB	GU	YA	YS	GÇ	YK
0	0	31.833a	6.167a	19.243a	6.833a	7.733a	56.033d
100	0	16.833e	4.167f	11.273f	4.333f	5.900ı	48.500h
	50	17.000d	4.333e	12.067d	5.167c	6.400d	57.900c
	100	20.000c	5.167b	12.420c	6.100b	6.500c	62.500b
	150	20.333b	5.167b	13.710b	5.000d	7.233b	68.167a
200	0	14.000h	3.333h	9.560h	3.667g	6.067h	40.833ı
	50	14.667g	3.833g	10.230h	4.500f	6.200g	50.200g
	100	14.667g	4.667d	10.750g	4.833e	6.267f	52.267f
	150	15.000f	4.700c	11.453e	3.667g	6.233e	53.133e

BB: Bitki Boyu (cm); GU: Gövde uzunluğu (cm); YA: Yaprak Alanı (cm<sup>2</sup>); YS: Yaprak Sap Uzunluğu (cm); GÇ: Gövde Çapı (mm), YK: Yaprak Klorofil İçeriği



Şekil 2. Tuz stresi altındaki kitosan ile muamele edilmiş domates bitkileri

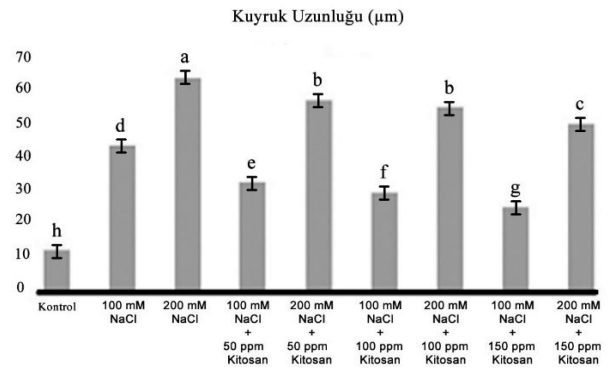
Tuz stresinin domates fidelerinin çekirdek düzeyinde fiziksel hasarını belirlemek için comet testi yapıldı. DNA iplikçiklerindeki tek ve çift iplik kopmalarının seviyesini belirlemek için kuyruk uzunluğu, kuyruk DNA yüzdesi ve kuyruk momenti parametreleri ile değerlendirildi. Kontrol grubu, tuz stresi uygulanmış ve kitosan uygulanmış örnekler için ait comet assay görüntüleri Şekil 3'de verilmiştir.



Şekil 3. Kontrol grubu, tuz stresi ve tuz stresi ve kitosan ile muamele edilmiş numunelerin comet analizi görüntüleri

Tuz uygulamalarının neden olduğu çekirdek hasarı ve bu hasarın boyutunun tespitinde DNA tek ve çift sarmal kırılmalarının göstergesi olan kuyruk uzunlukları değerlendirildi. Kontrol grubu örnekleri ile karşılaştırıldığında tuz stresinin her iki dozunda da (100 mM ve 200 mM) kuyruk uzunluklarının dozla

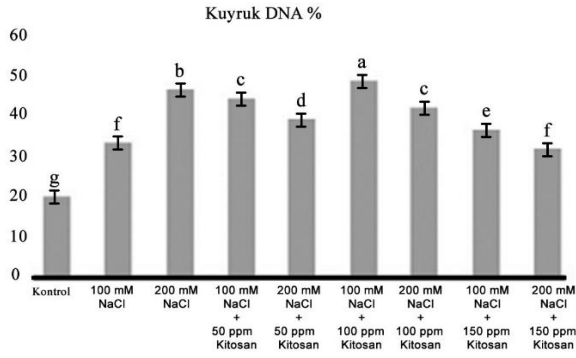
doğru orantılı olarak arttığı saptandı. 62.71  $\mu\text{m}$  ile elde edilen en uzun kuyruk uzunluğu 200 mM tuz ile muamele edilen numunelerin ortalamalarından tespit edilmiştir. 50 ppm, 100 ppm ve 150 ppm kitosan uygulamalarının domates fidelerinde tuz stresinden kaynaklanan kuyruk uzunluğunu önemli oranda azalttığı gözlemlendi. Özellikle 100 mM NaCl uygulaması sonucu oluşan kuyruk uzunluğunu her üç doz kitosan uygulamasının (50 ppm, 100 ppm ve 150 ppm) azalttığı kaydedildi. Kitosan uygulamaları 200 mM NaCl uygulamasında kuyruk uzunluğunu azalttığı ancak 100 mM NaCl + kitosan uygulamaları kadar etkili olmadığı belirlenmiştir. Kontrol, tuz ve tuz-kitosan ile muamele edilmiş numunelerin kuyruk uzunlukları Şekil 4'de verilmiştir.



Şekil 4. Kontrol grubu, tuz ve tuz-kitosan uygulanmış örneklerin kuyruk uzunlukları

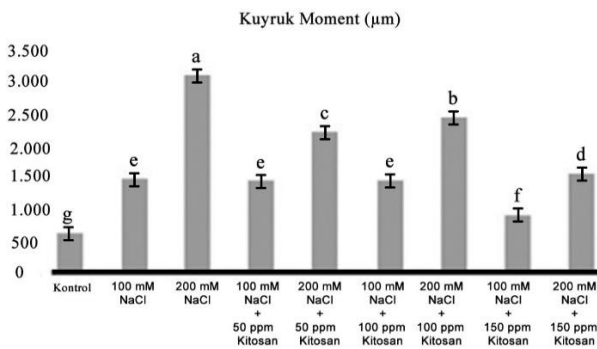
Yapılan diğer bir analizde tuz stresine maruz kalan domates fidelerinin kontrol grubu örneklerinden daha yüksek kuyruk DNA % değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Artan tuz dozlarıyla (100 mM ve 200 mM) kuyruk DNA % değerinin orantılı olarak arttığı belirlenmiştir. Kitosan uygulamalarının her üç dozda

da kuyruk DNA % değerini azalttığı tespit edilmiştir. Kitosanın 200 mM NaCl ile muamele edilen fidelerde kuyruk DNA % değerini daha etkili bir şekilde düşürdüğü belirlenmiştir. 100 mM NaCl ile muamele edilen fidelerde kitosanın daha az etkili olduğu belirlendi. Kontrol, tuz ve tuz-kitosan ile muamele edilen numunelerin % kuyruk DNA değerini ifade eden grafik Şekil 5'de verilmiştir.



Şekil 5. Kontrol, tuz ve tuz-kitosan gruplarına ait kuyruk DNA % değerleri

Çalışmada hücrelerin kuyruk momentleri de hesaplanmıştır. Kuyruk momenti yüzde kuyruk x kuyruk uzunluğu olarak ifade edilmektedir. Yapılan hesaplamalarda fidelere uygulanan tuz dozundaki (100 mM ve 200 mM) artış ile kuyruk momentinin doğru orantılı olarak arttığı belirlenmiştir. En yüksek kuyruk momentinin 200 mM tuz dozu uygulanan domates fidelerinde olduğu belirlenmiştir. Kitosanın her üç doz uygulamasının (50 ppm, 100 ppm ve 150 ppm) kuyruk moment değerlerini azalttığı belirlenmiştir. Kontrol, tuz ve tuz-kitosan ile muamele edilen numunelerin kuyruk momentlerinin grafiği Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 6. Kontrol, tuz ve tuz-kitosan ile muamele edilen numunelerin kuyruk momenti değerleri

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Domates, dünyada en çok üretilen ve tüketilen sebzelerden biridir. Ancak domates üretimi diğer kültür bitkilerinde olduğu gibi biyotik ve abiyotik stres faktörlerinden olumsuz etkilenmektedir. Abiyotik stres grubuna dâhil olan tuzluluk stresi de bu faktörlerden biridir. Toprakta bulunan tuz iyonları bitkilerin çimlenme, büyüme ve gelişme dönemlerinde olumsuz etkilere neden olmaktadır. Bitkiler, karmaşık ve değişken çevresel stresler altında büyüme ve gelişmeyi sürdürmek için morfolojik, fizyolojik, hücreler ve moleküler bir dizi tepki oluştururlar (Li vd.2016, Zhou vd.2016, Kang vd. 2017). Bundan dolayı son zamanlarda bitkilerin strese toleranslarının artırılması ve bitki savunma mekanizmalarını desteklemek için farklı organik maddeler tercih edilmektedir (Bulut 2020). Bu organik maddelerden birisi de kitosandır. Kitosan bitki büyüme düzenleyicisi ve abiyotik streslere karşı bitkiyi korumak amacıyla da kullanılmaktadır. Bitki hücre veya doku kültürlerinde hızlı bir şekilde üretimin sağlanmasında, verimin artırılmasında ve sekonder metabolitlerin üretilmesinde abiyotik elisitör (uyarıcı) olarak kullanılmaktadır (Hidangmayum vd. 2019). Örneğin, *Linum usitatissimum* L. (keten) hücre kültürlerinde kullanılan kitosan (10 mg/L) farmakolojik olarak önemli bir polifenol olan lignan üretimini artırmıştır (Ahmad vd. 2019). Yapılan bir diğer çalışmada ise *Solanum tuberosum* L. (patates) bitkisinde kitosanın yapraktan uygulanmasının büyümeye ve kuraklık stresine karşı olan etkileri analiz edilmiş ve sürgün yüksekliğinde gelişme, klorofil, karetoidler, prolin ve total şeker miktarlarında önemli oranda artış olduğu ifade edilmiştir (Muley vd. 2019). *Triticum aestivum* L. (buğday) ve *Zea mays* L. (mısır) bitkilerinde tuzluluk stresine karşı, tohumların 3 saat kitosan çözeltisi ile muamele edildikten sonra yetiştirilmeleri, antioksidan enzim aktivitesini ve prolin içeriğini artırarak bitkilerin strese karşı iyileştirici etki göstermiştir (Shams 2018).

Bu çalışmada farklı dozda tuz uygulamaları sonrasında domates fidelerinin morfolojik özellikleri arasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar tespit

edildi. Çalışmada tuz stresi koşullarının, domates fidelerinin tüm morfolojik özelliklerinde kontrol grubu ile karşılaştırıldığında negatif etkiye neden olduğu belirlendi. Tuz stresinin olumsuz etkilerinin azaltılması için uygulanan kitosanın, fidelere olumlu katkıda bulunduğu saptandı. Çalışma verileri 100 mM tuz konsantrasyonunda tuz stresinin bitki boyu, gövde uzunluğu, yaprak alanı ve gövde çapı parametreleri üzerindeki olumsuz etkisini azaltmada en etkili dozun 150 ppm kitosan olduğu gösterdi. 200 ppm tuz stresi altında gövde kalınlığı ve yaprak sapı uzunluğu dışındaki tüm morfolojik parametrelere göre tuz stresinin etkisini azaltmada en etkili doz 150 ppm kitosan oldu. Ayrıca 200 mm tuz stresinde gövde kalınlığı ve yaprak sapı uzunluğu parametreleri dikkate alındığında stresi azaltmada en etkili dozun 100 ppm kitosan uygulaması olduğu belirlendi.

Çevresel stres faktörlerinin canlılar üzerindeki toksik etkileri hem *in vivo* hem de *in vitro* biyobelirteç yöntemleri kullanılarak izlenebilir. Tek Hücre Jel Elektroforez tekniği, sitogenetik etkileri ve DNA hasarlarını tespit etmedeki hızı ve duyarlılığı nedeniyle günümüzde popülerlik kazanmıştır (Tice vd. 2000). Comet tekniği, ekotoksikoloji, biyoizleme, beslenme ve kanser çalışmaları gibi birçok alanda DNA hasarını ve onarımını ölçmek için yaygın olarak kullanılmaktadır (Gyori vd. 2014). Comet testi, zarar görmüş DNA'nın elektroforez ile çekirdekten salınmasına dayanır (Kurtulmuş ve Aydın 2007). Tuz stresi sonucu domates fidelerinde DNA çift ve tek sarmal kopmalarında meydana gelen fiziksel hasarın boyutu Comet assay analizi ile kuyruk uzunluğu, kuyruk DNA % değeri ve kuyruk momenti parametreleri ile değerlendirildi. Tuz dozunun DNA'da oluşturduğu hasarın boyutuna bağlı olarak bu parametrelerin değerinin arttığı belirlendi. Uygulanan kitosanın DNA'daki fiziksel hasarı azalttığı kuyruk uzunluğu, kuyruk DNA % değeri ve kuyruk momentindeki değişimden saptandı. 150 ppm Kitosanın etkinliği daha fazla olduğu belirlendi. Ancak tuz stresinin çok yoğun olmadığı durumlarda her üç dozun da hücre hasarını azalttığı saptandı.

Bu çalışmadan elde edilen morfolojik ve DNA hasarı değerlendirildiğinde kitin bileşenlerinden elde edilen kitosan organik takviyesinin özellikle tuz stresini azaltmak için kullanılabileceği öngörülmektedir. Çalışma sonuçlarımız, kitosanın tuz stresinin olumsuz etkilerine karşı koymak için makul bir çözüm olabileceğini göstermektedir. Ancak kitosanın etkinliğinin tuz konsantrasyonu arttıkça azaldığı çalışmamızın verilerinden elde edildi. Uygulanan tuz stresi sonucunda domates fidelerinin morfolojik yapılarında meydana gelen değişim ile DNA hasar düzeyi arasında uyum olduğu saptandı. Tuz stresi ile mücadelede 150 ppm kitosan biyopolimerinin kullanımı bitki büyüme ve gelişmesi için önerilmektedir. Çalışmamız iyi tarım uygulamaları açısından üreticilere rehberlik edecektir.

#### Teşekkür

Bu çalışma Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü (BAP) tarafından desteklenen FBA-2021-765 kodlu projeden elde edilmiştir. Yazarlar Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne teşekkür ederler.

#### 5. Kaynaklar

- Ahmad, W., Zahir, A., Nadeem, M., Garros, L., Drouet, S., Renouard, S., . Abbasi, B. H., 2019. Enhanced production of lignans and neolignans in chitosan-treated flax (*Linum usitatissimum* L.) cell cultures. *Process biochemistry*, 79, 155-165.
- Ashour, H.A., Esmail, S.E.A., Kotb M.S., 2020. Ornamental horticulture. *Ornamental Horticulture*, 27 (1), pp. 88-102
- Bakhroum, G.S., Sadak, M.S., Badr, E.A.E.M., 2020. Mitigation of adverse effects of salinity stress on sunflower plant (*Helianthus annuus* L.) by exogenous application of chitosan. *Bulletin of the National Research Centre*, 44 (1), 10.1186/s42269-020-00343-7
- Bulut, H., 2020. Arpada Tuz Stresine Karşı Zingeronun Koruyucu Etkisi. *Journal of the Institute of Science and*

- Technology, 10 (4) , 2932-2942. DOI: 10.21597/jist.686577
- Garude, N.R., Vemula, A.N., 2019. Seed priming with chitosan for enhanced plant growth under salt stress. Retrieved from, 9 (3), pp. 6-11
- Gerami, M., Majidian, P., Ghorbanpour, A., Alipour Z., 2020. Stevia rebaudiana bertonii responses to salt stress and chitosan elicitor. *Physiology and Molecular Biology of Plants*, 26 (5), pp. 965-974, 10.1007/s12298-020-00788-0
- Golkar, P., Taghizadeh, M., Yousefian, Z., 2019. The effects of chitosan and salicylic acid on elicitation of secondary metabolites and antioxidant activity of safflower under in vitro salinity stress. *Plant Cell, Tissue and Organ Culture*, 137 (3), pp. 575-585, 10.1007/s11240-019-01592-9
- Gyori, B. M., Venkatachalam, G., Thiagarajan, P. S., Hsu, D., Clement M.V., 2014. an automated tool for comet assay image analysis. *Redox Biology*, 9 (2) :457-65. doi: 10.1016/j.redox.2013.12.020. eCollection 2014.
- Hassan, F.A.S., Ali, E., Gaber, A., Fetouh, M.I., Mazrou, R. 2021. Chitosan nanoparticles effectively combat salinity stress by enhancing antioxidant activity and alkaloid biosynthesis in *Catharanthus roseus* (L.) G. Don. *Plant Physiology and Biochemistry*, 162, pp. 291-300, 10.1016/j.plaphy.2021.03.004
- Hernández-Hernández, H., Juárez-Maldonado, A., Benavides-Mendoza, A., Ortega-Ortiz, H., Cadenas-Pliego, G., Sánchez-Aspeytia, D., González-Morales, S., 2018. Chitosan-PVA and copper nanoparticles improve growth and overexpress the SOD and JA genes in tomato plants under salt stress. *Agronomy*, 8 (9), 10.3390/agronomy8090175
- Hidangmayum, A., Dwivedi, P., Katiyar, D., and Hemantaranjan, A., 2019. Application of chitosan on plant responses with special reference to abiotic stress. *Physiology and molecular biology of plants*, 25 (2), 313-326.
- Jabeen, N., Ahmad, R., 2013. The activity of antioxidant enzymes in response to salt stress in safflower (*Carthamus tinctorius* L.) and sunflower (*Helianthus annuus* L.) seedlings raised from seed treated with chitosan. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93 (7), pp. 1699-1705, 10.1002/jsfa.5953
- Kang, L.Y. Lu, Q.S. Shao, H.B. Shi, P., 2017. Effects of drought on NDVI of winter wheat growth in Binzhou irrigation region. *Jiangsu J. Agric. Sci.*, 33, pp. 83-93
- Li, X.X., Huang, P. Zhuang, Du H.D., 2016. Research advances of stress tolerance in sweet sorghum. *Jiangsu J. Agric. Sci.*, 32, pp. 1429-1433
- Mosavikia, A.A., Mosavi, S.G., Seghatoleslami, M., Baradaran R., 2020. Chitosan nanoparticle and pyridoxine seed priming improves tolerance to salinity in milk thistle seedling [*Silybum marianum* (L.) Gaertn.]. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, 48 (1), pp. 221-233, 10.15835/NBHA48111777
- Mukherjee, A., Gichner, T., 2009. Plant bioassays: comet assay in higher plants. *Research Methods Plant Sciences*, 1 (), pp. 97-108
- Muley, A.B., Shingote, P.R., Patil, A.P., Dalvi, S.G., Suprasanna, P., 2019. Gamma radiation degradation of chitosan for application in growth promotion and induction of stress tolerance in potato (*Solanum tuberosum* L.). *Carbohydrate polymers*, 210, 289-301.
- Oliveira, H.C., Gomes, B.C.R., Pelegrino, M.T., Seabra. A.B., 2016. Nitric oxide-releasing chitosan nanoparticles alleviate the effects of salt stress in maize plants. *Nitric Oxide - Biology and Chemistry*, 61, pp. 10-19, 10.1016/j.niox.2016.09.010
- Rabêlo, V.M., Magalhães, P.C., Bressanin, L.A., Carvalho, D.T., dos Reis, C.O., Karam, D., de Souza, T.C., 2019. The foliar application of a mixture of semisynthetic chitosan derivatives induces tolerance to water deficit in maize, improving the antioxidant system and increasing photosynthesis and grain yield. *Scientific Reports*, 9 (1), pp. 1-13, 10.1038/s41598-019-44649-7
- Safikhan, S., Khoshbakht, K., Chaichi, M.R., Amini, A., Motesarezadeh, B., 2018. Role of chitosan on the growth, physiological parameters and enzymatic activity of milk thistle (*Silybum marianum* (L.) Gaertn.) in a pot experiment. *Journal of Applied Research on*

- Medicinal and Aromatic Plants*, 10, pp. 49-58, 10.1016/j.jarmap.2018.06.002
- Sen, S.K., Chouhan, D., Das, D., Ghosh, R., Mandal, P., 2020. Improvisation of salinity stress response in mung bean through solid matrix priming with normal and nano-sized chitosan. *International Journal of Biological Macromolecules*, 145, pp. 108-123, 10.1016/j.ijbiomac.2019.12.170
- Sen, S.K., Mandal, P., 2016. Solid matrix priming with chitosan enhances seed germination and seedling invigoration in mung bean under salinity stress. *Journal of Central European Agriculture*, 17 (3), pp. 749-762, 10.5513/JCEA01/17.3.1773
- Shams P.L., 2018. Effect of chitosan on antioxidant enzyme activity, proline, and malondialdehyde content in *Triticum aestivum* L. and *Zea mays* L. under salt stress condition. *Plant Physiology*, 9 (1), 2661-2670.
- Sheikhalipour, M., Esmailpour, B., Behnamian, M., Gohari, G., Giglou, M.T., Vachova, P., Skalicky, M., 2021. Chitosan-selenium nanoparticle (Cs-Se np) foliar spray alleviates salt stress in bitter melon. *Nanomaterials*, 11 (3), pp. 1-23, 10.3390/nano11030684
- Su, L.J., Zhang, J.H., Gomez, H., Murugan, R., Hong, X., Xu, D., Peng, Z.Y. 2019. Reactive oxygen species-induced lipid peroxidation in apoptosis, autophagy, and ferroptosis. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity*, 10.1155/2019/5080843
- Tice, R.R., Agurell, E., Anderson, D., Burlinson, B., Hartmann, A., Kobayashi, H., Miyamae, Y., Rojas, E., Ryu, J.C., Sasaki, Y.F., 2000. Single cell gel/comet assay: guidelines for in vitro and in vivo genetic toxicology testing. *Environ Mol Mutagen*, 35 (3) :206-21. doi: 10.1002/(sici)1098-2280(2000)35:3<206::aid-em8>3.0.co;2-j.
- Turk, H. 2019. Chitosan-induced enhanced expression and activation of alternative oxidase confer tolerance to salt stress in maize seedlings. *Plant Physiology and Biochemistry*, 141, pp. 415-422, 10.1016/j.plaphy.2019.06.025
- Ullah, N., Basit, A., Ahmad, I., Ullah, I., Shah, S.T., Mohamed, H.I., Javed, S., 2020. Mitigation the adverse effect of salinity stress on the performance of the tomato crop by exogenous application of chitosan. *Bulletin of the National Research Centre*, 44 (1), 10.1186/s42269-020-00435-4
- Zayed, M., Elkafafi, S., Zedan, A., Dawoud, S., 2017. Effect of Nano chitosan on growth, physiological and biochemical parameters of *Phaseolus vulgaris* under salt stress. *Journal of Plant Production*, 8 (5), pp. 577-585,
- Zhou, J., Wu, J.C., Du, B.M., Li, P.L., 2016. A comparative study on drought resistances of four species of lianas. *Jiangsu J. Agric. SCI*, 32, pp. 674-679

## Araştırma Makalesi / Research Article

**Screening of Lipid Production Capacities of *Bacillus* sp. Strains Isolated from Soil and Lipid Staining with Different Staining Techniques**Elif DEMİRKAN<sup>1\*</sup>, İrem YILDIRIM<sup>2</sup>

Bursa Uludağ University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Biology, Bursa

Corresponding author <sup>1</sup>\*e-mail: edemirkan@uludag.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-5292-9482><sup>2</sup> e-mail: ireemlp@gmail.com ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0001-0979-5810>

Geliş Tarihi: 14.03.2023 ;Kabul Tarihi: 14.09.2023

**Abstract**

Microbial lipids have been attracting more and more attention in recent years as promising raw materials for the production of biodiesel and value-added compounds. In the current economic and environmental situation, finding new renewable sources of lipids will be crucial. Recent research has necessitated the search for new efficient microbial producers with lipid production efficiency. For this purpose, 50 *Bacillus* sp. strains previously isolated from the soil were screened for their lipid production capacity. As a result of the production using a single-cell oil production medium, only two *Bacillus* spp. strains showed growth. These bacteria were named as *Bacillus* sp. E40 and *Bacillus* sp. E226. Bacteria were then characterized in terms of their biomass, lipid yields, and lipid contents. The biomass of *Bacillus* sp. E40 and E226 bacterial isolates, were 0,28 and 0,22 g.L<sup>-1</sup>, respectively. The highest lipid content was reached by E226 with 54.5%. *Bacillus* sp. E40 lipid content was determined as 46.4%. In addition, both intracellular lipid staining and colony staining demonstrated the presence of lipids. With this study, it was reported for the first time that local *Bacillus* sp. strains isolated from soil have lipid producing capacity.

**Keywords***Bacillus*; Lipid; Staining;  
Sudan Black B**Topraktan İzole Edilen *Bacillus* sp. Suşlarının Lipid Üretim Kapasitelerinin Taranması ve Farklı Boyama Teknikleri ile Lipid Boyama****Öz**

Mikrobiyal lipitler, biyodizel ve katma değerli bileşiklerin üretimi için umut verici hammaddeler olarak son yıllarda giderek daha fazla dikkat çekmektedir. Mevcut ekonomik ve çevresel durumda, yeni yenilenebilir lipit kaynakları bulmak çok önemli olacaktır. Son araştırmalar, lipit üretim verimliliğine sahip yeni verimli mikrobiyal üreticilerin araştırılmasını gerekli kılmıştır. Bu amaçla daha önce topraktan izole edilen 50 *Bacillus* sp. suşu lipid üretme kapasiteleri açısından taranmıştır. Tek hücreli yağ üretimi ortamında yapılan üretim sonucunda bu bakterilerden sadece iki *Bacillus* sp. suşları üreme göstermiştir.

**Anahtar kelimeler***Bacillus*; Lipid; Boyama;  
Sudan Siyahı B

Bu bakterilerden sadece 2 *Bacillus* sp. suşu tek hücreli yağ üretimi ortamında üremiştir. Bu bakteriler *Bacillus* sp. E40 ve *Bacillus* sp. E226 olarak adlandırıldı. Bakteriler daha sonra biyokütleleri, lipit verimleri ve lipid içerikleri açısından karakterize edildi. *Bacillus* sp. E40 ve E226 bakteri izolatlarının biyokütlesi sırasıyla, 0,28 ve 0,22 g.L<sup>-1</sup> idi. En yüksek lipid içeriğine %54.5 ile E226'da ulaşılmıştır. *Bacillus* sp. E40 lipid içeriği %46.4 olarak belirlendi. Ek olarak, lipid varlığı hem hücre içi lipid boyama hem de koloni boyama ile gösterilmiştir. Bu çalışma ile topraktan izole edilen yerel *Bacillus* sp. suşlarının lipit üretme kapasitesine sahip olduğu ilk kez rapor edilmiştir.



## 1. Introduction

Oils produced from microorganisms are called as microbial oils or unicellular oils (SCOs). The composition of these oils is important because of their similarity to the composition of edible plants, animal oils and fats (Kyle and Ratledge 1992, Boswell *et al.* 1996). Lipids have been interested great in recent years due to their great potential for biotechnological uses, as well as their important properties such as sustainability and renewability. They are used in many products such as solvents, biosurfactants, food supplements, lubricants and nutraceuticals (Steen *et al.* 2010, Patel *et al.* 2020). The most important application area is the use of biodiesel, which can be used instead of petroleum-based diesel fuel. Biodiesel is considered an environmentally friendly alternative to fossil fuels as it contains zero or fewer emissions of gases such as sulfur oxides (SO<sub>x</sub>) and carbon monoxide (CO) (Gufrana *et al.* 2022).

Lipid-producing microorganisms have been isolated from soil, marine environments, sewage sludge and decomposing plant material in forests (Liu *et al.* 2010, Neema and Kumari 2013, Pan *et al.* 2009, Wang *et al.* 2014). While the main producers of lipids are yeasts, fungi and algae, it has been stated that bacteria do not produce enough lipids (Wynn and Ratledge 2005, Bellou *et al.* 2016, Li *et al.* 2008).

The most important fatty microorganisms are yeast (*Rhodotorula glutinis*, *Yarrowia lipolytica*, *Lipomyces starkeyi*, *Cryptococcus curvatus*), fungi (*Mucor rouxii*, *Alternaria* spp., *Aspergillus oryzae*), bacteria (Actinobacteria, Proteobacteria, *Streptomyces*, *Nocardia* spp.) and microalgae (*Scenedesmus*, *Nannochloropsis*, *Chlorella vulgaris*) (Gufrana *et al.* 2022). In oily microorganisms, the oil content can reach 70% of the biomass under suitable production conditions. A medium containing high concentrations of glucose and low concentrations of nitrogen is required to induce lipid production in microorganisms. Lipid accumulation occurs when nitrogen is depleted. (Ratledge 2004, Dzurendova *et al.* 2020). In such a nutrient medium, carbon is directed directly to lipid synthesis, and discrete oil

droplets of triacylglycerols are formed inside the cells. If nitrogen is depleted, biomass production decreases and lipid accumulation begins (Ratledge 2004, Wynn and Ratledge 2005). The main form of SCO is Triglycerides (TAG) and consists mainly of long-chain fatty acids with significant added value. The most general fatty acids produced by microorganisms are palmitic (C16:0), palmitoleic (C16:1), oleic (C18:1), linoleic (C18:2) acids (Llamas *et al.* 2020). In addition, polyunsaturated fatty acids (PUFA) or saturated (SFA) and monounsaturated (MUFA) fatty acids have gained importance. This is because they are used as a renewable energy source for the biodiesel industry (Patel *et al.* 2020).

The search for efficient microbial producers for microbial lipids, which has gained importance in recent years, is aimed at increasing the commercial potential of biological production of SCOs by using alternative low-cost renewable substrates (Bettencourt *et al.* 2020).

Studies are carried out on yeast and molds, which are generally eukaryotic in the production of microbial oil. The fact that these organisms produce large amounts of oil is related to cell size and structure. They have larger cell structures than prokaryotes. This makes them stand out more than bacteria (Denli and Tekin 2000). However, scientists are also working with bacteria as alternative sources, since bacteria can reproduce in a shorter time and even in simple fermentation conditions. In the literature, there is no source on lipid production by *Bacillus* strains. *Bacillus* sp. strains are extremely valuable bacteria in terms of producing important enzymes in the biotechnological field. In this study, it was aimed to reveal the productive *Bacillus* strains by determining the lipid production capacities of 50 *Bacillus* sp. strains isolated from different provinces soils in our previous studies.

## 2. Materials and Methods

### 2.1 Materials

In the present study, 50 previously isolated from different provinces soils *Bacillus* sp. strains in our culture collection were used (Demirkan *et al.* 2020). The localities where the *Bacillus* sp. strains used in the study were isolated and *Bacillus* spp. codes are given in table 1.

**Table 1.** The localities where *Bacillus* sp. strains are isolated and *Bacillus* spp. no.

No.	Locality isolated	<i>Bacillus</i> spp. No
1	Adana (Kozan)	E46
2	Adana (Merkez)	E291
3	Antalya (Merkez)	E283
4	Antalya (Alanya)	E302
5	Amasya (Merkez)	E5
6	Amasya (Suluova)	E8
7	Ankara (Haymana)	E228
8	Artvin (Arhavi)	E216
9	Balıkesir (Merkez)	E274
10	Balıkesir (Bigadiç)	E226
11	Bartın (Merkez)	E101
12	Bilecik (Merkez)	E182
13	Bilecik (Bozüyük)	E271
14	Burdur (Bucak)	E70
15	Burdur (Göhlhisar)	E313
16	Bursa (Nilüfer)	E264
17	Bursa (Orhangazi)	E316
18	Denizli (Merkez)	E171
19	Denizli (Çal)	E168
20	Edirne (Merkez)	E109
21	Edirne (Havsa)	E321
22	Eskişehir (Merkez)	E154
23	Hatay (Merkez)	E89
24	İstanbul (Çatalca)	E224
25	İstanbul (Şile)	E312
26	Kastamonu (Merkez)	E114
27	Kayseri (Merkez)	E185
28	Kırklareli (Merkez)	E16
29	Kırklareli (Kofçaz)	E21
30	Kocaeli (Merkez)	E166
31	Konya (Merkez)	E179
32	Konya (Akşehir)	E297
33	Kütahya (Merkez)	E40
34	Malatya (Merkez)	E129
35	Malatya (Yeşilyurt)	E207
36	Manisa (Merkez)	E35

37	Mersin (Merkez)	E212
38	Mersin (Anamur)	E315
39	Muğla (Merkez)	E261
40	Niğde (Merkez)	E190
41	Niğde (Bor)	E295
42	Ordu (Merkez)	E195
43	Sakarya (Merkez)	E94
44	Sakarya (Sapanca)	E230
45	Sinop (Merkez)	E205
46	Sivas (Merkez)	E132
47	Tokat (Merkez)	E151
48	Trabzon (Merkez)	E200
49	Tunceli (Merkez)	E63
50	Tunceli (Hozat)	E340

### 2.2. Screening and Culture Conditions

*Bacillus* sp. isolates were screened for single-cell oil production using of the medium composition described by Pan *et al.* (2009). The same amount of glucose was used instead of only xylose in the medium. *Bacillus* sp. strains from stocks were first grown in pre-incubation medium. The contents of the preincubation medium are (g/L) glucose 20.0, yeast extract 0.5, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5.0, MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 0.5 and KH<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>) 1.0 (250 ml Erlenmeyer flasks with 50 ml medium). Inoculated bacteria were grown in a shaker incubator at 150 rpm for 48 hours at 37°C. Then, 5 mL of the growth cultures with OD<sub>600</sub> = 0.3 were inoculated into a nitrogen-limited medium. This medium contains (g/L) Glucose 40.0, and yeast extract 1.0, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2.0, MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 1.5, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 7.0, NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 2.0 (250 ml Erlenmeyer flasks with 45 ml medium). Bacteria were incubated for 5 days at 37°C in a 150 rpm shaker.

### 2.3. Extraction of Single Cell Oil (SCOs)

Single-cell oil (SCOs) content was determined by the methods of Pan *et al.* (2009) and Andeden (2021). After five days of incubation, 50 mL of growth medium was centrifuged at 6000 rpm for ten minutes. The pellets obtained after centrifugation were washed twice with distilled water.

Different lysis methods have been used for cell lysis. Of these, in the freezing and thawing method, the pellets were kept in the freezer at -5°C for ten

minutes. The mixture was then exposed to boiling water for ten minutes. This process was repeated three times to allow complete cell lysis. As with the other lysis method, 300 mg glass beads of 0.5 mm diameter were used. Pellets were vortexed vigorously with glass beads for ten minutes. After both cell lysis methods, 10 mL of chloroform/methanol/water (1:1:0.8) mixture was added to the samples and stirred at room temperature for two-three hours. It was then centrifuged at 4000 rpm for five min. to allow complete separation of the upper and lower phases. Since there were unwanted parts such as cell debris in the lower phase after centrifugation, the lipids in the lower phase were carefully removed with a Pasteur pipette and transferred to a clean tube (Pan *et al.* 2009). The tubes were left open in the air overnight to evaporate all of the chloroform. Then the tubes were weighed, and the amount of lipid was calculated. Lipid productivity (1) and lipid content (2) were calculated with the following formula as gravimetrically (Akin 2017).

$$\text{Lipid productivity (g L}^{-1}\text{ d}^{-1}) = \frac{\text{weight of extracted oil (g)}}{\text{volume of culture} \times \text{time(day)}} \quad (1)$$

$$\text{Lipid content (\%)} = \frac{\text{lipid productivity (g/L)}}{\text{biomass (g/L)}} \times 100 \quad (2)$$

#### 2.4. Determination of culture dry weight

50 ml of culture (five days of production under production media and production conditions above) was collected by centrifugation (6000 rpm, ten min.) and washed with distilled water and centrifuged again. It was then dried to constant weight at 110°C. The weight of the biomass was determined gravimetrically (Wynn *et al.* 2001). Cell dry weight was calculated using the following equation (3) (Zainuddin *et al.* 2022).

$$\text{Cell dry weight (g L}^{-1}) = \frac{\text{Weight of the dried cell (g)}}{\text{Volume of biomass (L)}} \quad (3)$$

All values derived are the means of triplicate measurements.

#### 2.5. Lipid Staining

Lipid-producing *Bacillus* strains were selected and staining of both cells and colonies were performed to show the presence of lipids.

Sudan Black B and Nile red are generally used to stain intracellular lipids, but Sudan III staining was also performed in the study. For this purpose different dyeing methods were used. The staining was performed by using the Burdon (1946) method, bacterial cells were fixed on the slide, and 0.3 g Sudan Black B dye solution prepared in 70% ethanol was poured on the slide and stained for 15 minutes. The dye was then poured off and the slide was air-dried. It was washed with xylol and dried again. It was stained with 0.5% saffranin for five-ten seconds. Dye was spilled and washed with water. The slide was dried in air and examined under a light microscope (Nikon Eclipse E1000) with using immersion oil (Arda 2000).

On the other hand, in our study, a dye test was also performed with Sudan III staining for trial purposes by ourselves. After the bacterial cells were fixed on the slide, 0.08% g Sudan III dye solution prepared in 95% ethanol (Gogte *et al.* 1989) was dripped and waited for 15-20 minutes. The slide was washed with water, dried and examined under a microscope with using immersion oil. In addition, after Sudan III staining, the dye was poured and the slide was washed with water and stained with 0.5% safranin for five-ten seconds. It was then washed with water, dried and examined under a light microscope (Nikon Eclipse E1000, x100x) with oil immersion. The appearance of lipid granules in the cell in blue-black or blue-gray color under the microscope was evaluated as positive (Arda 2000).

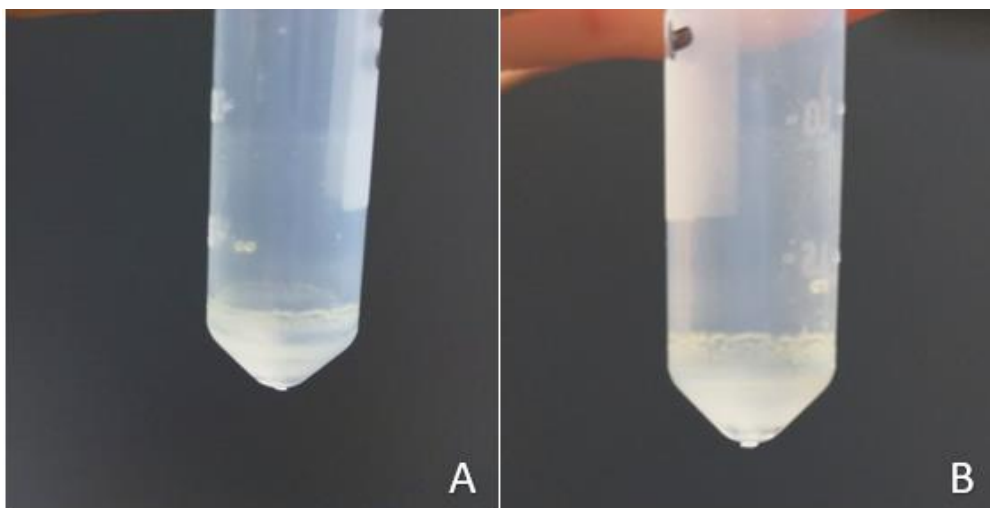
To demonstrate the presence of lipids in the colonies, Gogte *et al.* (1989)'s method was used. For this purpose, bacteria were inoculated on nitrogen-limited agar medium by smear method and grown for five days at 37°C. Whatman no:1 filter paper was placed on the colonies that grew in the petri dish and the colonies were transferred to the filter paper. The filter paper containing the colonies was dried at 50°C for 30 minutes. Then, it was stained with 0.08 g Sudan Black B dye prepared in 95%

ethanol for 20 minutes. The dye was removed with 95% ethanol and the filter paper was washed again in 95% ethanol for five-ten minutes and then air-dried. Colonies with lipid content were considered as lipid positive with their blue or grayish appearance.

### 3. Results and Discussion

The use of microbial lipids in various biotechnological applications is a promising alternative. In this study, *Bacillus* sp. strains that have not been studied on lipid production before were included in the trial. It was screened whether

*Bacillus* sp. strains, which are industrially good producers of extracellular enzymes, produce lipids. In the study, 50 *Bacillus* sp. strains previously isolated from different provinces soils were used. Of these bacteria, 48 bacteria were not found to grow in the single-cell oil production medium, and two bacteria were found to grow. These bacteria were *Bacillus* sp. E40 isolated from Kütahya soil and *Bacillus* sp. E226 isolated from Balıkesir soil. In the study, two different methods were applied for cell lysis, which was the first step in lipid extraction, and it was seen that the best lysis method was performed with beads (Fig. 1A and 1B).



**Figure 1.** (A) Lipid extraction after cell lysis by freeze-thaw method, (B) Lipid extraction after cell lysis with glass beads.

Bacteria were then characterized for their biomass, lipid yields, lipid contents as listed in Table 2. The biomass of *Bacillus* spp. E40 and E226 bacterial isolates were relatively low, 0.28 and 0.22 g.L<sup>-1</sup>, respectively. However, the highest lipid content was reached by E226 with 54,5%. *Bacillus* spp. E40 lipid content was determined as 46,4%.

**Table 2.** Lipid characterization of *Bacillus* sp. strains.

Bacteria	Biomass (g.L <sup>-1</sup> )	Lipid yield (output) (g.L <sup>-1</sup> .d. <sup>-1</sup> )	Lipid content (%)
<i>Bacillus</i> spp. E40	0.28	0.13	46.4
<i>Bacillus</i> spp. E226	0.22	0.12	54.5

When the results obtained in this study were compared with the results of studies with oily yeasts in the literature, it was found that the percentage of oil content of both *Bacillus* strains was higher. For example, *C. tropicalis* V139 had 27% oil content (biomass 3.56 g.L<sup>-1</sup>), while *M. pulcherrima* V213 (biomass 3,5 g.L<sup>-1</sup>) was 29%. The highest lipid content (64%) was reported to be obtained from *P. kudriavzevii* V194 (Bettencourt *et al.* 2020). Pan *et al.* (2009) found that the lipid content in yeasts varied between 38,94% to 17,32% in their studies with fatty yeast cells. On the other hand, it was stated that the same yeast species had different lipid content. The percentage of lipid content of *Prunus domestica* PD D2 and *Prunus domestica* PD F1 was found to be 34.8 and 27.3, respectively. Their biomasses were 8.0 and 7.3 (g/L), respectively (Maina *et al.* 2017).

Lipid contents of *Yarrowia lipolytica* JCM 232 different media were examined and 78,3% lipid content was reported in one medium (biomass 8,29 g/L) (Zainuddin *et al.* 2022).

Comparing the biomass of oily yeasts with *Bacillus* sp. biomass, *Bacillus* biomass remained relatively low. This can be explained by the size and cell structure of the cells. This is because of the yeasts are larger in size than bacteria.

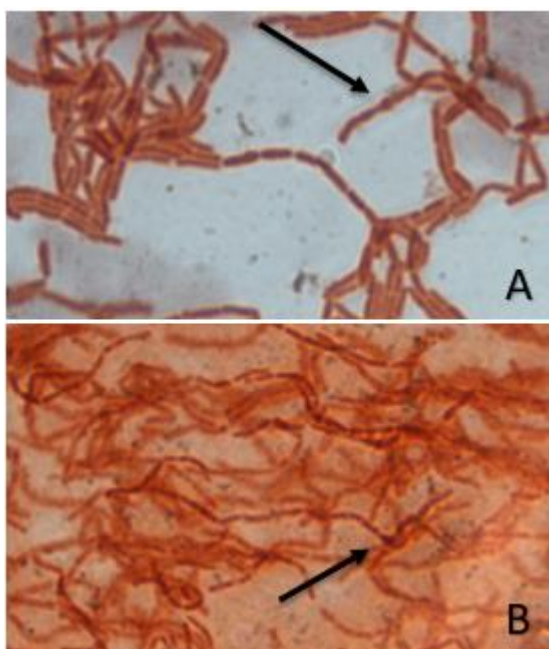
Although several oily filamentous fungi have been identified and investigated for SCO production, high production costs and technical difficulties still make the process less attractive compared to traditional lipid sources for biodiesel production (Mhlongo *et al.* 2021).

Lipid production was investigated in the presence of different carbon sources. 43% lipid yield from *Trichoderma viride* NRC 314 in the presence of dextrose at five days (Ali and El-Ghonemy 2014), 26% lipid yield from *Mucor circinelloides* URM4182 in the presence of sugarcane molasses at five days (Bento *et al.* 2020), 25% lipid yield from *Mortierella alpina* NRRL-A-10995 in the presence of glucose at 14 days (Mironov *et al.* 2018), and 32% lipid yield from *Mucor circinelloides f. lusitanicus* ATCC 1216B in the presence of hydrolyzed whey permeates at five days (Chan *et al.* 2020) has been obtained. It was determined that some molds were good lipid producers, among them 60% of *Cunninghamella japonica* and 86% of *Mortierella isabellina* (Denli and Tekin 2000).

It was stated that the main lipid producers are yeasts, fungi and algae, while bacteria are bad producers (Wynn and Ratledge 2005, Li *et al.* 2008, Bellou *et al.* 2016). But, marine bacteria, particularly the genus of Photobacterium, Shewanella, Colwellia, Photobacterium, Psychromonas, Moritella, Alteromonas and Vibrio, are found to be one among the major microbial producers of polyunsaturated fatty acids (Moi *et al.* 2018). On the other hand, it was observed that three bacteria from a total of 27 isolates obtained from both marine and freshwater sources were strongly positive for lipid accumulation. Among these three, highest percentage i.e. 27,5% of lipid was produced by the isolate No. PM2 (*Brevibacillus laterosporus*), around 14.4% lipid content was noted for the isolate No. PM5 (unidentified organism) and about 3.06% lipid content for isolate No. AlkM3 (*Sphingomonas paucimobilis*) (Masurkar *et al.* 2023). In this study, *Bacillus* sp. E226 was found to be more efficient with 54,5% lipid production. Although yeasts and molds have an important place in microbial oil production, it is important that the *Bacillus* strains we used in

our study produced higher oil than some oily yeast and fungi.

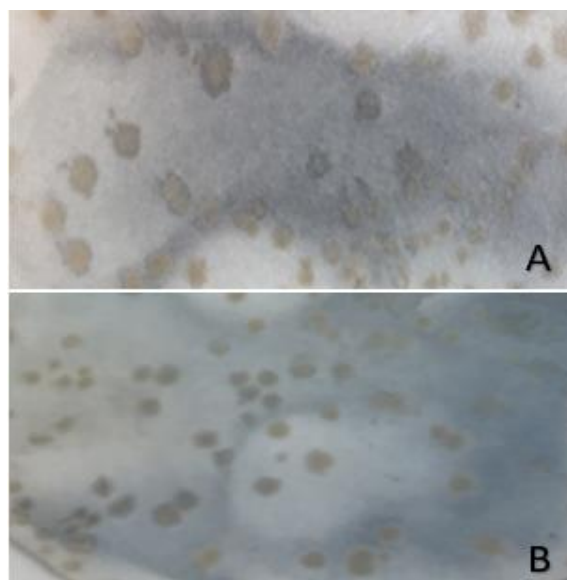
On the other hand, both intracellular lipid staining and colony staining showed the presence of lipids in two *Bacillus* strains. In microbial lipid dyeing, Sudan Black B is recommended because it is superior to other Sudan dyes 8 (Hartman 1940, Published online: 12 Jul 2009). In the experiments, the presence of lipids could not be demonstrated in Sudan III cell staining. In the study performed with Sudan Black B staining, the cells were seen as blue-black or blue-grey in the examination with using immersion oil under the light microscope (100x) in intracellular staining for both bacteria (Figures 2A and 2B).



**Figure 2.** Sudan Black B staining in *Bacillus* spp. E226 (A) and *Bacillus* spp. E40 (B) cells.

On the other hand, bacterial colonies that grew on the petri dish for five days were also stained. Colonies on the Petri dish were transferred to Whatman No:1 paper and after staining on the paper, it was observed that the colonies were grayish in color (Figures 3A and 3B).

When the results of both stainings were also examined, in this study, it was reported that the bacteria were lipid producers.



**Figure 3.** Lipid staining of *Bacillus* spp. E226 (A) and *Bacillus* spp. E40 (B) colonies on Whatman no:1 filter paper.

This study was the first to report that two *Bacillus* bacteria isolated from different provinces soils were also single-celled oil producers. As a result of detailed studies on this subject (fermentation temperature, pH, degree of aeration, sugar type and concentration as carbon source, determination of C/N ratio and fat content), these bacteria could be included in the class of oily organisms. Because, microorganisms that can lipid accumulate more than 20% of their biomass, such as bacteria (*Bacillus*), yeasts, molds and algae, are known as oleaginous microorganisms (Madani *et al.* 2017). That can be used in various biotechnological processes could have potential.

#### 4. References

- Akın, D., 2017. Biochemical and genetic assessment of high value lipid production from local thermo-resistant green microalgae strain. Master thesis, Middle East Technical University The Graduate School of Natural and Applied Sciences, Ankara, 132.
- Ali, T.H. and El-Ghonemy, D.H., 2014. Optimization of culture conditions for the highest lipid production from some oleaginous fungi for biodiesel preparation. *Asian Journal of Applied Sciences*, **2**, 2321–2893.
- Andeden, E.E., 2021. Stres koşullarının bazı mikroalg türlerinde lipit verimine ve triaçilgliserol (tag) içeriğine etkisinin gen ekspresyon düzeyinde ortaya

- konulması ve yağ asidi profili ile ilişkili biyodizel kalitesinin araştırılması. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 107.
- Arda, M., 2000. Temel Mikrobiyoloji. Medisan Yayıncılık, 285-298.
- Bellou, S., Triantaphyllidou, I.E., Aggeli, D., Elazzazy, A. M., Baeshen, M.N. and Aggelis, G., 2016. Microbial oils as food additives: recent approaches for improving microbial oil production and its polyunsaturated fatty acid content. *Current Opinion in Biotechnology*, **37**, 24–35.
- Bento, H.B.S., Carvalho, A.K.F., Reis, C.E.R. and De Castro, H.F., 2020. Single-cell oil production and modification for fuel and food applications: assessing the potential of sugarcane molasses as culture medium for filamentous fungus. *Industrial Crops and Products*, **145**, 3–6.
- Bettencourt, S., Miranda, C., Pozdniakova, T.A., Sampaio P., Franco-Duarte, R. and Pais, C., 2020. Single cell oil production by oleaginous yeasts grown in synthetic and waste-derived volatile fatty acids. *Microorganisms*, **8**, 1–18.
- Boswell, K., Koskelo, E.K., Carl, L., Glaza, S., Hensen, D.J., Williams, K.D. and Kyle, D.J., 1996. Preclinical evaluation of single-cell oils that are highly enriched with arachidonic acid and docosahexaenoic acid. *Food and Chemical Toxicology*, **34**, 585–593.
- Chan, L.G., Dias, F.F.G., Saarni, A., Cohen, J., Block, D., Taha A.Y. and Bell, J.M., 2020. Scaling up the bioconversion of cheese whey permeate into fungal oil by *Mucor circinelloides*. *Journal of the American Oil Chemists Society*, **97**, 703–716.
- Demirkan, E., Kut, D., Sevgi, T., Dogan, M. and Baygin, E., 2020. Investigation of effects of protease enzyme produced by *Bacillus subtilis* 168 E6-5 and commercial enzyme on physical properties of woolen fabric. *The Journal of The Textile Institute*, **111**, 26–35.
- Denli, Y. and Tekin A., 2000. Oil production and microorganisms. *Gıda*, **25**, 265–270.
- Dzarendova, S., Zimmermann, B., Tafintseva, V., Kohler, A., Ekeberg, D. and Shapaval, V., 2020. The influence of phosphorus source and the nature of nitrogen substrate on the biomass production and lipid accumulation in oleaginous Mucoromycota fungi. *Applied Microbiology and Biotechnology*. **104**, 8065–8076.
- Gogte, S., Polasa, K. and Rukmini, C., 1989. Screening for oleaginous yeasts using replica printing technique coupled with densitometric scanning. *Current Science*, **58**, 1406–1408.
- Gufrana, T., Islam, H., Khare, S., Pandey, A. and Radha, P., 2022. In-situ transesterification of single-cell oil for biodiesel production: a review. *Preparative Biochemistry and Biotechnology*, **2**, 1–16.
- Hartman, T.L., 1940. The use of Sudan Black B as a bacterial fat stain. *Stain Technology*, **15**, 23–28.
- Kyle, D.J. and Ratledge, C., 1992. Industrial application of single cell oils. AOCs Publishing, 245–250.
- Li, Y., Horsman, M., Wu, N., Lan, C.Q. and Dubois-Calero, N., 2008. Biofuels from microalgae. *Biotechnology Progress*, **24**, 815–820.
- Liu, G.Q., Lin, Q.L., Jin, X.C., Wang, X.L. and Zhao, Y., 2010. Screening and fermentation optimization of microbial lipid-producing molds from forest soils. *African Journal of Microbiology Research*, **4**, 1462–1468.
- Llamas, M., Dourou, M., González-Fernández, C., Aggelis, G. and Tomás-Pejó, E., 2020. Screening of oleaginous yeasts for lipid production using volatile fatty acids as substrate. *Biomass Bioenergy*, **138**, 2–8.
- Maina, S., Pateraki, C., Kopsahelis, N., Paramithiotis, S., Drosinos, E.H., Papanikolaou, S. and Koutinas, A., 2017. Microbial oil production from various carbon sources by newly isolated oleaginous yeasts. *Engineering in Life Sciences*, **17**, 333–344.
- Masurkar, A.A.K., Gone, G.B., Patil, K.V. and Pandey, K.R., 2023. Production of single cell oils from bacterial sources. *Journal of Microbiology and Biotechnology*, **8**, 2–9.
- Madani, M., Enshaeiehb, M. and Abdoli, A., 2017. Single cell oil and its application for biodiesel production. *Process Safety and Environmental Protection*, **111**, 747–756.
- Mironov, A.A., Nemashkalov, V.A., Stepanova, N.N., Kamzolova, S.V., Rymowicz, W. and Morgunov, I.G., 2018. The effect of pH and temperature on

- arachidonic acid production by glycerol-Grown *Mortierella alpina* NRRLA-10995. *Fermentation*, **4**, 1–17.
- Mhlongo S.I., Ezeokoli O.T., Roopnarain, A., Ndaba, B., Sekoai, P.T., Habimana, O. and Pohl, C.H., 2021. Derived from filamentous fungi as alternative feedstock sources for biodiesel production. *Frontiers in Microbiology*, **12**, 2–3.
- Moi, I.M., Leow, A.T., Ali, M.S., Rahman, R.N., Salleh, A.B. and Sabri, S., 2018. Polyunsaturated fatty acids in marine bacteria and strategies to enhance their production. *Applied Microbiology and Biotechnology*, **102**, 5811–5826.
- Neema, P.M. and Kumari, A., 2013. Isolation of lipid producing yeast and fungi from secondary sewage sludge and soil. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, **7**, 283–288.
- Pan, L.X., Yang, D.F., Shao, L., Li, W., Chen, G.G. and Liang, Z.Q., 2009. Isolation of the oleaginous yeasts from the soil and studies of their lipid-producing capacities. *Food Technology Biotechnology*, **47**, 215–220.
- Patel, A., Karageorgou, D., Rova, E., Katapodis, P., Rova, U., Christakopoulos, P. and Matsakas, L., 2020. An overview of potential oleaginous microorganisms and their role in biodiesel and omega-3 fatty acid-based industries. *Microorganisms*, **8**, 2–40.
- Ratledge, C., 2004. Fatty acid biosynthesis in microorganisms being used for single cell oil production. *Biochimie*, **86**, 807–815.
- Steen, E.J., Kang, Y., Bokinsky, G., Hu, Z., Schirmer, A., McClure, A., del Cardayre, S.B. and Keasling, J.D., 2010. Microbial production of fatty-acid-derived fuels and chemicals from plant biomass. *Nature*, **463**, 559–562.
- Wang, B., Rezenom, Y.H., Cho, K.C., Tran, J.L., Lee, D.G., Russell, D.H., Gill, J.J., Young, R. and Chu, K.H., 2014. Cultivation of lipid-producing bacteria with lignocellulosic biomass: Effects of inhibitory compounds of lignocellulosic hydrolysates. *Bioresource Technology*, **161**, 162–170.
- Wynn, J.P., Hamid, A.A., Li Y. and Ratledge, C., 2001. Biochemical events leading to the diversion of carbon into storage lipids in the oleaginous fungi *Mucor circinelloides* and *Mortierella alpina*. *Microbiology*, **147**, 2857–2864.
- Wynn, J.P. and Ratledge, C., 2005. *Food Biotechnology*. CRC Press, 443–472.
- Zainuddin, M.F., Fai, C.K., Mohamed M.S., Abdul Rahman, N.A. and Halim, M., 2022. Production of single cell oil by *Yarrowia lipolytica* JCM 2320 using detoxified desiccated coconut residue hydrolysate. *PeerJ*, **10**, e12833.



# A Dispersive Liquid-Liquid Micro Extraction-Gas Chromatography-Mass Spectrometric Method for The Determination of 4-Nonylphenol in Water Samples

Sabahattin DENİZ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Marmara University, Faculty of Technology, Textile Engineering Department, Istanbul, 34854, Türkiye

e-posta: sdeniz@marmara.edu.tr

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-8153-2417>

Geliş Tarihi: 11.08.2023

;Kabul Tarihi: 02.10.2023

## Abstract

In this study an environmentally-friendly, uncomplicated, and responsive method involving dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) was presented for the isolation and analysis of 4-nonylphenol in aquatic environments. The extraction process employed the undecanol–water dispersive liquid-liquid system to isolate 4-nonylphenol. Essential variables impacting the efficiency of microextraction, such as the quantities of 1-undecanol and acetonitrile, as well as the ionic strength of the aqueous solution, were fine-tuned. Furthermore, the chromatographic parameters of the Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) were optimized for precise analysis, and the analysis of 4-nonylphenol was conducted using a linear calibration curve spanning 2-1000 µg/L, achieving a rapid 6-minute retention time. The method exhibited a detection limit of 0.05 µg/L and a preconcentration factor of 188. Analyte recovery rates ranged from 96% to 103%, having a relative standard deviation below 3%. The applied procedure was effectively evaluated for its suitability in examining tap water and river water samples.

### Keywords

4-Nonylphenol; GC-MS;  
Liquid-liquid micro  
extraction;  
Preconcentration

## Su Örneklerinde 4-Nonylphenolün Tayini için Dispersif Sıvı-Sıvı Mikroekstraksiyon-Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometrik Bir Yöntem

### Öz

Bu çalışmada çevre dostu, basit ve oldukça hassas bir teknik olan dağılım sıvı-sıvı mikroekstraksiyon (DLLME) yöntemi, sulu ortamlarda 4-nonylphenolün ayırma ve analizi için geliştirilmiştir. Ekstraksiyon işlemi, 1-undekanol-su dağılım sıvı-sıvı sistemi kullanılarak 4-nonylphenolün izolasyonunu içermiştir. 1-undekanol ve asetonytril miktarı ile sulu çözeltinin iyonik şiddeti gibi mikroekstraksiyon verimliliğini etkileyen temel değişkenler hassas bir şekilde ayarlanmıştır. Ayrıca, Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi (GC-MS) cihazının kromatografik parametreleri de hassas analiz için optimize edilmiş ve 4-nonylphenol analizi 2-1000 µg/L aralığında lineer kalibrasyon eğrisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir, bu sayede hızlı bir 6 dakikalık alıkonma süresi elde edilmiştir. Yöntem, 0.05 µg/L tespit limiti ve 188 ön zenginleştirme faktörüne sahiptir. Analit geri kazanım oranları %96 ile %103 aralığındadır ve göreceli standart sapma %3'ün altındadır. Geliştirilen prosedür, musluk suyu ve nehir suyu örneklerinin incelenmesi için etkili bir şekilde değerlendirilmiştir.

### Anahtar kelimeler

4-Nonylphenol; GC-MS;  
Sıvı-sıvı  
mikroekstraksiyon; Ön  
zenginleştirme

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Introduction

In many applications that provide comfort and convenience in our daily lives, unfortunately, numerous harmful chemical substances can pollute the environment. These harmful chemicals pose a serious threat to the living organisms in their

respective environments (Deniz *et al.* 2018). The problem of exposure to harmful chemicals has been notable in emerging nations, and among these chemicals are alkylphenols (APs). Out of these chemicals, 4-nonylphenol is the more prevalent and extensively studied alkylphenol. 4-Nonylphenol

(4-NP) is a major degradation product of nonylphenol ethoxylates. It is widely used as a nonionic surfactant in various industrial and agricultural applications, pesticide formulations, lubricant additives, textile printing, dyeing auxiliaries, and various other consumer goods. Additionally, it stands out as the predominant component of the extensively studied anthropogenic pollutant known as nonylphenol (Fukamachi *et al.* 2004, Abdulla Bin-Dohaish *et al.* 2012, Zheng *et al.* 2018, Erarpat *et al.* 2019, Xu *et al.* 2020, Weatherly *et al.* 2023). 4-Nonylphenol (4-NP) has been identified as a carcinogenic and teratogenic substance, and more recently, It has been considered a trigger for the beginning of a number of neuropsychiatric conditions in humans. (Fukamachi *et al.* 2004, Jie *et al.* 2013, Xu *et al.* 2020). Multiple studies have indicated that 4-nonylphenol is frequently detected in a wide range of food items, including vegetables, fruits, crops, dairy products, beverages, in aquatic environments such as soil, ground water, river, tap water. It is believed that these contaminations may originate from packaging materials (Jie *et al.* 2013, Zheng *et al.* 2018, Xu *et al.* 2020).

Environmental water quality criteria for NPs have been set up by the US EPA as a consequence to the increased awareness of potential health hazards, suggesting thresholds of 6.6 µg/L in freshwater and 1.7 µg/L in saltwater. (Erarpat *et al.* 2019, Weatherly *et al.* 2023). Due to both the adverse effects of 4-nonylphenol on the environment and human health and its easy release, several countries, including the USA, Canada, and China, have implemented strict regulations to control its usage. As a result, the detection and analysis of 4-nonylphenol have sparked significant interest among researchers.

NP, arising from the degradation of alkylphenol ethoxylates, constitutes around 80% of the alkylphenol ethoxylates' decomposition products. The expression "nonylphenol" encompasses a broad variety of isomeric substances characterized by the common formula  $C_6H_4(OH)C_9H_{19}$ . NP consists of a blend of para-, ortho-, and meta-isomers, with para-NP (4-NP) prevailing as the most prevalent with a molecular mass of 220.34 g/mol.

Various analytical techniques have been utilized to examine 4-NP in various sample matrices. Among these techniques are included High-Performance Liquid Chromatography (HPLC) (Zhou *et al.* 2011, Staniszewska *et al.* 2018), Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) (Chormey *et al.* 2023, Hailiang *et al.* 2023), and voltammetry (Zhang *et al.* 2018). Highly sensitive analytical methods should be chosen when analyzing analytes at low levels. On the other hand, regardless of the sensitivity of the analysis method, the matrix in which the analyte is present can hinder the accurate analysis of the analyte at very low levels. Therefore, in many analyses, different extraction or preconcentration methods are applied prior to analysis. Liquid-liquid extraction (LLE), solid phase extraction (SPE) are traditional extraction techniques employed for isolating analytes from complex sample solutions with diverse matrices (Anthemidis *et al.* 2009). Nonetheless, these approaches frequently consume a significant amount of time, and the solvents used in the extraction process can be toxic and have high vapor pressures (Soylak *et al.* 2011). In recent times, there has been notable interest in environmentally friendly methods aimed at reducing the use of toxic organic solvents. Liquid phase microextraction methods have been formulated involving a focus on the principles of green chemistry (Urucu *et al.* 2019). For this purpose, in the literature, various methods such as cloud point extraction (CPE) (Aydın Urucu *et al.* 2013; 2014), single drop microextraction (SDME) (Xiao *et al.* 2006), supramolecular solvent-based microextraction (SUSME) (Zhao *et al.* 2018), dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) (Fattahi *et al.* 2007), deep eutectic solvent-based microextraction (DESME) (Aracier *et al.* 2023), switchable solvent-based microextraction (SSME) (Aydın Urucu *et al.* 2021) and ionic liquid microextraction (ILME) (Altunay *et al.* 2019) have been employed for the extraction or preconcentration of numerous organic and inorganic analytes from different matrices.

In this study, the analysis of 4-nonylphenol in aqueous environments using GC-MS was performed with high sensitivity for the first time by employing the microextraction method with 1-undecanol. Optimum parameters were determined using

undecanol-acetonitrile (ACN) as the extraction solvent mixture in dispersive liquid-liquid microextraction method to accurately analyze 4-NP in aqueous environment using GC-MS. The method was then applied to a real river water sample.

## **2. Material and Method**

### **2.1 Material**

4-nonylphenol (4NP) was purchased from Sigma, while 1-undecanol, acetonitrile (ACN), methanol (for GC), and sodium chloride (NaCl) were acquired from Merck.

### **2.2 Instrumentation**

Gas chromatographic analysis were performed using an Agilent 5975C 7890 gas chromatographic system, and an HP 5973 mass employed for the identification and quantification of 4-nonylphenol in samples. Chromatographic experiments were conducted using an HP-5MS column having dimensions of 30m×250 µm i.d.×0.25 µm. A 1.0 µL sample volume was injected into the system using the splitless mode. High-purity helium served as the carrier gas, flowing at a rate of 1.0 mL min<sup>-1</sup>. The column temperature program consisted of a single ramp from 110 °C (held for 1.0 min.) to 320 °C at a rate of 30 °C/min. (held for 3.0 min.), total run time is 11 minutes. The MS source and transfer line temperatures were set at 280 °C and 290 °C, respectively. For NP quantification, the selected ions were 107 and 220 (m/z). Compound identification was conducted using the Wiley 9N11 library on ChemStation and The Nist Mass Spectral Search Program (V2.0)

### **2.3 Sample**

Samples of water, including both faucet water and river water, were gathered within Turkey. Each sample was then filtered using a membrane filter with a pore size of 0.45 µm. Subsequently, the filtered samples were stored in polyethylene bottles at 4 °C, away from light.

### **2.3 Extraction Procedure**

Into a 15 mL conical falcon tube, 1 mL of a methanol solution containing 4NP at a concentration of 100 µg/L, along with 200 µL of 1-undecanol, was added. Additionally, the ionic strength was adjusted to 4% using a NaCl solution. Then, 0.2 mL of acetonitrile (ACN) was introduced, and the final volume was adjusted to 10 mL with distilled water. After 20 seconds mixing by vortex, the mixture was centrifuged at a speed of 6000 rpm for a duration of 10 minutes. Due to its lower density in compared to water, small droplets of 1-undecanol were observed to be floating on the surface of the aqueous solution. After the sample tube was cooled in an ice bath, the organic solvent solidified and adhered to the inner surface of the sample tube. The water phase was then carefully extracted using a pipette, while the organic phase was diluted by methanol to a final volume of 2 mL. Subsequently, to account for the possibility of the mixture containing traces of water, the mixture was evaporated with the nitrogen evaporating system until it reached the volume of the added 1-undecanol. After reconstitution with methanol (1 mL), the sample underwent filtration using a 0.45 µm filter and then introduced to GC-MS.

## **3. Results and Discussion**

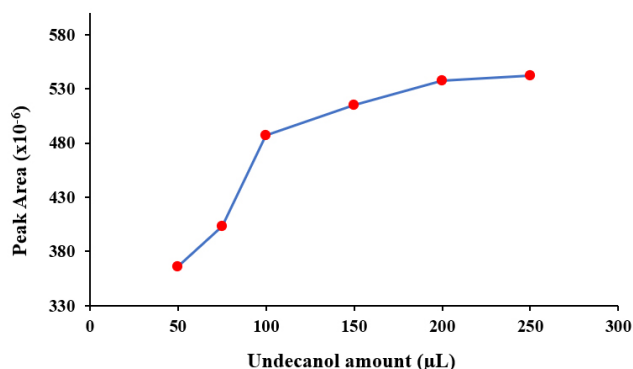
In this work, the DLLME (dispersive liquid liquid microextraction) technique combined with GC-MS was employed to detect 4-nonylphenol in water samples. Important parameters including the quantities of extraction solvents and the effect of salt were thoroughly investigated and optimized to achieve high enrichment factors.

### **3.1. Effect of 1-undecanol Amount**

In the DLLME method, the choice of the extracting solvent plays a critical role in attaining elevated recovery rates and enrichment factors. The extracting solvent needs to exhibit specific characteristics, including minimal toxicity, limited water solubility, reduced volatility, a melting point near room temperature, and should not disrupt the analytical methods employed for the assessment of the substances. (Urucu *et al.* 2019). Therefore, 1-undecanol (m.p. ~14 °C) and 1-dodecanol (m.p. ~25.5

°C) were evaluated as potential extraction solvents. The use of 1-undecanol resulted in higher extraction efficiency compared to 1-dodecanol, leading to the selection of 1-undecanol as the preferred extraction solvent.

The impact of different volumes of 1-undecanol on the dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) of 4-NP was examined within the range of 50-250  $\mu\text{L}$ , while maintaining the remaining analytical parameters constant. The findings indicated a swift augmentation in the analytical signal. within the range of approximately 50 to 100  $\mu\text{L}$  of 1-undecanol, and then gradually increased within the range of 100-200  $\mu\text{L}$ . However, beyond 200  $\mu\text{L}$ , the analytical signal remained constant. Consequently, the enrichment factor decreased as the volume of 1-undecanol increased. The most favorable analytical response was achieved with a 200  $\mu\text{L}$  quantity of 1-undecanol; consequently, this volume was selected for subsequent trials. (Figure 1).

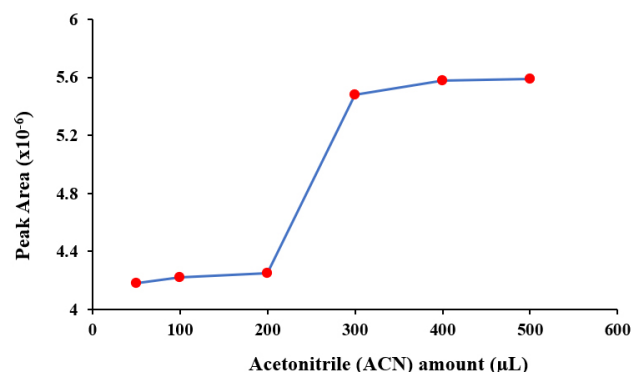


**Figure 1.** The effect of 1-undecanol amount on the extraction of 4NP.

### 3.2. Effect of Acetonitrile (ACN) Amount

Acetonitrile is an organic solvent that is miscible with water; therefore, it is commonly used to enhance the extraction efficiency when extracting organic compounds from aqueous environments using an organic solvent (Hu *et al.* 2021, Bakanov *et al.* 2023). In this study, to investigate the effect of acetonitrile on the extraction and enrichment efficiency, other parameters were kept constant while working with 50 - 500  $\mu\text{L}$  of ACN. The extraction efficiency was observed to be low up to 200  $\mu\text{L}$  and then showed a rapid increase between 200-300  $\mu\text{L}$ , remaining constant thereafter (Figure

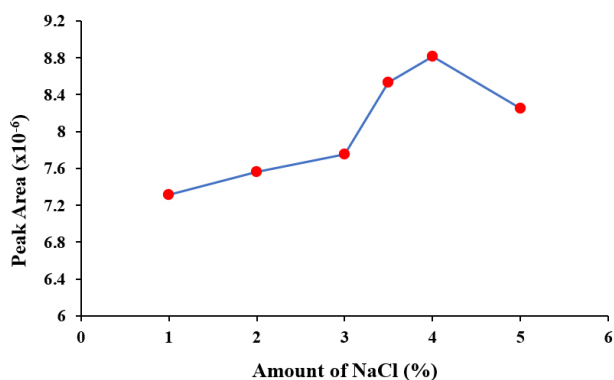
2). Therefore, the use of acetonitrile in the extraction process was found to enhance the extraction efficiency, and the optimum amount of ACN was determined to be 300  $\mu\text{L}$ . Subsequent experiments were conducted using this amount.



**Figure 2.** The effect of acetonitrile (ACN) amount on the extraction of 4NP.

### 3.3. Ionic strength of solutions

The ionic strength of aqueous solutions is determined by the concentration of dissolved ions and the ion charges in water, generally increasing as the ion concentration rises. Neutral salts are frequently employed to enhance the ionic potency of aqueous solutions. Ionic strength plays a significant role in the extraction of dispersed organic compounds using an organic solvent. As the ionic strength of the aqueous solution increases, the distribution of organic compounds in the aqueous phase decreases, resulting in an increased transfer to the organic phase (Xue *et al.* 2014). This effect, known as salting-out, can enhance the extraction efficiency by increasing the ionic strength of the aqueous solution with a neutral salt. In this study, the ionic strength of the aqueous solution was increased using a NaCl solution, and experiments were conducted with NaCl concentrations ranging from 1% to 5% to determine the optimal NaCl amount. As illustrated in Figure 3, the optimal NaCl concentration was found to be 4%."



**Figure 3.** The effect of salt (NaCl) amount on the extraction of 4NP.

### 3.4. Influence of Sample Volume

The influence of sample volume on the extraction of 4NP was investigated across the range of 10 to 100 mL, employing model solutions prepared under optimum conditions. Complete retrieval of the analyte was accomplished for sample volumes reaching up to 75 mL. The preconcentration factor of 4NP was evaluated by computing the proportion between the maximum and minimum final sample volumes of 75 mL and 0.4 mL respectively, resulting in a factor of 188.

### 3.5. Analytical Parameters and Application to Real Samples

For quantitative gas chromatographic analysis, it is necessary to first observe the presence of 4NP using a specific chromatographic system and determine its retention time. In this study, under the chromatographic conditions provided in section 2.2, a peak corresponding to 4NP was observed in the chromatogram at a retention time of 6.13 minutes. Total ion chromatogram and library search reports for 4-nonylphenol were given in Figure 4.

On the other hand, Figure 5 displays the chromatogram and the obtained calibration curve for standard solutions prepared in the concentration range of 2-1000 µg/L for the quantitative analysis of 4NP. Based on the collected data, a linear calibration curve was established across a broad concentration range under the specified chromatographic conditions.

The GC-MS analysis of 4NP generated a calibration curve that exhibited linearity within the concentration range of 2-1000 µg/L, accompanied by an excellent correlation coefficient ( $R^2$ ) of 0.9989. The calculated preconcentration factor, derived

from the proportion of phase volumes, equated to 188. The method's limit of detection (LOD) was defined as 0.05 µg/L using the 3Sb/m approach (where Sb represents the standard deviation of the blank solution, with a sample size of  $n = 7$ , and m denotes the calibration curve slope). The relative standard deviations (RSD) obtained from seven replicates of 2 µg/L 4NP measurements were 2.8%. The precision of the suggested DLLME technique was evaluated employing the standard addition approach. Different quantities of 4-nonylphenol were added to river water and tap water samples, and the concentrations of 4-nonylphenol were subsequently determined using the developed extraction procedure. The results and recoveries are displayed in Table 1, indicating a strong agreement between the obtained results and the added values.

**Table 1.** Determination of 4-Nonylphenol in Water Samples

Sample	Added amount of 4NP (µg/L)	Detected concentration of 4NP (µg/L)	Recovery (%)
Faucet water	0	n.d.	n.d.
	2	1.92	96.40±0.5
	10	9.89	98.92±0.3
	20	19.85	99.27±0.1
River water	0	n.d.	n.d.
	2	1.93	96.60±0.6
	10	10.26	102.60±0.5
	20	20.24	101.17±0.1

## 4. Conclusion

In this study, a highly sensitive, simple, and environmentally friendly method is proposed for the dispersive liquid-liquid microextraction followed by GC-MS analysis of 4-nonylphenol, a concerning environmental contaminant in aqueous environments. The extraction process was carried out using 1-undecanol in the presence of acetonitrile, under a 4% NaCl environment. After the extraction process. GC-MS analysis of 4-

nonylphenol was completed in a short 6-minute retention time. The proposed procedure exhibits a low detection limit of 0.05 µg/L and excellent R.S.D. values of 2.8%. Furthermore, the technique was applied to actual samples, including faucet water and river water, and it exhibited recoveries of nearly 100% in the analyses. With an enrichment factor of

188, the method is believed to be a highly effective approach for the analysis of 4-nonylphenol in aqueous environments.

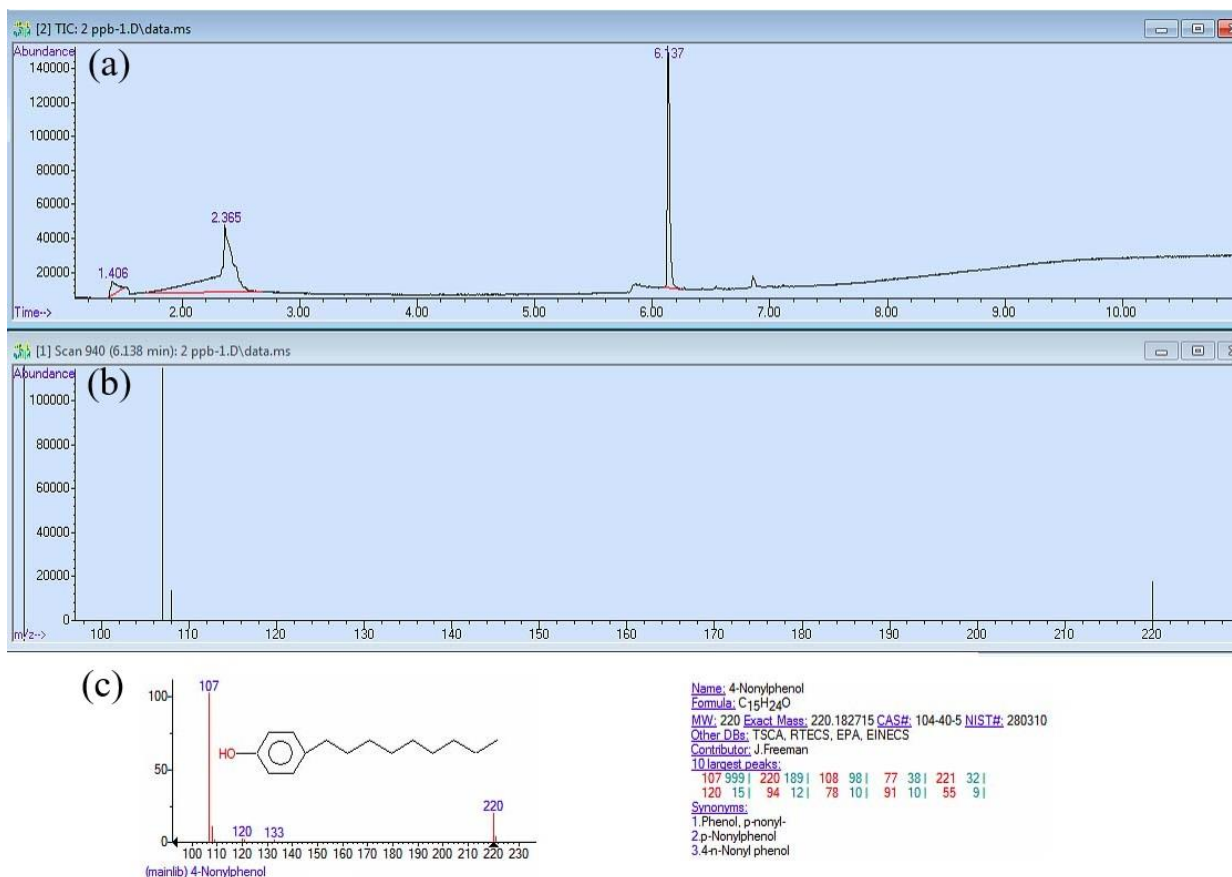
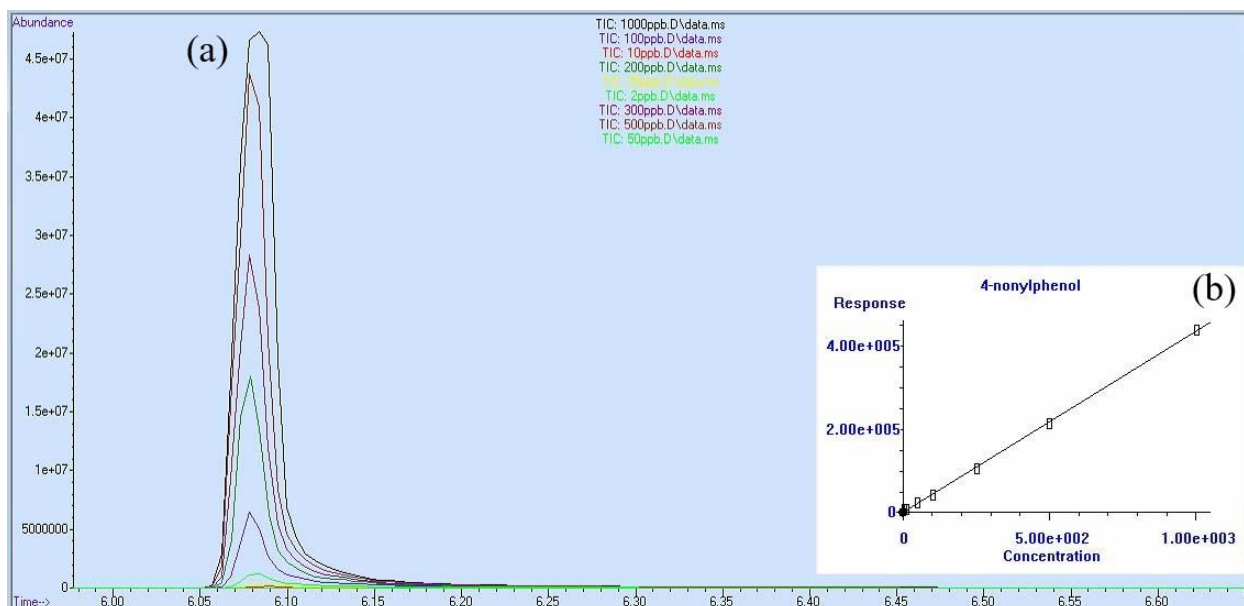


Figure 4. Total Ion Chromatogram (a), mass spectrum (b) and Library Search Report (c) for 4-Nonylphenol.



**Figure 5.** Chromatograms of Calibration Standards (a) and Calibration Curve (b) of 4-Nonylphenol.

## 5. References

- Abdulla Bin-Dohaish, E. J., 2012. The effects of 4-nonylphenol contamination on livers of Tilapia fish (*Oreochromus spilurs*) in Jeddah, *Biological Research*, **45(1)**,15-20.
- Altunay, N., Elik, A., Gürkan, R., 2019. A simple and green microextraction procedure for extraction of morin in food and beverages using ionic liquid, *Food Analytical Methods*, **12**, 1747-1758.
- Anthemidis, A. N., Ioannou, K. I. G., 2009. Recent developments in homogeneous and dispersive liquid-liquid extraction for inorganic elements determination. A review, *Talanta*, **80(2)**,413-421.
- Aracier, E. D., Kök Yetimoğlu, E., Aydın Urucu, O., 2023. An eco-friendly and sensitive deep eutectic solvent-based liquid-phase microextraction procedure for extraction preconcentration of Pb (II) ions, *Analytical Sciences*, **39**, 1065-1071.
- Aydın Urucu, O. A., Yurtman Gündüz, Z., Deniz, S., Kök Yetimoğlu, E., Aydın, A., 2014. A novel ligand for cloud point extraction to determine gold content in ore samples, *Environmental Chemistry Letters*, **12**, 449-453.
- Aydın Urucu, O., Aracier, E.D., 2021. Switchable solvent based liquid phase microextraction method for detection of cadmium in water samples with flame atomic absorption spectrometry, *Journal of AOAC International*, **140(3)**, 645-649.
- Aydın Urucu, O., Yurtman Gündüz, Z., Kök Yetimoğlu, E., 2013. Cloud point preconcentration of gold (III) and determination by flame atomic absorption spectrometry, *Indian Journal of Chemical Technology*, **20**, 106-110.
- Bakanov, N., Honert, C., Eichler, L., Lehmann, G. U., Schulz, R., Brühl, C. A., 2023. A new sample preparation approach for the analysis of 98 current-use pesticides in soil and herbaceous vegetation using HPLC-MS/MS in combination with an acetonitrile-based extraction, *Chemosphere*, **331**, 138840.
- Chormey, D. S., Bakirdere, S., 2023. Enhancing the quantification accuracy for selected endocrine disruptors in different tea samples by GC-MS using matrix matching calibration strategy, *Microchemical Journal*, **191**, 108875.



- Deniz, S., Dartan, G., Türkmenoğlu, Y. K., 2018. Sistein İçeren Yeni Bir Adsorban Sentezi ve Sulu Ortamdan Pb (II) ve Hg (II) İyonlarının Giderimi, *Marmara Fen Bilimleri Dergisi*, **30(3)**, 195-200.
- Erarpat, S., Bodur, S., Chormey, D.S., Bakırdere, S., 2019. Switchable solvent liquid-phase microextraction-gas chromatography-quadrupole isotope dilution mass spectrometry for the determination of 4-n-nonylphenol in municipal wastewater, *Microchemical Journal*, **144**, 1-5.
- Fattahi, N., Assadi, Y., Hosseini, M. R. M., Jahromi, E. Z., 2007. Determination of chlorophenols in water samples using simultaneous dispersive liquid-liquid microextraction and derivatization followed by gas chromatography-electron-capture detection, *Journal of Chromatography A*, **1157(1-2)**, 23-29.
- Fukamachi, K., Han, B.S., Kim, C.K., Takasuka, N., Matsuoka, Y., Matsuda, E., Yamasaki, T., Tsuda, H., 2004. Possible enhancing effects of atrazine and nonylphenol on 7,12-dimethylbenz[ $\alpha$ ]anthracene-induced mammary tumor development in human c-Ha-ras proto-oncogene transgenic rats, *Cancer Sci*, **95**, 404-410.
- Hailiang, Y. I. N., Tao, S. U. N., Tongna, Z. H. O. U., Xinliang, L. I. U., Yuan, P. A. N., Youhe, W. A. N. G., Di, L. I. U., 2023. Simultaneous determination of nine APs and BPA in water by solid-phase extraction and GC-MS analysis, *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, **51(7)**, 100258.
- Hu, S., Zhao, M., Wang, Z., Yang, J., Chen, D., Yan, P., 2021. Development of a pH-dependent homogeneous liquid-liquid extraction by cold-induced phase separation in acetonitrile/water mixtures for determination of quinolone residues in animal-derived foods, *Journal of Chromatography A*, **1649**, 462235.
- Jie, X., Li, J., Zheng, F., Lei, G., Biao, Z., Jie, Yu., 2013. Neurotoxic effects of nonylphenol: a review, *Wiener Klinische Wochenschrift*, **125**, 61-70.
- Peng, G., He, Q., Al-Hamadani, S., Zhou, G., Liu, M., Zhu, H., Chen, J., 2015. Dispersive liquid-liquid microextraction method based on solidification of floating organic droplet for the determination of thiamphenicol and florfenicol in environmental water samples, *Ecotoxicology and Environmental Safety*, **115**, 229-33.
- Pirsaheb, M., Fattahi, N., Shamsipur, M., 2013. Determination of organophosphorous pesticides in summer crops using ultrasound-assisted solvent extraction followed by dispersive liquid-liquid microextraction based on the solidification of floating organic drop, *Food Control*, **34**, 378-385.
- Soylak, M., Unsal, Y. E., Yilmaz, E., Tuzen, M., 2011. Determination of rhodamine B in soft drink, waste water and lipstick samples after solid phase extraction, *Food and Chemical Toxicology*, **49(8)**, 1796-1799.
- Staniszewska, M., Nehring, I., Falkowska, L., Bodziach, K., 2018. Analytical methods for determination of bisphenol A, 4-tert-octylphenol and 4-nonylphenol in herrings and physiological fluids of the grey seal, *MethodsX*, **5**, 1124-1128.
- Urucu, O. A., Yetimoğlu, E. K., Dönmez, Ş., Deniz, S., 2019. Undecanol-ethanol-water ternary system-based microextraction for the detection of cadmium, *Journal of the Serbian Chemical Society*, **84(4)**, 435-443.
- Weatherly, S., Lyons, R., 2023. The photolytic conversion of 4-nonylphenol to 4-nonylcatechol within snowpack of the Palisade Glacier, Sierra Nevada, CA, USA, *The Science of The Total Environment*, **876**, 162835.
- Xiao, Q., Hu, B., Yu, C., Xia, L., Jiang, Z., 2006. Optimization of a single-drop microextraction procedure for the determination of



- organophosphorus pesticides in water and fruit juice with gas chromatography-flame photometric detection, *Talanta*, **69(4)**, 848-855.
- Xu, Y., Sun, M.-H., Xu, Y., Ju, J.-Q., Pan, M.-H., Pan, Z.-N., Sun, S.-C., 2020. Nonylphenol exposure affects mouse oocyte quality by inducing spindle defects and mitochondria dysfunction, *Environ. Pollut.*, **266(1)**, 114967.
- Xue, L., Zhang, D., Wang, T., Wang, X., Du, X., 2014. Dispersive liquid-liquid microextraction followed by high performance liquid chromatography for determination of phthalic esters in environmental water samples, *Analytical Methods*, **6**, 1121-1127.
- Zhang, Y., Yan, P., Wan, Q., Yang, N., 2018. Integration of chromium terephthalate metal-organic frameworks with reduced graphene oxide for voltammetry of 4-nonylphenol, *Carbon*, **134**, 540-547.
- Zhao, W., Zhao, J., Zhao, H., Cao, Y., Liu, W., 2018. Supramolecular solvent-based vortex-mixed microextraction: Determination of chiral triazole fungicide in beer samples, *Chirality*, **30(3)**, 302-309.
- Zheng, L., Zhang, C., Ma, J., Hong, S., She, Y., Abd Ei-Aty, A.M., He, Y., Yu, H., Liu, H., Wang, J., 2018. Fabrication of a highly sensitive electrochemical sensor based on electropolymerized molecularly imprinted polymer hybrid nanocomposites for the determination of 4-nonylphenol in packaged milk samples, *Analytical Biochemistry*, **559**, 44-50.
- Zhou, Q., Gao, Y., Xie, G., 2011. Determination of bisphenol A, 4-n-nonylphenol, and 4-tert-octylphenol by temperature-controlled ionic liquid dispersive liquid-phase microextraction combined with high performance liquid chromatography-fluorescence detector, *Talanta*, **85(3)**, 1598-1602.

AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 051202 (1112-1121)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 051202 (1112-1121)

DOI: 10.35414/akufemubid.1347411

Araştırma Makalesi / Research Article

# L-Sistein Tayini için Çiçek Benzeri DOPANFs Modifiye Kalem Grafit Elektroda Dayalı Basit Bir Elektrokimyasal Sensör

Mükerrem FINDIK<sup>1</sup><sup>1</sup>Melikşah Mh. Ulusöz Sk. 8/17, 42090, Konya, Türkiye

Sorumlu yazar e-posta: mmukerrem@gmail.com

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-9441-0814>

Geliş Tarihi: 21.08.2023

Kabul Tarihi: 02.10.2023

## Öz

### Anahtar Kelimeler

Hibrit nanoçiçek;  
Kalem grafit elektrot;  
L-sistein;  
Elektrokimyasal sensör

L-sisteinin (L-Cys) elektrokimyasal tayini için yeni bir tek kullanımlık çiçek benzeri DOPANFs modifiye edilmiş kalem grafit elektrot üretildi. DOPANFs'in yapısı SEM, EDX, FTIR ve XPS analizleri ile karakterize edildi. Karakterizasyon, DOPANFs'in üç boyutlu hiyerarşik çiçek benzeri bir yapı sergilediğini göstermiştir. DOPANFs modifiye kalem grafit elektrotun (PGE) elektrokimyasal özelliği döngüsel voltametri (CV) tekniği ile incelendi. L-Cys tayini için diferansiyel puls voltametri (DPV) tekniği kullanılarak daha hassas ölçümler yapıldı. L-Cys için 1-20 µM doğrusal aralığında tayin sınırı 0.989 µM olarak hesaplandı.

## A Simple Electrochemical Sensor Based on Flower-like DOPANFs Modified Pencil Graphite Electrode for L-Cysteine Determination

### Abstract

### Keywords

Hybrid nanoflowers;  
Pencil graphite  
electrode; L-cysteine;  
Electrochemical sensor

A novel disposable flower-like DOPANFs modified pencil graphite electrode for the electrochemical determination of L-cysteine (L-Cys) has been fabricated. The structure of DOPANFs was characterised by SEM, EDX, FTIR and XPS analyses. The characterization showed that DOPANFs exhibited a three-dimensional hierarchical flower-like structure. The electrochemical property of DOPANFs modified pencil graphite electrode (PGE) was investigated by cyclic voltammetry (CV) technique. More sensitive measurements were made by using differential pulse voltammetry (DPV) technique for L-Cys determination. The limit of detection for L-Cys in the linear range 1-20 µM was calculated as 0.989 µM.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Biyomoleküller doğal sistemde küresel bir öneme sahiptir ve klinik, biyolojik, biyoteknolojik ve biyokimyasal alanlarda önemli bir rol oynamaktadır (Arul vd. 2022, Zaeifi vd. 2022). L-Cys, biyolojik sistemlerde molekül içi çapraz bağlanmayı sağlayan ve disülfid bağları yoluyla proteinlerin ikincil yapılarını ve işlevlerini destekleyen, insan vücudunda üretilen yaklaşık 20 amino asitten biridir (Atacan 2019, Manibalan vd. 2022). L-Cys, romatoid artrit, lizozomal anormallikler, sistinüri, Alzheimer ve Parkinson hastalıkları gibi çeşitli hastalıklarla ilişkilendirilmektedir (Kalinke vd. 2022, Kurniawan vd. 2019, Huang vd. 2022). Bu nedenle, L-Cys için basit bir tespit yönteminin geliştirilmesi klinik ve biyolojik çalışmalar için büyük önem taşımaktadır.

Son yıllarda L-Cys miktarını belirlemek için çeşitli teknikler kullanılmaktadır. Bunlar yüksek performanslı sıvı kromatografisi, kapiler elektroforez, kemilüminesans ve floresans gibi tekniklerdir. Fakat bu tekniklerin yerinde analiz yapamama, pahalı cihaz gereksinimi, karmaşık ve uzun analiz süresi gibi birçok dezavantajı vardır (Tao vd. 2012, Kubalczyk vd. 2014, Liu vd. 2014, Malkondu ve Erdemir 2022). Elektrokimyasal metot ise düşük maliyet, basitlik, yüksek hassasiyet, minyatürleştirme ve kolay kullanım gibi çeşitli faydaları nedeniyle L-Cys'in tespiti için tercih edilmektedir (Yang vd. 2021, Jerome vd. 2020, Cao vd. 2018).

L-Cys tayini için şimdiye kadar birçok elektrokimyasal sensör rapor edilmiştir. Bu sensörlerin destek malzemesi olarak sıfır boyutlu

(0D) morfolojiye sahip nanopartiküllerden, 1D yapıya sahip nanoçubuklara ve 2D yapıya sahip nanotabakalara, yapı taşları olarak 2D nanomalzemeler ile oluşturulmuş 3D hiyerarşik olarak yapılandırılmış malzemelere kadar çeşitli nanoyapılı malzemeler tasarlanmıştır (dos Santos Silva vd. 2013, Gallo vd. 2014, gev d. 2012, Wang vd. 2016, Kazemi vd. 2016, Hosseini vd. 2013). Bununla birlikte, bu nanomalzemelerin uygulanmasında karmaşık prosedürler, yüksek maliyetler ve özellikle karmaşık numuneler tespit edildiğinde zayıf tekrarlanabilirlik ve miktar belirleme gibi birçok dezavantaj da gözlemlenmiştir. Bu nedenle 3D hiyerarşik yapıya sahip çiçek benzeri nanomalzemeler, mükemmel katalitik özellikleri nedeniyle endüstriyel biyokataliz ve biosensörler gibi çeşitli çalışma alanlarında çok çeşitli biyoteknoloji uygulamaları sağladığı için tercih edilmektedir (He vd. 2016, Lee vd. 2015). Özellikle hibrit nanoçiçeklerin hazırlanması açısından, mevcut birçok nanomalzemeye kıyasla, düşük üretim maliyetinin yanı sıra yüksek verimlilik, kolay üretim ve biyoyumluluk gibi avantajları da vardır (Cui ve Jia 2017, Findik 2023). Daha geniş bir spesifik yüzey alanına sahip üç boyutlu nanoçiçekler, daha fazla sayıda immobilizasyon sağladıkları için gelişmiş algılama verimliliği sağlar (Yang vd. 2022).

Bu zamana kadar L-cys tayini için 3D hiyerarşik yapıya sahip çiçek benzeri nanomalzeme destekli elektrokimyasal sensör geliştirilmemiştir. Bu çalışmayla bu alana bir yenilik getirilmesi düşünülmüştür. Bu çalışmada, organik bileşen olarak L-DOPA ve inorganik bileşen olarak  $Cu_3(PO_4)_2$  kullanılarak organik-inorganik hibrit nanoçiçekler (DOPANFs) sentezlenmiştir. Sentezlenen DOPANFs ile PGE yüzeyi modifiye edilerek yeni bir elektrokimyasal nanosensör geliştirilmiştir. Geliştirilen bu nanosensör L-Cys tayini için kullanılmış ve hassas ve kararlı bir sensör üretildiği kanıtlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1 Kimyasallar

Çalışmada kullanılan bütün kimyasallar analitik reaktif sınıfındadır. Tüm sulu çözeltiler ultra saf su kullanılarak hazırlanmıştır. 3,4-Dihidroksi-L-fenilalanin (L-DOPA) ve L-sistein hidroklorür Sigma

Aldrich'ten satın alınmıştır.  $Na_2HPO_4$ ,  $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$ , KCl, NaOH,  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ,  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ ,  $K_3[Fe(CN)_6]$  ve  $CH_3COOH$  Merck'ten satın alınmıştır.

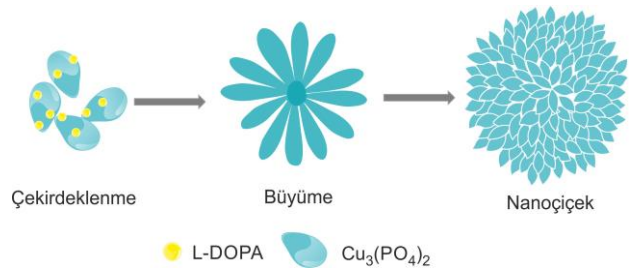
### 2.2 Analiz cihazları

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilen görüntü, 10.00 kX büyütme ve 20 kV hızlandırma voltajında bir Hitachi SU 1510 kullanılarak incelenmiştir. Numunenin bileşimi enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) kullanılarak incelenmiştir. ATR-FTIR spektrometresi (Perkin Elmer 100) kullanılarak, sentezlenen ürünün yapısal analizi 4000 ve  $500\text{ cm}^{-1}$  arasında karakterize edilmiştir. X-ışını Fotoelektron Spektrometresi (XPS) analizi K-Alpha X-ışını Fotoelektron Spektrometresi (Thermo Scientific, ABD) ile yapılmıştır.

CV ve DPV ölçümleri için IVIUM-CompactStat potansiyostat (Ivium Technologies, Hollanda) kullanılmıştır. Tüm testler üç elektrotlu sistemle yapılmıştır: karşı elektrot olarak platin tel, referans elektrot olarak Ag/AgCl/3 M KCl (BAS, Model RE-5B, W. Lafayette, ABD) ve çalışma elektrodu olarak kalem grafit elektrot (PGE, Tombow 0,5 2B, Tokyo, Japonya) kullanılmıştır.

### 2.3 L-DOPA nanoçiçeklerin (DOPANFs) hazırlanması

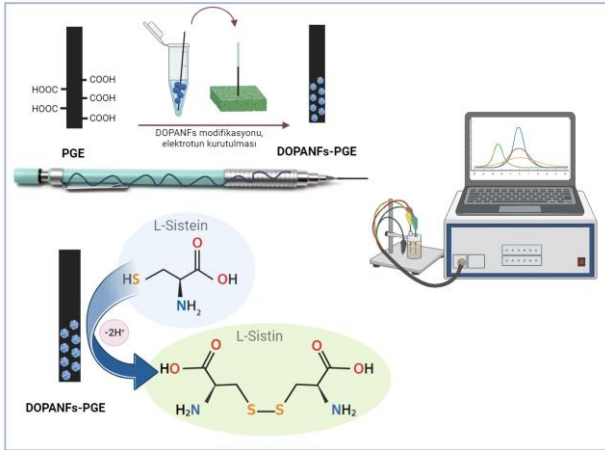
DOPANFs daha önceki bir protokole göre ilk kez sentezlendi (Findik vd. 2021<sup>a</sup>, Findik vd. 2021<sup>b</sup>). Öncelikle  $CuSO_4$  çözeltisi (20 mL, 120 mM), 20 mM PBS'de (pH 7,4) hazırlanan L-DOPA (60 mL) çözeltisine yavaş yavaş ilave edildi. Üç gün bekletildikten sonra elde edilen mavi ürün santrifüjde (10.000 rpm, 20 d) deiyonize su ile üç kez yıkandı ve 40 °C'de vakumlu etüvde kurutuldu. DOPANFs sentez sürecinin gösterimi Şema 1'de verilmiştir.



Şema 1. DOPANFs oluşumunun şematik gösterimi.

## 2.4 DOPANFs modifiye tek kullanımlık kalem grafit elektrotun (DOPANFs-PGE) hazırlanması

Modifikasyon öncesinde PGE, yüzeyi aktive etmek için asetat tampon çözeltisi (ABS; pH 4,8) içinde +1,4 V potansiyel ile 30 saniye boyunca ön işleme tabi tutulmuştur. Ardından, modifikasyon için her bir PGE pasif adsorpsiyon tekniği kullanılarak 30 dakika boyunca 100 µL DOPANFs çözeltisi (1 mg/mL) içeren şişelere daldırılmıştır. Bu aşamada yüzeyi karboksillenmiş elektrotun DOPANFs yapısında bulunan -NH<sub>2</sub> grupları ile etkileşime girebilmesi sağlanmıştır. DOPANFs ile modifiye edilmiş PGE daha sonra kuruması için 10 dakika boyunca yukarı doğru bir konuma yerleştirilmiştir. Şema 2'de, PGE yüzeyinin DOPANFs ile modifikasyonunun şematik gösterimi verilmiştir.



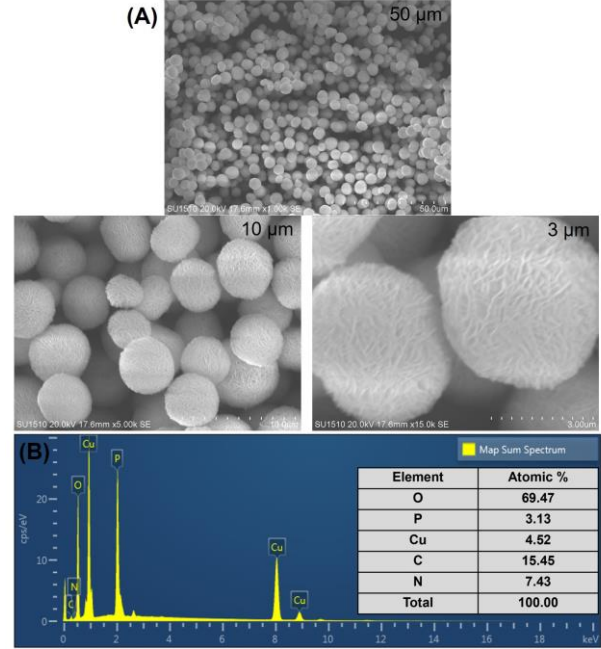
**Şema 2.** DOPANFs-PGE hazırlanması ve DOPANFs-PGE kullanılarak L-Cys'nin elektrokimyasal tespiti ve oksidasyon reaksiyonunun şematik gösterimi.

## 3. Bulgular

### 3.1 DOPANFs'nin karakterizasyonu

DOPANFs'nin morfolojisi SEM ve EDX teknikleri ile incelenmiştir. SEM (Şekil 1A) analizi, sentezlenen DOPANFs'nin 3D hiyerarşik mimariye, küresel ve çiçek benzeri bir oluşuma sahip olduğunu göstermektedir (Findik vd. 2021<sup>a</sup>, Findik vd. 2021<sup>b</sup>, Koca vd. 2023, Karslı vd. 2023, Liang vd. 2023). Ayrıca, tek bir nanoçiçeğin büyütülmüş görüntüsü, yapıdaki nanopedalleri açıkça sunmaktadır. Bu da malzemeye geniş bir yüzey alanı kazandırmaktadır. DOPANFs'nin element bileşimini doğrulamak için EDX analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 1B). Analizin

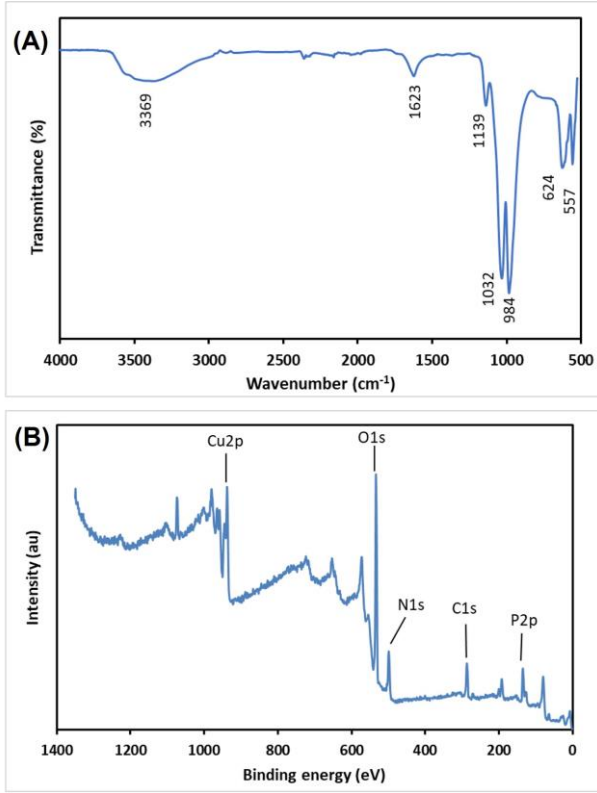
sonucu, nanoçiçeklerdeki Cu<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> ve L-DOPA bileşenlerinin öncelikle O, Cu, P ve N elementlerinden oluştuğunu ortaya koymaktadır (Findik vd. 2021<sup>a</sup>, Findik vd. 2021<sup>b</sup>, Karslı vd. 2023, Koca 2022).



**Şekil 1.** DOPANFs'a ait (A) SEM görüntüleri (a, b, c-farklı çözünürlükler) ve (B) EDX spektrumu

DOPANFs'nin FTIR spektrumu organik-inorganik hibrit nanoçiçeklerin tipik karakteristik absorpsiyon bantlarını içermektedir (Şekil 2A). Örneğin, 1139 ve 1032 cm<sup>-1</sup>'deki absorpsiyon bantları sırasıyla P = O ve P - O titreşimlerine atfedilir. 624 ve 557 cm<sup>-1</sup>'deki pikler PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> iyonunun varlığını gösteren O = P - O köprü grubunun pikleridir (Koca vd. 2023, Kılıç vd. 2023). L-DOPA'nın N - H pikleri de 3000-3600 cm<sup>-1</sup> bölgesindeki geniş pik ve 1623 cm<sup>-1</sup>'deki keskin pik ile ilişkilendirilmiştir (Saylam vd. 2021).

XPS analiz spektrumu (Şekil 2B), DOPANFs'in esas olarak Cu, P, O, C ve N'den oluştuğunu ortaya koymaktadır. Cu<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>'in Cu2p ve P2p sinyalleri 937,0 ve 133,0 eV'de görülürken, L-DOPA'nın N1s ve C1s sinyalleri 497,0 ve 289,0 eV'da görülmektedir (Findik vd. 2021<sup>a</sup>, Findik vd. 2021<sup>b</sup>, Yu vd. 2019). Ayrıca, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>'e ait O1s piki 534,0 eV'da gözlenmiştir (Yang vd. 2022). Yapısal ve morfolojik karakterizasyonlar sonucu, oluşan nanoçiçeklerin L-DOPA ve Cu<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O'dan oluştuğu kanıtlanmıştır.



Şekil 2. DOPANFs'a ait (A) FTIR spektrumu ve (B) XPS spektrumu.

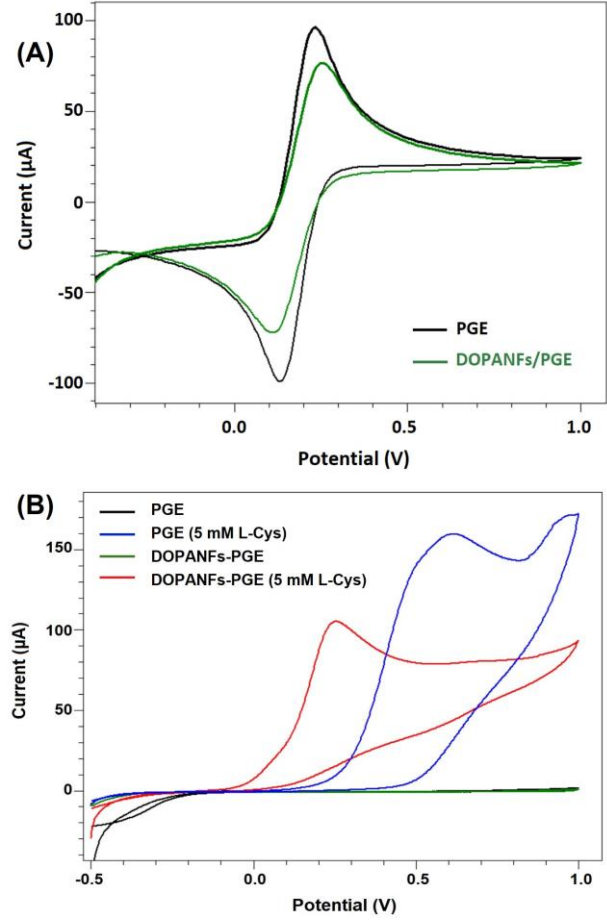
### 3.2 DOPANFs-PGE ile yapılan elektrokimyasal ölçümler

Üretilen DOPANFs-PGE yüzeyinin elektrokimyasal özelliği CV tekniği kullanılarak karakterize edilmiştir. Şekil 3A, PGE ve DOPANFs-PGE'nin 50 mV/s tarama hızında  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$  içeren 0,2 M KCl çözeltisindeki CV eğrilerini göstermektedir. Sonuç incelendiğinde, DOPANFs'nin PGE yüzeyine modifikasyonu pik akımında önemli bir düşüşe yol açmıştır. Bu da DOPANFs'nin elektronların redoks probundan elektrot yüzeyine transferini bloke etmesinden kaynaklanıyor olabilir (Yang vd. 2022). Bu da DOPANFs-PGE'nin başarılı bir şekilde üretildiğini desteklemektedir (Yang vd. 2022). PGE ve DOPANFs-PGE elektrotlarının elektroaktif yüzey alanları Randles-Sevcik denkleminde göre hesaplanmıştır (1) (Cummings ve Elving 1978):

$$I_p = (2.69 \times 10^5) \cdot n^{\frac{3}{2}} \cdot A \cdot C \cdot D^{\frac{1}{2}} \cdot v^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Bu denklemde, A: elektrot alanı ( $\text{cm}^2$ ),  $I_p$ : pik akım, C: konsantrasyon ( $\text{mol}/\text{cm}^3$ ), n: elektron stokiyometrisi, v: tarama hızı ( $\text{volt}/\text{sn}$ ) ve D: difüzyon katsayısını ( $\text{cm}^2/\text{s}$ :  $7,6 \times 10^6$ ) tanımlamaktadır. Denkleme göre, modifiye

edilmemiş PGE'nin yüzey alanı  $0,29 \text{ cm}^2$  olarak hesaplanırken DOPANFs-PGE'nin yüzey alanı  $0,23 \text{ cm}^2$  olarak hesaplanmıştır.

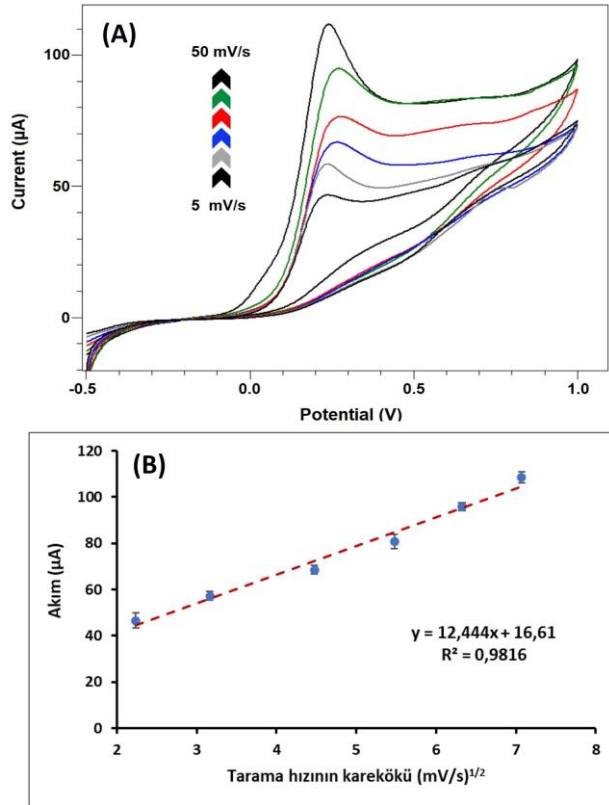


Şekil 3. (A) PGE ve DOPANFs-PGE yüzeylerinin 50 mV/s tarama hızında  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-}$  içeren 0,2 M KCl çözeltisindeki CV eğrileri ve (B) 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda 5 mM L-Cys çözeltisinin CV eğrileri.

Şekil 3B'de, 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda 5 mM L-Cys çözeltisinin PGE ve DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen CV eğrileri verilmiştir. Şekilde gösterildiği gibi, PGE yüzeyinin CV yanıtı 0,6 V'ta anodik bir pikten oluşurken, bu pik DOPANFs modifikasyonundan sonra 0,23 V'a kaymıştır. Potansiyeldeki bu düşüş, yüksek yüzey alanına sahip DOPANFs'nin iyi elektrokatalitik davranışı sonucu elektron transfer sürecinin hızını artırdığı şeklinde yorumlanabilir (Hosseini vd. 2013). Ayrıca, L-Cys pH 7'de negatif yüklü olduğundan, pozitif yüklü DOPANFs modifiye elektrot yüzeyine elektrostatik çekim de L-Cys yükseltgenme potansiyelindeki düşmeye katkıda bulunabilir (Silva vd. 2012). DOPANFs-PGE yüzeyinin akım türünü belirlemek için 5 mM L-Cys çözeltisinin farklı tarama hızlarındaki



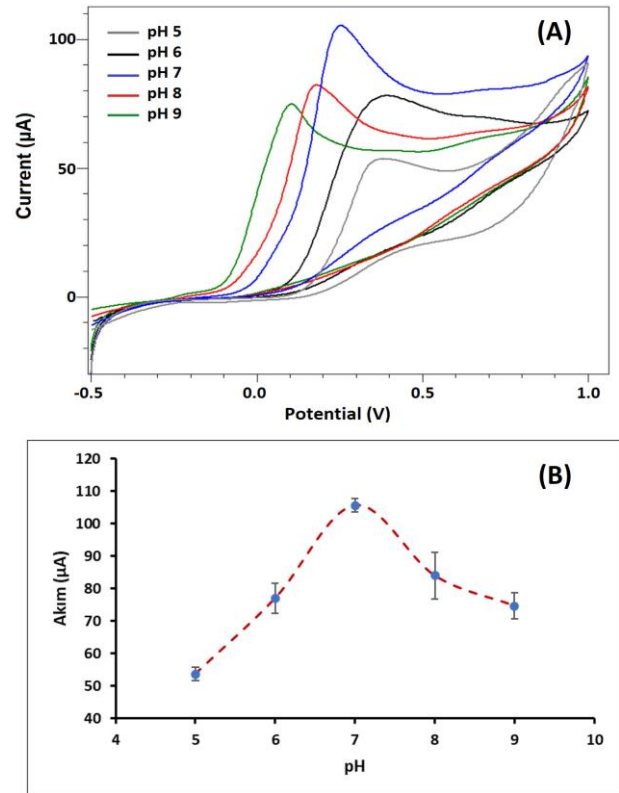
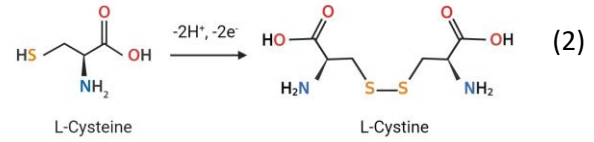
(10-50 mV/s) CV eğrileri Şekil 4A'da verilmiştir. Voltamogramlardan da görüldüğü gibi L-Cys çözeltisinin pik akımı tarama hızı arttıkça artmaktadır. Şekil 4B'de, tarama hızının karekökü ile L-Cys çözeltisinin yükseltgenme pik akımı şiddeti arasında doğrusal bir ilişki olduğu görülmektedir. Bu da akımın difüzyon kontrollü olduğunun bir göstergesidir ve kalibrasyon grafiğinden elde edilen doğru denklemi  $I_{pa}=12,444x+16,61$  ( $R^2=0,9816$ ) olarak bulunmuştur (Atacan 2019, Arul vd. 2022).



**Şekil 4.** (A) 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda 5 mM L-Cys çözeltilerinin farklı tarama hızlarında (5, 10, 20, 30, 40, 50 mV/s) DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen CV eğrileri ve (B) Anodik pik akımlarının tarama hızlarının kareköküne karşı doğrusal grafiği.

Elektrokimyasal sensör için önemli bir özellik, hedef analitin potansiyeli, pik şekli ve redoks mekanizması hakkında kapsamlı bilgi sunan elektrolitik destek ortamının (pH) etkisidir. Şekil 5'te PBS tamponunun farklı pH değerlerinde (5, 6, 7, 8, 9) 5 mM L-Cys çözeltisinin DOPANFs-PGE yüzeyinde CV tekniği kullanılarak elde edilen voltamogramları verilmiştir. Çalışma sonucuna göre, L-Cys çözeltisinin pik potansiyelleri pH 5'ten 9'a yükseldikçe negatif yönde kaymıştır. Bu da deprotonasyonun L-Cys'nin oksidasyonunda rol oynadığını göstermektedir.

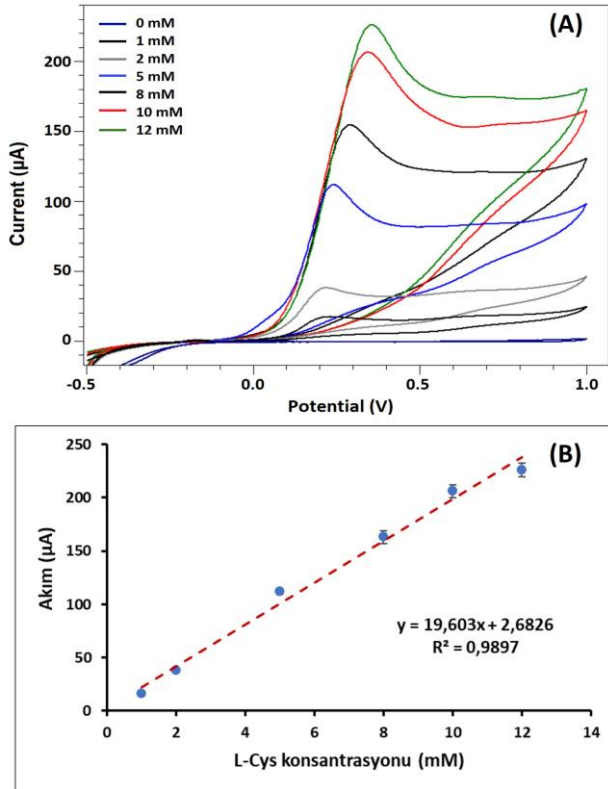
Ayrıca, oksidasyon pik akımları pH 5'ten 7'ye kadar artmış ve pH 7'den sonra kademeli olarak azalmıştır. pH 7, L-Cys tayini için optimum koşul olarak seçilmiştir. Potansiyel kayması, protonların L-Cys'in oksidasyonuna doğrudan katkıda bulunduğunu ve aşağıdaki denklemin olası bir mekanizma olduğunu göstermektedir (2) (Atacan 2019, Cao vd. 2018).



**Şekil 5.** (A) 0,1 M PBS tamponunda farklı pH'larda (5, 6, 7, 8, 9) 5 mM L-Cys çözeltilerinin DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen CV eğrileri ve (B) pH'a karşı anodik pik akımlarının grafiği.

0.1 M PBS (pH 7) tamponunda L-Cys çözeltisinin 0-12 mM konsantrasyon aralığında DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen CV eğrileri Şekil 6A'da verilmiştir. CV eğrilerine göre L-Cys çözeltisinin konsantrasyonu arttıkça yükseltgenme pik akımında belirgin bir artış olmuştur. Şekil 6B'deki L-Cys çözeltisinin konsantrasyonuna karşı yükseltgenme pik akımının kalibrasyon grafiğinin doğrusal olduğu görülmektedir. Kalibrasyon grafiğinden elde edilen doğru denklemi  $I_{pa}=19.603+2.6826$  ( $R^2=0.9897$ )

olarak bulunmuştur. Elektrokimyasal sensörler için sıklıkla kullanılan denklem ( $LOD=3\sigma/S$ , S: kalibrasyon eğrisinin hassasiyeti ve  $\sigma$ : on paralel boş sinyalin standart sapmasıdır) dikkate alınarak tespit limiti belirlenmiştir (Çakıroğlu vd. 2019). Kalibrasyon eğrisi denkleminde elde edilen sonuca göre elektrotun tayin sınırı (LOD) 0,083 mM olarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuç geliştirilen elektrotun L-Cys tayini için yararlı olduğunu göstermektedir. Yüksek konsantrasyonlarda çalışırken CV tekniği daha doğru sonuçlar verirken düşük konsantrasyonlarda şarj akımının (faradik olmayan süreç) en aza indirildiği ve oldukça hassas bir teknik olan DPV tekniği tercih edilmektedir (Atacan 2019). Bu yüzden, araştırma daha düşük konsantrasyon aralıklarında DPV tekniği kullanılarak da gerçekleştirilmiştir.



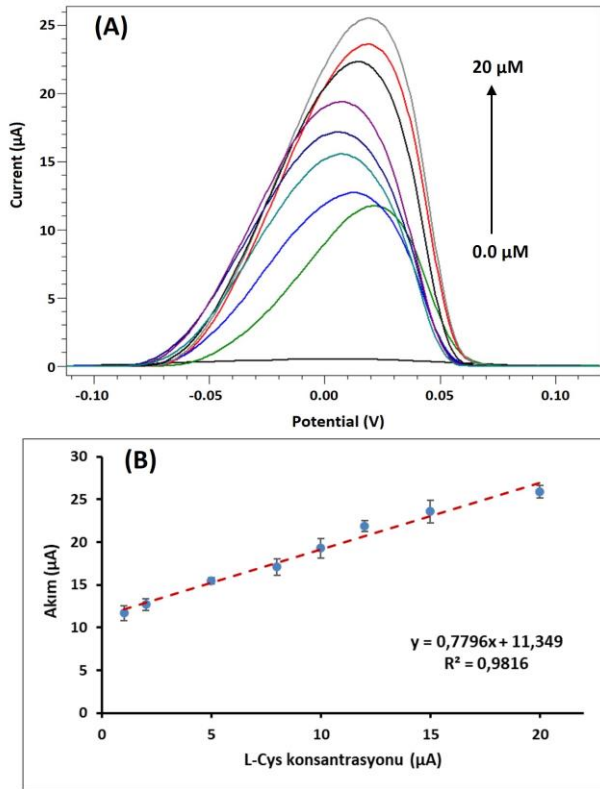
**Şekil 6.** (A) 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda farklı konsantrasyonlarda L-Cys (0-12 mM) çözeltilerinin DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen CV eğrileri ve (B) L-Cys konsantrasyonunun pik akımına karşılık gelen kalibrasyon grafiği.

Şekil 7A'da 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda L-Cys çözeltisinin farklı konsantrasyonlarda (1-20  $\mu$ M) DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen DPV akım yanıtları gösterilmektedir. Voltamogramlar incelendiğinde L-Cys çözeltisinin konsantrasyonu

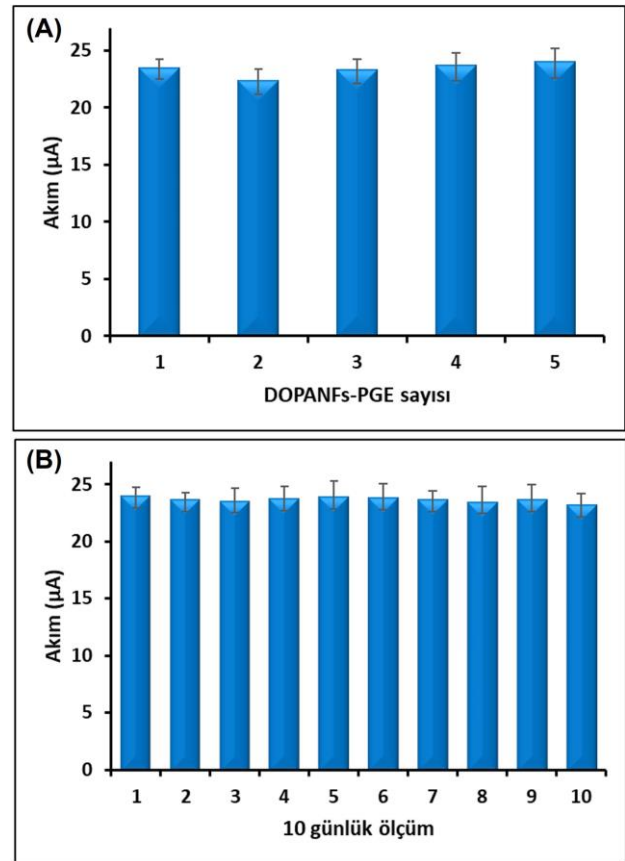
artıkça, pik akımda kademeli bir artış olduğu gözlenmiştir. L-Cys çözeltisinin pik akımı ile konsantrasyonu arasındaki grafiğin doğrusal olduğu belirlenmiş ve kalibrasyon grafiğinden elde edilen doğru denklemi  $I_{pa}=0.7796+11.349$  ( $R^2=0.9816$ ) şeklindedir (Şekil 7B). Ayrıca L-Cys için hesaplanan tayin sınırı ve duyarlılık sırasıyla 0,989  $\mu$ M ve 2,688  $\mu$ A  $\mu$ M<sup>-1</sup> cm<sup>-2</sup> olarak hesaplanmıştır. L-Cys tayini için Silva ve ark tarafından yapılan çalışmada destek malzemesi olarak MWCNT/PVP/Cu<sup>2+</sup> kullanılmış ve tayin sınırı 1,5  $\mu$ M olarak hesaplanmıştır (Silva vd. 2012). Cai ve ark. Tarafından yapılan çalışmada destek malzemesi olarak C-N@GC kullanılmış ve tayin sınırı 50  $\mu$ M olarak hesaplanmıştır (Cai vd. 2022). Tablo 1'de, L-Cys tayinine dayalı çalışmalar karşılaştırılmıştır. Daha önce yapılan çalışmaların sonuçlarıyla karşılaştırıldığında, mevcut çalışmada geliştirilen DOPANFs-PGE yüzeyinin L-Cys tayininde daha düşük tayin sınırına sahip olduğu ve daha hassas bir yüzey olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmada elde edilen destek malzemesinin L-Cys tayininde daha etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Geliştirilen sensörün yeniden üretilebilirliğini araştırmak için aynı koşullarda hazırlanmış beş elektrot kullanılarak 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda 20  $\mu$ M L-Cys çözeltisinin DPV pik akımları karşılaştırılmıştır. Şekil 8A'da DOPANFs ile modifiye edilmiş elektrotun L-Cys çözeltisinde gerçekleştirilen DPV ölçümlerinden alınan yükseltgenme pik akımlarına ait bar grafiği verilmiştir. Elde edilen bu pik akımlarından RSD (bağıl standart sapma) değeri % 4,8 olarak belirlenmiş olup geliştirilen sensörün tekrar edilebilirliğinin oldukça iyi olduğu görülmüştür. Bu da sensör için seri üretim yapılabileceğini kanıtlamaktadır.

Geliştirilen sensörün tekrarlanabilirliğini tayin etmek için hazırlanan elektrot 10 gün boyunca 4 °C'de saklanmış ve günlük ölçülen 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda hazırlanmış 20  $\mu$ M L-Cys çözeltisinin DPV pik akımları karşılaştırılmıştır. Elde edilen bu pik akımlarından RSD değeri % 4,7 olarak belirlenmiş ve 10 günün sonunda % 95,8 oranında başlangıç akımlarını koruduğu gözlenmiştir. Bu da elektrodun uzun vadeli kararlılığını göstermektedir (Şekil 8B).



**Şekil 7.** (A) 0,1 M PBS (pH 7) tamponunda farklı konsantrasyonlarda L-Cys (0-20 μM) çözeltilerinin DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen DPV eğrileri ve (B) L-Cys konsantrasyonunun pik akımına karşılık gelen kalibrasyon grafiği.



**Şekil 8.** (A) 20 mM L-Cys çözeltisinin aynı koşullar altında hazırlanan beş farklı DOPANFs-PGE yüzeyinde elde edilen DPV sinyallerinin bar grafiği ve (B) On günlük süre boyunca kararlılığı.

**Tablo 1.** L-Cys tayininin farklı çalışmalarla karşılaştırılması.

Çalışma elektrotu	Metot	Çalışma aralığı (μM)	Hassasiyet (μA μM <sup>-1</sup> cm <sup>-2</sup> )	LOD (μM)	Kaynaklar
Poly(p-coumaric acid)/MWNT/GCE	DPV	7.5-1000	-	1.1	Ziyatdinova vd. 2018
MWCNTs-Co3O4/BF/IL/CPE	DPV	0.1-100	0.1449	0.04	Mohammadnavaz vd. 2023
CILE-CuO/CPE	Amperometri	10-5000	-	0.51	Zaeifi vd. 2022
C-N@GC/GCE	CV	200-8000	-	50	Cai vd. 2022
Au-Cu@CuxO Nws-3DF	Amperometri	1.25-1940	2945	1.250	Le vd. 2019
MWCNT/PVP/Cu <sup>2+</sup> /GCE	Kronoamperometri	5.0-60	7	1.5	Silva vd. 2012
Mg-Al-Ce LDH/GCE	Amperometri	10-5400	1.9	4.2	Wang vd. 2012
Cu-CoHCF/CPE	CV	6-1000	-	4.00	Abbaspour vd. 2008
Pt-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /rGO/GCE	DPV	100-1000	-	10	Wang vd. 2016
DOPANFs-PGE	DPV	1-20	2.688	0.989	Mevcut çalışma



#### 4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, L-Cys tayini için tek kullanımlık DOPANFs modifiye PGE geliştirilmiştir. DOPANFs sentezinde organik materyal olarak L-DOPA ve inorganik materyal olarak  $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$  kullanılmış ve DOPANFs elde edilmiştir. Elde edilen malzeme morfolojik ve yapısal olarak karakterize edilmiş ve yapısı kanıtlanmıştır. Elde edilen DOPANFs 3D hiyerarşik yapıya, geniş yüzey alanına ve biyoyumluya sahiptir. Daha da önemlisi yapısında bulunan inorganik bileşenden dolayı DOPANFs, elektrokatalitik aktiviteyi kolaylaştıran bir yapıya sahip olduğu yapılan çalışmalar sonucu belirlenmiştir (Song vd. 2017). L-Cys tayini için geliştirilen sensör, sensör hazırlama kolaylığı, tekrarlanabilirlik ve yüksek kararlılık gibi önemli elektrokimyasal avantajlara sahiptir. Önerilen yöntem klinik çalışmalarda hızlı teşhis için umut vericidir.

#### Teşekkür

Necmettin Erbakan Üniversitesi öğretim üyelerinden Prof. Dr. Emine Güler Akgemci'ye deneyler için laboratuvarını ve tüm laboratuvar olanaklarını sağladığı için teşekkür ederim.

#### 5. Kaynaklar

Abbaspour, A., Ghaffarinejad, A., 2008. Electrocatalytic oxidation of L-cysteine with a stable copper–cobalt hexacyanoferrate electrochemically modified carbon paste electrode. *Electrochimica Acta*, **53**, 6643–6650.

Arul, P., Huang, S.T., Mani, V., Huang, C.H., 2022. Graphene quantum dots-based nanocomposite for electrocatalytic application of L-cysteine in whole blood and live cells. *Electrochimica Acta*, **428**, 140937.

Atacan, K., 2019.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ /reduced graphene oxide nanocomposite decorated with gold nanoparticles as a new electrochemical sensor material for L-cysteine detection. *Journal of Alloys and Compounds*, **791**, 391-401.

Cai, Y., Chen, J., Liu, X., Hu, S., Wang, Z., 2022. Synthesis of C–N@GC Nanomaterial Derived from Core-Shell ZIF-8@ZIF-67 and Its Application in the Detection of L-Cysteine. *Russian Journal of Physical Chemistry A*, **96**, S153–S159.

Cao, F., Dong, Q., Li, C., Kwak, D., Huang, Y., Song, D., Lei, Y., 2018. Sensitive and Selective electrochemical Determination of L-Cysteine Based on Cerium Oxide Nanofibers Modified Screen Printed Carbon Electrode. *Electroanalysis*, **30**, 1133-1139.

Cui, J., Jia, S., 2017. Organic–inorganic hybrid nanoflowers: A novel host platform for immobilizing biomolecules. *Coordination Chemistry Reviews*, **352**, 249-263.

Cummings, T.E., Elving, P.J., 1978 Determination of the electrochemically effective electrode area. *Analytical Chemistry*, **50**, 480–488.

Çakıroğlu, B., Demirci, Y.C., Gökğöz, E., Özacar, M., 2019. A photoelectrochemical glucose and lactose biosensor consisting of gold nanoparticles,  $\text{MnO}_2$  and g- $\text{C}_3\text{N}_4$  decorated  $\text{TiO}_2$ . *Sensors and Actuators B: Chemical*, **282**, 282-289.

dos Santos Silva, F.D.A., da Silva, M.G.A, Lima, P.R., Meneghetti, M.R., Kubota, L.T., Goulart, M.O.F., 2013. A very low potential electrochemical detection of L-cysteine based on a glassy carbon electrode modified with multi-walled carbon nanotubes/gold nanorods. *Biosensors and Bioelectronics*, **50**, 202–209.

<sup>a</sup>Findik, M., Bingol, H., Erdem, A., 2021. Hybrid nanoflowers modified pencil graphite electrodes developed for electrochemical monitoring of interaction between Mitomycin C and DNA. *Talanta*, **222**, 121647.

<sup>b</sup>Findik, M., Bingol, H., Erdem, A., 2021. Electrochemical detection of interaction between daunorubicin and DNA by hybrid nanoflowers modified graphite electrodes. *Sensors and Actuators B: Chemical*, **329**, 129120.

Findik, M., 2023. ZnO nanoflowers modified pencil graphite electrode for voltammetric DNA detection and investigation of Gemcitabine–DNA interaction. *Materials Chemistry and Physics*, **307**, 128117.

Gallo, M.C., Pires, B.M., Toledo, K.C., Jannuzzi, S.A., Arruda, E.G., Formiga, A.L., Bonacin, J.A., 2014. The use of modified electrodes by hybrid systems gold nanoparticles/Mn-porphyrin in electrochemical detection of cysteine. *Synthetic Metals*, **198**, 335–339.

He, L., Zhang, S., Ji, H., Wang, M., Peng, D., Yan, F., Fang, S., Zhang, H., Jia, C., Zhang, Z., 2016. Protein-

- templated cobaltous phosphate nanocomposites for the highly sensitive and selective detection of platelet-derived growth factor-BB. *Biosensors and Bioelectronics*, **79**, 553–560.
- Hosseini, H., Ahmar, H., Dehghani, A., Bagheri, A., Tadjarodi, A., Fakhari, A.R., 2013. A novel electrochemical sensor based on metal-organic framework for electro-catalytic oxidation of L-cysteine. *Biosensors and Bioelectronics*, **42**, 426–429.
- Huang, J., Tao, F., Sun, Z., Li, F., Cai, Z., Zhang, Y., Fan, C., Pei, L., 2022. A facile synthesis route to BiPr composite nanosheets and sensitive electrochemical detection of L-cysteine. *Microchemical Journal*, **182**, 107915.
- Jerome, R., Keerthivasan, P.V., Murugan, N., Devi, N.R., Sundramoorthy, A.K., 2020. Preparation of Stable CuO/Boron Nitride Nanocomposite Modified Electrode for Selective Electrochemical Detection of L-Cysteine. *Chemistry Select*, **5**, 9111–9118.
- Kalinke, C., Oliveira, P.R., Janegitz, B.C., Bonacin, J.A., 2022. Prussian blue nanoparticles anchored on activated 3D printed sensor for the detection of L-cysteine. *Sensors & Actuators: B. Chemical*, **362**, 131797.
- Karsli, B., Uras, I. S., Konuklugil, B., Demirbas, A., 2023. Synthesis of Axinyssa digitata Extract Directed Hybrid Nanoflower and Investigation of Its Antimicrobial Activity. *IEEE Transactions on Nanobioscience*, **22**(3), 523 – 528.
- Kazemi, S., Karimi-Maleh, H., Hosseinzadeh, R., Faraji, F., 2013. Selective and sensitive voltammetric sensor based on modified multiwall carbon nanotubes paste electrode for simultaneous determination of L-cysteine and folic acid. *Ionics*, **19**, 933–940.
- Kılıç, A.B., Ildız, N., Yusufbeyoğlu, S., Öçsoy, İ., 2023. Nanoflower synthesis formed at different pH based on Crocus sativus L. (Croc stigma, saffron) extract and its major components: a new approach for enhancing antioxidant, antimicrobial and catalytic activities. *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*. DOI: 10.1080/24701556.2023.2240757
- Koca, F.D., 2022. Preparation of thymol incorporated organic-inorganic hybrid nanoflowers as a novel fenton agent with intrinsic catalytic and antimicrobial activities. *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, **52** (2), 322-327.
- Koca, F.D., Muhy, H.M., Halici, M.G., 2023. Synthesis of hybrid Cu nanoflowers by using Tornabea scutellifera lichen extract, and evaluation of their dye degradation, and antioxidant activities. *South African Journal of Botany*, **16**, 394-401.
- Kubalczyk, P., Bald, E., Furmaniak, P., Głowacki, R., 2014. Simultaneous determination of total homocysteine and cysteine in human plasma by capillary zone electrophoresis with pH-mediated sample stacking, *Analytical Methods*, **6**, 4138.
- Kurniawan, A. Kurniawan, F. Gunawan, F. Chou, S.H. Wang, M.J., 2019. Disposable electrochemical sensor based on copper-electrodeposited screenprinted gold electrode and its application in sensing L-cysteine. *Electrochimica Acta*, **293**, 318–327.
- Le, H.T., Tran, D.T., Doan, T.L.L., Kim, N.H., Lee, J.H., 2019. Hierarchical Cu@Cu<sub>2</sub>O nanowires arrays-coated gold nanodots as a highly sensitive self-supported electrocatalyst for L-cysteine oxidation. *Biosensor and Bioelectronic*, **139**, 111327.
- Lee, S.W., Cheon, S.A., Kim, M.I., Park, T.J., 2015. Organic-inorganic hybrid nanoflowers: types, characteristics, and future prospects. *Journal of Nanobiotechnology*, **13**, 54.
- Lianga, S., Lia, F., Wangb, C., Duc, C., Wanga, Z., Wang, L., 2023. Hemoglobin-inorganic hybrid nanoflowers: Synthesis and applications for carbene N-H insertion reaction. *Biocatalysis and Biotransformation*. DOI: 10.1080/10242422.2023.2195036
- Liu, W. Luo, J. Guo, Y. Kou, J. Li, B. Zhang, Z., 2014. Nanoparticle coated paper-based chemiluminescence device for the determination of L-cysteine. *Talanta*, **120**, 336–341.
- Malkondu, S., Erdemir, S., 2022. Sistein Tayini İçin Yeni Bir Algılayıcı Molekülün Sentezi ve Karakterizasyonu. *Selçuk Üniversitesi Fen Fakültesi Fen Dergisi*, **48**(2), 79-87.
- Manibalan, G., Murugadoss, G., Marimuthu, R., Rajabathar, J.R., Kumar, M.R., 2022. Facile synthesis of heterostructure NiO-SnO<sub>2</sub> nanocomposite for selective electrochemical determination of L-cysteine. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **33**, 6592–6602.

- Mohammadnavaz, A., Beitollahi, H., Modiri, S., 2023. Electro-catalytic determination of L-Cysteine using multi walled carbon nanotubes-Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite/benzoylferrocene/ionic liquid modified carbon paste electrode. *Inorganica Chimica Acta*, **548**, 121340.
- Saylam, E., Akkaya, Y., İlhan, E., Cesur, S., Guler, E., Sahin, A., Cam, M.E., Ekren, N., Oktar, F.N., Gunduz, O., Fıcaı, D., Fıcaı, A., 2021. Levodopa-Loaded 3D-Printed Poly (Lactic) Acid/Chitosan Neural Tissue Scaffold as a Promising Drug Delivery System for the Treatment of Parkinson's Disease. *Applied Sciences*, **11**, 10727.
- Silva, C.C.C., Breikreitz, M.C., Santhiago, M., Corrêa, C.C., Kubota, L.T., 2012. Construction of a new functional platform by grafting poly(4-vinylpyridine) in multi-walled carbon nanotubes for complexing copper ions aiming the amperometric detection of L-cysteine. *Electrochimica Acta*, **71**(3), 150-158.
- Song, Y., Ji, H., Wang, M., He, L., Song, R., Zhang, Z., 2017. Feasible synthesis of protein-templated zinc phosphate-supported Pt nanoparticle with enhanced electrocatalysis for methanol oxidation. *Applied Surface Science*, **422**, 228-238.
- Wang, L., Tricard, S., Yue, P., Zhao, J., Fang, J., Shen, W., 2016. Polypyrrole and graphene quantum dots@Prussian blue hybrid film on graphite felt electrodes: application for amperometric determination of L-cysteine. *Biosensors and Bioelectronics*, **77**, 1112-1118.
- Wang, Y., Peng, W., Liu, L., Gao, F., Li, M., 2012. The electrochemical determination of L-cysteine at a Ce-doped Mg-Al layered double hydroxide glassy carbon electrode. *Electrochimica Acta*, **70**, 193-198.
- Wang, Y.Q., Wang, W., Li, G.F., Liu, Q., Wei, T., Li, B.S., Jiang, C.Y., Sun, Y.M., 2016. Electrochemical detection of L-cysteine using a glassy carbon electrode modified with a two-dimensional composite prepared from platinum and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles on reduced graphene oxide. *Microchimica Acta*, **183**, 3221-3228.
- Tao, Y., Zhang, X., Wang, J., Wang, X., Yang, N., 2012. Simultaneous determination of cysteine, ascorbic acid and uric acid by capillary electrophoresis with electrochemiluminescence. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, **674**, 65-70.
- Yang, L., Zhang, X., Li, M., Qu, L., Liu, Z., 2022. Acetylcholinesterase-Cu<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> hybrid nanoflowers for electrochemical detection of dichlorvos using square-wave voltammetry. *Analytical Methods*, **14**, 3911-3920.
- Yang, S., Li, G., Xia, N., Wang, Y., Liu, P., Qu, L., 2021. Fabrication of hierarchical 3D prickly ball-like Co-La oxides/reduced graphene oxide composite for electrochemical sensing of L-cysteine. *Journal of Alloys and Compounds*, **853**, 157077.
- Yu, X., Hu, L., He, H., Zhang, F., Wang, M., Wei, W., Xia, Z., 2019. Y-shaped DNA-Mediated hybrid nanoflowers as efficient gene carriers for fluorescence imaging of tumor-related mRNA in living cells. *Analytica Chimica Acta*, **1057**, 114-122.
- Zaeifi, F., Sedaghati, F., Samari, F., 2022. A new electrochemical sensor based on green synthesized CuO nanostructures modified carbon ionic liquid electrode for electrocatalytic oxidation and monitoring of L-cysteine. *Microchemical Journal*, **183**, 107969.
- Ziyatdinova, G., Kozlova, E., Budnikov, H., 2018. Selective electrochemical sensor based on the electropolymerized p-coumaric acid for the direct determination of L-cysteine. *Electrochimica Acta*, **270**, 369-377.

## Chaotic Snake Optimizer

Gülnur YILDIZDAN<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Kulu Vocational School, Selcuk University, Konya, Turkey

Corresponding author e-posta: gavsar@selcuk.edu.tr ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-6252-9012>

Geliş Tarihi: 11.03.2023

Kabul Tarihi: 18.09.2023

### Abstract

Metaheuristic algorithms provide approximate or optimal solutions for optimization problems in a reasonable time. With this feature, metaheuristic algorithms have become an impressive research area for solving difficult optimization problems. Snake Optimizer is a population-based metaheuristic algorithm inspired by the mating behavior of snakes. In this study, different chaotic maps were integrated into the parameters of the algorithm instead of random number sequences to improve the performance of Snake Optimizer, and Snake Optimizer variants using four different chaotic mappings were proposed. The performances of these proposed variants for eight different chaotic maps were examined on classical and CEC2019 test functions. The results revealed that the proposed algorithms contribute to the improvement of Snake Optimizer performance. In the comparison with the literature, the proposed Chaotic Snake Optimizer algorithm found the best mean values in many functions and took second place among the algorithms. As a result of the tests, Chaotic Snake Optimizer has been shown to be a promising, successful, and preferable algorithm.

### Keywords

Chaotic maps;  
Continuous  
optimization; Snake  
optimizer;  
Metaheuristic  
algorithms

## Kaotik Yılan Optimize Edici

### Öz

Metasezgisel algoritmalar, optimizasyon problemlerine makul bir sürede yaklaşık veya optimal çözümler sunar. Bu özelliği ile metasezgisel algoritmalar zor optimizasyon problemlerini çözmek için etkileyici bir araştırma alanı haline gelmiştir. Yılan Optimize Edici, yılanların çiftleşme davranışlarından esinlenen popülasyon tabanlı bir metasezgisel algoritmadır. Bu çalışmada, Yılan Optimize Edicinin performansını iyileştirmek için rastgele sayı dizileri yerine algoritmanın parametrelerine farklı kaotik haritalar entegre edilmiş ve dört farklı kaotik haritalama kullanılarak Yılan Optimize Edici varyantları önerilmiştir. Önerilen bu varyantların sekiz farklı kaotik harita için performansları klasik ve CEC2019 test fonksiyonları üzerinde incelenmiştir. Sonuçlar, önerilen algoritmaların Yılan Optimize Edici performansının iyileştirilmesine katkıda bulunduğunu ortaya koydu. Literatür ile karşılaştırıldığında önerilen Kaotik Optimize Edici algoritması birçok fonksiyonda en iyi ortalama değerleri bulmuş ve algoritmalar arasında ikinci sırada yer almıştır. Yapılan testler sonucunda, Kaotik Yılan Optimize Edicinin gelecek vadeden, başarılı ve tercih edilebilir bir algoritma olduğu görülmüştür.

### Anahtar kelimeler

Kaotik haritalar; Sürekli  
optimizasyon; Yılan  
optimize edici;  
Metasezgisel  
algoritmalar

### 1. Introduction

The term metaheuristic algorithm refers to higher-level heuristics that can be used to solve many different types of optimization problems. Optimization problems solved by metaheuristic algorithms have a wide variety, from single to multi-objective, from continuous to discrete, and from

constrained to unconstrained (Dokeroglu *et al.* 2019). Most of these problems are NP-hard problems, which are a group of optimization problems that cannot be solved in polynomial time (Daliri *et al.* 2022). Solving these problems is often complex and not easy. Metaheuristic algorithms provide approximate or optimal solutions with reasonable execution times for these

problems. With this feature, metaheuristics have become an impressive field of research that is improving day by day in solving NP-hard problems. Since the first metaheuristic algorithm was proposed, great progress has been made, and many new algorithms continue to be proposed every day.

There are five main categories of meta-heuristic algorithms that are derived from natural sources. These categories include evolution-based, swarm-based, physics/chemistry-based, human-based, and others. Swarm-based algorithms have modeled the self-organization observed in swarm behavior among social creatures in nature (Wang *et al.* 2022). The Snake Optimizer algorithm, one of the recently proposed metaheuristic algorithms, is a swarm-based algorithm inspired by the mating behavior of snakes. The algorithm has attracted attention since the day it was proposed and has been used on different problems. Klimov *et al.* (2020) used the Snake Optimizer to optimize the frequencies at which quantum logic gates are applied in superconducting qubits. (Li *et al.* 2022) proposed a new method with optimized variable mode decomposition with snake optimization and a double-threshold correlation coefficient to eliminate ship-radiated noise. (Rawa 2022) used a hybridization of snake optimizer and sine-cosine algorithms for the transmission expansion planning problem. (El-Saleh *et al.* 2023) introduced a Binary Snake Optimizer-based feature selection approach to improve the performance of intrusion detection systems. (Dai *et al.* 2022) developed a model based on snake optimization to improve the accuracy of the thermal error estimation of a motorized spindle. (Liu *et al.* 2023) proposed a chaotic gaussian snake optimization algorithm for sensor node optimization in soil monitoring wireless sensor networks. (Fu *et al.* 2022) proposed a gas explosion prediction model in which the improved snake optimization algorithm is integrated. Sine chaos mapping, spiral search strategy, and snake dynamic adaptive weight were used in the snake optimizer to increase the search capability. (Cheng *et al.* 2022) presented a neural network-based prediction model for fingerprint indoor localization technology whose weights and thresholds were adjusted using the

snake optimization technique. (Omran *et al.* 2022) used the snake optimizer for optimum sizing of a complete green photovoltaic battery fast charging station for electric vehicles. Yao *et al.* (2023) proposed an improved SO with a new opposite learning strategy and four new dynamic update mechanisms, including tent-chaos logic, to improve SO performance. (Vellingiri *et al.* 2023) proposed the chaotic SO algorithm, a hybrid algorithm combining chaotic maps with SO for the single diode model. (Gong *et al.* 2023) proposed a multi-objective clustering model for an industrial wireless sensor network. A novel chaotic multilevel elite clone snake optimization method is designed to improve the optimal clustering mechanism in this model.

In this study, different chaotic maps instead of random number sequences are integrated into the algorithm's parameters to improve the performance of standard SO, and SO variants using four different chaotic mappings (CSO) are proposed. The performances of these proposed algorithms for eight different chaotic maps were examined on the classical and CEC2019 test functions, and the results were compared with those of the standard SO and each other. There are not many studies in the literature about chaotic map-based SO. This study was conducted with the motivation to reveal the chaotic map-based performance of the algorithm and contribute to the literature on chaotic map-based versions of SO and their performance. The rest of the study is structured in the following manner: The snake optimizer and chaotic maps are explained in the material and method section in the second section. In the third section, the proposed chaotic snake optimizer is explained. In the fourth section, the findings of the tests are discussed. Finally, the fifth section includes the conclusion and future work.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Snake Optimizer (SO)

Hashim and Hussien (2022) proposed the Snake Optimizer (SO), a population-based metaheuristic

algorithm, in 2022 to imitate snakes' mating behavior. Snakes engage in their mating behavior when it is cold outside and they can find food. SO is initialized by generating a random population according to Equation 1. The population is then divided equally into two groups, male and female (Equation 2).

$$x_{i,j} = Lb_j + r * (Ub_j - Lb_j), \quad i = 1,2, \dots, N \quad j = 1,2, \dots, m \quad (1)$$

$$N_{female} \cong \frac{N}{2}, \quad N_{male} = N - N_{female} \quad (2)$$

where  $x_{i,j}$  is the  $j$ th dimension of the  $i$ th snake,  $m$  is the number of dimensions,  $N$  is the population size,  $r$  is a random number in the range (0,1), and  $Ub$  and  $Lb$  are the upper and lower bounds of the  $j$ th dimension, respectively. In addition,  $N_{female}$  indicates the number of female snakes, while  $N_{male}$  indicates the number of male snakes. The best individual from each group (i.e.  $F_{best,female}$  and  $F_{best,male}$ ) is found in each iteration.

In the algorithm, temperature (T) and food quality (FQ) are calculated according to Equations 3 and 4. In these equations,  $t$  is the current iteration number and  $t_{max}$  is the total number of iterations.  $c_1$  is a constant ( $c_1 = 0.5$ ).

$$T = \exp\left(\frac{-t}{t_{max}}\right) \quad (3)$$

$$FQ = c_1 \times \exp\left(\frac{t-t_{max}}{t_{max}}\right) \quad (4)$$

The snakes select a random location to search for food when  $FQ < Th$  ( $Th = \text{Threshold} = 0.25$ ). Then they update their position. The exploration behavior of male and female snakes is expressed mathematically in Equations 5 and 6, respectively.

$$x_{i,j}(t+1) = x_{k,j}(t) \mp c_2 \times A_{i,male}((Ub - Lb) \times r_1 + Lb), \quad \text{where } A_{i,male} = \exp\left(\frac{-F_{r,male}}{F_{i,male}}\right) \quad (5)$$

$$x_{i,j}(t+1) = x_{k,j}(t+1) \mp c_2 \times A_{i,female}((Ub - Lb) \times r_2 + Lb), \quad \text{where } A_{i,female} = \exp\left(\frac{-F_{r,female}}{F_{i,female}}\right) \quad (6)$$

In these equations,  $k$  is a random integer in the range  $(1, \frac{N}{2})$ ,  $x_{k,j}$  is a randomly selected male/female snake from the male/female snake

population, and  $r_1$  and  $r_2$  are random numbers in the range (0,1).  $A_{i,male}$  and  $A_{i,female}$  are the food-finding abilities of male and female snakes, respectively.  $F_{r,male}$  represents the fitness of a previously chosen random male snake, while  $F_{r,female}$  represents the fitness of a previously chosen random female snake.  $F_{i,male}$  and  $F_{i,female}$  are the  $i$ th male and female snake fitness, respectively. The flag direction operator ( $\mp$ ) scans all possible directions randomly in the given search space.

In the exploitation phase, the algorithm looks for the best solutions under the following two conditions:

If  $FQ > Th$

- If the Temperature  $> Th$  (0.6) (hot), the snakes will only move to the food according to Equation 7.

$$x_{i,j}(t+1) = x_f \mp c_3 \times T \times r_3 \times (x_f - x_{i,j}(t)) \quad (7)$$

where  $x_{i,j}$  indicates where male and female snakes are positioned,  $x_f$  denotes the best snakes,  $c_3$  is a constant equal to 2, and  $r_3$  is a random number in the range (0,1).

If  $FQ < Th$  ( $Th < 0.6$ ) (cold), the snakes either fight or mate.

- Fighting

The fighting ability of the male snake  $F_{male}$  and female snake  $F_{female}$  can be expressed as in Equations 8 and 9.

$$x_{i,j}(t+1) = x_{i,j}(t) \pm c_4 \times F_{i,male} \times r_4 \times (x_{best,female} - x_{i,male}(t)), \quad \text{where } F_{i,male} = \exp\left(\frac{-F_{best,f}}{F_i}\right) \quad (8)$$

$$x_{i,j}(t+1) = x_{i,j}(t) \pm c_4 \times F_{i,female} \times r_5 \times (x_{best,male} - x_{i,female}(t+1)), \quad \text{where } F_{i,female} = \exp\left(\frac{-F_{best,male}}{F_i}\right) \quad (9)$$

where  $x_{i,j}$  indicates where male and female snakes are positioned,  $x_{best,female}$  and  $x_{best,male}$  denotes the positions of the best snakes in the female and male groups, respectively.  $F_{i,male}$  indicates male snake-fighting ability, while  $F_{i,female}$  indicates female snake-fighting ability. In addition,  $c_4$  is a constant equal to 2, and  $r_4$  and  $r_5$  are random numbers in the range (0,1).

- Mating

In mating, male and female snakes update their positions as in Equation 10 and 11.

$$x_{i,male}(t+1) = x_{i,m}(t) \pm c_5 \times M_{i,male} \times r_6 \times \left( FQ \times x_{i,female} - x_{i,male}(t) \right), \text{ where } M_{i,male} = \exp\left(\frac{-f_{i,female}}{f_{i,male}}\right) \quad (10)$$

$$x_{i,female}(t+1) = x_{i,f}(t) \pm c_5 \times M_{i,female} \times r_7 \times$$

$$\left( FQ \times x_{i,male} - x_{i,female}(t+1) \right), \text{ where } M_{i,female} = \exp\left(\frac{-f_{i,male}}{f_{i,female}}\right) \quad (11)$$

where  $x_{i,m}$  and  $x_{i,f}$  are the  $i$ th positions of male and female snakes, and  $M_{i,male}$  and  $M_{i,female}$  refer to male and female mating ability.  $c_5$  is a constant equal to 2, and  $r_6$  and  $r_7$  are random numbers in the range (0,1). If the egg hatches, choose the worst male and female and replace them.

$$x_{w,male} = Lb + r_8 \times (Ub - Lb) \quad (12)$$

$$x_{w,female} = Lb + r_8 \times (Ub - Lb) \quad (13)$$

where  $x_{w,male}$  is the worst male snake while  $x_{w,female}$  is the worst female snake.  $r_8$  is a random number in the range (0,1). The pseudo-code of SO is given in Figure 1.

<b>Algorithm 1: Snake Optimizer (SO)</b>
1. Initialize Parameters (Dimension, Ub, Lb, Population size(N), Maximum iteration( $t_{max}$ ), Current iteration ( $t$ ))
2. Initialize the population using Equation 1
3. Divide the population two equal groups $N_{male}$ and $N_{female}$ using Equation 2
4. while ( $t \leq t_{max}$ )
5. Find best male snake ( $F_{best,male}$ )
6. Find best female snake ( $F_{best,female}$ )
7. Identify $T$ using Equation 3
9. Identify food quantity (FQ) using Equation 4
10. if (FQ < 0.25) then
11. Perform exploration using Equations 5 and 6
12. else if (FQ > 0.6) then
13. Perform exploitation using Equation 7
14. else
15. if (rand > 0.6) then
16. Snakes in Fighting mode using Equations 8 and 9
17. else
18. Snakes in Mating mode using Equations 10 and 11
19. Change the worst male and female using Equations 12 and 13
20. end if
21. end if
22. end while
23. Display best solution.

**Figure 1.** The pseudo-code of SO

## 2.2. Chaotic maps

The randomness of a mathematically simple deterministic dynamic system is represented by

chaotic maps, and the chaotic system can be regarded as a source of randomness (Alataş *et al.* 2007). The convergence ability of SO may depend on

random sequences of numbers applied to various parameters during the run of the algorithm. There are studies in the literature showing that the results are very close but not equal when different random sequences are used in metaheuristic algorithms (Bingol and Alatas 2020, Varol Altay and Alatas 2020). Chaotic maps are used to generate chaotic sequences in the process of metaheuristics. The main principle is to apply small chaotic perturbations to the candidate solutions in order to take advantage of the ergodic (i.e., a dynamic system that behaves like the mean) property of chaotic maps to enhance the performance of the solution (Alatas *et al.* 2009, Bingol and Alatas 2020, Wei *et al.* 2019). Equation 14 represents a chaotic map as a dynamical system.

$$x_{r+1} = F(x_r), \quad 0 < x_r < 1, \quad r = 0,1,2, \dots \quad (14)$$

In this study, it has been investigated whether more efficient results can be obtained from the SO algorithm by using chaotic maps. Table 1 presents the maps generating the chaotic numbers to be used for the SO parameters and their demonstrations.

### 3. Chaotic Snake Optimizer (CSO)

As mentioned above, the numbers obtained from chaotic maps have been used in many applications, and their effect on performance has been investigated. In this study, we aim to improve the global convergence performance of the algorithm by integrating chaotic maps into the formulas of the search strategies of the standard SO. Chaotic maps can be applied to all random values in the algorithm. However, in this study, the formulas of the search strategies, which are considered to contribute more to performance, are preferred. In algorithms where chaotic maps are used, random numbers are generated by pushing the selected chaotic map one step further. That is, when random number generation is needed from the first iteration on, the selected chaotic map is incrementally advanced starting from the selected starting point. The new CSOs proposed in this study are classified and explained as follows:

- **CSO1:**

CSO1 is obtained by taking the random values ( $r_1, r_2$ ) in Equations 5 and 6 from the selected chaotic map according to iterations. Accordingly, in the proposed CSO1 algorithm, these equations are replaced by Equations 15 and 16, respectively.  $Ch_k$  is the chaotic sequence obtained from the selected chaotic map. The value of  $k$  indicates the type of chaotic map, which can be Gauss, Tend, Logistic, Sinusoidal, Circle, Iterative, Sine, or Piecewise.

$$x_{i,j}(t+1) = x_{k,j}(t) \mp c_2 \times A_{i,male}((Ub - Lb) \times Ch_k(t+1) + Lb) \quad (15)$$

$$x_{i,j}(t+1) = x_{k,j}(t+1) \mp c_2 \times A_{i,female}((Ub - Lb) \times Ch_k(t+1) + Lb) \quad (16)$$

- **CSO2:**

CSO2 is obtained by taking the random value ( $r_3$ ) in Equation 7 from the selected chaotic map according to iterations. Accordingly, in the proposed CSO2 algorithm, this equation is replaced by Equation 17.

$$x_{i,j}(t+1) = x_f \mp c_3 \times T \times Ch_k(t+1) \times (x_f - x_{i,j}(t)) \quad (17)$$

- **CSO3:**

CSO3 is obtained by taking the random values ( $r_4, r_5$ ) in Equations 8 and 9 in fighting mode from the selected chaotic map according to iterations. Accordingly, in the proposed CSO3 algorithm, these equations are replaced by Equations 18 and 19, respectively.

$$x_{i,j}(t+1) = x_{i,j}(t) \pm c_4 \times F_{i,male} \times Ch_k(t+1) \times (x_{best,female} - x_{i,male}(t)) \quad (18)$$

$$x_{i,j}(t+1) = x_{i,j}(t) \pm c_4 \times F_{i,female} \times Ch_k(t+1) \times (x_{best,male} - x_{i,female}(t+1)) \quad (19)$$

- **CSO4 :**

CSO4 is obtained by taking the random values ( $r_6, r_7$ ) in Equations 10 and 11 in mating mode from the selected chaotic map according to iterations. Accordingly, in the proposed CSO4 algorithm, these



equations are replaced by Equations 20 and 21, respectively.

$$x_{i,male}(t+1) = x_{i,m}(t) \pm c_5 \times M_{i,male} \times \mathbf{Ch}_k(t+1) \times (FQ \times x_{i,female} - x_{i,male}(t)) \quad (20)$$

$$x_{i,female}(t+1) = x_{i,f}(t) \pm c_5 \times M_{i,female} \times \mathbf{Ch}_k(t+1) \times (FQ \times x_{i,male} - x_{i,female}(t+1)) \quad (21)$$

#### 4. Computational Experiments

In this section, the performance of the proposed chaotic mapping SO variants (CSO1, CSO2, CSO3, and CSO4) is examined. Two test function suites have been chosen for this: the classic test functions and the CEC2019 test functions. The classical test functions used in this study are given in Table 2. These functions consist of a total of twelve functions, eight of which are unimodal and four of which are multimodal. All of these functions are minimization problems, and their optimal values are given in the  $f_{min}$  column of the table. The proposed CSO1, CSO2, CSO3, and CSO4 algorithms were tested on these test functions using eight different chaotic maps (Gaussian, Tend, Logistic, Sinusoidal, Circle, Iterative, Sine, and Piecewise). In this test process, the problem dimension is 30, the number of runs is 30, the maximum number of iterations is 1000, and the snake population size is 50. Comparisons in test operations on classical test functions were made by taking into account the mean of the values obtained from 30 independent runs.

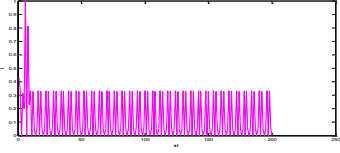
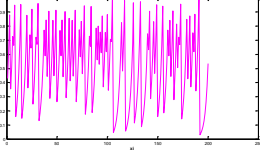
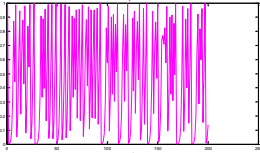
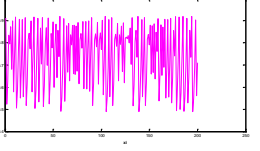
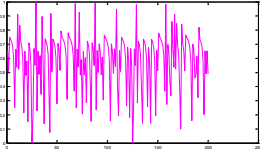
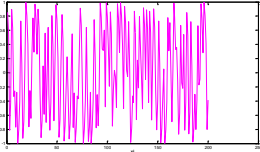
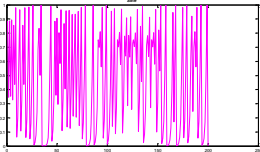
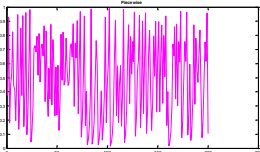
Accordingly, in Table 3, the results obtained by using eight different chaotic maps in the CSO1 algorithm are compared with the standard algorithm. In addition to the mean values, the row named "R" gives the order of the results obtained for each function in the table. According to the results in the

table, although the best mean values were obtained from different CSO1 variants,  $CSO1_{piecewise}$  found the best mean value in six of the twelve functions. When the MR line showing the mean of the R values obtained for each function was examined, it was seen that the best rank mean was again obtained from  $CSO1_{piecewise}$  and that it was the most successful variant. In addition, all CSO1 variants outperformed the SO algorithm. The standard algorithm, namely SO, took the last place in the MR value ranking. According to the result, it can be said that the performance of the SO algorithm has been improved with the CSO1 algorithm.

Similarly, in Table 4, the results obtained by using eight different chaotic maps in the CSO2 algorithm are compared with the standard algorithm. According to the results in the table, although the best mean values were obtained from different algorithms, SO found the best mean value in six of the twelve functions. When the MR values were examined, it was seen that the best mean rank was again obtained from SO. So, it can be said that the performance of the SO algorithm has not improved with the CSO2 variants. CSO2 variants were ineffective in improving SO performance.

In Table 5, the results obtained by using eight different chaotic maps in the CSO3 algorithm are compared with the standard algorithm. When the results were examined, it was seen that  $CSO3_{piecewise}$  found the best mean value in five of the twelve functions. According to the MR values,  $CSO3_{piecewise}$  took the first place with a mean rank value of 2.58. The worst MR value was obtained from SO. All CSO3 variants are more successful than the standard algorithm. Therefore, the CSO3 approach has improved SO performance.

**Table 1.** Chaotic maps and their demonstration

<b>Gauss map</b>	$X_{r+1} = \begin{cases} 0 & X_r = 0 \\ 1 & X_r \in (0,1) \end{cases}, \quad X_{r,mod(1)} = \frac{1}{X_r} - \left\lfloor \frac{1}{X_r} \right\rfloor$	
<b>Tend map</b>	$X_{r+1} = \begin{cases} \frac{X_r}{0.7} & X_r < 0.7 \\ \frac{10}{3X_r(1-X_r)} & else \end{cases}$	
<b>Lojistic map</b>	$X_{r+1} = aX_r(1 - X_r)$	
<b>Sinusoidal map</b>	$X_{r+1} = ax_r^2 \sin(\pi x_r), \text{ for } a = 2.3 \text{ and } X_0 = 0.7 \quad X_{r+1} = \sin(\pi x_r)$	
<b>Circle map</b>	$X_{r+1} = X_r + b - \left(\frac{a}{2\pi}\right) \sin(2\pi X_r) \text{ mod}(1), \quad a = 0.5 \text{ and } b = 0.2$	
<b>Iterative map</b>	$X_{r+1} = \sin\left(\frac{a\pi}{X_r}\right), \quad a = 0.7$	
<b>Sine map</b>	$X_{r+1} = \frac{a}{4} \sin(\pi x_r), \quad a = 4$	
<b>Piecewise map</b>	$X_{r+1} = \begin{cases} \frac{X_r}{Z} & 0 \leq X_r < Z \\ \frac{X_r - Z}{0.5 - Z} & Z \leq X_r < 0.5 \\ \frac{0.5 - Z}{1 - Z - X_r} & 0.5 \leq X_r < 1 - Z \\ \frac{0.5 - Z}{1 - X_r} & 1 - Z \leq X_r < 1 \end{cases}, \quad Z = 0.4$	

**Table 2.** Classical test functions

Unimodal Functions	Range	$f_{min}$	Dim
$f1(x) = \sum_{i=1}^n x_i^2$	[-100,100]	0	30
$f2(x) = \sum_{i=1}^n  x_i  + \prod_{i=1}^n  x_i $	[-10,10]	0	30
$f3(x) = \sum_{i=1}^n (\sum_{j=1}^i x_j)^2$	[-100,100]	0	30
$f4(x) = \max_i\{ x_i , 1 \leq i \leq n\}$	[-100,100]	0	30
$f5(x) = \sum_{i=1}^{n-1} [100(x_{i+1} - x_i^2)^2 + (x_i - 1)^2]$	[-30,30]	0	30
$f6(x) = \sum_{i=1}^n ([x_i + 0.5])^2$	[-100,100]	0	30
$f7(x) = \sum_{i=1}^n ix_i^4 + rand[0,1)$	[-1.28,1.28]	0	30
$f8 = \sum_{i=1}^d -x_i \sin(\sqrt{ x_i })$	[-500,500]	-418.982 × dim	30
<b>Multimodal Functions</b>			
$f9 = \sum_{i=1}^d [x_i^2 - 10 \cos(2\pi x_i) + 10]$	[-5.12,5.12]	0	30
$f10(x) = \sum_{i=1}^n -20 \exp\left(-0.2 \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2}\right) - \exp\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \cos(2\pi x_i)\right) + 20 + e$	[-32,32]	0	30
$f11(x) = \frac{1}{4} \times 10^{-3} \sum_{i=1}^n x_i^2 - \prod_{i=1}^n \cos\left(\frac{x_i}{\sqrt{i}} + 1\right)$	[-600,600]	0	30
$f12(x) = \frac{\pi}{n} \left\{ 10 \sin(\pi y_1) + \sum_{i=1}^{n-1} (y_i - 1)^2 [1 + 10 \sin^2(\pi y_{i+1})] + (y_n - 1)^2 \right\} + \sum_{i=1}^n u(x_i, 10, 100, 4)$	[-50,50]	0	30
$y_i = \frac{x_i + 5}{4}$ $u(x_i, a, k, m) = \begin{cases} k(x_i - a)^m & \text{Eğer } x_i > a \\ k(-x_i - a)^m & \text{Eğer } x_i < -a \\ 0 & \text{diğer} \end{cases}$			

In Table 6, the results obtained using eight different chaotic maps in the CSO4 algorithm are compared with the standard algorithm. When the results were examined, it was seen that  $CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  found the best mean value in six of the twelve functions. According to the MR values,  $CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  took first place with a mean rank value of 2.92. The worst MR value was obtained from SO. All CSO4 variants are more successful than the standard algorithm. Therefore, the CSO4 approach has improved SO performance. Finally, in order to make a general evaluation, the most successful CSO variants were selected and compared. (i.e.,  $CSO1_{\text{piecewise}}$  from Table 3, SO from Table 4,  $CSO3_{\text{piecewise}}$  from Table 5, and  $CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  from Table 6). In addition to these, the most successful  $CSO3_{\text{piecewise}}$  and  $CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variants in the previous comparisons were run together in the algorithm, and a new  $CSO3_{\text{piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variant was created. The comparison results for all these variants are given in Table 7.

According to the comparison results given in Table 7, the  $CSO3_{\text{piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variant created by combining the  $CSO3_{\text{piecewise}}$  and  $CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variants with similar performance found the best mean value in seven of the functions. It also ranked first among the algorithms with an MR value of 2.08. The standard algorithm took last place with an MR value of 3.92. According to these results, it was determined that all compared variants improved SO performance, and the most successful variant was  $CSO3_{\text{piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$ . In addition to these evaluations, the nonparametric Wilcoxon signed rank test (García *et al.* 2009) was applied at the 0.005 significance level to determine whether there was a significant difference between the SO and CSO variants. The results are presented in Table 8. In the table, 'Better', 'Worse', and 'Equal' denote the number of functions for which the CSO variants found better, worse, and equal mean values, respectively, compared to SO. The 'p-value' denotes the level of statistical significance. A p-value less than 0.05 indicates that there is a

significant difference between the algorithms; otherwise, there is no significant difference. Accordingly, when the results in Table 8 are examined, it is found that there is a significant difference between the  $CSO3_{\text{piecewise}}$  variant and SO, while there is no significant difference between the other variants and SO.

Figure 2 shows the convergence graphics according to the best value obtained by the CSO variants for four randomly selected classical test functions (F1, F4, F9, and F10). When the graphs are analyzed, it is found that the  $CSO3_{\text{piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variant converges faster in all functions except F9. In the F9 function, the fastest converging variant is  $CSO3_{\text{piecewise}}$ . The slowest converging variant in all functions is  $CSO1_{\text{piecewise}}$ . Accordingly, it can be said that the  $CSO3_{\text{piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variant is generally capable of converging faster to a better or similar value.

Secondly, the performance of the most successful variant was examined on the CEC2019 test functions (Price *et al.* 2018). CEC2019 test functions and features are given in Table 9. The mean and standard deviation values obtained as a result of this test process were compared with the algorithms in the literature (Xu *et al.* 2022). These algorithms are CSA (Hussien *et al.* 2020), BOA (Arora and Singh 2019), MFO (Mirjalili 2015), BA (Yang and He 2013), WOA (Mirjalili and Lewis 2016), SCA (Mirjalili 2016), PSOGSA (Mirjalili and Hashim 2010), AGWO (Qais *et al.* 2018), OBSCA (Abd Elaziz *et al.* 2017), and EGWO (Joshi and Arora 2017) algorithm. The comparison results are given in Table 10. In Table 10, CSO refers to the best-performing  $CSO3_{\text{piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  in previous comparisons. Results for other algorithms are taken directly from the study of Xu *et al.* (Xu *et al.* 2022). For a fair comparison, the population size is 50 and the maximum iteration is 10,000 in all algorithms. Each algorithm was run independently 30 times, and the mean and standard deviation values were found accordingly.

**Table 3.** Comparison results for SO and CSO1 variants on classical test functions

	SO	CSO1 <sub>Gauss</sub>	CSO1 <sub>Tend</sub>	CSO1 <sub>Logistic</sub>	CSO1 <sub>Sinusoidal</sub>	CSO1 <sub>Circle</sub>	CSO1 <sub>Iterative</sub>	CSO1 <sub>Sine</sub>	CSO1 <sub>Piecewise</sub>
<b>F1</b>	3.56E-195	2.40E-195	1.10E-195	2.73E-196	5.78E-194	<b>2.16E-196</b>	1.40E-195	3.67E-196	2.42E-196
<b>R</b>	8	7	5	3	9	1	6	4	2
<b>F2</b>	2.57E-97	2.45E-98	2.07E-98	9.17E-98	1.26E-98	1.37E-98	3.45E-98	2.28E-98	<b>1.01E-98</b>
<b>R</b>	9	6	4	8	2	3	7	5	1
<b>F3</b>	2.54E-128	1.14E-127	1.63E-123	2.93E-127	<b>2.22E-128</b>	1.05E-124	5.98E-125	1.06E-125	1.00E-127
<b>R</b>	2	4	9	5	1	8	7	6	3
<b>F4</b>	7.00E-87	7.01E-87	4.24E-87	8.38E-87	1.23E-86	5.58E-87	<b>2.23E-87</b>	6.91E-87	6.31E-87
<b>R</b>	6	7	2	8	9	3	1	5	4
<b>F5</b>	1.57E+01	1.52E+01	1.50E+01	1.57E+01	1.52E+01	1.43E+01	1.69E+01	1.46E+01	<b>1.30E+01</b>
<b>R</b>	7	5	4	7	5	2	9	3	1
<b>F6</b>	2.61E-02	1.31E-03	1.45E-03	5.25E-03	2.00E-02	1.91E-03	5.65E-03	2.22E-03	<b>1.10E-03</b>
<b>R</b>	9	2	3	6	8	4	7	5	1
<b>F7</b>	1.03E-04	9.17E-05	1.09E-04	1.04E-04	9.53E-05	1.21E-04	1.14E-04	1.04E-04	<b>8.15E-05</b>
<b>R</b>	4	2	7	5	3	9	8	5	1
<b>F8</b>	-1.25E+04	<b>-1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	-1.25E+04	<b>-1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	-1.25E+04	-1.25E+04	<b>-1.26E+04</b>
<b>R</b>	2	1	1	2	1	1	2	2	1
<b>F9</b>	4.73E-01	1.28E-01	<b>9.09E-02</b>	5.62E-01	9.05E-01	5.98E-01	1.15E+00	4.62E-01	6.70E-01
<b>R</b>	4	2	1	5	8	6	9	3	7
<b>F10</b>	4.09E-15	3.97E-15	3.97E-15	3.97E-15	4.09E-15	3.85E-15	3.85E-15	3.97E-15	<b>3.61E-15</b>
<b>R</b>	4	3	3	3	4	2	2	3	1
<b>F11</b>	8.10E-03	3.42E-03	<b>1.21E-03</b>	4.73E-03	1.13E-02	1.34E-03	4.22E-03	3.71E-03	1.50E-03
<b>R</b>	8	4	1	7	9	2	6	5	3
<b>F12</b>	2.09E-02	3.56E-02	2.15E-02	2.40E-02	<b>3.67E-04</b>	9.56E-03	4.30E-03	9.35E-03	3.22E-02
<b>R</b>	5	9	6	7	1	4	2	3	8
<b>MR</b>	5.67	4.33	3.83	5.50	5.00	3.75	5.50	4.08	<b>2.75</b>

**Table 4.** Comparison results for SO and CSO2 variants on classical test functions

	SO	$CSO2_{Gauss}$	$CSO2_{Tend}$	$CSO2_{Logistic}$	$CSO2_{Sinusoidal}$	$CSO2_{Circle}$	$CSO2_{Iterative}$	$CSO2_{Sine}$	$CSO2_{Piecewise}$
<b>F1</b>	<b>3.56E-195</b>	2.63E-190	8.34E-191	1.47E-189	9.95E-190	4.77E-189	5.51E-191	1.01E-189	2.12E-190
<b>R</b>	<b>1</b>	5	3	8	6	9	2	7	4
<b>F2</b>	<b>2.57E-97</b>	4.22E-92	1.96E-92	2.83E-92	2.63E-92	1.45E-92	2.30E-92	6.20E-92	3.53E-92
<b>R</b>	<b>1</b>	8	3	6	5	2	4	9	7
<b>F3</b>	<b>2.54E-128</b>	3.96E-126	9.10E-127	1.60E-123	1.43E-126	1.66E-126	2.48E-124	7.93E-123	1.70E-126
<b>R</b>	<b>1</b>	6	2	8	3	4	7	9	5
<b>F4</b>	7.00E-87	5.60E-87	6.39E-87	3.07E-86	8.94E-87	<b>3.59E-87</b>	8.02E-87	4.96E-87	4.35E-86
<b>R</b>	5	3	4	8	7	<b>1</b>	6	2	9
<b>F5</b>	1.57E+01	1.41E+01	<b>1.05E+01</b>	1.53E+01	1.80E+01	1.58E+01	1.36E+01	1.31E+01	1.47E+01
<b>R</b>	7	4	<b>1</b>	6	9	8	3	2	5
<b>F6</b>	<b>2.61E-02</b>	7.87E-01	7.67E-01	1.08E+00	6.77E-01	7.45E-01	6.80E-01	9.87E-01	5.63E-01
<b>R</b>	<b>1</b>	7	6	9	3	5	4	8	2
<b>F7</b>	1.03E-04	1.11E-04	8.46E-05	1.09E-04	<b>8.16E-05</b>	9.93E-05	9.37E-05	9.40E-05	1.06E-04
<b>R</b>	6	9	2	8	<b>1</b>	5	3	4	7
<b>F8</b>	- 1.25E+04	- <b>1.26E+04</b>	- <b>1.26E+04</b>	-1.25E+04	-1.25E+04	- 1.25E+04	-1.25E+04	- <b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>
<b>R</b>	2	<b>1</b>	<b>1</b>	2	2	2	2	<b>1</b>	<b>1</b>
<b>F9</b>	<b>4.73E-01</b>	2.51E+00	2.25E+00	1.71E+00	9.02E-01	2.62E+00	2.62E+00	8.39E-01	6.18E-01
<b>R</b>	<b>1</b>	7	6	5	4	8	8	3	2
<b>F10</b>	<b>4.09E-15</b>	4.44E-15	4.44E-15	4.32E-15	<b>4.09E-15</b>	4.44E-15	4.32E-15	4.32E-15	<b>4.09E-15</b>
<b>R</b>	<b>1</b>	3	3	2	<b>1</b>	3	2	2	<b>1</b>
<b>F11</b>	8.10E-03	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>	2.24E-02	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>
<b>R</b>	2	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	3	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>
<b>F12</b>	2.09E-02	1.89E-02	1.43E-02	2.28E-02	1.18E-02	1.68E-02	<b>1.00E-02</b>	1.05E-01	1.07E-02
<b>R</b>	7	6	4	8	3	5	<b>1</b>	9	2
<b>MR</b>	<b>2.92</b>	5.00	3.00	5.92	3.75	4.58	3.58	4.75	3.83

**Table 5.** Comparison results for SO and CSO3 variants on classical test functions

	SO	CSO3 <sub>Gauss</sub>	CSO3 <sub>Tend</sub>	CSO3 <sub>Logistic</sub>	CSO3 <sub>Sinusoidal</sub>	CSO3 <sub>Circle</sub>	CSO3 <sub>Iterative</sub>	CSO3 <sub>Sine</sub>	CSO3 <sub>Piecewise</sub>
<b>F1</b>	3.56E-195	3.94E-233	1.69E-243	2.71E-208	<b>7.39E-278</b>	1.42E-248	3.31E-174	2.25E-207	3.06E-240
<b>R</b>	8	5	3	6	<b>1</b>	2	9	7	4
<b>F2</b>	2.57E-97	8.55E-121	9.97E-126	1.76E-107	<b>8.28E-139</b>	1.15E-127	3.83E-92	5.09E-108	7.60E-122
<b>R</b>	8	5	3	7	<b>1</b>	2	9	6	4
<b>F3</b>	2.54E-128	9.33E-174	2.59E-186	1.18E-149	<b>1.46E-224</b>	4.51E-194	1.96E-120	3.60E-148	1.54E-182
<b>R</b>	8	5	3	6	<b>1</b>	2	9	7	4
<b>F4</b>	7.00E-87	8.62E-111	2.91E-111	8.78E-99	<b>2.84E-127</b>	2.62E-115	4.75E-83	2.37E-98	5.99E-112
<b>R</b>	8	5	4	6	<b>1</b>	2	9	7	3
<b>F5</b>	1.57E+01	1.27E+01	1.87E+01	1.38E+01	1.68E+01	1.92E+01	1.27E+01	1.27E+01	<b>9.56E+00</b>
<b>R</b>	6	2	8	5	7	9	2	2	<b>1</b>
<b>F6</b>	2.61E-02	2.26E-02	1.34E-02	2.60E-02	<b>1.22E-02</b>	1.88E-02	1.81E-02	1.84E-02	1.28E-02
<b>R</b>	9	7	3	8	<b>1</b>	6	4	5	2
<b>F7</b>	1.03E-04	8.57E-05	6.45E-05	7.01E-05	7.56E-05	5.78E-05	1.06E-04	9.51E-05	<b>5.70E-05</b>
<b>R</b>	8	6	3	4	5	2	9	7	<b>1</b>
<b>F8</b>	- 1.25E+04	- <b>1.26E+04</b>	- <b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	-1.25E+04	- <b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	- <b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>
<b>R</b>	2	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	2	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>
<b>F9</b>	4.73E-01	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>	1.20E-07	<b>0.00E+00</b>	7.66E-01	<b>0.00E+00</b>	<b>0.00E+00</b>
<b>R</b>	3	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	2	<b>1</b>	4	<b>1</b>	<b>1</b>
<b>F10</b>	4.09E-15	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	1.13E-15	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>
<b>R</b>	3	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	2	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>
<b>F11</b>	8.10E-03	7.25E-03	1.06E-02	1.13E-02	<b>5.02E-03</b>	8.62E-03	1.01E-02	1.25E-02	9.64E-03
<b>R</b>	3	2	7	8	<b>1</b>	4	6	9	5
<b>F12</b>	2.09E-02	5.28E-03	4.70E-03	8.36E-03	9.72E-03	8.98E-03	9.22E-03	<b>2.90E-03</b>	7.56E-03

<b>R</b>	9	3	2	5	8	6	7	1	4
<b>MR</b>	6.25	3.58	3.25	4.83	2.67	3.17	5.83	4.50	<b>2.58</b>

**Table 6.** Comparison results for SO and CSO4 variants on classical test functions

	<b>SO</b>	<i>CSO4<sub>Gauss</sub></i>	<i>CSO4<sub>Tend</sub></i>	<i>CSO4<sub>Logistic</sub></i>	<i>CSO4<sub>Sinusoidal</sub></i>	<i>CSO4<sub>Circle</sub></i>	<i>CSO4<sub>Iterative</sub></i>	<i>CSO4<sub>Sine</sub></i>	<i>CSO4<sub>Piecewise</sub></i>
<b>F1</b>	3.56E-195	9.33E-246	5.28E-252	7.21E-213	<b>3.91E-304</b>	2.22E-259	1.26E-171	5.90E-211	4.50E-249
<b>R</b>	8	5	3	6	1	2	9	7	4
<b>F2</b>	2.57E-97	5.21E-124	5.73E-128	1.62E-110	<b>1.81E-150</b>	1.32E-130	7.57E-90	1.54E-109	2.41E-125
<b>R</b>	8	5	3	6	1	2	9	7	4
<b>F3</b>	2.54E-128	5.17E-196	1.10E-201	1.10E-161	<b>3.31E-229</b>	5.52E-214	2.64E-126	3.36E-162	3.92E-197
<b>R</b>	8	5	3	7	1	2	9	6	4
<b>F4</b>	7.00E-87	2.38E-115	5.29E-120	4.73E-103	<b>5.97E-139</b>	1.16E-123	3.67E-82	4.74E-102	4.67E-118
<b>R</b>	8	5	3	6	1	2	9	7	4
<b>F5</b>	1.57E+01	1.46E+01	1.39E+01	1.33E+01	1.37E+01	1.34E+01	1.12E+01	<b>1.06E+01</b>	1.19E+01
<b>R</b>	9	8	7	4	6	5	2	1	3
<b>F6</b>	2.61E-02	<b>9.92E-03</b>	1.43E-02	1.15E-02	1.49E-02	2.11E-02	1.96E-02	2.26E-02	1.82E-02
<b>R</b>	9	1	3	2	4	7	6	8	5
<b>F7</b>	1.03E-04	7.94E-05	1.01E-04	8.71E-05	<b>6.89E-05</b>	8.27E-05	8.39E-05	1.06E-04	7.14E-05
<b>R</b>	8	3	7	6	1	4	5	9	2
<b>F8</b>	-1.25E+04	<b>1.26E+04</b>	<b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	-1.25E+04	<b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	<b>1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>
<b>R</b>	2	1	1	1	2	1	1	1	1
<b>F9</b>	4.73E-01	9.97E-01	1.00E+00	2.05E+00	2.37E+00	8.98E-01	7.69E-01	<b>0.00E+00</b>	5.23E-06
<b>R</b>	3	6	7	8	9	5	4	1	2
<b>F10</b>	4.09E-15	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>
<b>R</b>	2	1	1	1	1	1	1	1	1



<b>F1</b>	8.10E-03	6.78E-03	1.12E-02	1.10E-02	9.63E-03	1.24E-02	<b>6.71E-03</b>	8.00E-03	7.83E-03
<b>1</b>									
<b>R</b>	5	2	8	7	6	9	<b>1</b>	4	3
<b>F1</b>	2.09E-02	1.22E-02	1.01E-02	2.12E-02	3.93E-03	1.38E-02	<b>2.82E-03</b>	2.21E-02	1.42E-02
<b>2</b>									
<b>R</b>	7	4	3	8	2	5	<b>1</b>	9	6
<b>MR</b>	6.42	3.83	4.08	5.17	<b>2.92</b>	3.75	4.75	5.08	3.25

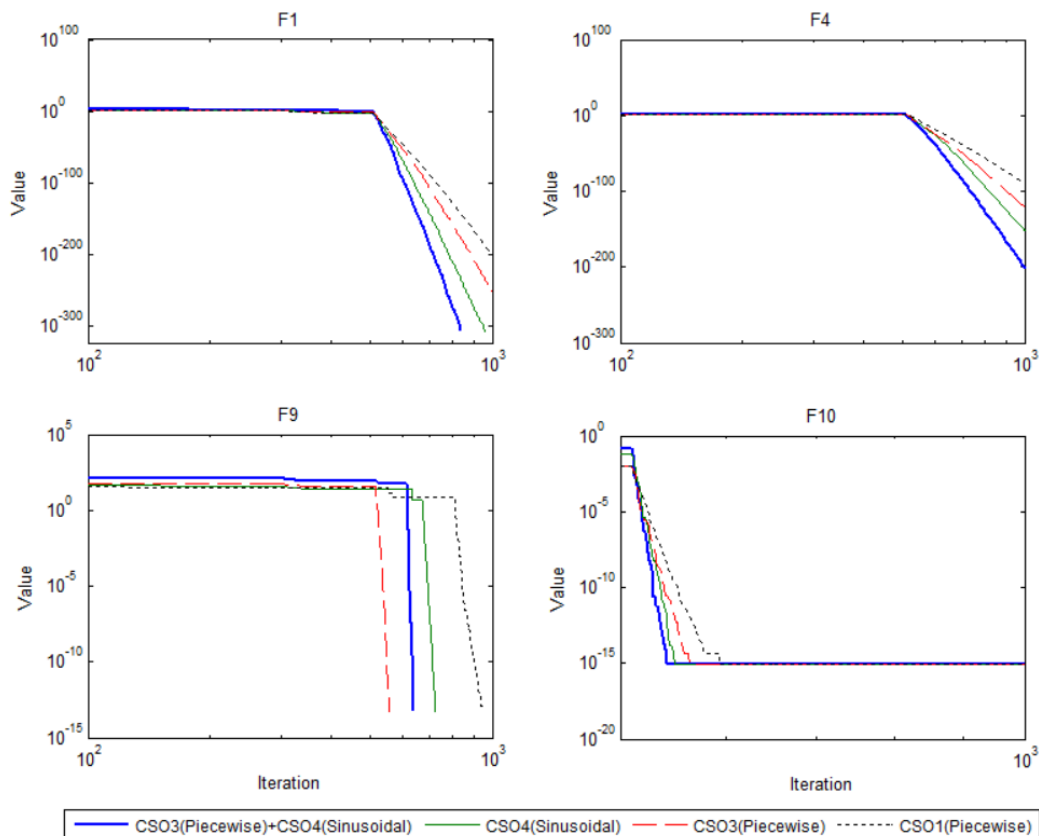
**Table 7.** Comparison of successful CSO variants

	<b>SO</b>	<i>CSO1<sub>Piecewise</sub></i>	<i>CSO3<sub>Piecewise</sub></i>	<i>CSO4<sub>Sinusoidal</sub></i>	<i>CSO3<sub>Piecewise</sub></i> <i>+CSO4<sub>Sinusoidal</sub></i>
<b>F1</b>	3.56E-195	2.42E-196	3.06E-240	3.91E-304	<b>0.00E+00</b>
<b>R</b>	5	4	3	2	<b>1</b>
<b>F2</b>	2.57E-97	1.01E-98	7.60E-122	1.81E-150	<b>6.65E-196</b>
<b>R</b>	5	4	3	2	<b>1</b>
<b>F3</b>	2.54E-128	1.00E-127	1.54E-182	3.31E-229	<b>0.00E+00</b>
<b>R</b>	4	5	3	2	<b>1</b>
<b>F4</b>	7.00E-87	6.31E-87	5.99E-112	5.97E-139	<b>3.15E-192</b>
<b>R</b>	5	4	3	2	<b>1</b>
<b>F5</b>	1.57E+01	1.30E+01	<b>9.56E+00</b>	1.37E+01	1.71E+01
<b>R</b>	4	2	1	3	5
<b>F6</b>	2.61E-02	<b>1.10E-03</b>	1.28E-02	1.49E-02	1.99E-02
<b>R</b>	5	<b>1</b>	2	3	4
<b>F7</b>	1.03E-04	8.15E-05	<b>5.70E-05</b>	6.89E-05	5.83E-05
<b>R</b>	5	4	<b>1</b>	3	2
<b>F8</b>	-1.25E+04	<b>-1.26E+04</b>	<b>-1.26E+04</b>	-1.25E+04	<b>-1.26E+04</b>
<b>R</b>	2	<b>1</b>	<b>1</b>	2	<b>1</b>
<b>F9</b>	4.73E-01	6.70E-01	<b>0.00E+00</b>	2.37E+00	<b>0.00E+00</b>
<b>R</b>	3	4	<b>1</b>	2	<b>1</b>
<b>F10</b>	4.09E-15	3.61E-15	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>	<b>8.88E-16</b>
<b>R</b>	3	2	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>

<b>F11</b>	8.10E-03	<b>1.50E-03</b>	9.64E-03	9.63E-03	2.45E-02
<b>R</b>	2	<b>1</b>	4	3	5
<b>F12</b>	2.09E-02	3.22E-02	7.56E-03	<b>3.93E-03</b>	6.52E-03
<b>R</b>	4	5	3	<b>1</b>	2
<b>MR</b>	3.92	3.08	2.17	2.17	<b>2.08</b>

**Table 8.** Wilcoxon signed-rank test results

Algorithms	Better	Worse	Equal	p-value
<b>SO - CSO1<sub>Piecewise</sub></b>	9	3	0	0,136097
<b>SO - CSO3<sub>Piecewise</sub></b>	11	1	0	<b>0,012063</b>
<b>SO - CSO4<sub>Sinusoidal</sub></b>	9	2	1	0,154860
<b>SO - CSO3<sub>Piecewise</sub> + CSO4<sub>Sinusoidal</sub></b>	10	2	0	0,136097



**Figure 2.** Convergence graphics of CSO variants**Table 9.** CEC2019 test function

Functions	$f_{\min}$	Dimension	Range
C1 Storn's Chebyshev Polynomial Fitting Problem	1	9	[-8192, 8192]
C2 Inverse Hilbert Matrix Problem	1	16	[-16384, 16384]
C3 Lennard-Jones Minimum Energy Cluster	1	18	[-4,4]
C4 Rastrigin's Function	1	10	[-100,100]
C5 Griewangk's Function	1	10	[-100,100]
C6 Weierstrass Function	1	10	[-100,100]
C7 Modified Schwefel's Function	1	10	[-100,100]
C8 Expanded Schaffer's F6 Function	1	10	[-100,100]
C9 Happy Cat Function	1	10	[-100,100]
C10 Ackley Function	1	10	[-100,100]

According to the results in Table 10, the proposed CSO in six of the compared functions, OFLCSA in three, and OBSCA in one found the best mean. When the ranking values given in Table 11 are examined, it can be seen that the smallest mean rank (MR) value was obtained by the OFLCSA algorithm as 2.1. The CSO algorithm took second place with an MR value of 2.9. BOA, on the other hand, took last place with a mean rank of 11.8. According to these results, it has been proved that the CSO algorithm has a competitive and successful performance when compared to the algorithms in the literature.

In this study, the effect of using chaotic maps on SO performance is investigated. Successful results are obtained in the tests performed on classical and CEC2019 test functions. In addition, the results obtained have been a guide for researchers as they reveal which chaotic map is used in which search strategy of the algorithm contributes more to the performance. As encountered in other metaheuristic algorithms, a proposed algorithm cannot be expected to excel in all optimization problems. Therefore, some new modifications may be needed if CSO is applied to different test suites or real-world problems.

## 5. Conclusion and future works

In this study, SO variants using four different chaotic mappings (CSO1, CSO1, CSO3, and CSO4) are proposed by integrating different chaotic maps into the algorithm's search strategy parameters instead of random number sequences to improve SO performance. The performances of these proposed algorithms for eight different chaotic maps were evaluated for classical test functions. According to the test results, the most successful algorithm variants were  $CSO1_{\text{Piecewise}}$ ,  $CSO3_{\text{Piecewise}}$ , and  $CSO4_{\text{Sinusoidal}}$ . The CSO2 algorithms could not contribute to the performance of SO. The most successful  $CSO3_{\text{Piecewise}} + CSO4_{\text{Sinusoidal}}$  variant was compared with the results of eleven different algorithms selected from the literature for the CEC2019 test functions. In this comparison, the proposed algorithm took second place and proved to be a successful algorithm.

The algorithm proposed as a future work can be applied to different optimization problems, such as engineering problems, large-scale optimization problems, and multiobjective optimization problems.

**Table 10.** Mean and standard deviation value comparison of CSO with algorithms in the literature on CEC2019

Function		Algorithms											
		CSO	OFLCSA	CSA	AGWO	BOA	MFO	BA	WOA	SCA	PSOGSA	OBSCA	EGWO
C1	Mean	2.743E+03	1.621E+04	2.174E+05	1.159E+08	1.961E+11	5.464E+10	6.110E+12	3.286E+05	8.056E+07	1.341E+11	<b>4.656E-02</b>	3.902E+06
	Std	1.159E+04	3.002E+04	3.340E+05	4.335E+08	1.566E+11	8.713E+10	3.375E+12	2.955E+09	2.514E+09	2.834E+11	7.678E-02	1.374E+07
C2	Mean	<b>3.640E+01</b>	1.028E+06	9.665E+05	4.072E+06	1.535E+08	1.331E+07	2.143E+08	7.471E+07	1.243E+07	1.724E+07	8.257E+04	6.801E+06
	Std	1.214E+02	7.849E+05	4.234E+05	3.518E+06	6.924E+07	1.972E+07	5.880E+07	2.767E+07	8.182E+06	2.254E+07	2.661E+06	3.386E+06
C3	Mean	4.737E+00	<b>3.819E-01</b>	3.961E-01	2.052E+04	1.103E+05	4.613E+04	1.100E+05	9.987E-01	6.165E+04	2.342E+04	4.028E-01	5.185E+04
	Std	2.402E+00	1.030E-01	7.474E-02	1.522E+04	4.542E-01	2.254E+04	5.345E-01	1.162E+04	1.546E+04	2.600E+04	3.320E-01	3.140E+04
C4	Mean	<b>2.104E+01</b>	1.875E+05	2.500E+05	1.927E+05	1.375E+06	2.549E+05	1.170E+06	4.182E+05	3.213E+05	3.879E+05	3.187E+05	3.861E+05
	Std	7.400E+00	9.515E+04	9.690E+04	3.852E+04	2.091E+05	8.455E+04	2.075E+05	1.577E+05	4.030E+04	1.431E+05	7.141E+04	1.203E+05
C5	Mean	1.581E+00	<b>1.575E-01</b>	1.801E-01	1.572E+04	1.572E+06	1.841E-01	1.113E+06	8.418E-01	3.747E+04	3.575E+04	3.781E+04	1.051E+05
	Std	8.257E-02	9.020E-02	1.142E-01	1.558E-01	4.026E+05	2.833E+04	3.521E+05	3.970E-01	1.128E+04	5.020E+04	1.099E+04	1.348E+05
C6	Mean	<b>6.251E+00</b>	2.442E+04	2.980E+04	2.720E+04	1.415E+05	3.524E+04	1.241E+05	6.188E+04	4.756E+04	4.951E+04	4.753E+04	5.862E+04
	Std	1.534E+00	1.517E+04	9.540E-01	9.112E-01	8.705E-01	1.526E+04	9.978E-01	1.780E+04	9.904E-01	2.094E+04	9.183E-01	1.605E+04
C7	Mean	<b>6.354E+02</b>	6.380E+06	1.024E+07	6.758E+06	2.487E+07	9.483E+06	2.382E+07	1.035E+07	1.083E+07	1.111E+07	9.305E+06	1.054E+07
	Std	3.032E+02	3.088E+06	2.700E+06	2.022E+06	2.501E+06	3.385E+06	2.150E+06	2.641E+06	1.490E+06	3.578E+06	1.981E+06	2.946E+06
C8	Mean	<b>3.709E+00</b>	2.353E+04	2.464E+04	2.509E+04	4.359E+04	3.413E+04	4.275E+04	3.276E+04	2.902E+04	3.683E+04	3.284E+04	3.056E+04
	Std	4.842E-01	5.070E-01	2.531E-01	4.513E-01	1.606E-01	3.721E-01	1.816E-01	4.300E-01	2.132E-01	3.660E-01	1.841E-01	4.531E-01
C9	Mean	1.277E+00	<b>1.401E-01</b>	1.687E-01	1.705E-01	4.328E+04	3.400E-01	3.604E+04	3.543E-01	3.650E-01	5.224E-01	3.258E-01	2.677E-01
	Std	1.069E-01	5.726E-02	9.405E-02	6.300E-02	7.373E-01	1.542E-01	8.910E-01	1.941E-01	9.542E-02	2.990E-01	7.004E-02	1.205E-01
C10	Mean	<b>2.131E+01</b>	5.009E+04	1.100E+05	1.922E+05	2.102E+05	2.014E+05	2.089E+05	2.003E+05	1.965E+05	2.002E+05	1.519E+05	2.005E+05
	Std	4.736E-02	7.002E+04	9.165E+04	2.432E+04	1.361E-01	1.174E-01	1.150E-01	7.832E-02	1.967E+04	8.225E-02	4.194E+04	5.806E-02

**Table 11.** R-value comparison of CSO with algorithms in the literature on CEC2019

	CSO	OFLCSA	CSA	AGWO	BOA	MFO	BA	WOA	SCA	PSOGSA	OBSCA	EGWO
C1	3	4	5	8	11	9	12	2	7	10	1	6
C2	1	4	3	5	11	8	12	10	7	9	2	6
C3	5	1	2	6	12	8	11	4	10	7	3	9
C4	1	2	4	3	12	5	11	10	7	9	6	8
C5	5	1	2	6	12	3	11	4	8	7	9	10
C6	1	2	4	3	12	5	11	10	7	8	6	9
C7	1	2	6	3	12	5	11	7	9	10	4	8
C8	1	2	3	4	12	9	11	7	5	10	8	6
C9	10	1	2	3	12	6	11	7	8	9	5	4
C10	1	2	3	5	12	10	11	8	6	7	4	9
MR	2.9	<b>2.1</b>	3.4	4.6	11.8	6.8	11.2	6.9	7.4	8.6	4.8	7.5

## 6. References

- Abd Elaziz, M., Oliva, D., and Xiong, S., 2017. An improved opposition-based sine cosine algorithm for global optimization. *Expert Systems with Applications*, **90**, 484-500.
- Alatas, B., Akin, E., and Ozer, A.B., 2009. Chaos embedded particle swarm optimization algorithms. *Chaos, Solitons & Fractals*, **40**, 1715-1734.
- Alataş, B., Akin, E., and Özer, A.B., 2007. Kaotik Haritalı Parçacık Sürü Optimizasyon Algoritmaları. In *ELECO 2007 5th International Conference on Electrical and Electronics Engineering*, Bursa.
- Arora, S., and Singh, S., 2019. Butterfly optimization algorithm: a novel approach for global optimization. *Soft Computing*, **23**, 715-734.
- Bingol, H., and Alatas, B., 2020. Chaos based optics inspired optimization algorithms as global solution search approach. *Chaos, Solitons & Fractals*, **141**, 110434.
- Cheng, K., Zhang, J., Tian, S., Liu, H., Gong, J., and Xie, Y., 2022. WiFi Localization Algorithm Based on Snake Optimization Algorithm to Optimize BP Neural Network. In *2022 International Conference on Image Processing, Computer Vision and Machine Learning*, IEEE, 615-618.
- Dai, Y., Pang, J., Li, Z., Li, W., Wang, Q., and Li, S., 2022. Modeling of thermal error electric spindle based on KELM ameliorated by snake optimization. *Case Studies in Thermal Engineering*, **40**, 102504.
- Dokeroglu, T., Sevinc, E., Kucukyilmaz, T., and Cosar, A., 2019. A survey on new generation metaheuristic algorithms. *Computers & Industrial Engineering*, **137**, 106040.
- Daliri, A., Asghari, A., Azgomi, H., and Alimoradi, M., 2022. The water optimization algorithm: a novel metaheuristic for solving optimization problems. *Applied Intelligence*, **52**, 17990-18029.
- El-Saleh, A. A., Thaher, T., Chantar, H., and Mafarja, M., 2023. Enhanced IoT Based IDS Driven by Binary Snake Optimizer for Feature Selection. In *Advances in Model and Data Engineering in the Digitalization Era: MEDI 2022 Short Papers and DETECT 2022 Workshop Papers, Cairo, Egypt, November 21–24, 2022, Proceedings*, Springer, 29-43.
- Fu, H., Shi, H., Xu, Y., and Shao, J., 2022. Research on Gas Outburst Prediction Model Based on Multiple Strategy Fusion Improved Snake Optimization Algorithm With Temporal Convolutional Network. *IEEE Access*, **10**, 117973-117984.
- García, S., Molina, D., Lozano, M., and Herrera, F., 2009. A study on the use of non-parametric tests for

- analyzing the evolutionary algorithms' behaviour: a case study on the CEC'2005 special session on real parameter optimization. *Journal of Heuristics*, **15**, 617-644.
- Gong, Y., Li, C., Wang, F., and Fang, X., 2023. MHCF-CECSO: A Novel High-Performance Clustering Framework for Industrial IoT. *IEEE Internet of Things Journal*, 1-1.
- Hashim, F.A., and Hussien, A.G., 2022. Snake Optimizer: A novel meta-heuristic optimization algorithm. *Knowledge-Based Systems*, **242**, 108320.
- Hussien, A. G., Amin, M., Wang, M., Liang, G., Alsanad, A., Gumaei, A., and Chen, H., 2020. Crow search algorithm: theory, recent advances, and applications. *IEEE Access*, **8**, 173548-173565.
- Joshi, H., and Arora, S., 2017. Enhanced grey wolf optimization algorithm for global optimization. *Fundamenta Informaticae*, **153**, 235-264.
- Klimov, P.V., Kelly, J., Martinis, J.M., and Neven, H. , 2020. The snake optimizer for learning quantum processor control parameters. *arXiv preprint arXiv*, 2006.04594.
- Li, Y., Xiao, L., Tang, B., Liang, L., Lou, Y., Guo, X., and Xue, X., 2022. A denoising method for ship-radiated noise based on optimized variational mode decomposition with snake optimization and dual-threshold criteria of correlation coefficient. *Mathematical Problems in Engineering*, 2022, 8024753.
- Liu, X., Tian, M., Zhou, J., and Liang, J., 2023. An efficient coverage method for SEMWSNs based on adaptive chaotic Gaussian variant snake optimization algorithm. *Mathematical Biosciences and Engineering*, **20**, 3191-3215.
- Mirjalili, S., 2015. Moth-flame optimization algorithm: A novel nature-inspired heuristic paradigm. *Knowledge-Based Systems*, **89**, 228-249.
- Mirjalili, S., 2016. SCA: a sine cosine algorithm for solving optimization problems. *Knowledge-Based Systems*, **96**, 120-133.
- Mirjalili, S., and Hashim, S.Z.M., 2010. A new hybrid PSO-GSA algorithm for function optimization. In 2010 international conference on computer and information application, Tianjin, China, 374-377.
- Mirjalili, S., and Lewis, A., 2016. The whale optimization algorithm. *Advances in engineering software*, **95**, 51-67.
- Omran, A. E.-F. A., Nafeh, A. E.-S. A., and Yousef, H. K., 2022. Optimal Sizing of a PV-Battery Stand-Alone Fast Charging Station for Electric Vehicles Using SO. *International Journal of Renewable Energy Research*, **12**, 1769-1778.
- Price, K., Awad, N., Ali, M., and Suganthan, P., 2018. Problem definitions and evaluation criteria for the 100-digit challenge special session and competition on single objective numerical optimization. In *Technical Report: Nanyang Technological University Singapore*.
- Qais, M.H., Hasanien, H.M., and Alghuwainem, S., 2018. Augmented grey wolf optimizer for grid-connected PMSG-based wind energy conversion systems. *Applied Soft Computing*, **69**, 504-515.
- Rawa, M., 2022. Towards Avoiding cascading failures in transmission expansion planning of modern active power systems using hybrid Snake-Sine Cosine optimization algorithm. *Mathematics*, **10**, 1323.
- Varol Altay, E., and Alatas, B., 2020. Bird swarm algorithms with chaotic mapping. *Artificial Intelligence Review*, **53**, 1373-1414.
- Wang, L., Cao, Q., Zhang, Z., Mirjalili, S., and Zhao, W., 2022. Artificial rabbits optimization: A new bio-inspired meta-heuristic algorithm for solving engineering optimization problems. *Engineering Applications of Artificial Intelligence*, **114**, 105082.
- Wei, X., Yuan, S., and Ye, Y., 2019. Optimizing facility layout planning for reconfigurable manufacturing system based on chaos genetic algorithm. *Production & Manufacturing Research*, **7**, 109-124.
- Xu, W., Zhang, R., and Chen, L., 2022. An improved crow search algorithm based on oppositional forgetting learning. *Applied Intelligence*, 1-17.
- Vellingiri, M., Rawa, M., Alghamdi, S., Alhussainy, A.A., Althobiti, A. S., Calasan, M., Micev, M., Ali, Z.M., and Abdel Aleem, S.H.E., 2023. Non-Linear Analysis of Novel Equivalent Circuits of Single-Diode Solar Cell

Models with Voltage-Dependent Resistance. *Fractal and Fractional*, **7**, 95.

Yang, X.-S., and He, X., 2013. Bat algorithm: literature review and applications. *International Journal of Bio-Inspired Computation*, **5**, 141-149.

Yao, L., Yuan, P., Tsai, C.-Y., Zhang, T., Lu, Y., and Ding, S., 2023. ESO: An enhanced snake optimizer for real-world engineering problems. *Expert Systems with Applications*, **230**, 120594.

AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 055102 (1142-1149)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 055102 (1142-1149)

DOI: 10.35414/akufemubid.1263900

Araştırma Makalesi / Research Article

## Determination of the Classification Success of KNN Algorithm Distance Metric Methods on Wheat Seeds Dataset

Ahmet ÇELİK<sup>1</sup><sup>1</sup> Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Tavşanlı Meslek Yüksekokulu, Bilgisayar Teknolojileri Bölümü, Kütahya.e-mail: ahmet.celik@dpu.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-6288-3182>

Geliş Tarihi: 12.03.2023

Kabul Tarihi: 25.09.2023

### Abstract

Machine learning algorithms are widely used in product sorting processes in the food industry. The attributes of the products are used in the classification process. Attributes vary for each product. In this study, using the k nearest neighbor (KNN) algorithm, the classification of the wheat groups of Kama, Rosa and Canada was performed. The Seeds dataset provided in UCI (University of California, Irvine) machine learning open source data storage was used. There are 70 examples of each wheat class in the data set. In addition, the classification estimation success of distance metrics and the number of training data was measured. Each of the wheat samples was randomly selected and a soft X-ray technique was used to visualize the inner core structure of the wheat in the experimental environment with high quality. According to the training rates ranging from 50% to 90% of the data set, the classification success of the KNN algorithm was tested. In the KNN algorithm, the neighborhood values 1, 3 and 5 were selected to affect the classification success. The successes of the Euclidean, Chebyshev, Manhattan and Mahalanobis distance metric methods of the KNN algorithm were tested according to each k neighborhood value. According to the results obtained, with the Mahalanobis metric method, a classification success rate of 0.9924 accuracy was obtained according to the AUC (Area Under the Curve) success metric by using the neighborhood value of k = 3. In the literature, there is no study comparing the KNN algorithm, neighborhood values and distance vectors together on food data sets using varying training and test data. Therefore, it is thought that the study will make an important contribution to the literature.

### Keywords

Machine learning;  
Classification; Seeds  
dataset; KNN  
algorithm; Distance  
metric methods;  
Random sampling.

## KNN Algoritması Uzaklık Metrik Yöntemlerinin Buğday Tohumları Veri Seti Üzerinde Sınıflandırma Başarısının Tespit Edilmesi

### Öz

Makine öğrenmesi algoritmaları, gıda sektöründe ürün sınıflandırma işlemlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Sınıflandırma işleminde ürünlerin öznitelikleri kullanılmaktadır. Öznitelikler her ürüne göre değişiklik göstermektedir. Bu çalışmada, k en yakın komşu (KNN) algoritması kullanılarak, Kama, Rosa ve Kanada buğday gruplarının sınıflandırması gerçekleştirilmiştir. UCI (University of California, Irvine) makine öğrenme açık kaynak veri depolama alanında temin edilen Seeds veri seti kullanılmıştır. Veri setinde her buğday sınıfına ait 70 örnek mevcuttur. Ayrıca uzaklık metriklerinin ve eğitim veri sayısının sınıflandırma tahmin başarıları ölçülmüştür. Her bir buğday örneği rastgele seçilerek, deney ortamında buğdayların iç çekirdek yapısının yüksek kalitede görselleştirilmesi için yumuşak bir X-ışını tekniği kullanılmıştır. Veri setinin %50 ile %90 arasında değişen eğitim oranlarına göre KNN algoritmasının sınıflandırma başarıları test edilmiştir. KNN algoritmasında sınıflandırma başarılarını etkilen k komşuluk değeri 1, 3 ve 5 seçilmiştir. Her k komşuluk değerine göre KNN algoritmasının Euclidean, Chebyshev, Manhattan ve Mahalanobis uzaklık metrik yöntemlerinin başarıları test edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre Mahalanobis metrik yöntemiyle, k=3 komşuluk değeri kullanılarak, AUC(Area Under the Curve: Eğri Altındaki Alan) başarı metriğine göre, 0.992 doğrulukta sınıflandırma başarıları elde edilmiştir. Literatürde, değişen eğitim ve test verileri kullanılarak gıda veri setleri üzerinde, KNN algoritmasının, komşuluk değerlerinin ve uzaklık vektörlerinin birlikte kıyaslandığı bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bundan dolayı yapılan çalışmanın, literatüre önemli katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

### Anahtar kelimeler

Makine öğrenmesi;  
Sınıflandırma; Seeds  
veri seti; KNN  
algoritması; Uzaklık  
metrik yöntemleri  
Rastgele örnekleme.





## 1. Introduction

The classification of food products according to their quality or qualities is of great importance in both production and consumption stages. This classification needs to be done very quickly and accurately.

Bread, which is the basic building block in the food sector, is a very important product in human nutrition all over the world. The most important raw material of bread is wheat. Wheat is also a very important grain that is used in many food sectors. Wheat and the products obtained by grinding wheat are the raw materials of many foodstuffs in the food industry. In the wheat-based food industry, raw material quality is the factor that affects the final product characteristics the most. Wheat quality is very important for the farmer who grows the wheat, the flour mill that grinds the wheat, and the producers who process the end products. In order for the wheat to be used to be of high quality and homogeneous, different species must be separated quickly (Bilgiçli and Soylu 2017).

In 2022, during the grain crisis caused by the Russian-Ukrainian war, grain shipments from Ukraine could not be made, which led to an increase in food prices in many countries and the threat of hunger in underdeveloped countries. Thanks to Turkey's mediation, grain shipments have started and the danger of hunger has decreased in food prices have been eliminated (Int. Rfn 1).

Machine learning algorithms, which are a subset of artificial intelligence techniques, are widely used in many areas (Song *et al.* 2021). Using the KNN algorithm, a machine learning algorithm, disease classification by Deivasikamani *et al.* (2022), image classification by Çelik (2022), and fault classification by Cheng and Yuan (2013) were successfully performed.

After obtaining wheat images with a camera system, it will be of great benefit to attribute these images and classify them quickly and accurately with machine learning methods. Making the right classification has a direct impact on the increase in the quality of both production and consumer products.

In the literature, there are studies comparing the Deep Neural Network Application and Classification models for the classification of wheat seeds taken from the UCI Machine Learning Repository (Eldem 2020, Yasar *et al.* 2016, Kayabasi *et al.* 2018). Margapuri *et al.* (2021) proposed an application for seed classification. They obtained 94.6% classification success rate. Özkan *et al.* (2021) proposed a smart machine learning system for classification of wheat seeds. In the study, AlexNet and VGG1 models used for classification. Çınar and Koklu (2022) performed the classification of rice species with machine learning algorithms using morphological features, shape features, color features. Thirunavukkarasu *et al.* (2018) used k-Nearest Neighbors (KNN) to classify with different tools. Sabancı and Akkaya (2016) used the WEKA program to classify the wheat seed data obtained from the UCI machine learning data repository. The classification success rate of the KNN algorithm was calculated for different number of neighboring values. When k=4 neighbor value is used, the highest success rate is 95.71%. However, they did not perform the comparison of distance metrics. Hussain and Ajaz (2015) used the Weka classification tool to classify the seed dataset with other machine learning algorithms. The classifiers used from these methods are Multilayer Perceptron, Logistics, SMO, NaiveBayes Updateable, Naïve Bayes, Bayes Net, MultiClass Classifier. Mladenova and Valova (2021) used the KNN algorithm to classify fake news and click bait headlines on Bulgarian Facebook Pages. In the study, the success of the Euclid, Manhattan, Minkowski and Chebyshev distance metrics of the KNN algorithm was tested. A fixed number was used for training and testing data. In addition, no comparison of the Mahalanobis distance metric direction was made. Dilki and Başar (2020) determined and compared the success rates of the Euclidean, Manhattan, Chebyshev and Minkowski distance measures of the k-nearest neighbor algorithm in the bankruptcy estimation of enterprises.

In this study, classification of seeds dataset (Int. Rfn 2) data was performed by using KNN algorithm. The

factors affecting the success of the KNN algorithm are the k neighborhood value and the distance metric methods used in the KNN algorithm.

In the study, 4 commonly used distance metric methods of the KNN algorithm were used and the training and test data were used for the test at different rates. The KNN algorithm selected the k neighborhood value 1, 3 and 5 and tested the successes of the Euclidean, Chebyshev, Manhattan and Mahalanobis distance metric methods. The test was repeated 10 times and their average success was recorded. According to the results obtained, the highest successful classification results were obtained by using the Mahalanobis distance metric method.

## 2. Material and Method

In this study, a data set of wheat seeds containing 210 pieces of data was successfully classified using KNN machine learning algorithm. Within the data set, there are records of the Kama, Roza and Canadian wheat classes.

Figure 1 shows a graphic of the designed model. In the study, training and test data of different sizes were selected from the Seeds dataset and classification was performed with the KNN algorithm depending on the parameters of 1, 3 and neighborhood value. The achievements of the KNN algorithm, Euclidean, Chebyshev, Manhattan and Mahalanobis distance metric methods were also compared. The selection of training and test data was randomly selected using the Random Sampling Method. In order to prove the accuracy of the study results, the classification of the training and test data selected by the Random Sampling method was applied 10 times on the separately designed model and the results were recorded.

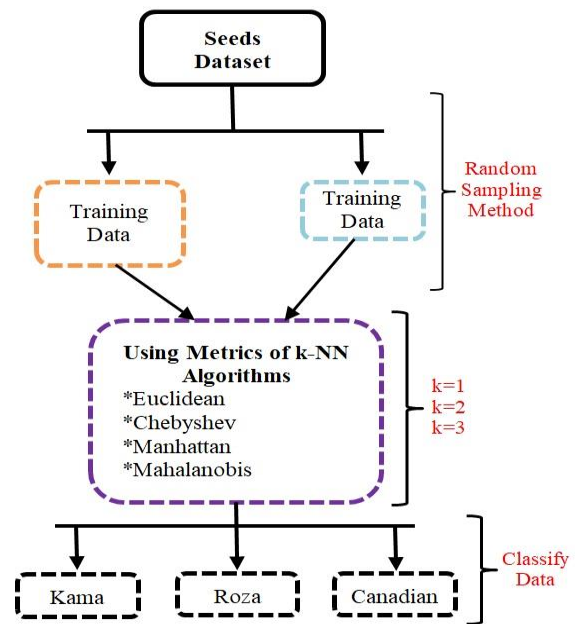


Figure 1: The designed model diagram

### 2.1 k-Nearest Neighbor Network

This algorithm is a classification algorithm proposed by Cover and Hart in 1967 (Cover and Hart 1967). In KNN, data is divided into subgroups. New unclassified data are classified according to their similarity to previously classified records (Taunk *et al.* 2019). This classification is classified by looking at the near neighbor value of the number K (Donuk and Hanbay 2021). The KNN algorithm commonly calculates the proximity rates of the data using Euclidean, Chebyshev, Manhattan and Mahalanobis distance metrics.

#### a) Euclidean distance metric

The Euclidean distance metric is shown on equation 1.

$$d_{\text{Euclidean}}(X_i, Y_i) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - Y_i)^2} \quad (1)$$

$X_i$  is the  $i$ 'th sample value,  $Y_i$  is the sample in the data set.  $n$  is the number of attributes.  $d_{\text{Euclidean}}(X_i, Y_i)$ , is the distance result  $X_i$  and  $Y_i$  (Silahtaroglu 2016, Akbaş and Berber 2020, Durak 2011).

#### b) Chebishev distance metric

The maximum difference over any of the values is calculated. It is defined in equation 2 (Berber 2020, Durak 2011).

$$d_{L^\infty}(X_i, Y_i) = \max_{i=1,2,\dots,m} |X_i - Y_i| \quad (2)$$

#### c) Manhattan distance metric

The metric is also known as the L1 norm or linear distance. This is also a commonly used distance

measure. It got its name from the rectangular grid models of the streets in downtown Manhattan. It is defined in equation 3 (Durak 2011).

$$d_{\text{manhattan}}(X_i, Y_i) = \sum_{i=1}^n |X_i - Y_i| \quad (3)$$

d) Mahalanobis distance metric

Mahalanobis distance between two samples (x, y) of a random variable is defined in equation 4 (Durak 2011).

$$D_{\text{Mahalanobis}}(X_i, Y_i) = \sqrt{(X_i - Y_i)^T \Sigma^{-1} (X_i - Y_i)} \quad (4)$$

$\Sigma^{-1}$  is the inverse of covariance matrix (Durak 2011).

2.2 Seeds dataset

UCI (University of California, Irvine) is widely used by researchers. UCI library is open source data source. Many data sets can be accessed for classification and prediction in the library (Dua and Graff 2019). In the seeds data set, there are records of 210 wheat products belonging to 3 classes. The dataset includes classes Kama, Roza, and Canadian, each with 70 records (Charytanowicz et al. 2010, Int. Source 2). Table 1 shows the data set properties. The attributes of the wheat belonging to the classes consist of real data. 7 real geometric attribute data are used for each wheat product as attribute; Area (A), Perimeter(P), Compactness  $C=4*\pi/P^2$ , Length of Kernel, Width of Kernel, Asymmetry Coefficient and Length of Kernel Groove were used (Kayabasi et al. 2018, Dua and Graff 2019).

Table 1. Attributes of Seeds data sets

Classes	Attributes	Feature	Number of Samples
Kama	Area (A)		210
	Perimeter(P)		
	Compactness $C=4*\pi/P^2$		
Roza	Length of Kernel	Real	210
	Width of Kernel		
	Asymmetry Coefficient		
Canadian	Length of Kernel Groove		210

3. Result and Discussion

In this study, Seeds, data set containing 210 records was used. Repeated tests (by Random Sampling method) are shown on Table 2, Table 3 and Table 4 by selecting random data 10 times on different sizes,

training and test data, k neighbor values and 4 KNN algorithm distance data in the data set.

On the tables, in the Education Percentage section, the rates of the data set ranging between 60%, 70%, 80% and 90% were used for the training data.

In the Training Data and Testing Data sections, 147 training, 63 test data were used when 60% of the Seeds dataset was selected for training, 126 training, 84 test data, 70% for training, 147 training, 63 test data, 80% for training, 168 training, 42 test data and 90% for training.

In the sections shown by the numbers [1-10] in the tables, it is shown how many tests of randomly selected training and test data are applied. Then, the classification achievements were recorded separately and the average of the results was calculated in the Mean section. Thus, the accuracy of the tests has been proven.

On Table 2, the classification successes of the tests repeated 10 times by using the k=1 neighborhood value of the KNN algorithm with the 4 distance metric method are shown. The highest success rate was obtained by Mahalanobis and the lowest success rate was obtained by the Chebyshev distance metric method.

On Table 3, the classification successes of 10 repeated tests using the KNN k=3 neighborhood value are shown with 4 distance metric methods. The highest success rate was obtained by Mahalanobis and the lowest success rate was obtained by the Chebyshev distance metric method. On Table 4, the classification successes of the test, which was repeated 10 times by using the KNN k=5 neighborhood value, with the 4 distance metric method are shown. The highest success rate was again achieved by the Mahalanobis distance metric method. However, the lowest success rate was achieved by the Euclidean method at the rate of 3 educations and the Manhattan distance metric method at the rate of 1 education.

**Table 2.**Classification achievements tested 10 times for k=1 neighbors of distance metrics based on different training and test dimensions

Education Percentage	Training Data	Testing Data	Distance Metrics	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Mean	k neighbor value
60	126	84	Euclidean	0.865	0.915	0.948	0.875	0.882	0.882	0.922	0.917	0.931	0.919	0.905	k=1
60	126	84	Chebyshev	0.891	0.88	0.922	0.866	0.883	0.891	0.921	0.917	0.913	0.892	0.897	
60	126	84	Manhattan	0.865	0.923	0.921	0.884	0.9	0.909	0.905	0.909	0.931	0.919	0.906	
60	126	84	Mahalanobis	0.894	0.93	0.928	0.902	0.927	0.893	0.909	0.9	0.904	0.92	0.910	
70	147	63	Euclidean	0.914	0.892	0.911	0.911	0.905	0.951	0.939	0.89	0.907	0.89	0.911	
70	147	63	Chebyshev	0.902	0.904	0.9	0.888	0.892	0.928	0.939	0.879	0.894	0.904	0.903	
70	147	63	Manhattan	0.914	0.917	0.9	0.923	0.917	0.94	0.927	0.867	0.918	0.879	0.910	
70	147	63	Mahalanobis	0.965	0.917	0.886	0.872	0.867	0.939	0.964	0.891	0.931	0.925	0.915	
80	168	42	Euclidean	0.931	0.947	0.929	0.981	0.878	0.93	0.929	0.931	0.93	0.889	0.927	
80	168	42	Chebyshev	0.931	0.929	0.929	0.963	0.859	0.948	0.929	0.931	0.913	0.889	0.922	
80	168	42	Manhattan	0.931	0.947	0.929	0.981	0.861	0.93	0.948	0.933	0.93	0.868	0.925	
80	168	42	Mahalanobis	0.928	1	0.931	0.906	0.914	0.96	0.894	0.909	0.931	0.929	0.930	
90	189	121	Euclidean	0.908	0.9	0.956	0.853	0.969	0.925	0.866	0.932	0.97	0.875	0.915	
90	189	121	Chebyshev	0.908	0.9	0.904	0.853	0.969	0.925	0.866	0.932	0.97	0.844	0.907	
90	189	121	Manhattan	0.908	0.859	0.913	0.882	0.969	0.925	0.927	0.932	0.97	0.917	0.920	
90	189	121	Mahalanobis	0.913	0.964	1	0.83	1	0.962	0.97	0.797	1	0.896	0.933	

**Table 3.**Classification achievements tested 10 times for k=3 neighbors of distance metrics based on different training and test dimensions

Education Percentage	Training Data	Testing Data	Distance Metrics	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Mean	k neighbor value
60	126	84	Euclidean	0.964	0.967	0.939	0.932	0.96	0.952	0.97	0.971	0.966	0.967	0.958	k=3
60	126	84	Chebyshev	0.972	0.975	0.94	0.931	0.948	0.955	0.979	0.959	0.96	0.955	0.957	
60	126	84	Manhattan	0.947	0.968	0.947	0.96	0.976	0.946	0.957	0.965	0.963	0.967	0.959	
60	126	84	Mahalanobis	0.979	0.969	0.949	0.97	0.966	0.975	0.969	0.973	0.971	0.964	0.968	
70	147	63	Euclidean	0.979	0.973	0.964	0.98	0.956	0.982	0.968	0.979	0.971	0.996	0.974	
70	147	63	Chebyshev	0.979	0.973	0.946	0.969	0.953	0.979	0.954	0.973	0.959	0.984	0.966	
70	147	63	Manhattan	0.973	0.961	0.962	0.967	0.97	0.98	0.969	0.981	0.977	0.995	0.973	
70	147	63	Mahalanobis	0.971	0.964	0.968	0.984	0.977	0.998	0.984	0.972	0.973	0.998	0.978	
80	168	42	Euclidean	0.966	0.957	0.975	0.958	0.976	0.994	0.976	0.972	0.959	0.966	0.969	
80	168	42	Chebyshev	0.93	0.939	0.938	0.926	0.955	0.99	0.96	0.956	0.962	0.967	0.952	
80	168	42	Manhattan	0.973	0.959	0.949	0.96	0.976	0.993	0.976	0.969	0.994	0.952	0.970	
80	168	42	Mahalanobis	0.983	0.958	0.994	0.999	0.98	0.997	0.996	0.976	0.967	0.986	0.983	
90	189	121	Euclidean	0.97	0.955	0.967	0.989	0.985	0.988	0.991	0.995	0.943	0.959	0.974	
90	189	121	Chebyshev	0.941	0.957	0.967	0.984	0.977	0.989	0.991	0.991	0.909	0.959	0.966	
90	189	121	Manhattan	0.97	0.914	0.967	0.989	0.99	0.988	0.998	0.998	0.923	0.959	0.969	
90	189	121	Mahalanobis	0.977	0.986	0.977	1	0.992	0.996	0.998	1	1	0.998	0.992	

**Table 4.**Classification achievements tested 10 times for k=5 neighbors of distance metrics based on different training and test dimensions

Education Percentage	Training Data	Testing Data	Distance Metrics	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Mean	k neighbor value
60	126	84	Euclidean	0.957	0.983	0.971	0.974	0.979	0.972	0.986	0.989	0.978	0.959	0.974	k=5
60	126	84	Chebyshev	0.964	0.98	0.976	0.979	0.975	0.98	0.978	0.985	0.979	0.958	0.975	
60	126	84	Manhattan	0.964	0.985	0.964	0.974	0.989	0.973	0.987	0.979	0.977	0.954	0.974	
60	126	84	Mahalanobis	0.968	0.985	0.985	0.971	0.988	0.98	0.984	0.989	0.965	0.975	0.979	
70	147	63	Euclidean	0.986	0.977	0.977	0.981	0.975	0.984	0.971	0.952	0.975	0.962	0.974	
70	147	63	Chebyshev	0.986	0.977	0.971	0.978	0.964	0.986	0.976	0.961	0.972	0.957	0.972	
70	147	63	Manhattan	0.987	0.978	0.991	0.977	0.979	0.985	0.972	0.937	0.967	0.971	0.974	
70	147	63	Mahalanobis	0.992	0.982	0.991	0.996	0.982	0.995	0.976	0.957	0.979	0.975	0.982	
80	168	42	Euclidean	0.96	0.975	0.985	0.914	0.979	0.974	0.988	0.951	0.97	0.953	0.964	
80	168	42	Chebyshev	0.954	0.977	0.987	0.911	0.982	0.978	0.992	0.967	0.969	0.967	0.968	
80	168	42	Manhattan	0.963	0.978	0.988	0.922	0.983	0.974	0.992	0.958	0.974	0.957	0.968	
80	168	42	Mahalanobis	0.997	0.992	0.987	0.96	0.972	0.994	0.997	0.997	0.973	0.968	0.983	
90	189	121	Euclidean	0.986	0.965	0.973	0.99	0.978	0.993	0.971	0.992	0.954	0.962	0.976	
90	189	121	Chebyshev	0.988	0.966	0.989	0.966	0.957	0.991	0.989	0.994	0.954	0.962	0.975	
90	189	121	Manhattan	0.995	0.961	0.984	0.991	0.974	0.997	0.968	0.994	0.954	0.962	0.978	
90	189	121	Mahalanobis	1	0.974	0.993	0.993	1	1	0.996	1	0.963	0.976	0.989	

Average classification success rates for k=1 on Table 5 are given with different training data dimensions.

**Table 5.** The average classification success for the k=1 neighbor value of the distance metrics

Distance Metric Name	Training data dimensions (%)			
	60	70	80	90
Euclidean	0.905	0.911	0.927	0.915
Chebyshev	0.897	0.903	0.922	0.907
Manhattan	0.906	0.910	0.925	0.920
Mahalanobis	0.910	0.915	0.930	0.933

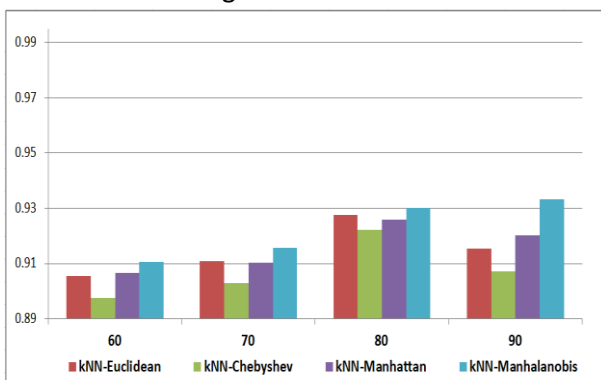
When the training data was selected at 60% (test data at 40%), the highest success rate was found to be 0.9107 by the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.8976 by Chebyshev distance metric method.

When the training data was selected as 70% (test data as 30%), the highest success rate was found to be 0.9157 by the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.903 by the Chebyshev distance metric method.

When the training data was selected at 80% (test data at 20%), the highest success rate was found to be 0.9302 by the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.9221 by Chebyshev distance metric method.

When training data was selected at 90% (test data at 10%), the highest success rate was found to be 0.9332 by the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.9071 by Chebyshev distance metric method.

Figure 2 shows a graph of the data obtained from Table 5 for the neighbor value k=1.



**Figure 2:** Classification success graph of KNN distance metric methods for training rates between 60% and 90% for k=1.

Average classification success rates for k=3 on Table 6 are given with different training data dimensions.

**Table 6.** The average classification success for the k=3 neighbor value of the distance metrics

Distance Metric Name	Training data dimensions (%)			
	60	70	80	90
Euclidean	0.958	0.974	0.969	0.974
Chebyshev	0.957	0.966	0.952	0.966
Manhattan	0.959	0.973	0.970	0.969
Mahalanobis	0.968	0.978	0.983	0.992

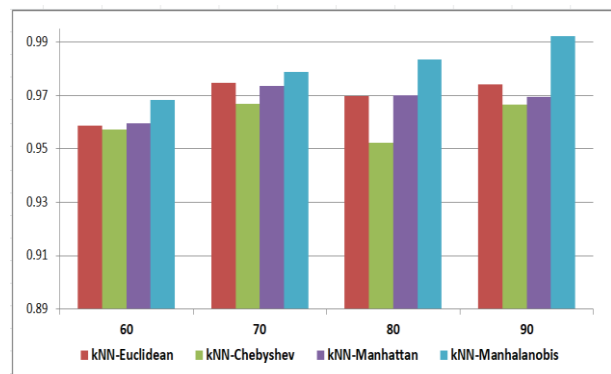
When the training data was selected as 60% (test data was 40%), the highest success rate was found to be 0.9685 by the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.9574 by Chebyshev distance metric method.

When the training data was selected as 70% (test data as 30%), the highest success rate was found to be 0.9789 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.9669 by Chebyshev distance metric method.

When the training data was selected as 80% (test data was 20%), the highest success rate was found to be 0.9836 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.9523 by the Chebyshev distance metric method.

When the training data was selected as 90% (test data 10%), the highest success rate was found to be 0.9924 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.9665 by Chebyshev distance metric method.

Figure 3 shows a graph of the data obtained from Table 6 for the neighbor value k=3.



**Figure 3:** Classification success graph of KNN distance metric methods for training rates between 60% and 90% for k=3.

Average classification success rates for k=5 on Table 7 are given with different training data dimensions.

**Table 7.** The average classification success for the k=5 neighbor value of the distance metrics

Distance Metric Name	Training data dimensions (%)			
	60	70	80	90
Euclidean	0.974	0.974	0.964	0.976
Chebyshev	0.975	0.972	0.968	0.975
Manhattan	0.974	0.974	0.968	0.978
Mahalanobis	0.979	0.982	0.983	0.989

When the training data was selected as 60% (test data was 40%), the highest success rate was found to be 0.979 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.974 by the Manhattan distance metric method.

When the training data was selected as 70% (test data 30%), the highest success rate was found to be 0.982 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.974 by the Euclidean distance metric method.

When the training data was selected as 80% (test data as 20%), the highest success rate was found to be 0.983 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.964 by the Euclidean distance metric method.

When the training data was selected as 90% (test data was 10%), the highest success rate was found to be 0.989 with the Mahalanobis distance metric method. The lowest success rate was found to be 0.976 by the Euclidean distance metric method. Figure 4 shows a graph of the data obtained from Table 7 for the neighbor value  $k=5$ .

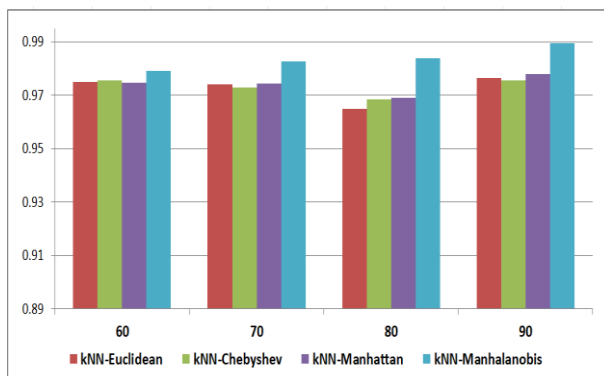


Figure 4: Classification success graph of KNN distance metric methods for training rates between 60% and 90% for  $k=5$ .

#### 4. Conclusion

In this study, the classification success of the KNN machine learning algorithm on the wheat Seeds dataset was tested based on different sizes of training data. The Seeds dataset used in the study is shared as an open source from UCI storage. There are 210 data records in the data set, including 70

from the Kama, 70 from the Rosa and 70 from the Canadian classes.

In this study, 1, 3 and 5 were selected as the neighborhood ( $k$ ) value of the KNN algorithm. The successes of the Euclidean, Chebyshev, Manhattan and Mahalanobis distance metric methods of the KNN algorithm were tested depending on each  $k$  neighborhood value.

According to the results obtained, with the Mahalanobis distance metric method, a classification success rate of 0.992 AUC was obtained when the neighborhood value of  $k = 3$  was used. When the literature was examined, there was no study comparing the KNN algorithm both neighborhood values and Euclidean, Chebyshev, Manhattan and Mahalanobis distance metrics together on food data sets using varying education and test data. In this respect, the model developed in this study and its results will be able to serve as a source for future studies.

#### 5. References

- Akbaş, Y., Berber, T., 2020. Yanık Görüntülerinin Bulanık Kümeleneğinde Uzaklık Ölçülerinin Başarımlarının Değerlendirilmesi. *Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, **22**, 639-647.
- Bilgiçli, N., Soylu, S., 2017. Buğday ve Un Kalitesinin Sektörel Açından Değerlendirilmesi. *Bahri Dağdaş Bitkisel Araştırma Dergisi*, **5**, 58-67.
- Charytanowicz, M., Niewczas, J., Kulczycki, P., Kowalski, P.A., Lukasz, S., Zak, S. 2010. A Complete Gradient Clustering Algorithm for Features Analysis of X-ray Images. *Information Technologies in Biomedicine*, Springer-Verlag, Germany, 15-24.
- Cheng Z., Yuan L., 2013. The application and research of fault detection based on PC-KNN in semiconductor batch process. *25th Chinese Control and Decision Conference (CCDC)*, 4209-4214
- Cover, T.M., Hart, P.E., 1967. Nearest Neighbor Pattern Classification. *IEEE Transactions on Information Theory*, **13**, 21-27.
- Çelik, A., 2022. Improving Iris Dataset Classification Prediction Achievement by Using Optimum  $k$  Value of

- KNN Algorithm. *Eskişehir Türk Dünyası Uygulama ve Araştırma Merkezi Bilişim Dergisi*, **3**, 23-30.
- Çınar, İ., Koklu, M., 2022. Identification of Rice Varieties Using Machine Learning Algorithms. *Journal of Agricultural Sciences*, **28**, 307-325.
- Deivasikamani, G., Akshay, C., Ananthkrishnan, T., Manoj R. C., 2022. Covid Cough Classification using KNN Classification Algorithm. *2022 International Conference on Applied Artificial Intelligence and Computing (ICAAIC)*, 232-237.
- Dilki, G., Başar, Ö.D, 2020. İşletmelerin İflas Tahmininde K-en yakın komşu Algoritması Üzerinden Uzaklık Ölçütlerinin Karşılaştırılması. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, **19**, 224-233.
- Donuk, K., Hanbay, D., 2021. Sınıflandırma Algoritmalarına Dayalı VGG-11 ile Yüzde Duygu Tanıma. *Computer Science, 5th International Artificial Intelligence and Data Processing Symposium*, 359-365.
- Dua, D., Graff, C., 2019. UCI Machine Learning Repository. Irvine, CA: *University of California, School of Information and Computer Science*.
- Durak, B., 2011. A Classification Algorithm Using Mahalanobis Distance Clustering of Data with Applications on Biomedical Data Sets. Master of Science in Industrial Engineering Department. Middle East Technical University, Ankara, 104.
- Eldem, A., 2020. An Application of Deep Neural Network for Classification of Wheat Seeds. *European Journal of Science and Technology*, **19**, 213-220.
- Kayabasi, A., Toktas, A., Sabancı, K., Yigit, E., 2018. Automatic classification of agricultural grains: Comparison of neural networks. *Neural Netw World*. **28**, 213-224.
- Lal, H., Raja, A., 2015. Seed Classification using Machine Learning Techniques. *Journal of Multidisciplinary Engineering Science and Technology (JMEST)*, **2**, 1098-1102.
- Margapuri, V., Penumajji, N., Neilsen, M., 2021. Seed Classification Using Synthetic Image Datasets Generated from Low-Altitude UAV Imagery. *20th IEEE International Conference on Machine Learning and Applications (ICMLA 2021)*, 116-121.
- Mladenova, Valova, I., Analysis of the KNN Classifier Distance Metrics for Bulgarian Fake News Detection. *2021 3rd International Congress on Human-Computer Interaction, Optimization and Robotic Applications (HORA)*, 1-4.
- Özkan, K., Seke, E., Işık, Ş., 2021. Wheat kernels classification using visible-near infrared camera based on deep learning. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **27**, 618-626.
- Sabancı, K., Akkaya, M., 2016. Classification of Different Wheat Varieties by Using Data Mining Algorithms. *International Journal of Intelligent Systems and Applications in Engineering*, **4**, 40-44.
- Silahtaroglu, G., 2016. Veri madenciliği (Kavram ve algoritmaları). 3. Basım, İstanbul, Türkiye: Papatya Yayıncılık Eğitim, 118-120.
- Song, L., Deng, Y.Q., Zhu, Z.L., Hua, H.L., Tao, Z. Z., 2021. A Comprehensive Review on Radiomics and Deep Learning for Nasopharyngeal Carcinoma Imaging. *Diagnostics*, **11**, 1523.
- Taunk, K, De, S, Verma, S, Swetapadma, A., 2019. A brief review of nearest neighbor algorithm for learning and classification. *2019 International Conference on Intelligent Computing and Control Systems (ICCS 2019)*, 1255–1260.
- Thirunavukkarasu, K., Singh, A. S., Rai, P., Gupta, S., 2018. Classification of IRIS Dataset using Classification Based KNN Algorithm in Supervised Learning. *2018 4th International Conference on Computing Communication and Automation (ICCCA)*, 1-4.
- Yasar, A., Kaya, E., Saritas, I., 2016. Classification of Wheat Types by Artificial Neural Network. *International Journal of Intelligent Systems and Applications in Engineering*, **4**, 12-15.

#### References of Internet

- 1-)<https://www.bloomberght.com/tahil-anlasmasi-icin-tarihi-imzalar-atildi-2311295> (20.02.2023).
- 2-)<https://archive.ics.uci.edu/ml/datasets/seeds> (15.01.2023).



## Araştırma Makalesi / Research Article

# Elderly Fall Detection Using Autoencoder Based Dimensionality Reduction and Smartwatch Based Wearable Motion Detectors

Ensar Arif SAĞBAŞ<sup>1\*</sup>, Serkan BALLI<sup>2</sup><sup>1</sup>Muğla Sıtkı Koçman University, Faculty of Technology, Department of Information Systems Engineering, Muğla.<sup>2</sup>Mehmet Akif Ersoy University, Bucak Technology Faculty, Department of Software Engineering, Burdur.Corresponding author e-mail: arifsagbas@mu.edu.tr  
e-mail: serkanballi@mehmetakif.edu.trORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-7463-1150>ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-4825-139X>

Geliş Tarihi: 11.04.2023

Kabul Tarihi: 14.09.2023

## Abstract

Falling is a serious health risk that can even result in death, especially for the elderly. For this reason, it is crucial to prevent falls and, in cases where prevention is not possible, to detect and intervene as soon as possible. Smartwatches are an ideal tool for fall detection due to their constant presence, rich sensor resources, and communication capabilities. The aim of this study is to detect falls in elderly people with high accuracy using motion sensor data obtained from smartwatches. To achieve this, a dataset was created consisting of falls and daily activities. Then, the feature vector was extracted which has provided successful results in signal processing studies. Afterward, the dimensionality of the dataset was reduced using an autoencoder-based approach in order to decrease the workload on smartwatches and ensure more accurate and faster classification. The dataset was classified using machine learning methods including naive Bayes, logistic regression, and C4.5 decision tree, and successful results were obtained. Their performances were then compared. It was observed that reducing the dimensionality had positive effects on both the classification accuracy and the computation time.

### Keywords

Autoencoder;  
Dimensionality  
reduction;  
Fall detection;  
Logistic regression;  
Smartwatch;  
Wearable devices.

## Otokodlayıcı Tabanlı Boyut Azaltma ve Akıllı Saat Tabanlı Giyilebilir Hareket Algılayıcıları Kullanarak Yaşlılarda Düşme Tespiti

### Öz

Düşme, özellikle yaşlılar için ölümlerle bile sonuçlanabilecek ciddi bir sağlık riskidir. Bu nedenle düşmelerin önlenmesi, engellenemeyen durumlarda ise en kısa sürede tespit edilerek müdahale edilmesi büyük önem taşımaktadır. Akıllı saatler, her zaman kişinin yanında bulunması, zengin algılayıcı kaynakları ve haberleşme imkânı sayesinde düşme tespiti için ideal bir araçtır. Bu çalışmanın amacı, akıllı saatlerden elde edilen hareket algılayıcısı verilerini kullanarak yaşlı bireylerde düşmeleri yüksek doğrulukla tespit etmektir. Bunun için düşme ve günlük aktivitelerden oluşan bir veri seti oluşturulmuştur. Daha sonra sinyal işleme çalışmalarında başarılı sonuçlar veren öznelik vektörü çıkarılmıştır. Devamında akıllı saatlerin iş yükünü azaltmak, daha doğru ve hızlı sınıflandırma sağlamak için otokodlayıcı tabanlı bir yaklaşım kullanılarak veri setinin boyutu azaltılmıştır. Naive Bayes, lojistik regresyon ve C4.5 karar ağacı makine öğrenmesi yöntemleri kullanılarak veri seti sınıflandırılmış ve başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Sonrasında performansları karşılaştırılmıştır. Boyutsallığın azaltılmasının hem sınıflandırma doğruluğu hem de hesaplama süresi üzerinde olumlu etkileri olduğu gözlemlenmiştir.

### Anahtar kelimeler

Otokodlayıcı;  
Boyut azaltma;  
Düşme tespiti;  
Lojistik regresyon;  
Akıllı saat;  
Giyilebilir cihazlar.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Introduction

Falling is a common occurrence among the elderly and tends to become more frequent with age. While half of the elderly who fall are able to stand up on

their own, those who cannot get up require assistance and may remain on the ground for a long time. Muscle weakness, balance problems, gait disturbance, loss of consciousness, heart attack, trauma, epilepsy, visual impairment, stroke,

advanced age, and dizziness are among the main risk factors for falls (Beyazova 2011). Furthermore, environmental factors such as wet and slippery floors, unevenly distributed rooms, poor lighting, high bed position, and wearing inappropriate or oversized shoes can also contribute to falls (Berke and Aslan 2010). As the number of risk factors increases, so does the likelihood of falling. Preventing falls is crucial because they can lead to severe medical issues for older individuals. However, prevention is not always feasible. In such cases, it is crucial to detect falls with high accuracy and intervene as soon as possible.

Wearable devices are electronic or computer technologies that can be worn as accessories or clothing comfortably on the body. These devices are capable of performing computations that are comparable to many computers and smartphones, and in some cases, they can provide superior results (Sağbaşı *et al.* 2016). Smartwatches are a popular type of wearable device that is particularly suitable for health applications due to their rich sensors and ability to be worn throughout the day. Machine learning methods can be used to classify motion sensor data obtained from smartwatches (Ballı *et al.* 2019a). However, various data mining problems are encountered during this process. High-dimensional features require significant computational power and computation time, but there are various approaches to addressing the issue of dimensionality.

The literature contains numerous studies on fall detection, where machine learning methods are applied to process data obtained from smartphones, smartwatches, wearable sensors, and videos. Hakim *et al.* (2017) aimed to detect human falls with data obtained from smartphone motion sensors. With the obtained data, machine learning-based action recognition and threshold-based fall detection approaches are presented. Lu *et al.* (2018) combined 3D-CNN LSTM methods to detect drops on video kinematics data with high accuracy. Harrou *et al.* (2019) discussed the detection of human falls with machine learning methods, using relevant pixel-based features that reflect differences in body shape. Núñez-Marcos *et al.* (2017) proposed a vision-based solution that uses Convolutional

Neural Networks to decide whether a set of frames contains a falling person. Khraief *et al.* (2020) proposed multi-stream deep convolutional networks using rich multimodal data provided by RGB-D cameras. The proposed method automatically detects fall events and sends a help request to the relevant people. De Miguel *et al.* (2017) presented a new low-cost fall detector for smart homes based on machine vision algorithms. Taramasco *et al.* (2018) used very low-resolution thermal sensors to classify fall and then alert maintenance personnel. As a result of the experiments, 93% successful classification accuracy was achieved with the Bi-LSTM method. Hussain *et al.* (2019) proposed a wearable sensor-based continuous fall monitoring system that can detect a fall and identify the fall pattern and activity associated with the fall event. The performance of the proposed structure has been tested with three machine learning methods: kNN, support vector machine, and random forest. Ballı *et al.* (2018, 2019b) presented a machine learning-based approach for fall detection using a smartphone and a smartwatch together. Kerdjadj *et al.* (2020) classified the falls with high accuracy with accelerometer and gyroscope sensors. According to Musci *et al.* (2020) investigated the design of software architecture based on iterative neural networks that could be effective for fall detection while operating on a fully wearable device. Khojasteh *et al.* (2018) analyzed alternative models for fall detection with a wrist-mounted sensor. Mauldin *et al.* (2018) presented an Android application that uses accelerometer data collected from a smartwatch to detect falls. Zurbuchen *et al.* (2021) investigated a multi-class classification approach for fall detection and the effect of the sampling rate of sensors on fall detection system performance. Ponce *et al.* (2020) proposed a methodological analysis to determine the minimum number of sensors required to develop an accurate fall detection system using the UP fall detection dataset. They analyzed two camera viewpoints and five wearable sensors separately.

The study's main contributions can be summarized as follows:

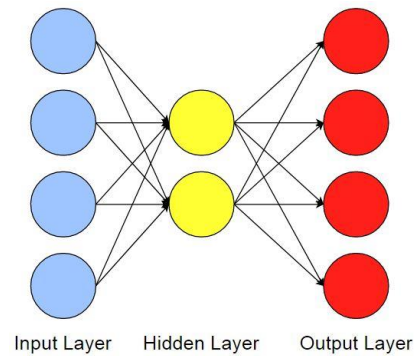
1. A machine learning approach was proposed to detect falls among the elderly with high accuracy and as quickly as possible, using only accelerometer and gyroscope sensor data from a smartwatch.
2. An untested feature vector was created for fall detection.
3. A hybrid structure was developed by applying autoencoder-based dimensionality reduction to reduce computational costs. The dimensionality-reduced dataset was tested using three different machine learning methods, and their performance was compared.
4. Autoencoder-based dimensionality reduction significantly reduced run time and improved classification accuracy.
5. A system was designed to detect falls and provide early intervention based on successful results.

The remainder of the work is organized as follows. Applied artificial intelligence methods to the dataset are briefly explained in the second section. The used dataset, the obtained experimental findings, and the developed fall detection system architecture are explained under the third section. Finally, the study is concluded in the fourth section.

## 2. Applied AI Methods

### 2.1 Autoencoder

Studies show that extracted features are not equally effective on every dataset. Therefore, it is more appropriate to extract features for the dataset (Ravi *et al.* 2016). Autoencoder is a neural network designed for this purpose. The structure is an unsupervised method that creates the same number of output vectors as the number of inputs shown in Figure 1, instead of assigning class labels. If the input data is high dimensional, a single hidden layer of an Autoencoder may not be sufficient to represent all the data. Alternatively, several Autoencoders can be stacked to form a deep Autoencoder architecture (Hinton and Salakhutdinov 2006).



**Figure 1.** The simple neural network structure for autoencoder

After pre-training, standard backpropagation can be used to fine-tune the parameters. Many autoencoder variations have been proposed to make the learned representations more robust or stable (Ravi *et al.* 2016). In this study, a contractive autoencoder was implemented to the dataset. This method was presented by Rifai *et al.* (2011) and provides an alternative to weight decay. All attributes are standardized, including the class attribute. This method has several parameters. The lambda parameter is used to determine the penalty on the size of the weights. The number of hidden layers is also one of the parameters. To improve the speed, an approximate version of the logistic function is used as the activation function (Web Resource 1).

### 2.2 Classification Approaches

#### C4.5 Decision Tree (C4.5)

A divide-and-conquer approach for learning tasks from a set of self-directed examples is modeled using a decision tree. Decision tree nodes test attributes, with tests at nodes typically comparing an attribute value to a constant. In contrast, a collection of trees compares two properties to each other or implements a particular function with at least one property. Classification(s) or probability distribution is made according to each potential classification at leaf nodes. To classify the signals, the signal is propagated from top to bottom according to the values of the verified attributes in successive nodes. When the signal reaches the leaf, the classification process ends, and the signal is classified according to the leaf class (Alickovic and Subasi 2016).

### Naive Bayes (NB)

The Naive Bayes classification algorithm is built on the Bayes theorem, assuming that the features are independent. This Bayesian classifier employs statistical analysis to forecast an upcoming feature and is well-suited for large datasets. During the learning process, the Naive Bayes Classifier trains on the test data and identifies the class with the highest sample (Venkatesh *et al.* 2019).

### Logistic Regression (LR)

Logistic regression is a popular method for modeling binary data in biostatistics and health sciences. Unstable parameter estimates occur when the number of covariates is relatively large or there is a high correlation between covariates (Saleh and Kibria 2013). The logistic regression model describes the binary interaction variable with a linear combination of a set of covariates.

## 3. Fall Detection System Design

### 3.1. Dataset

This study proposes a two-class machine learning approach for fall detection, using data obtained from the Moto 360 smartwatch shown in Figure 2. The smartwatch is configured to collect 50 data samples per second, providing the necessary data for classification.

The data used in this study were obtained from the accelerometer and gyroscope sensors, which return sensor information in three axes: x, y, and z (Sağbaş and Ballı 2017). Figure 3 shows sample accelerometer and gyroscope data for the falling action.



Figure 2. The smartwatch used for data collection

When examining the sensor signals of a fall, it is observed that the action occurs within approximately 0.7 seconds. Therefore, the dataset was adjusted to have classifications at 0.7-second intervals. Falls were classified as falling from a chair, falling while walking, falling back, and falling to the right or left, resulting in a total of 104 fall class patterns. For the not\_fall class, sensor data from 7 different daily activities were collected. This aimed to detect falls between daily activities. An unbalanced dataset was created by labeling a total of 728 patterns, with 104 for each of the daily activities, as the not\_fall class. Next, 10 statistical formulas used in signal processing studies, such as Şen *et al.* (2014) and Sağbaş *et al.* (2020), were applied to each axis of each sensor, resulting in a total of 60 features extracted. An explanatory representation of the obtained features is presented in Table 1. Autoencoder is a dimension reduction approach. In this way, the dataset represented by 60 features is provided to be represented in two dimensions with hidden units.

Table 1. Annotated representation of features

Feature number	Sensor source	Applied statistics	Feature name
1-10	Accelerometer X	Min Max	AccX+Applied statistics
11-20	Accelerometer Y	Mean	AccY+Applied statistics
21-30	Accelerometer Z	Standard deviation Mean energy	AccZ+Applied statistics
31-40	Gyroscope X	Mean curve length Zero crossing	GyrX+Applied statistics
41-50	Gyroscope Y	Q1	GyrY+Applied statistics
51-60	Gyroscope Z	Q3 Sum	GyrZ+Applied statistics

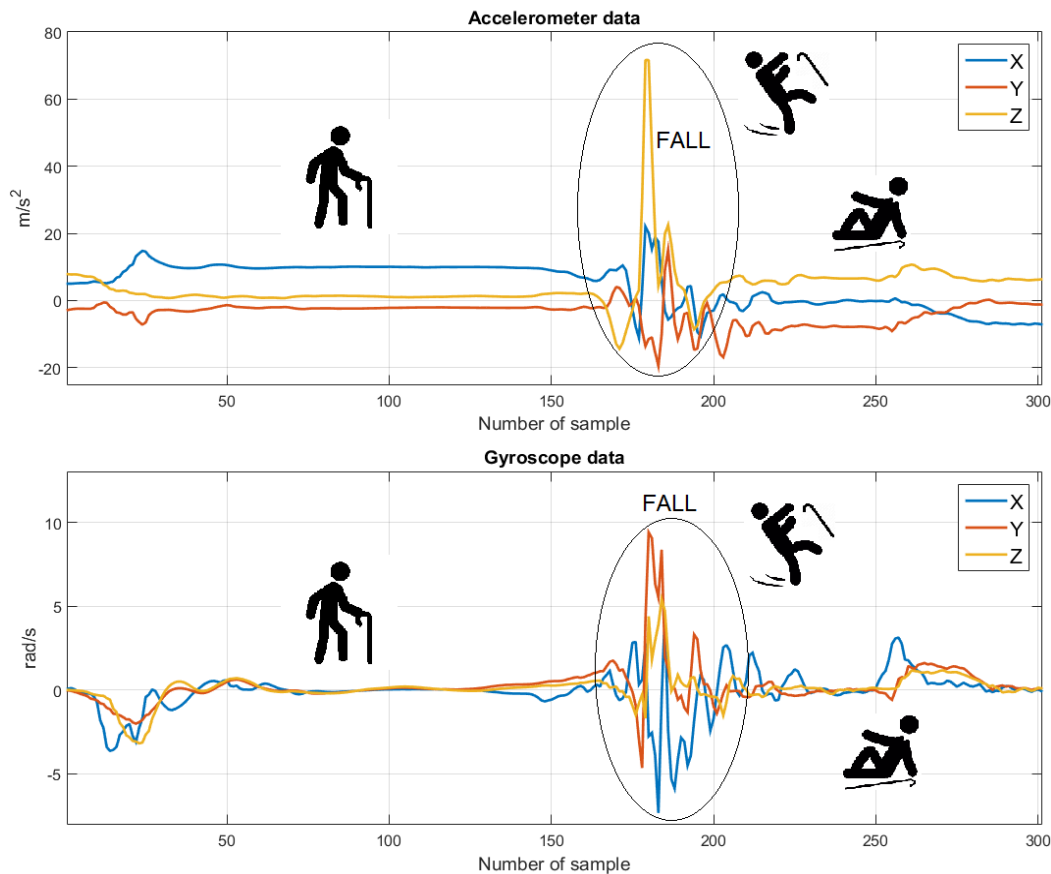


Figure 3. Sample accelerometer and gyroscope data of falling action

**3.2. Experimental Results and Discussion**

In this study, an unbalanced dataset containing two classes, "fall" and "not\_fall," was used to detect falls from smartwatch sensor data. To measure the classification performance, the classification accuracy, precision, recall, and f-score values were calculated, which are presented in equations 1-4.

$$CA = \frac{TP+TN}{TP+FP+TN+FN} \times 100\% \tag{1}$$

$$Precision = \frac{TP}{TP+FP} \tag{2}$$

$$Recall = \frac{TP}{TP+FN} \tag{3}$$

$$F - score = 2x \frac{Precision \times Recall}{Precision+Recall} \tag{4}$$

A classification task was performed on smartwatch data to detect falls, with a very short window interval of 0.7 seconds. Given the limited processing power of smartwatches, runtime becomes an important factor to consider. To address this, an autoencoder-based dimensionality reduction method was applied to the dataset before performing classification using the C4.5, naive Bayes, and logistic regression methods. The experimental flow chart and performance evaluation are presented in Figure 4, while the confusion matrices for the classification results before and after dimensionality reduction are presented in Table 2 and Table 3, respectively.

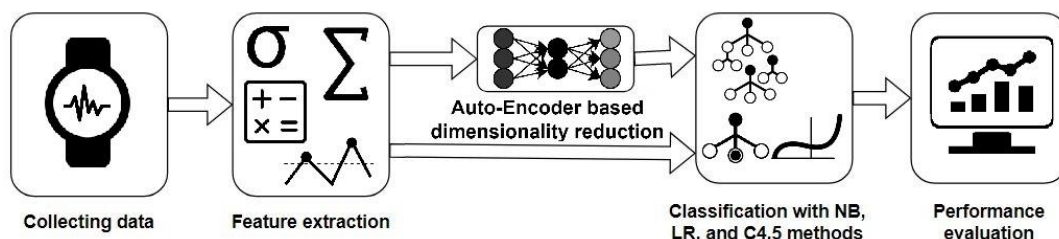


Figure 4. Flow chart of experiments

**Table 2.** The confusion matrices of the results were obtained without dimensionality reduction

<b>NB</b>	<b>NOT_FALL</b>	<b>FALL</b>
<b>NOT_FALL</b>	716	12
<b>FALL</b>	0	104

<b>LR</b>	<b>NOT_FALL</b>	<b>FALL</b>
<b>NOT_FALL</b>	726	2
<b>FALL</b>	3	101

<b>C4.5</b>	<b>NOT_FALL</b>	<b>FALL</b>
<b>NOT_FALL</b>	727	1
<b>FALL</b>	3	101

**Table 3.** The confusion matrices of the results were obtained with dimensionality reduction

<b>NB</b>	<b>NOT_FALL</b>	<b>FALL</b>
<b>NOT_FALL</b>	726	2
<b>FALL</b>	2	102

<b>LR</b>	<b>NOT_FALL</b>	<b>FALL</b>
<b>NOT_FALL</b>	727	1
<b>FALL</b>	2	102

<b>C4.5</b>	<b>NOT_FALL</b>	<b>FALL</b>
<b>NOT_FALL</b>	727	1
<b>FALL</b>	3	101

When examining the confusion matrices, it can be observed that the NB method classified the fall class without error before the dimensionality reduction process, but 12 misclassifications occurred in the not\_fall class, leading to a reduction in classification accuracy. On the other hand, the LR method showed an increase in success rates for both fall and not\_fall classes after dimensionality reduction. In the C4.5 method, no changes were observed in the classifications. Performance measurements and run times calculated based on confusion matrices are presented in Table 4, and a graphical representation of these measurements is presented in Figure 5. The highest classification accuracy and f-score values before dimensionality reduction were obtained from the C4.5 method, with 99.52% and 0.9806, respectively. The run time for this method was calculated as 0.2346. After dimensionality reduction, the classification accuracy and f-score

values of the NB and LR methods increased. The highest success was achieved with the LR method, with a classification accuracy of 99.64% and an f-score of 0.9855. The differences resulting from the experiments performed before and after dimensionality reduction are summarized in Table 5.

**Table 5.** The difference resulting from dimensionality reduction

	<b>CA</b>	<b>Precision</b>	<b>Recall</b>	<b>F-score</b>	<b>Run time</b>
<b>NB</b>	0.96	-0.0192	0.0842	0.0353	-0.1615
<b>LR</b>	0.24	0.0096	0.0097	0.0096	-0.6059
<b>C4.5</b>	0	0	0	0	-0.2109

The autoencoder-based dimensionality reduction process increased the classification accuracy and f-score values of the NB and LR methods. The accuracy increased by 0.96 points for NB and 0.24 points for LR. Additionally, the f-score values increased by 0.0353 and 0.0096, respectively. However, no change was observed in the performance measurements of the C4.5 method. There was a decrease in run times in all methods, with the maximum reduction calculated as 0.6059 s in LR, which was the most successful method.

It is not possible to directly compare the findings obtained in this study with previous studies. Because related studies use different datasets and different artificial intelligence approaches. There are several studies examining fall detection in the elderly. Anitha and Baghavathi Priya (2022) proposed a deep learning model for the detection of falls. The vision-based system performs classification with 99.9% accuracy. Galvao *et al.* (2021) proposed different topologies of a multimodal convolutional neural network trained to detect falls based on RGB images and information from accelerometers for fall detection.

**Table 4.** Performance measurements and run times for classifications

	<b>Without dimensionality reduction</b>					<b>With dimensionality reduction</b>				
	<b>CA</b>	<b>Precision</b>	<b>Recall</b>	<b>F-score</b>	<b>Run time</b>	<b>CA</b>	<b>Precision</b>	<b>Recall</b>	<b>F-score</b>	<b>Run time</b>
<b>NB</b>	98.56	1.0000	0.8966	0.9455	0.1840	99.52	0.9808	0.9808	0.9808	0.0225
<b>LR</b>	99.40	0.9712	0.9806	0.9759	0.7463	99.64	0.9808	0.9903	0.9855	0.1404
<b>C4.5</b>	99.52	0.9712	0.9902	0.9806	0.2346	99.52	0.9712	0.9902	0.9806	0.0237



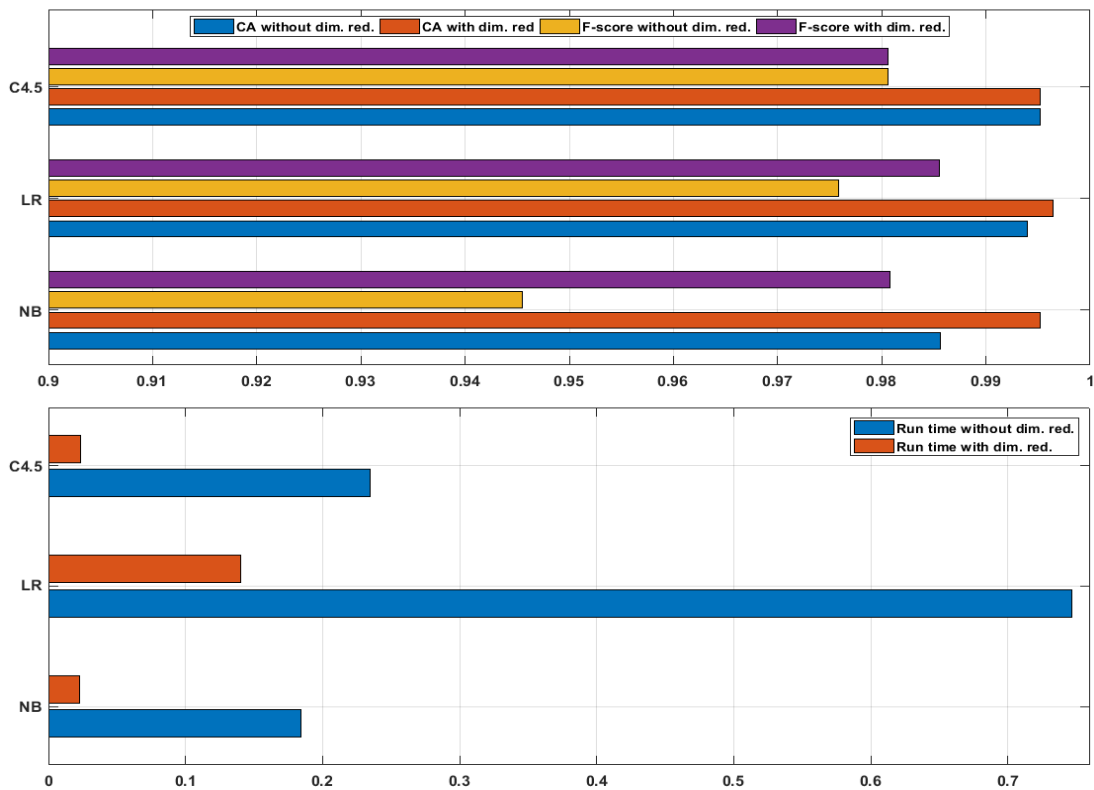


Figure 5. Graphical representation of performance measurements

The proposed model achieved 99.87% and 99.99% success on two different datasets. Wang *et al.* (2019) aimed to demonstrate the effectiveness of detecting falls using a wearable accelerometer. They achieved a classification success of over 99.9% with the CNN method. Kausar *et al.* (2022) performed binary classification of the data obtained from a wearable accelerometer device with machine learning approaches. Three of the four machine learning approaches tested achieved 99.9% classification accuracy. Salah *et al.* (2022) mentioned the limitations of hardware resources of devices used for fall detection and tried to solve this problem. In this study, in which accelerometer data and CNN method were used, the classification success was 95.55%. Jain and Semwal (2022) used deep learning methods and wearable device sensors to detect falls within 0.5 seconds with 99.24% sensitivity and 98.79% f1-score. Durgun (2023) performed the detection of falls in the elderly with an accelerometer sensor with an accuracy of 98.5%. Sözer (2022) suggested an anomaly detection approach to detect falls. He used accelerometer data and an average of 91.3% success was achieved as a result of the experiments. When the previous

studies are evaluated in general, it is seen that falls are classified with a success rate of over 99%. In this study, this success was calculated as 99.64%. Although there are vision-based studies (Anitha and Baghavathi Priya, 2022; Galvão *et al.*, 2021), it is seen that wearable accelerometer sensors are used in most of the related studies. In this study, a smart watch was used as a more suitable approach. Moreover, in addition to the accelerometer sensor, the gyroscope sensor was also utilized. Additionally, the running time was calculated between 0.02 and 0.14 seconds with the proposed autoencoder-based approach. This allows the system to be easily used offline on mobile devices.

### 3.3. System Design

Based on the experimental findings, the method with the highest classification success and the lowest computational cost was determined. It was decided to use the autoencoder-based dimensionality reduction method in the architecture to be designed and then perform classification with the LR method.

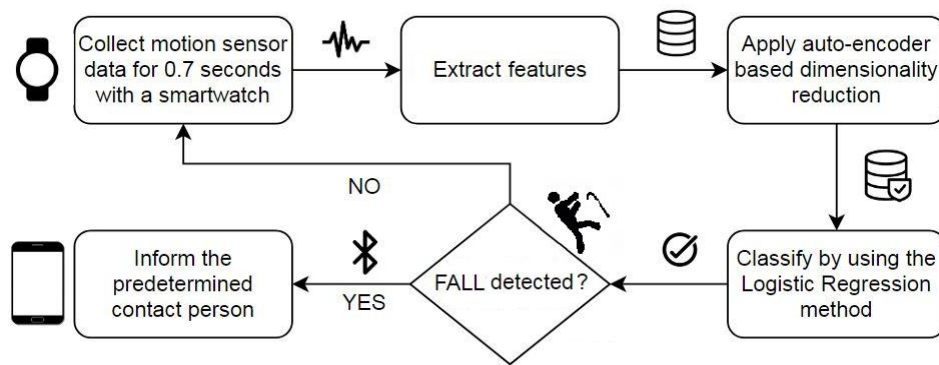


Figure 6. The architecture of the developed system

Accordingly, the system will generate a pattern every 0.7 seconds and extract 60 features from the obtained data. Then, the dimensionality of the dataset will be reduced to further reduce computational costs. Afterward, a high-accuracy classification will be performed using the LR method. When the system detects a fall, the situation will be notified to previously determined individuals or organizations via the smartphone to which the smartwatch is connected, and early intervention will be made. The architecture of the developed system is presented in Figure 6.

An example of the information message sent to the relevant person as a result of the operation of the designed system is shown in Figure 7. The recipient of the message can obtain directions by clicking on the location provided in the message via the map application. Furthermore, the heart rate information during the fall event offers the opportunity to interpret the health status of the person.

**4. Conclusion**

Falls are a major risk factor, particularly for the elderly, making it crucial to detect unavoidable falls

and intervene as soon as possible. This study successfully utilized machine learning approaches to accurately detect smartwatch sensor data. To increase classification success while reducing computation time, an autoencoder-based dimensionality reduction method was applied to the dataset prepared for fall detection.

After preparing the dataset for fall detection, machine learning approaches including NB, LR, and C4.5 decision tree methods were utilized for classification, which is commonly used and successful methods in the literature. Autoencoder-based dimensionality reduction was applied to increase classification accuracy and decrease computation time. The LR method achieved a 0.24-point increase in success and an 81% decrease in computation time after dimensionality reduction. This reduction in workload will enable the smartwatch to perform the classification process more efficiently, leading to more accurate results. These results demonstrate that the system can easily be implemented on smartwatches. The system architecture is designed and presented based on these findings.

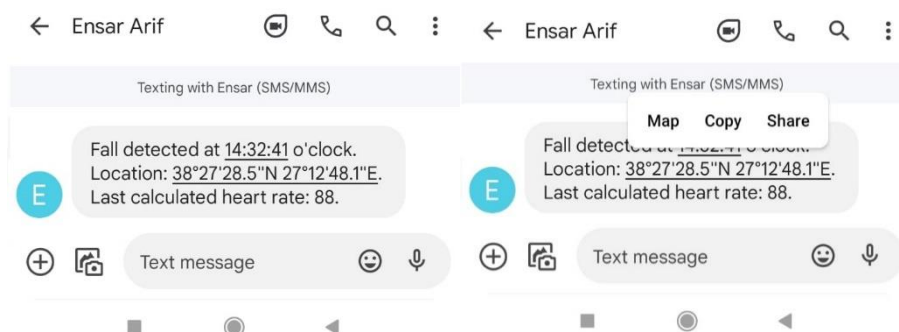


Figure 7. An example of a system-generated informational SMS.



## Acknowledgement

This study is supported by Mugla Sitki Kocman University Scientific Research Projects under the grant number 016-061.

## 5. References

- Alickovic, E. and Subasi, A., 2016. Medical decision support system for diagnosis of heart arrhythmia using DWT and random forests classifier. *Journal of medical systems*, **40(4)**, 108.
- Anitha, G. and Priya, S.B., 2022. Vision Based Real Time Monitoring System for Elderly Fall Event Detection Using Deep Learning. *Computer Systems Science & Engineering*, **42(1)**, 87-103.
- Ballı, S., Sağbaş, E.A. and Korukoglu, S., 2018. Design of smartwatch-assisted fall detection system via smartphone. In *2018 26th Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU)*, İzmir, Türkiye. 1-4.
- Ballı, S., Sağbaş, E.A. and Peker, M., 2019a. Human activity recognition from smart watch sensor data using a hybrid of principal component analysis and random forest algorithm. *Measurement and Control*, **52(1-2)**, 37-45.
- Ballı, S., Sağbaş, E.A. and Peker, M., 2019b. A Mobile Solution Based on Soft Computing for Fall Detection. In *Mobile Solutions and Their Usefulness in Everyday Life*, Sara Paiva, *EAI/Springer Innovations in Communication and Computing*, 275-294.
- Berke, D. and Aslan, F.E., 2010. A Risk of Surgical Patients: Falling, reasons and preventions. *Journal of Anatolia Nursing and Health Sciences*, **13(4)**, 72-77.
- Beyazova, M., 2011. Düşmelerin nedenleri ve önlenmesi, *Turkish Geriatrics Society*, Accessed: 08.12.2021. <http://www.geriatri.org.tr/SempozyumKitap2011/11.pdf>
- De Miguel, K., Brunete, A., Hernando, M. and Gambao, E., 2017. Home camera-based fall detection system for the elderly. *Sensors*, **17(12)**, 2864.
- Durgun, Y., 2023. Fall Detection Systems Supported by TinyML and Accelerometer Sensors: An Approach for Ensuring the Safety and Quality of Life of the Elderly. *International Scientific and Vocational Studies Journal*, **7(1)**, 55-61.
- Galvão, Y. M., Ferreira, J., Albuquerque, V.A., Barros, P. and Fernandes, B.J., 2021. A multimodal approach using deep learning for fall detection. *Expert Systems with Applications*, **168**, 114226.
- Hakim, A., Huq, M.S., Shanta, S. And Ibrahim, B.S.K.K., 2017. Smartphone based data mining for fall detection: Analysis and design. *Procedia computer science*, **105**, 46-51.
- Harrou, F., Zerrouki, N., Sun, Y. and Houacine, A., 2019. An integrated vision-based approach for efficient human fall detection in a home environment. *IEEE Access*, **7**, 114966-114974.
- Hinton, G.E. and Salakhutdinov, R.R., 2006. Reducing the dimensionality of data with neural networks. *science*, **313(5786)**, 504-507.
- Hussain, F., Hussain, F., Ehatisham-ul-Haq, M. and Azam, M.A., 2019. Activity-aware fall detection and recognition based on wearable sensors. *IEEE Sensors Journal*, **19(12)**, 4528-4536.
- Jain, R., and Semwal, V.B., 2022. A novel feature extraction method for preimpact fall detection system using deep learning and wearable sensors. *IEEE Sensors Journal*, **22(23)**, 22943-22951.
- Kausar, F., Awadalla, M., Mesbah, M. and AlBadi, T. 2022. Automated machine learning based elderly fall detection classification. *Procedia Computer Science*, **203**, 16-23.
- Kerdjadj, O., Ramzan, N., Ghanem, K., Amira, A. and Chouireb. F., 2020. Fall detection and human activity classification using wearable sensors and compressed sensing. *Journal of Ambient Intelligence and Humanized Computing*, **11(1)**, 349-361.
- Khojasteh, S.B., Villar, J.R., Chira, C., González, V.M. and De la Cal., E., 2018. Improving fall detection using an on-wrist wearable accelerometer. *Sensors*, **18(5)**, 1350.
- Khraief, C., Benzarti, F. and Amiri, H., 2020. Elderly fall detection based on multi-stream deep convolutional

- networks. *Multimedia Tools and Applications*, **79(27)**, 1-24.
- Lu, N., Wu, Y., Feng, L. And Song, J., 2018. Deep learning for fall detection: Three-dimensional CNN combined with LSTM on video kinematic data. *IEEE journal of biomedical and health informatics*, **23(1)**, 314-323.
- Mauldin, T.R., Canby, M.E., Metsis, V., Ngu, A.H. and Rivera, C.C., 2018. SmartFall: A smartwatch-based fall detection system using deep learning. *Sensors*, **18(10)**, 3363.
- Musci, M., De Martini, D., Blago, N., Facchinetti, T. And Piastra, M., 2020. Online Fall Detection using Recurrent Neural Networks on Smart Wearable Devices. *IEEE Transactions on Emerging Topics in Computing*, **9(3)**, 1276-1289.
- Núñez-Marcos A., Azkune, G. And Arganda-Carreras, I., 2017. Vision-based fall detection with convolutional neural networks. *Wireless communications and mobile computing*, **9474806**, 1-16.
- Ponce, H., Martínez-Villaseñor, L. and Nuñez-Martínez, J., 2020. Sensor location analysis and minimal deployment for fall detection system. *IEEE Access*, **8**, 166678-166691.
- Ravi, D., Wong, C., Deligianni, F., Berthelot, M., Andreu-Perez, J., Lo, B. and Yang, G.Z., 2016. Deep learning for health informatics. *IEEE journal of biomedical and health informatics*, **21(1)**, 4-21.
- Rifai, S., Vincent, P., Muller, X., Glorot, X. and Bengio, Y., 2011. Contractive auto-encoders: Explicit invariance during feature extraction. *In Proceedings of the 28th international conference on international conference on machine learning*, Bellevue Washington USA. 833-840.
- Sağbaşı, E.A., Ballı, S. and Yıldız, T., 2016. Wearable Smart Devices: The Past, Present and Future. *Academic Computing Conference*, Aydın, Türkiye. 749-756.
- Sağbaşı, E.A. and Ballı, S., 2017. Classification of Human Motions with Smartwatch Sensors. *Süleyman Demirel University Journal of Natural and Applied Sciences*, **21(3)**, 980-990.
- Sağbaşı, E.A., Korukoglu, S. and Ballı, S., 2020. Stress detection via keyboard typing behaviors by using smartphone sensors and machine learning techniques. *Journal of medical systems*, **44(4)**, 1-12.
- Salah, O.Z., Selvaperumal, S.K. and Abdulla, R., 2022. Accelerometer-based elderly fall detection system using edge artificial intelligence architecture. *International Journal of Electrical and Computer Engineering*, **12(4)**, 4430-4438.
- Saleh, A.M.E. and Kibria, B.G., 2013. Improved ridge regression estimators for the logistic regression model. *Computational Statistics*, **28(6)**, 2519-2558.
- Sözer, A.T., 2022. Denetimsiz Anomali Tespiti Yaklaşımı ile Düşme Algılama. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, **11(1)**, 88-98.
- Şen, B., Peker, M., Çavuşoğlu, A. and Çelebi, F.V., 2014. A comparative study on classification of sleep stage based on EEG signals using feature selection and classification algorithms. *Journal of medical systems*, **38(3)**, 1-21.
- Taramasco, C., Rodenas, T., Martinez, F., Fuentes, P., Munoz, R., Olivares, R., ... and Demongeot, J., 2018. A novel monitoring system for fall detection in older people. *IEEE Access*, **6**, 43563-43574.
- Venkatesh, R., Balasubramanian, C. and Kaliappan, M., 2019. Development of big data predictive analytics model for disease prediction using machine learning technique. *Journal of medical systems*, **43(8)**, 1-8.
- Wang, G., Li, Q., Wang, L., Zhang, Y. and Liu, Z., 2019. Elderly fall detection with an accelerometer using lightweight neural networks. *Electronics*, **8(11)**, 1354.
- Zurbuchen, N., Wilde, A. and Bruegger, P., 2021. A machine learning multi-class approach for fall detection systems based on wearable sensors with a study on sampling rates selection. *Sensors*, **21(3)**, 938.

#### Web resources

1. <https://weka.sourceforge.io/doc/packages/multiLayerPerceptrons/weka/filters/unsupervised/attribute/MLPAutoencoder.html>, (28.12.2021)

# Meme Ultrason Görüntülerinde Kanserli Hücre Segmentasyonu İçin Yeni Bir FCN Modeli

Cüneyt ÖZDEMİR<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Siirt Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Siirt

e-posta: cozdemir@siirt.edu.tr. ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-9252-5888>

Geliş Tarihi: 02.03.2023

Kabul Tarihi: 18.09.2023

## Öz

Meme kanseri kadınlar arasında yaygın bir hastalıktır. Zamanında teşhis ve uygun müdahale, iyileşme beklentilerini önemli ölçüde artırır ve hastalığın ilerlemesini engeller. Meme kanserinin görsel görüntüleri, meme dokusunu kötü huylu ve kötü huylu olmayan alanlara ayırmaya hizmet ederek, kötü huylu hücrelerin ayırt edilmesi, tümör boyutlarının değerlendirilmesi ve neoplazmın evrelendirilmesi dahil olmak üzere çok önemli bilgiler sağlar. Meme kanseri taramaları, özellikle genç ve hamile kadınlar grubundaki hassasiyetleri iyileştirmek için yürürlüğe konmuştur. Bununla birlikte, radyografik tasvirlerin incelenmesinin yanlışlıkla bazı incelikleri gözden kaçırabileceği durumlar da vardır. Gelişmiş yapay zeka paradigmaları, sofistike hesaplama metodolojileri ile birleştiğinde, daha yüksek hassasiyette sonuçlar elde etmek için kullanılmaktadır. Bu bağlamda, ultrason teknolojisi tarafından kolaylaştırılan segmentasyon metodolojisi çok önemli bir müdahale olarak ortaya çıkmaktadır. Mevcut araştırmada, sapmaların tanımlanması ve kanserojen bölgelerin belirlenmesi için U-Net ve yenilikçi bir Fully Convolutional Network mimarisinden yararlanılmıştır. Bu çalışma kapsamında önerilen Fully Convolutional Network mimarisi, test görüntülerinde %77,2 MeanIoU, %71,6 precision, %77,7 recall ve %74,5 F1 skoru elde edilmiştir. U-Net modeli ile %76,4 MeanIoU, %67,6 precision, %80,4 recall ve %73 F1 skoru elde edilmiştir. Bulgular, önerilen Fully Convolutional Network mimarisinin U-Net modeline göre daha iyi performans sergilediğini ortaya koymuştur. Bu sonuçlar, meme kanseri teşhisi ve tedavisi için segmentasyon işleminin önemini vurgulamakta ve önerilen Fully Convolutional Network mimarisinin U-Net mimarisinden daha başarılı olduğunu ortaya koymaktadır.

## Anahtar kelimeler

Fully Convolutional Network; U-Net; Meme görüntüsü; Kanserli hücre; Segmentasyon

## A New FCN Model for Cancer Cell Segmentation in Breast Ultrasound Images

### Abstract

Breast cancer stands as a widespread ailment among women. Timely diagnosis and appropriate intervention significantly enhance prospects of recovery and thwart disease progression. Visual representations of breast cancer serve to delineate breast tissue into malignant and non-malignant regions, offering crucial insights, including the discernment of malignant cells, assessment of tumor dimensions, and staging of the neoplasm. Breast cancer screenings are implemented to ameliorate sensitivities, especially within the cohort of young and pregnant women. However, instances exist wherein the examination of radiographic portrayals may inadvertently overlook certain intricacies. Advanced artificial intelligence paradigms, coupled with sophisticated computational methodologies, are harnessed to attain outcomes of heightened precision. In this context, the segmentation methodology facilitated by ultrasound technology emerges as a pivotal intervention. In the present study, U-Net and an innovative Fully Convolutional Network architecture are utilized to identify deviations and demarcate carcinogenic zones. Within the scope of this research, the proposed Fully Convolutional Network architecture achieves a MeanIoU of 77.2%, precision rates of 71.6%, recall rates of 77.7%, and an F1 score of 74.5% in testing images. Conversely, the U-Net model yields comparable performance metrics, manifesting a MeanIoU of 76.4%, precision of 67.6%, recall of 80.4%, and an F1 score of 73%. Notably, the findings underscore the superiority of the proposed Fully Convolutional Network paradigm over the U-Net architecture. These results accentuate the significance of segmentation methodologies in the realm of breast cancer diagnosis and treatment, thus affirming the

### Keywords

Fully Convolutional Network ; U-Net; Breast image; Cancer cell; Segmentation

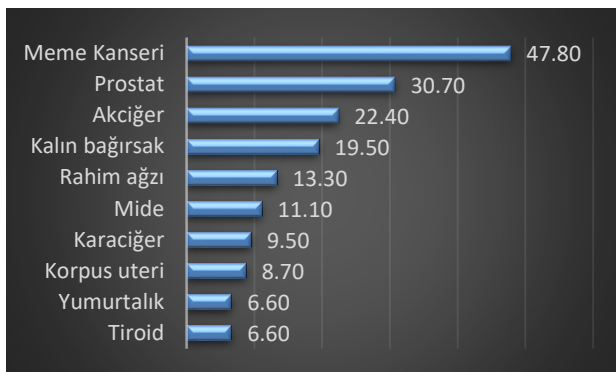
## 1. Giriş

Kanser, vücudun herhangi bir dokusunda anormal hücrelerin kontrolsüz bir şekilde çoğalması sonucu oluşan bir hastalık olarak tanımlanır. Bu hastalık, genellikle başlangıçta vücutta meydana gelen hücresel anormalliklerin çevre dokulara yayılması veya diğer organlara sıçramasıyla karakterizedir. Kanser, tıpta neoplazma veya kötü huylu tümör olarak da adlandırılır.

Düşük veya orta gelirli birçok ülkede, sağlık sistemlerinin zayıf olması nedeniyle kanser hastaları, doğru zamanda teşhis ve tedaviye erişememektedir. Bu durum, hastalığın ileri aşamalarda teşhis edilmesine ve daha az etkili tedavilere başvurulmasına yol açarak yaşam oranını düşürmektedir. Ancak, güçlü sağlık sistemlerine sahip ülkelerde erken teşhis ve kaliteli tedavi sayesinde kanser hastalarının yaşama oranı daha yüksek olmaktadır (1).

Kanser, dünya genelinde önemli bir halk sağlığı sorunudur. 2018 yılında altı ölümden biri kansere bağlı olarak gerçekleşmiştir. Dünya çapında tahminen 9.6 milyon ölümlerle, kanser en sık görülen ikinci ölüm nedenidir.

Özellikle 2020 yılında Uluslararası Kanser Araştırma Ajansı'na göre, meme kanseri Dünya genelinde en yaygın görülen kanser türüdür (2). Şekil 1'de Uluslararası Kanser Araştırma Ajansı tarafından dünyada görülen kanser türleri gösterilmiştir. Şekil 2'de Dünya sağlık örgütü Uluslararası Kanser Araştırma Ajansı'na (2) göre Türkiye'de 2020 yılında en fazla görülen kanser türleri gösterilmiştir.



Şekil 1. Dünyada 2020 yılında görülen kanser türleri (2)



Şekil 2. 2020 yılında Türkiye'de görülen kanser türleri (2)

Şekil 2'den görüldüğü gibi meme kanseri Türkiye'de en fazla görülen kanser türüdür.

Meme kanserinin teşhisinde mamografi, manyetik rezonans görüntüleme (MR), ultrason ve tomografi gibi medikal görüntüleme yöntemleri kullanılır. Kesin teşhis, meme dokusundan alınan örneklerin patolojik olarak incelenmesiyle elde edilir. Bu test sonucunda kanser hakkında net bir değerlendirme yapılır. Biyopsi dışında mamografi, meme dokularının X ışınlarıyla çekildiği bir yöntem ve meme ultrasonu meme dokularını ses dalgalarıyla görüntülemek için kullanılır. Ultrasonografi, meme kanserinin tanısında önemli bir rol oynar ve meme dokusunun iç yapısını incelemek için kullanılır (Loukas vd. 2013, Joy vd. 2005).

Meme kanserinin erken teşhisi, başarılı tedavi ve iyileşme potansiyelini artırabilir. Zamanında teşhis sadece tedavi sürecinin zorluklarını hafifletmekle kalmaz, aynı zamanda cerrahi gereksinimleri ve yoğun kemoterapi ve radyasyon tedavilerine duyulan ihtiyacı da azaltır. Ayrıca, erken teşhis toplam tedavi maliyetinin azalmasına da katkıda bulunabilir.

Mammografi veya manyetik rezonans (MR) gibi tekniklerle elde edilen radyolojik görüntüler,

kanserli hücrelerin varlığını tespit etmek için incelenir. Bununla birlikte, insan gözüyle yapılan incelemelerde, görüntüleri inceleyen kişilerin yeterli uzmanlık veya tecrübeye sahip olmaması, görüntülerdeki detayların gözden kaçmasına neden olabilir. Bu durum, kanserin doğru şekilde tespit edilememesi ve tedavinin etkinliğinin azalması gibi sonuçlar doğurabilir. Bu nedenle, radyolojik görüntülerin daha doğru bir şekilde analiz edilmesi için gelişmiş görüntü işleme teknikleri ve yapay zeka algoritmaları gibi yöntemler kullanılmaktadır. Bu teknikler sayesinde, görüntüler daha etkili bir şekilde incelenebilir ve kanserli hücrelerin varlığı daha doğru bir şekilde tespit edilebilir. Görüntülerin işlenmesi ve analizinde kullanılan yöntemlerden biri segmentasyon yöntemidir.

Segmentasyon, meme dokusunun kanserli ve kanserli olmayan bölgelerinin ayrıştırılmasıyla kanserli hücrelerin tespit edilmesi, tümör boyutunun ölçülmesi ve kanserin evrelemesi gibi önemli bilgilerin elde edilmesini sağlayan bir yöntemdir. Ayrıca, kanserli dokunun sağlıklı dokudan ayırt edilmesi, kanserin sınırlarının belirlenmesi ve tedavi planlarının oluşturulması açısından büyük bir öneme sahiptir. Görüntü segmentasyonu, radyolojik görüntülerde kanserli hücreleri tanımlamak için kullanılan bir yaklaşımdır. Özellikle derin öğrenme teknikleri ile gerçekleştirilen görüntü segmentasyonu, yüksek hassasiyetli sonuçlar elde edebilir ve meme kanserinin erken teşhisine önemli katkı sağlayabilir. Bu yaklaşım, görüntülerin daha ayrıntılı bir şekilde incelenmesine ve kanserli hücrelerin daha kolay tespit edilmesine olanak tanır. Bu da daha doğru teşhis koymayı mümkün kılar ve hastalığın erken evrelerde teşhis edilmesine yardımcı olur.

Derin öğrenme, makine öğrenme disiplininin alt dallarından biridir. Makine öğrenmesi, sağlık, gıda, robotik gibi birçok alanda geniş bir kullanım alanına sahip olan bir teknolojidir (Dogan vd. 2022, Atas vd. 2022, Dogan vd. 2023, Kılıç vd. 2021). Derin öğrenme, yapay sinir ağı gibi algoritmaları kullanarak veri setlerindeki karmaşık ilişkileri ve yapıları anlamaya çalışır. Bu sayede öğrenme sürecini gerçekleştirir ve birçok alanda etkili sonuçlar elde ederek yenilikçi çözümler sunar. Özellikle medikal görüntülerin analizinde, derin

öğrenme yöntemlerinin kullanımı oldukça yaygındır. Bu bağlamda, medikal görüntü segmentasyonunda sıklıkla tercih edilen bir derin öğrenme modeli olan "U-Net" bulunmaktadır.

Bu çalışmanın ana amacı, meme kanserinin erken teşhisinde görüntü işleme ve derin öğrenme tekniklerinin etkili bir şekilde kullanılabilirliğini incelemektir. Bu hedefi gerçekleştirmek adına, U-Net ve yeni bir Fully Convolutional Network (FCN) mimarisi gibi derin öğrenme yöntemleri kullanılarak meme kanserinin tespitinde daha etkili sonuçlar elde edilmesi amaçlanmıştır.

Bu araştırma kapsamında, kanserli meme bölgelerindeki anormal hücrelerin teşhisinde önerilen yeni bir FCN mimarisi sunulmuştur. Özellikle meme kanseri görüntülerine yönelik olarak geliştirilen bu FCN mimarisi ile U-Net mimarisi arasındaki performans farklılıkları karşılaştırılmıştır. Bu çalışma, medikal görüntüleme alanında yeni bir makine öğrenimi yöntemi sunma amacı taşımaktadır. Ayrıca, önerilen FCN yönteminin tıbbi görüntüleme pratiğinde daha geniş bir kullanım alanı bulması ve hastalıkların daha hassas ve doğru bir şekilde teşhis edilmesine katkı sağlaması öngörülmektedir.

## 2. Literatür

Literatürde, farklı veri setleri ve yöntemler ile meme kanseri tespiti için çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalar, meme kanserinin erken teşhisini ve tedavisini iyileştirmeyi amaçlamaktadır. Bu çalışmalardan bazıları şunlardır:

Motta ve vd. (2010), görüntü işleme tekniklerini içeren bir dizi yöntemle birlikte, ilgi alanı (ROI) segmentasyonunu sağlayan bir çalışma geliştirmiştir. Bu çalışmada, öncelikle Otsu eşiklemeyle arka plan temizlenmiş ve ardından morfoloji ve Canny kenar tespitçisi ile istenmeyen bölgeler belirlenerek kaldırılmıştır. Hough dönüşümü ve adaptif iyileştirme ile meme segmentasyonu gerçekleştirilmiştir.

Marques vd. (2012), görüntü işleme tekniklerini kullanarak, meme üst, alt ve yan sınırlarını belirlemeye dayalı bir segmentasyon yöntemi önermişlerdir. Bu yöntem, sınır tespiti, eşikleme,

bölge büyütme ve Least Squares ve B-Splines ile eğri uyumunu içermektedir.

Baffa vd. (2016), uyarlanabilir iyileştirme eşliğine dayalı bir segmentasyon yöntemi geliştirmiştir. Bu yöntemde, meme üst ve alt bölgeleri önce Otsu eşikleme ile tespit edilmiş, ardından arka plan temizlenerek uyarlanabilir eşikleme kullanılarak meme iç bölgeleri belirlenmiştir.

Marques vd. (2016), görüntü işleme tekniklerini içeren bir segmentasyon yöntemi geliştirmiştir. Bu yöntemde eşikleme, kümeleme, kenar algılama ve iyileştirme gibi tekniklerin bir kombinasyonu kullanılmıştır. Yöntem, DMR-UFF veri tabanından alınan 328 IR görüntüsü üzerinde test edilmiştir.

Ancak, ilerleyen teknoloji ile birlikte, Evrimsel Sinir Ağı (ESA), son yıllarda görüntü işleme alanında büyük bir yenilik olarak öne çıkmış ve kanserli hücre tespitinde etkili sonuçlar sunmuştur.

Melo vd. (2017), IR görüntülerinde ROI'yi bölümlere ayırmak için bir ESA geliştirmiştir. Bu yöntem, Görsel Geometrik Grup (VGG-CNN) mimarisi temel alınarak tasarlanmıştır. Eğitim ve test, DMR-UFF veri tabanından yaklaşık 285 görüntü kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Ozan vd. (2018), Attention-UNet modeli ile hedeflenen nesnenin boyutu ve şeklinin değiştiği durumlarda daha iyi özellik gösterimleri elde ettiklerini belirtmiştir. Bu model, önemsiz özellikleri dikkate almayı kısıtlayarak bölütleme görevinde yüksek bir performans sergilemiştir.

Zongwei vd. (2018), geliştirdikleri UNet++ yöntemiyle kodlayıcı ve kod çözücüyü iç içe geçmiş bir evrişim yapısı ile birleştirerek yöntemin performansını artırdıklarını, ancak, ağır karmaşıklığı eğitimi zorlaştırdığını ifade etmiştir.

Mendes vd. (2020), IR görüntüleme ilgi bölgesini belirlemek için Genetik Algoritmalar temelli bir segmentasyon yöntemi önermiştir. Yöntem, ROI algılama sürecinde en iyi uyan bir kardoid işlevi geliştirmeyi içermektedir.

Baffa vd. (2021), geleneksel U-Net mimarisini temel alan ve meme IR görüntüleri üzerinden DMR için önden görünüm edinimi ile eğitilen basitleştirilmiş bir CNN mimarisi önermiştir.

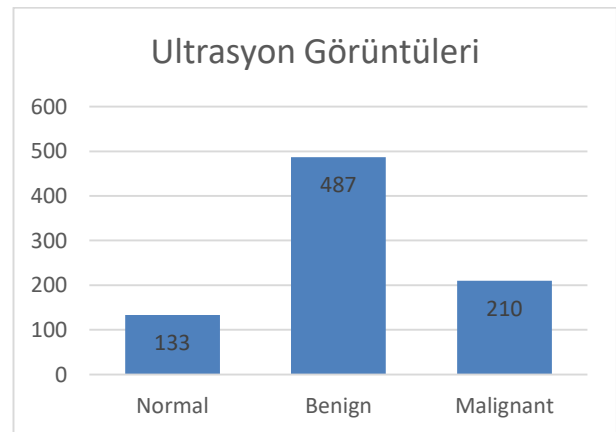
Yang vd. (2021), otomatik göğüs tümörü segmentasyonu için bölge tabanlı evrişimli sinir ağı (R-CNN) adlı bir model tasarlamışlardır. Bu model, segmentasyon görevinde üstün sonuçlar elde etmiştir. Ancak, modelin performansını görüntü kalitesi ve tümör boyutu gibi faktörlerin sınırladığı ifade edilmiştir. Bu sınırlamaların üstesinden gelmek için daha gelişmiş görüntü işleme teknikleri ve daha hassas tümör boyutu tespit yöntemlerine ihtiyaç duyulduğu ifade edilmiştir.

### 3. Materyal ve Metot

Çalışmada öncelikle, ultrason görüntüleri ve bu görüntülere ait etiketlenen maskeler ön işleme işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra, veri seti bir makine öğrenimi modeline uyacak şekilde hazırlanmış ve görüntüler eğitim, doğrulama ve test kümelerine ayrılmıştır. Eğitim işlemi, denetimli bir öğrenme yaklaşımı kullanılarak maskelerin çıktılarına dayanarak gerçekleştirilmiştir.

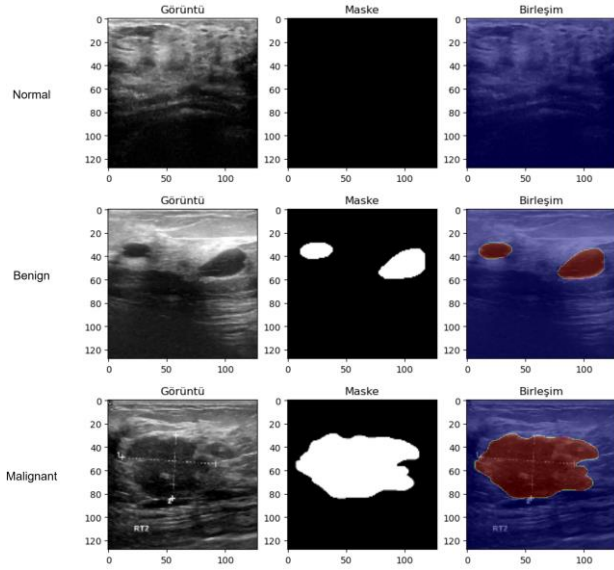
#### 3.1 Veri Seti

Görüntüler Dhabyani tarafından erişime açık olarak dağıtılan meme kanseri görüntülerinden oluşmaktadır (Al-Dhabyani vd. 2020). Görüntüler 2018 yılında 600 kadın hastadan toplanmıştır. Görüntüler 25 ile 75 yaş arasındaki kadınlar arasındaki meme ultrason görüntülerinden oluşmaktadır. Veri seti, ortalama görüntü boyutu 500\*500 piksel olan 780 görüntüden oluşmaktadır. Görüntüler iyi huylu, normal ve kötü huylu olmak üzere üç kategoriye ayrılmıştır. Şekil 3'te veri setine ait görüntülerin sayısı verilmiştir.



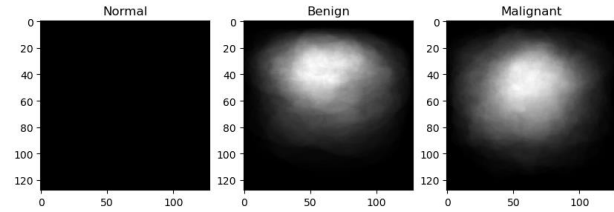
Şekil 3. Veri seti

Şekil 4'te veri setinde yer alan 3 farklı meme kanserine ait görüntü, maskeleme görüntüleri ve görüntü ile maskeleme görüntüsünün birleşiminden olan örnek görüntüler verilmiştir.



Şekil 4. Meme kanseri türleri

Veri setinde yer alan farklı sınıflara ait tüm görüntü maskelerinin ortalamasını alınarak elde edilen görüntüler Şekil 5'te verilmiştir.



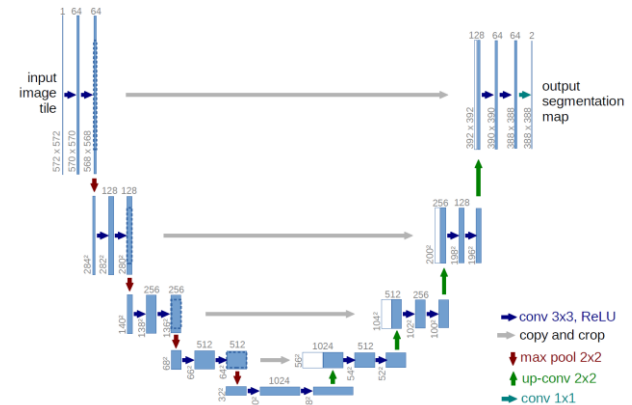
Şekil 5. Her sınıftaki maskelerin ortalama görünümü

Veri setinde yer alan görüntüler incelendiğinde normal sınıfında yer alan görüntülere ait maskeleme olmadığı için bu sınıf veri setinden çıkarılmıştır. Veri setinde yer alan görüntüler öncelikle önışleme işlemine tabi tutulmuştur. Önışleme aşamasında görüntüler 128x128 olacak şekilde yeniden boyutlandırılmıştır. Ardından algoritma etkinliğini artırmak ve Makine Öğrenimi işlemi hızlandırmak için görüntüler ölçeklendirilmiştir. Bu işlemler sonunda görüntülerin %90'ı eğitim, %10 test için ayrılmıştır. Eğitim için ayrılan görüntülerin %10'u model validasyonu için ayrılmıştır.

### 3.2 Metot

Semantik görüntü bölütlemenin amacı, bir görüntünün her pikselini, temsil edilen bir duruma karşılık gelen bir sınıfla etiketlemektir. Segmentasyon işleminde her piksel için bir tahmin yapılır. Çıktı, her pikselin belirli bir sınıfa sınıflandırıldığı yüksek çözünürlüklü bir görüntüdür. Görüntü segmentasyonu, bir görüntüyü, görüntüdeki farklı nesnelere veya arka planları tanımlamak ve sınıflandırmak için kullanılabilecek farklı bölgelere veya segmentlere bölmeyi içerir. Kanser ultrasonları bağlamında, görüntü segmentasyonu normal doku ve tümörler gibi farklı doku türleri arasında ayırım yapabilir. Bu bilgiler kanserin tanı ve tedavisinde değerlidir.

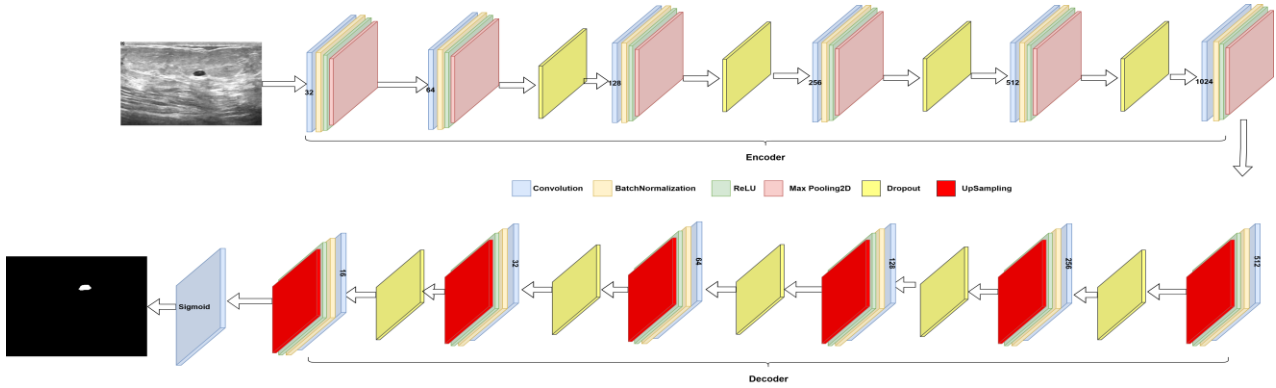
Bu çalışmada, kanserli hücrelerin tespiti için bölütleme işlemlerinde yüksek başarımlar elde eden ve ESA mimarileri arasında tanınan U-Net ve önerilen yeni bir FCN mimarisi kullanılmıştır. U-Net mimarisi (Ronneberger vd. 2015) Biyomedikal Görüntü Segmentasyonu için geliştirilmiştir.



Şekil 6. U-Net Mimarisi (Ronneberger vd. 2015)

Şekil 6'da gösterilen U-Net mimarisi iki aşamadan oluşur: İlk aşama, görüntüdeki bağlamı yakalamak için kullanılan bir kodlayıcı (encoder)dır. Encoder, geleneksel bir evrişimli ve maksimum havuzlama katmanları yığından oluşur. İkinci aşama ise, hassas yerelleştirmeyi mümkün kılmak için simetrik genişleyen bir kod çözücü (decoder) kullanarak evrişim katmanının tersini (transposed convolution) kullanır. U-Net mimarisi gibi, önerdiğimiz FCN mimarisi, encoder ve decoder olmak üzere 2 kısımdan oluşmaktadır.





Şekil 7. Önerilen FCN mimarisi

Encoder bölümü, girdi resmin boyutunu azaltma, özellik haritalarının sayısını artırma ve daha yüksek seviyedeki semantik bilgileri yakalama amacıyla tasarlanmıştır. Şekil 7'den görüldüğü gibi encoder kısmı evrişim, batch normalizasyon, aktivasyon ve havuzlama katmanlarından oluşmaktadır.

Decoder bölümü ise encoder bölümünde üretilen özellik haritalarını girdi resmin orijinal boyutuna tekrar çıkarmak için tasarlanmıştır. Bu amaç için decoder, transpoze evrişim katmanları ve encoder özellikleri ile birleştirme yapmaktadır. Decoder'ın amacı, encoder'da kaybettiği uzamsal ayrıntıyı geri kazanmak ve segmentasyon haritasını veya çıktısını üretmektir.

Önerilen FCN mimarisi içindeki encoder ve decoder bölümleri birlikte çalıştığında, önerilen mimari resimler üzerinde semantik segmentasyon yaparak, her bir pikseli belirli bir kategoriye atama yapmaktadır. Önerilen mimaride çıktı katmanında kullanılan evrişim katmanında aktivasyon fonksiyonu olarak sigmoid aktivasyon fonksiyonu kullanılmıştır.

Bu çalışmanın derin öğrenme modellerinde kullanılan hiper-parametreler, modelin performansını optimize etmek amacıyla dikkatli bir şekilde seçilmiştir. Optimizasyon sürecinde, öncelikle aktivasyon fonksiyonu olarak Adam aktivasyon fonksiyonu tercih edilmiştir. Adam, gradient tabanlı bir optimizasyon algoritmasıdır ve genellikle derin öğrenme modellerinde tercih edilen

bir seçenektir. Öğrenme oranı ise 0.001 olarak varsayılan değeri ile belirlenmiştir.

Hiper-parametrelerin seçiminde kapsamlı bir deneme yanılma süreci gerçekleştirilmiştir. Farklı öğrenme oranları, batch boyutları ve epoch sayıları gibi parametrelerin farklı kombinasyonları denenmiş ve modelin doğruluk oranı, kayıp değeri ve genelleme yeteneği üzerindeki etkileri titizlikle değerlendirilmiştir. Bu denemeler sonucunda, öğrenme oranının başlangıçta 0.001 olarak belirlenmesinin en iyi sonuçları verdiği gözlemlenmiştir.

Modelin eğitiminde, EarlyStopping ve ReduceLRonPlateau teknikleri kullanılmıştır.

EarlyStopping, modelin eğitim sürecinde overfitting'e yatkınlığını önlemek için kullanılan bir tekniktir. Bu teknik sayesinde, modelin performansı belirli bir süre boyunca gelişmiyorsa eğitim durdurulur ve en son iyi performans gösteren model kullanılır.

ReduceLRonPlateau, modelin varsayılan öğrenme oranını dinamik olarak azaltarak eğitim sürecinin daha stabil olmasını ve daha iyi sonuçlar elde edilmesini sağlar. Bu teknik, modelin öğrenme oranının azaltılması gerektiğinde otomatik olarak devreye girer ve eğitim sürecinin daha verimli hale gelmesini sağlar.



### 3.2.1 Değerlendirme Ölçütleri

Deneysel çalışmalarda kullanılan modellerin segmentasyon performans değerlendirmesi için birkaç farklı metrik kullanılmıştır. Bunlar;

Mean Intersection over Union (MeanIoU), segmentasyonun doğruluğunu ölçmek için kullanılan bir metriktir. Tahmin edilen bir görüntü ile referans bir görüntü arasındaki kesişimin büyüklüğünün, tahmin edilen görüntü ile referans görüntüsü arasındaki birleşimin büyüklüğüne bölünmesiyle hesaplanır. Her sınıf için ayrı ayrı hesaplanan IoU değerlerinin ortalaması alınarak, ortalama IoU değeri elde edilir.

Precision, segmentasyon sırasında tanımlanan nesnelerin ne kadarının gerçekten doğru şekilde belirlendiğini ölçmek için kullanılan bir metriktir. Precision, belirlenen nesnelerin gerçek sınırlarına ne kadar yakın olduğunu belirler. Precision, modelin yanlış pozitif örneklerinin oranını azaltarak, modelin daha az yanlış pozitif örnek ürettiğini gösterir.

Recall metriği, gerçek pozitif (true positive) örneklerin tespit edilme oranını ifade eder. Bir modelin, tüm gerçek pozitif örneklerin ne kadarını doğru bir şekilde tespit edebildiğini ölçmek için kullanılır. U-Net modelinin daha yüksek bir Recall performansı göstermesi, modelin daha fazla gerçek pozitif örneğini doğru bir şekilde tespit

edebilmesinden kaynaklanabilir. Bu, modelin daha fazla hücre bölgesini tespit ettiği anlamına gelir. Ancak, aynı zamanda yanlış pozitif örneklerin sayısını artırabilir ve dolayısıyla Precision metriği düşük çıkabilir. Bu nedenle, model seçimi ve performans ölçümü için tek başına yeterli değildir.

F1 score, Precision ve Recall metriklerinin birleşimidir ve segmentasyonun doğruluğunu ölçmek için kullanılır. F1 score, Precision ve Recall'ın harmonik ortalamasını ifade eder. F1 score, Precision ve Recall'ın bir denge noktasıdır ve nesnelerin doğru şekilde tanımlanması için hem Precision hem de Recall'ın yüksek olması gerektiğini gösterir. F1 score, modelin Precision ve Recall metriklerindeki performansını dengeler.

## 4. Bulgular

Veri seti içerisinde meme kanseri hücrelerinin bölütlenmesi için U-Net ve önerilen FCN mimarisi kullanılarak deneysel çalışmalar yapılmıştır. Veri setinde yer alan giriş ve maske görüntülerinin boyutları tek kanallı ve 128x128 piksel olarak yeniden yapılandırılmıştır. U-Net ve önerilen FCN mimarisi ile yapılan deneysel çalışma sonuçları, Çizelge 1'de sunulmuştur.

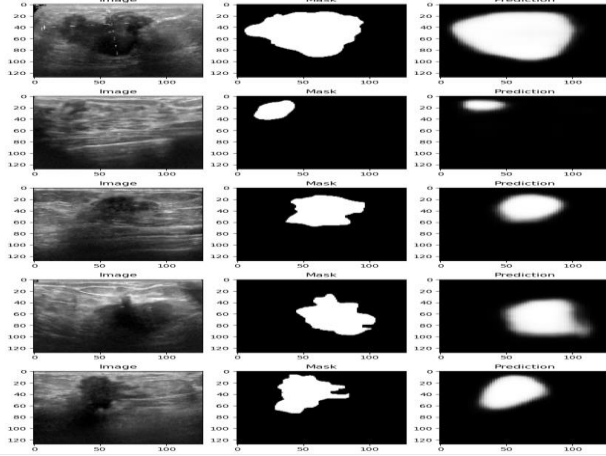
Çizelge 1. Model Performansları

FCN						
Metrik	1. Deneş	2. Deneş	3. Deneş	4. Deneş	5. Deneş	Ortalama
Mean IoU	0,793	0,747	0,753	0,793	0,771	<b>0,772</b>
Precision Score	0,771	0,706	0,681	0,733	0,688	<b>0,716</b>
Recall Score	0,785	0,712	0,767	0,816	0,807	0,777
F1 Score	0,778	0,709	0,721	0,773	0,743	<b>0,745</b>
U-Net						
Mean IoU	0,788	0,735	0,744	0,825	0,728	0,764
Precision Score	0,692	0,582	0,706	0,826	0,575	0,676
Recall Score	0,86	0,82	0,717	0,805	0,818	<b>0,804</b>
F1 Score	0,767	0,681	0,712	0,816	0,676	0,730

Çizelge 1'den görülebileceği üzere, önerilen FCN modeli ve U-Net modeli ile farklı deneysel çalışmalar yapılmış ve bu sonuçların ortalaması alınarak performans değerleri gösterilmiştir. Çizelge 1'den görülebileceği üzere FCN mimarisi, U-Net mimarisine kıyasla MeanIoU, Precision ve F1 score

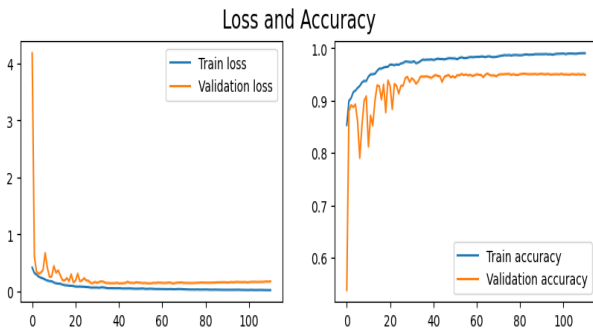
metriklerinde daha yüksek performans sergilemiştir. Bununla birlikte, Recall metriği açısından U-Net modeli daha iyi bir performans göstermiştir. FCN modelinin MeanIoU, Precision ve F1 score metriklerinde daha yüksek bir performans sergilemesi, modelin daha doğru ve tutarlı bir

şekilde bölütlenmiş bölgeleri tespit ettiğini ve daha az yanlış pozitif örnek ürettiğini gösterir. Bu da, modelin daha iyi bir performans sergilediği anlamına gelir ve bölütlenme işleminde daha güvenilir sonuçlar elde ettiğini göstermektedir. Önerilen FCN modeli ile yapılan deneysel çalışmalardan en yüksek skoru alan eğitilmiş FCN modeli ile birkaç görüntü üzerinde yapılan tahminleme sonuçları Şekil 8'de gösterilmiştir.



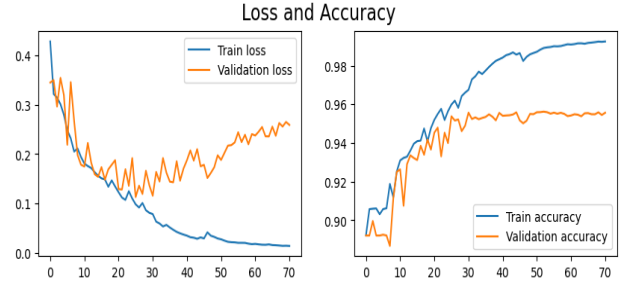
Şekil 8. FCN modeline ait tahminleme sonuçları

Önerilen FCN modeline ait doğruluk ve kayıp grafiği şekil 9'da gösterilmiştir.



Şekil 9. FCN mimarisine ait kayıp ve doğruluk grafiği

U-Net modeli ile yapılan deneysel çalışmalarda en yüksek skorun alındığı eğitilmiş modele ait doğruluk ve kayıp fonksiyon grafiği şekil 10'da gösterilmiştir.



Şekil 10. U-Net mimarisine ait kayıp ve doğruluk grafiği

Şekil 9 ve Şekil 10, FCN ve U-Net mimarilerinin kayıp (loss) ve doğruluk (accuracy) grafiğini göstermektedir. Bu grafikler, model performansını anlamak ve eğitimin ilerlemesini takip etmek için önemlidir.

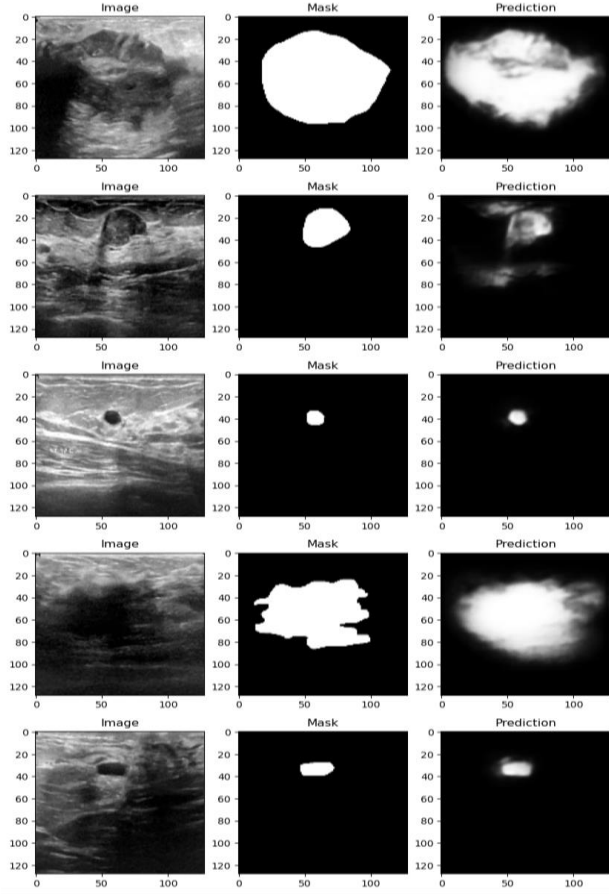
FCN modelinin kayıp ve doğruluk grafiği incelendiğinde, eğitim sürecinin başından itibaren uyumlu bir şekilde davrandığı görülmektedir. Loss grafiği azalırken, accuracy grafiği artmaktadır. Bu, modelin eğitiminin istikrarlı olduğunu ve veriye daha iyi uyum sağladığını göstermektedir. Ayrıca, FCN modelindeki loss ve accuracy grafiğinin uyumlu bir şekilde artıp azalması, modelin aşırı uyum olmadan genellemeyi başarılı bir şekilde gerçekleştirdiğini göstermektedir.

Öte yandan, U-Net modelinin kayıp ve doğruluk grafiği daha karmaşık bir davranış sergilemektedir. Loss grafiği incelendiğinde, modelin başlangıçta düşen bir trend izlediği fakat yaklaşık 25. epoch'tan sonra düzensiz bir şekilde davrandığı gözlemlenmektedir. Bu noktada, train loss değerlerinin düşmeye devam ettiği halde validasyon loss değerlerinin artmaya başlaması, modelin aşırı uyum (overfitting) durumuna girebileceğini düşündürülebilir. Aynı şekilde, accuracy grafiğindeki durum da dikkat çekicidir. Train accuracy'si artarken, validasyon accuracy'si sabit kalmaktadır. Bu durum, modelin eğitim verilerine aşırı uyum sağlamış olabileceğini ve yeni verilere genelleme yapma yeteneğinin düşük olabileceğini göstermektedir.

Sonuç olarak, FCN modelinin daha istikrarlı bir performans sergilediği ve eğitim sürecinin genellemeyi olumlu bir şekilde etkilediği gözlemlenirken, U-Net modelinin yaklaşık 25.

epoch'tan sonra overfitting eğilimi gösterdiği ve yeni verilere genelleme yeteneğinin azalabileceği görülmektedir. Bu durum, FCN modelinin U-Net modeline göre daha güvenilir sonuçlar üretebileceğini düşündürülebilir.

U-Net modeli ile rastgele görüntüler üzerinde yapılan tahminleme sonuçları şekil 11'de gösterilmiştir.



**Şekil 11.** U-Net modeline ait tahminleme sonuçları

Şekil 8 ve Şekil 11'de görüldüğü gibi U-Net ve önerilen FCN modeli görüntülere ait kanserli hücreleri yüksek bir doğruluk ile tespit etmektedir.

## 5. Tartışma ve Sonuç

Kadınlarda yaygın bir şekilde teşhis konulan meme kanseri, Dünya'da tüm kanser vakalarının dörtte birini oluşturmaktadır. Meme kanserinin teşhisinde, kanserli ve kanserli olmayan dokuların ayırt edilmesi, kanserli hücrelerin tespiti, tümör boyutunun ölçülmesi ve kanserin evrelendirilmesi

gibi önemli bilgilerin elde edilmesi kritik bir öneme sahiptir. Ayrıca, kanserli dokunun sağlıklı dokudan ayrıştırılması, kanserin sınırlarının belirlenmesi ve tedavi planlarının hazırlanması için kritik önem taşımaktadır. Bu amaçla, radyolojik görüntülerdeki kanserli hücreleri tespit etmek için görüntüler parçalara ayırmak gerekmektedir. Bu işlem için Segmentasyon yöntemi yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

Bu çalışma, medikal görüntülerin analizi için önemli bir araç olan görüntü segmentasyonunu başarıyla uygulamış ve meme görüntülerindeki kanserli bölgelerin doğru tespitini gerçekleştirmiştir. Çalışmanın temel hedefi, ultrason görüntülerindeki kanserli bölgeleri hassas bir şekilde tespit edebilen güçlü bir görüntü segmentasyon modeli geliştirmek ve böylece kanser tanı ve tedavi süreçlerinin doğruluğunu artırmaktır. Bu amaç doğrultusunda, özgün bir FCN mimarisi tasarlanmış ve uygulanmıştır. Ayrıca, önerilen FCN mimarisi U-Net ile karşılaştırılmış ve elde edilen sonuçların daha üstün olduğu gözlemlenmiştir.

Çalışmada önerilen FCN model mimarisi, kanserli hücrelerin konumunu test görüntülerinde %77,2 Ortalama IoU, %71,6 kesinlik, %77,7 recall ve %74,5 F1 skoru ile tespit etmiştir. U-Net modeli ile %76,4 Ortalama IoU, %67,6 kesinlik, %80,4 recall ve %73 F1 skoru ile kanserli hücreler tespit edilmiştir.

Bu çalışma önerilen özgün FCN mimarisi ile ultrason görüntülerinde kanserli bölgelerin hassas bir şekilde tespit edilmesi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Literatürde medikal görüntülerde yaygın olarak kullanılan U-Net modeline kıyasla, önerilen FCN mimarisi daha üstün performans sergilemiştir. Elde edilen sonuçlar, önerilen FCN mimarisinin yüksek doğruluk ve güvenilirlikle kanserli bölgeleri tespit etme konusunda etkili olduğunu açıkça göstermiştir. Bu nedenle, çalışmanın özgün FCN mimarisi sayesinde elde edilen üstün sonuçlar, modelin benzersiz özelliklerini ve üstünlüğünü göstermektedir. Elde edilen sonuçlar, önerilen FCN mimarisinin ultrason görüntülerinde kanserli hücrelerin yerini doğru bir şekilde tespit edebildiğini ve kanser tanı ve tedavi süreçlerinde yararlı bir araç olma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

## 6. Kaynaklar

- Loukas, C., Kostopoulos, S., Tanoglidi, A., Glotsos, D., Sfikas, C., Cavouras, D., 2013. Breast cancer characterization based on image classification of tissue sections visualized under low magnification. *Computational and Mathematical Methods in Medicine*, 2013, 7. doi:10.1155/2013/829461
- Joy, J., Penhoet, E., & Petititti, D., 2005. Saving women's lives: strategies for improving breast cancer detection and diagnosis. National Academies Press.
- Veta, M., Pluim, J. P. W., Diest, P. J., Viergeve, M. A., 2014. Breast cancer histopathology image analysis: A review. *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, 61(5), 1400–1411.
- Irshad, H., Veillard, A., Roux, L., Racoceanu, D., 2014. Methods for nuclei detection, segmentation, and classification in digital histopathology: A review-Current status and future potential. *IEEE Reviews in Biomedical Engineering*, 7, 97–114.
- Ataş, M., Özdemir, C., Ataş, İ., Ak, B., Özeroğlu, E., 2022. Biometric identification using panoramic dental radiographic images with few-shot learning. *TURKISH JOURNAL OF ELECTRICAL ENGINEERING & COMPUTER SCIENCES*, 30(3), 1115–1126. doi:10.55730/1300-0632.3830
- Dogan, Y., Keles, H. Y., 2022. Iterative facial image inpainting based on an encoder-generator architecture. *Neural Computing & Applications*, 34(12), 10001–10021. doi:10.1007/s00521-022-06987-y
- Kılıç, Ş., Kaya, Y., Askerbeyli, İ., 2021. A new approach for human recognition through wearable sensor signals. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 46, 4175-4189.
- Dogan, Y., 2023. A New Global Pooling Method for Deep Neural Networks: Global Average of Top-K Max-Pooling. *Traitement du Signal*, 40(2).
- Motta, L. S., 2010. Obtenção automática da região de interesse em termogramas frontais da mama para o auxílio a detecção precoce de doenças. In Federal University Fluminense (UFF). Niterói (RJ, Brazil).
- Marques, R. S., 2012. Segmentação automática das mamas em imagens térmicas. In Federal University Fluminense (UFF). Niterói (RJ, Brazil).
- Baffa, M., Cheloni, D., Lattari, L., 2016. Segmentação Automática de Imagens Térmicas das Mamas Utilizando Limiarização com Refinamento Adaptativo. *Anais Do XVI Simpósio Brasileiro de Computação Aplicada à Saúde (SBCAS 2016)*. Presented at the Simpósio Brasileiro de Computação Aplicada à Saúde, Brasil. doi:10.5753/sbcas.2016.9896
- Marques RS, Conci A, Perez MG, Andaluz VH, Mejia TM. 2016. An approach for automatic segmentation of thermal imaging in computer aided diagnosis. *IEEE Latin Am Trans*. 14(4):1856–1865.
- Melo, R., Conci, A., Vasconcelos, C. N., 2017. On the use of fully convolutional networks on evaluation of infrared breast image segmentations. In *Anais do XVII Workshop de Informática Médica*. São Paulo, Brazil: SBC.
- Ozan, O., Jo, S., Le, F. L., Matthew, L., Mattias, H., Kazunari, M., ... Steven, M., 2018. Kainz Bernhard Attention u-net: Learning where to look for the pancreas.
- Zhou, Z., Rahman Siddiquee, M. M., Tajbakhsh, N., Liang, J., 2018. Unet++: A nested u-net architecture for medical image segmentation. In *Deep Learning in Medical Image Analysis and Multimodal Learning for Clinical Decision Support: 4th International Workshop, DLMIA 2018, and 8th International Workshop, ML-CDS 2018, Held in Conjunction with MICCAI 2018, Granada, Spain, September 20, 2018, Proceedings 4* (pp. 3-11). Springer International Publishing.
- Olaf, R., Philipp, F., Thomas, B., 2015. Convolutional networks for biomedical image segmentation, *International Conference on Medical Image Computing and Computer-Assisted Intervention* (pp. 234–241). Springer.
- Mendes, L. C., Rodrigues, E. O., Izidoro, S. C., Conci, A., & Liatsis, P., 2020. ROI extraction in thermographic breast images using genetic algorithms. *2020 International Conference on Systems, Signals and Image Processing (IWSSIP)*. Presented at the 2020 International Conference on Systems, Signals and

Image Processing (IWSSIP), Niterói, Brazil.  
doi:10.1109/iwssip48289.2020.9145346

Baffa, M. de F. O., Coelho, A. M., Conci, A., 2021. Segmentação de Imagens Infravermelhas Para Detecção do Câncer de Mama Utilizando U-NET CNN. Anais Do XXI Simpósio Brasileiro de Computação Aplicada à Saúde (SBCAS 2021). Presented at the Simpósio Brasileiro de Computação Aplicada à Saúde, Brasil. doi:10.5753/sbcas.2021.16058

Yang, L., Xiuxiu, H., Jincan, Y., Tonghe, W., Lijing, W., Wei, L., ... Xiaofeng, Y., 2021. Breast tumor segmentation in 3D automatic breast ultrasound using mask scoring R-CNN, Med. Med. Phys, 48(1), 204–214.

Al-Dhabyani, W., Gomaa, M., Khaled, H., & Fahmy, A., 2020. Dataset of breast ultrasound images. Data in Brief, 28(104863), 104863. doi:10.1016/j.dib.2019.

#### ***İnternet kaynakları***

1-<https://www.who.int/health-topics/cancer#tab=tab>, (02.02.2023)

2-<https://gco.iarc.fr/today>, (02.02.2023)

## Araştırma Makalesi / Research Article

# Evaluation of Photovoltaic Panel Power Generation Based on Instant Solar Radiation and Meteorological Parameters

Erşan Ömer YÜZER<sup>1</sup>, Altuğ BOZKURT<sup>2</sup><sup>1</sup> Hakkari University, Vocational School of Çölemerik., Department of Electricity and Energy, Hakkari, Turkey.<sup>2</sup> Yıldız Technical University, Faculty of Electrical and Electronics, Department of Electrical Engineering, Istanbul, Turkey.

Corresponding Author e-mail\*: ersanomeryuzer@hakkari.edu.tr

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-9089-1358>

e-mail : abozkurt@yildiz.edu.tr

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-6458-1260>

Geliş Tarihi: 21.05.2023

Kabul Tarihi: 06.09.2023

## Abstract

### Keywords

Instant solar radiation;  
Meteorological  
Parameters; PV Output  
Power; Efficiency;  
Photovoltaic

The solar radiation incident on the surface of photovoltaic (PV) panels, dependent on the inclination angle, and the temperature of the panels are the most significant parameters affecting power generation. These two parameters are necessary to accurately evaluate the electrical performance by enabling the calculation of cell and module temperatures. In this study, the efficiencies and electrical power behaviors of PV panels positioned towards the sun at a 37° inclination angle in Hakkari province were examined under real solar radiation and ambient temperature values. In addition, the effect of wind speed parameters was also considered, and the impact on panel efficiency and PV panel output power was evaluated. When the results were evaluated, it was confirmed that the effect of wind increases the efficiency of PV panels, resulting in an increasing in PV output power.

## Anlık Güneş Işınımı ve Meteorolojik Parametrelere Bağlı Olarak Fotovoltaik Panel Güç Üretimini Değerlendirilmesi

### Öz

### Anahtar kelimeler

Anlık güneş ışınımı;  
Meteorolojik  
parametreler; FV çıkış  
gücü; Verim;  
Fotovoltaik

Fotovoltaik (PV) panel yüzeyine eğim açısına bağlı olarak düşen güneş ışınımı ve panellerin sıcaklığı güç üretimini etkileyen en önemli parametrelerdir. Bu iki parametre hücre ve modül sıcaklık hesaplamalarının yapılmasını sağlayarak elektrik performansını doğru bir şekilde değerlendirmek için gereklidir. Bu çalışmada, Hakkâri ilinde 37° eğim açısı ile güneşe doğru konumlandırılmış PV panellerin gerçek güneş ışınımı ve ortam sıcaklığı değerleri altındaki verimleri ve elektriksel güç davranışları incelenmiştir. Bunun yanı sıra, rüzgâr hızı parametresinin etkisi de dikkate alınarak panel verimleri ve PV panel çıkış gücü üzerindeki etkisi değerlendirilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, rüzgârın etkisinin PV panellerin verimlerini yükselttiği ve buna bağlı olarak PV çıkış gücünün arttığı doğrulanmıştır.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Introduction

Solar energy is a renewable energy source that is environmentally friendly and considered the most fundamental energy source on Earth. PV panels, which are widely used today to convert solar radiation into electrical energy, are expected to play a significant role in the future development of sustainable energy. Furthermore, the rapid rise in the installation of PV systems has generated

increased research interest in efficiency improvements in recent years.

Solar radiation and temperature are two important parameters that directly affect the power output of PV panels. It is observed that the best performance is achieved when the temperature on the surface of the PV panel is minimal and solar radiation is at its highest level (Al-Ghezi *et al.* 2023, Aoun 2022, Khatib *et al.* 2012). Most of the panels today convert approximately 20% of the incident sunlight into

electrical energy. The remaining 80% is converted into heat energy, which causes an increase in the temperature of the PV cells. It is well known that this temperature increase in PV cells plays a crucial role in determining the power conversion efficiency, as it affects the current and voltage values. Even the slightest increase in the level of incident sunlight on the surface of the PV panel significantly increases the current output. However, due to the heat it carries, it also significantly reduces the voltage to a large extent (Aly *et al.* 2019, Ibrahim and Anani 2017, Kazem *et al.* 2020, Skoplaki and Palyvos 2009). The efficiency of a system is measured in terms of its impact on the environment (Malik and Chandel 2021). PV module manufacturers use standard test conditions to measure cell temperature and solar radiation components. These conditions vary and often affect the power output of the modules. (Mustafa *et al.* 2020). Thus, they determine the specifications of their products under standard test conditions (STC) with 1000 W/m<sup>2</sup> solar radiation and a module temperature of 25 °C. In this context, under real operating conditions, the current-voltage characteristics of PV modules can significantly vary depending on solar radiation, ambient temperature, and wind speed (Gokmen *et al.* 2016, Deutsche Gesellschaft für Sonnenenergie 2013). In the literature, studies have been conducted to examine the operational efficiency of PV panels and consequently, the PV panel output power using not only fundamental meteorological parameters such as solar radiation and ambient temperature but also the parameter of wind speed (Skoplaki *et al.* 2008, Koehl *et al.* 2011, Kaplani and Kaplanis 2014, Kaldellis *et al.* 2014, Barroso *et al.* 2016, Obiwulu *et al.* 2020, Aoun 2021, Sun *et al.* 2022, Yolcan and Kose 2023).

In this study, the efficiency and output power of PV panels were calculated using the most commonly used mathematical formulas in the literature, utilizing the measured parameters of solar radiation, ambient temperature, and wind speed in real-world conditions. First, calculations were made using the parameters of solar radiation and ambient temperature, and then the effect of the wind speed parameter on the efficiency and output power of PV

panels was examined. The main contributions of this study are as follows:

- ✓ Determining the accuracy of mathematical formulas used in PV power calculation in solar system applications with regional data.
- ✓ Determining the effects of meteorological parameters obtained in real environment on PV panel cell/module temperature, efficiency, and power values.
- ✓ Determining the variation of PV panel cell/module temperature in windy and calm conditions, and assessing the impact of wind-induced temperature changes on efficiency and power generation of PV panels.
- ✓ Examining the seasonal variation of meteorological data and its impact on seasonal power generation of PV panels in the selected region.

In the current article, the effects of varying wind speed conditions on the overall performance of a monocrystalline solar panel were analyzed, considering the parameters of actual solar irradiance and ambient temperature. This study is organized as follows: The mathematical calculation model equations, based on the obtained data, are presented in Section 2. The cell and module temperatures derived from these equations, along with the corresponding PV panel efficiency and power values, are discussed in Section 3. In the final section, the results of the study are presented.

## 2. Materials and Methods

Throughout the study, meteorological data obtained from the meteorological station of Hakkari University (N:37.571799, E: 43.724936), located in Hakkari province, were used. General methodology of this study is given in Figure 1.

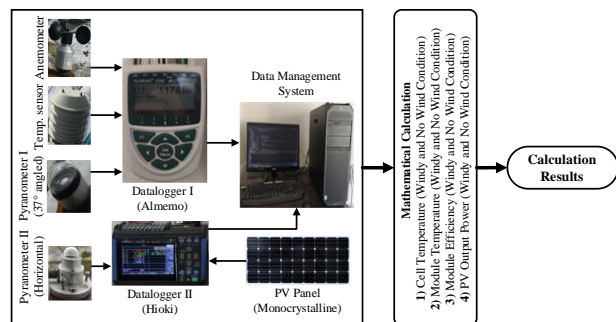


Figure 1. Data management and measurement system.



The experimental setup consists of two pyranometers, placed horizontally and at an inclination of 37°, for measuring solar irradiance. Additionally, there is one temperature sensor for measuring ambient temperature, one anemometer for measuring wind speed, and two dataloggers to record the data from these sensors. The power of

the PV panel, which is of monocrystalline technology, is measured through a load resistance connected to its terminals. The experimental setup, measurement sensors, and the specifications of the PV panel for this study are illustrated in Figure 2.



**Figure 2.** Experimental setup and measurement equipment of Hakkari University meteorological station.

In the meteorological data station, data from the pyranometers, anemometer, and temperature sensor were collected at 1-minute intervals for a one-year period from January 1, 2020, to December 31, 2020. The acquired data was transferred from the datalogger to a computer and stored for further analysis.

### 2.1 Mathematical Calculation Model

In this section, the most commonly used mathematical models in the literature are provided for calculating the PV panel cell temperature ( $T_c$ ) and, consequently, the module temperature ( $T_m$ ) using the measured total solar radiation ( $I$ ), ambient temperature ( $T_a$ ) and wind speed ( $\omega_s$ ) data on the surface of a 37° inclined PV panel installed in Hakkari province (latitude 37.57° north). Subsequently, using the calculated parameters, the PV panel efficiency ( $\eta_{PV}$ ) and PV panel output

power ( $P_{output}$ ) were determined using mathematical models.

Temperature is an important parameter that directly affects the power output of a PV system. It is dependent on multiple factors, but primarily it is influenced by solar radiation ( $I$ ), ambient temperature ( $T_a$ ), and wind speed ( $\omega_s$ ) values (Alsayed et al. 2013). The PV module raises the cell temperature above the operational safety limits due to the absorbed direct solar irradiance and ambient temperature. This high temperature leads to a decrease in the electrical efficiency of cell surfaces, resulting in a shortened operational lifespan of PV panels (Ebhotu and Tabakov 2023). Equation (1), represents the mathematical model for calculating cell temperature without considering the effect of wind, while Equation (2), represents the mathematical model that takes into account the effect of wind in calculating the cell temperature.

$$T_c = 30 + 0,0175 \times (I - 300) + 1,14 \times (T_a - 25) \quad (1)$$

$$T_c = 30 + 0,0175 \times (I - 300) + 1,14 \times (T_a - 25) - k_r \times \omega_s \quad (2)$$

Here, ( $T_c$ ); represents the PV panel cell temperature (°C), ( $I$ ); represents the instantaneous solar radiation ( $W/m^2$ ), and ( $T_a$ ); represents the

ambient temperature (°C). Additionally, ( $\omega_s$ ); represents the wind speed (m/s), and ( $k_r$ ); is a coefficient that varies for each PV technology. In this



study, this coefficient was assumed to be 1.509 for monocrystalline PV technology (Ayaz 2012). The mathematical equation for calculating the module

$$T_m = T_c + \left(\frac{I}{I_0}\right) \times \Delta_T \quad (3)$$

In this equation, ( $I_0$ ); represents the reference solar radiation value, which is assumed to be 1000 W/m<sup>2</sup>. ( $\Delta_T$ ); represents the temperature difference between the cell and the back surface of the module under the reference solar radiation. This

$$\eta_{PV} = \eta_{STC} \times [1 + \beta_{PMP} \times (T_m - T_{ref})] \times [1 + \gamma_{pmp} \times \ln\left(\frac{I}{I_0}\right)] \quad (4)$$

In Equation (4), ( $\eta_{PV}$ ); represents the PV module efficiency (%), ( $\eta_{STC}$ ); represents the efficiency determined by the manufacturer under standard test conditions (18.1%), ( $\beta_{PMP}$ ); represents the temperature coefficient, and ( $T_{ref}$ ); represents the reference temperature (25 °C). The ( $\beta_{PMP}$ ); coefficient is generally not measured and, according to the IEC 60891 standard, it falls within the range of 0.52% to -0.37% per degree Celsius. In this study, it was selected as -0.39% (Akhsassi et al. 2018). ( $\gamma_{pmp}$ ); is a coefficient that varies between 3% and 12%, and in this study, it was selected as 4% (Yigit and Arslanoğlu 2021).

$$P_{output} = \eta_{PV} \times \eta_{diğer} \times I \quad (5)$$

Here, ( $P_{output}$ ); represents the PV output power (kW), ( $\eta_{PV}$ ); represents the PV module efficiency obtained from Equation (4) (%), ( $\eta_{other}$ ); represents

### 3. Results and Discussion

Many PV systems, temperature measurement of PV modules is not available. Therefore, modeling the physical relationships between PV module temperature, solar radiation, ambient temperature, and, where possible, wind speed is desired (Akhsassi et al. 2018). In this context, although the effect of low-speed winds is small, it is necessary to

temperature of a solar panel, generated by solar cells, is given in Equation (3) (King et al. 2004).

temperature difference is approximately 2 to 3 °C. In this study, this value was assumed to be 3 (King et al. 2004). The most well-known PV panel efficiency, which is dependent on the module temperature, can be calculated as shown in Equation (4).

A typical PV panel is made up of the combination of different layers. Therefore, there are various losses in each layer. This reduces the amount of incoming sunlight reaching the PV cells. For this reason, it is recommended to take into account the effects of the layers of the PV panel when determining the temperature of the PV cells (Barroso et al. 2016). There are also losses referred to as other components that affect system efficiency, such as cables, connections, etc. These losses are represented by the coefficient ( $\eta_{other}$ ) in Equation (5), which is assumed to be 93% (Durusu 2016). The output power of a PV panel can be formulated as follows, considering the panel efficiency and solar irradiance intensity:

the assumed loss efficiency of 0.93, and ( $I$ ) represents the solar irradiance measured by the pyranometer with a tilt angle of 37 degrees (W/m<sup>2</sup>).

investigate the impact of wind data on PV module temperatures due to its influence on both ambient temperature and temperature-dependent PV output power. Figure 3 and Figure 4 show the effects of temperature changes on the environment, cell, and module in windy and no wind conditions, respectively.

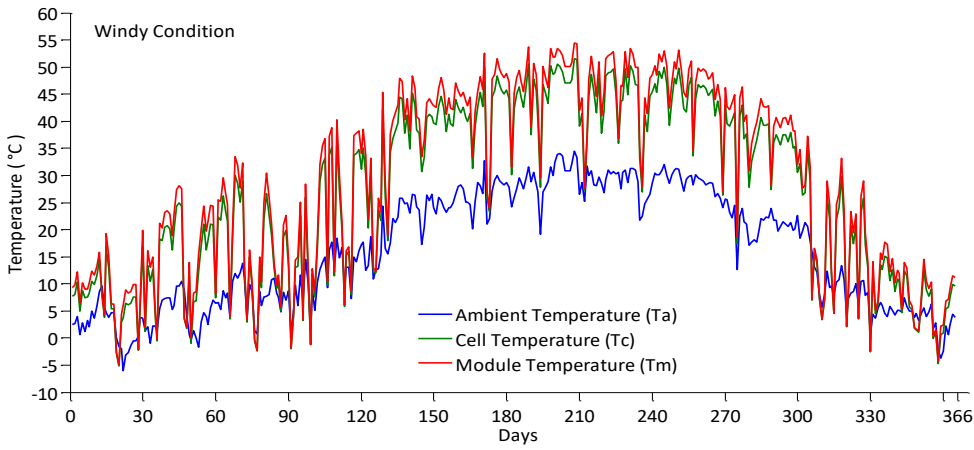


Figure 3. Temperature variations for windy conditions.

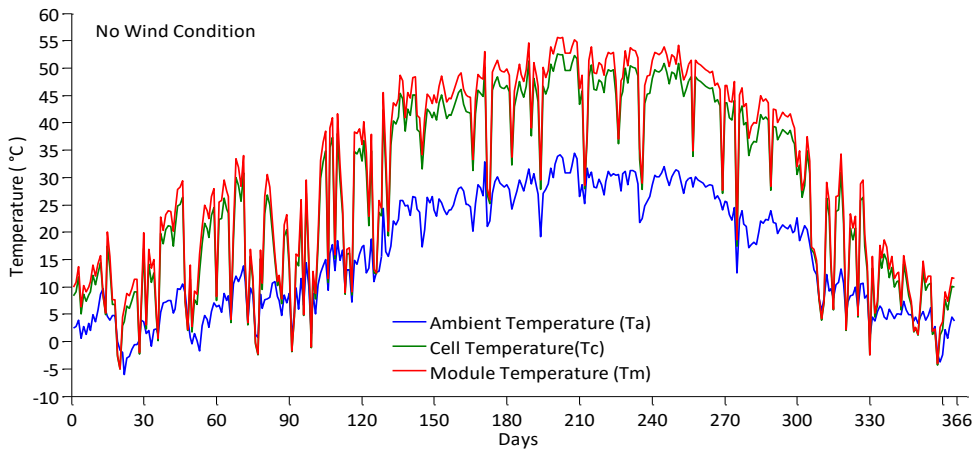


Figure 4. Temperature variations for no wind conditions.

The temperature information of the PV panel is an important parameter for determining its efficiency. This requires the accurate determination of the operating temperatures of the panel at any given time and environmental conditions. When considering irradiance, temperature, and wind speed, it is necessary to include the effect of wind

speed on cell temperature in the calculation of PV efficiency in the PV system energy production model. In this context, PV module efficiency has been calculated based on external ambient temperature, solar irradiance, and wind speed. Figure 5, shows the variation in PV module efficiency for windy and windless conditions.

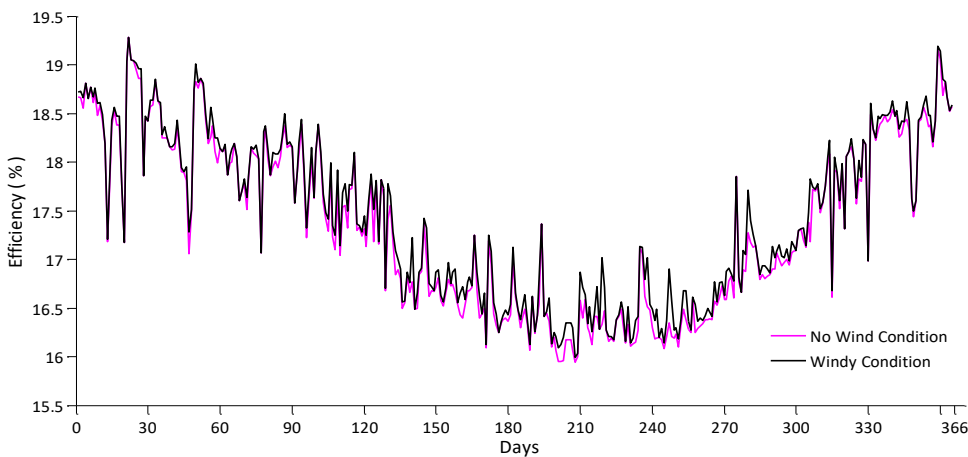


Figure 5. PV Efficiency for windy and no wind conditions

To determine the energy output of a PV panel, it is necessary to calculate the PV cell/module temperature and efficiency. The calculations were performed using instantaneous data for a yearly time period of 366 days. The output power of the PV

panel was calculated, taking into account the instantaneous data of solar irradiance and ambient conditions. Figure 6, shows the variation of PV panel output power for windy and windless conditions.

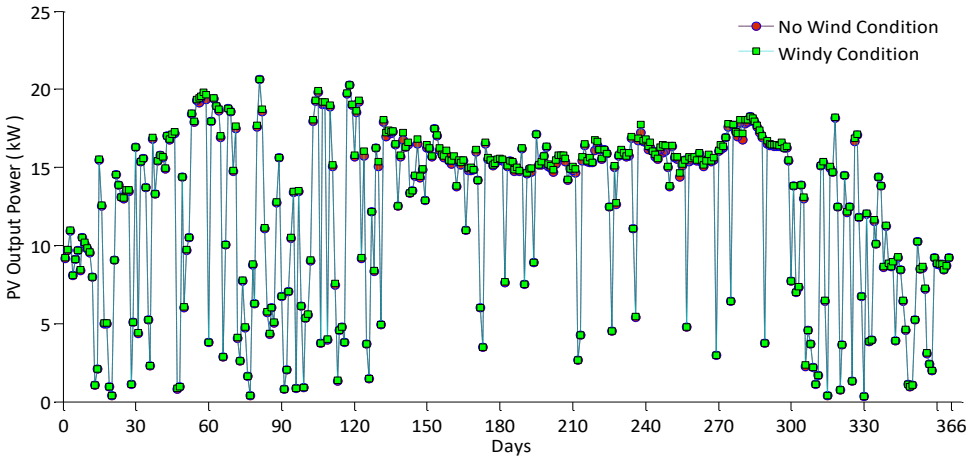


Figure 6. PV output power for windy and no wind conditions

The meteorological parameters obtained in 2020 from the measurement devices positioned on the PV panel inclined at 37° and facing south in Hakkari province are shown in Table 1. The incident radiation values on the PV panel surface

placed at the specified angle, along with the calculated panel efficiencies based on wind speed and ambient temperature values, are also provided in this table, along with the generated electrical power values from the panel.

Table 1. Monthly average meteorological data and calculation results

MONTHS	Solar Radiation (I) (W/m <sup>2</sup> )	Ambient Temp. (T <sub>a</sub> ) (°C)	Wind Speed (ω <sub>s</sub> )	Case Where Wind is Not Considered				Case Where Wind is Considered			
				Cell Temp. (T <sub>c</sub> ) (°C)	Module Temp. (T <sub>m</sub> ) (°C)	Panel Efficiency (η <sub>PV</sub> ) (%)	PV Output Power (P <sub>output</sub> ) (kW)	Cell Temp. (T <sub>c</sub> ) (°C)	Module Temp. (T <sub>m</sub> ) (°C)	Panel Efficiency (η <sub>PV</sub> ) (%)	PV Output Power (P <sub>output</sub> ) (kW)
January	506,87	2,15	0,40	7,58	9,10	18,49	8,80	6,97	8,49	18,53	8,82
February	813,10	4,36	0,70	15,45	17,89	18,28	13,84	14,39	16,83	18,35	13,90
March	653,61	7,93	0,47	16,72	18,68	17,99	10,92	16,01	17,97	18,04	10,95
April	631,20	11,45	0,80	20,35	22,25	17,64	10,28	19,14	21,04	17,72	10,33
May	896,39	20,70	1,04	35,54	38,23	17,01	14,12	33,98	36,67	17,12	14,22
June	950,50	26,35	0,90	42,92	45,77	16,57	14,62	41,56	44,41	16,67	14,71
July	931,35	29,39	1,05	46,05	48,84	16,33	14,11	44,47	47,27	16,44	14,21
August	958,52	28,94	1,26	46,01	48,89	16,35	14,55	44,11	46,99	16,48	14,68
September	971,00	28,31	1,20	45,52	48,43	16,39	14,79	43,71	46,62	16,52	14,91
October	957,16	20,63	0,90	36,52	39,39	17,01	15,11	35,16	38,03	17,10	15,20
November	509,67	8,93	0,67	15,35	16,88	17,81	8,50	14,34	15,87	17,87	8,53
December	429,77	3,67	0,56	7,96	9,25	18,41	7,40	7,11	8,40	18,47	7,42

In this table, in cases where the radiation values are low, the electrical generation capacity of PV panels is at a high level due to the low ambient temperature. In this context, it is observed that

efficiency is significantly affected during the winter months in Hakkari province. On the other hand, during the summer months, despite the high cell/module temperature due to high solar

radiation values and ambient temperatures, an increase in PV panel electrical power production was observed. In cases where wind speed has an effect, this leads to a decrease in cell/module temperature, resulting in an increase in efficiency and PV panel output power. The PV panels electrical power generated remains approximately constant during the summer months.

In this study, the effect of wind on the PV panel output power level has also been investigated. The amounts of electrical power generated by the PV panel at different wind speeds at the measurement point throughout the year 2020 are shown in Table 1. The calculation was performed with an inclination angle of 37°. The monthly PV panel powers obtained using the calculated efficiency values based on daily temperature values are presented in this table. In this table, when the wind speed is taken into account, the power generated by the PV panel varies only slightly. However, in cases where the wind speed is high, albeit to a small extent, the PV panel cell/module temperature decreases, resulting in an increase in the PV output power. In these regions, it is considered more favorable to prefer windier areas for the installation of PV power plants.

#### **4. Conclusion**

This study involves evaluations for the calculation of cell/module temperature, efficiency, and output power of a monocrystalline PV panel installed at 37° inclination angle in Hakkari province, characterized by harsh winters and mild summers. The calculation models utilize meteorological data parameters such as solar radiation and ambient temperature. In addition to these parameters, the effect of wind speed parameters has been included in the mathematical calculations and investigated. The electrical performance of a PV panel varies inversely with operating temperature. Therefore, in this study, the calculation of the PV panel's cell/module temperature and its impact on the power performance under different

meteorological conditions were examined. In this case, for every increase in ambient temperature, the temperature of PV cells also increases approximately at the same rate. At the same time, an increase in solar radiation also leads to a significant increase in cell temperature. Each increase of 50 W/m<sup>2</sup> in solar radiation causes a temperature change of approximately 5 °C in the cell. Changes in wind speed do affect the cell/module temperature of the PV panel, but the rate at which temperature decreases with wind speed is not balanced. However, especially in windy areas such as hills and mountains, the contribution of wind speed should not be overlooked. In addition, this study is important in terms of providing fundamental data that can serve as a comprehensive roadmap for future solar energy projects. Considering the findings of this study can be beneficial for companies planning to invest in systems based on electricity generation from solar energy.

#### **5. References**

- Akhsassi, M., El Fathi, A., Erraissi, N., Aarich, N., Bennouna, A., Raoufi, M. and Outzourhit, A., 2018. Experimental investigation and modeling of the thermal behavior of a solar PV module. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **180**, 271-279.
- Al-Ghezi, M. K., Ahmed, R. T., Chaichan, M. T., 2022. The Influence of Temperature and Irradiance on Performance of the photovoltaic panel in the Middle of Iraq. *International Journal of Renewable Energy Development*, **11(2)**, 501.
- Alsayed, M., Cacciato, M., Scarcella, G. and Scelba, G., 2013. Multicriteria optimal sizing of photovoltaic-wind turbine grid connected systems. *IEEE Transactions on energy conversion*, **28(2)**, 370-379.
- Aly, S. P., Ahzi, S. and Barth, N., 2019. Effect of physical and environmental factors on the performance of a photovoltaic panel. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **200**, 109948.
- Aoun, N., 2021. Outdoor testing of free standing PV module temperature under desert climate: a comparative study. *International Journal of Ambient Energy*, **42(13)**, 1484-1491.

- Aoun, N., 2022. Methodology for predicting the PV module temperature based on actual and estimated weather data. *Energy Conversion and Management: X*, **14**, 100182.
- Ayaz, R., 2012. Modeling of the different PV technologies using real environmental datum and determination of optimum tilt angles for Istanbul. MSc. Thesis, Yildiz Technical University Graduate School Of Natural And Applied Science, Istanbul, 72.
- Barroso, J. S., Barth, N., Correia, J. P. M., Ahzi, S. and Khaleel, M. A., 2016. A computational analysis of coupled thermal and electrical behavior of PV panels. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **148**, 73-86.
- Deutsche Gesellschaft für Sonnenenergie (DGS), 2013. Planning and installing photovoltaic systems: a guide for installers, architects and engineers. *Routledge*.
- Durusu, A., 2016. A new approach for photovoltaic solar plant design and site optimization. PhD. Thesis, Yildiz Technical University Graduate School Of Natural And Applied Science, Istanbul, 136.
- Ebhota, W. S., & Tabakov, P. Y., 2023. Influence of photovoltaic cell technologies and elevated temperature on photovoltaic system performance. *Ain Shams Engineering Journal*, **14(7)**, 101984.
- Gokmen, N., Hu, W., Hou, P., Chen, Z., Sera, D. and Spataru, S., 2016. Investigation of wind speed cooling effect on PV panels in windy locations. *Renewable Energy*, **90**, 283-290.
- Ibrahim, H. and Anani, N., 2017. Variations of PV module parameters with irradiance and temperature. *Energy Procedia*, **134**, 276-285.
- Kaldellis, J. K., Kapsali, M. and Kavadias, K. A., 2014. Temperature and wind speed impact on the efficiency of PV installations. Experience obtained from outdoor measurements in Greece. *Renewable Energy*, **66**, 612-624.
- Kaplani, E. and Kaplanis, S., 2014. Thermal modelling and experimental assessment of the dependence of PV module temperature on wind velocity and direction, module orientation and inclination. *Solar Energy*, **107**, 443-460.
- Kazem, H. A., Al-Waeli, A. H., Chaichan, M. T., Al-Waeli, K. H., Al-Aasam, A. B., & Sopian, K., 2020. Evaluation and comparison of different flow configurations PVT systems in Oman: A numerical and experimental investigation. *Solar Energy*, **208**, 58-88.
- Khatib, T., Mohamed, A. and Sopian, K., 2012. A review of solar energy modeling techniques. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, **16(5)**, 2864-2869.
- King, D. L., Kratochvil, J. A. and Boyson, W. E., 2004. Photovoltaic array performance model. *United States Department of Energy*, **8**, 1-19.
- Koehl, M., Heck, M., Wiesmeier, S. and Wirth, J., 2011. Modeling of the nominal operating cell temperature based on outdoor weathering. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **95(7)**, 1638-1646.
- Malik, P., Chandel, S. S., 2021. A new integrated single-diode solar cell model for photovoltaic power prediction with experimental validation under real outdoor conditions. *International Journal of Energy Research*, **45(1)**, 759-771.
- Mustafa, R. J., Gomaa, M. R., Al-Dhaifallah, M., Rezk, H., 2020. Environmental impacts on the performance of solar photovoltaic systems. *Sustainability*, **12(2)**, 608.
- Obiwulu, A. U., Erusiafe, N., Olopade, M. A. and Nwokolo, S. C., 2020. Modeling and optimization of back temperature models of mono-crystalline silicon modules with special focus on the effect of meteorological and geographical parameters on PV performance. *Renewable Energy*, **154**, 404-431.
- Skoplaki, E., Boudouvis, A. G. and Palyvos, J. A., 2008. A simple correlation for the operating temperature of photovoltaic modules of arbitrary mounting. *Solar energy materials and solar cells*, **92(11)**, 1393-1402.
- Skoplaki, E. and Palyvos, J. A., 2009. On the temperature dependence of photovoltaic module electrical performance: A review of efficiency/power correlations. *Solar energy*, **83(5)**, 614-624.

- Sun, C., Zou, Y., Qin, C., Zhang, B., Wu, X., 2022. Temperature effect of photovoltaic cells: a review. *Advanced Composites and Hybrid Materials*, **5(4)**, 2675-2699.
- Yigit and Arslanođlu, N., 2021. Anlık iřinim řiddeti ve evresel faktrlere bađlı optimum PV panel aısı, verim, g retimini incelenmesi. *Uludađ niversitesi Mhendislik Fakltesi Dergisi*, **26(1)**, 301-314.
- Yolcan, O. O., Kose, R., 2023. Photovoltaic module cell temperature estimation: Developing a novel expression. *Solar Energy*, **249**, 1-11.

## Mask R-CNN ile Mikroskopik İdrar Görüntüsü İçeriklerinin Tespiti

Yunus Emre YÖRÜK<sup>1\*</sup>, Hamdi Melih SARAOĞLU<sup>1</sup>, Ömer Faruk ÖZER<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı, Kütahya.

<sup>2</sup>Bezmialem Vakıf Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Tıbbi Biyokimya Anabilim Dalı, İstanbul.

Sorumlu yazar e-posta\*: yeyoruk@gmail.com

hmelih.saraoglu@dpu.edu.tr

oozer@bezmialem.edu.tr

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-4455-0667>

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-5075-9504>

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-9034-4805>

Geliş Tarihi: 06.04.2023

Kabul Tarihi: 01.09.2023

### Öz

Mikroskopik idrar içerikleri doğru ve dikkatli bir şekilde analiz edildiğinde vücut hakkında önemli bilgiler verir. İdrar tahlilinin insan sağlığı için önemi nedeniyle mikroskopik idrar içeriklerinin tespit edilmesi amacıyla derin öğrenme görüntü işleme tekniği kullanılarak yapay zeka uygulamaları yapılmıştır. Literatürde yer alan çalışmaların çoğunda genel olarak semantik segmentasyon üzerine yoğunlaşmıştır. Bu çalışmada ise piksel düzeyinde segmentasyon yapabilen Mask R-CNN modeli ile mikroskopik idrar görüntülerindeki alyuvar, akyuvar, epitel, kristal, bakteri ve mantar içerikleri konum ve nesne türü bilgisiyle birlikte tespit edilmiştir. Mask R-CNN ile tespit edilen nesnelere maske ve çerçeve olmak üzere iki tip sınır çizilmektedir. Sistemin performansı her iki sınır tipi için ayrı ayrı incelenmiştir. Test için kullanılan 100 görüntüdeki toplam 1154 örüntüden maskelere göre 808 ve çerçevelere göre 843 nesne doğru şekilde tespit edilmiştir (IoU=0,5). En iyi tespit oranı akyuvarlar ve alyuvarlar için gerçekleşmiştir. Epiteller çerçevelere göre hesaplamada başarılı bir şekilde tespit edilmiştir fakat düzgün maske oluşturulamamıştır. Bakteriler diğerlerine göre çok küçük olduğu için doğru tespit oranı düşük kalmıştır. Kristallerin ve mantarların çoğu doğru şekilde tespit edilmiştir. Ayrıca, nesne tespitinde sıklıkla kullanılan değerlendirme metriği mAP de hesaplanmıştır. Sistem için hesaplanan mAP değerleri maskelere göre 0,7842 ve çerçevelere göre 0,8343 olmuştur. Mask R-CNN sistemi iyi bir şekilde optimize edilip daha fazla idrar içeriğine ait görüntülerle eğitilmesi durumunda idrar analiz sistemlerinde kullanılabilir.

### Anahtar kelimeler

Mask R-CNN; İdrar Analizi; Derin Öğrenme; Piksel Düzeyinde Segmentasyon

## Detection of Microscopic Urine Image Contents with Mask R-CNN

### Abstract

Urinary particles in microscopic images provide important information about the body when they analyse carefully and correctly. Based on the importance of urinalysis for human health, artificial intelligence applications were made using deep learning image processing technique in order to detect microscopic urine contents. Most of the studies in the literature have generally focused on semantic segmentation. Unlike the others, in this study, the urinary contents of red blood cells, white blood cells, epithelium, crystals, bacteria and yeast in microscopic urine images were determined using Mask R-CNN, which can perform instance segmentation. In object detection with Mask R-CNN, two types of boundaries are drawn as mask and bounding box. The performance of the system is examined for both boundary types. From a total of 1154 patterns in 100 images used for the test, 808 with masks and 843 with bounding boxes were correctly identified (IoU=0.5). The best detection occurred for white and red blood cells. Epithelium has also been successfully identified according to bounding boxes, but there were problems creating masks. Bacteria detection success rate is low because bacteria are so small. Most of the crystals and yeast were correctly detected. In addition, mAP, a frequently used evaluation metric for object detection, was also calculated. Calculated mAP values are 0.7842 and 0.8343 for masks and bounding boxes respectively. Mask R-CNN can be used in urine analysis systems if it is well-optimized and trained with images of more urine contents.

### Keywords

Mask R-CNN; Urinalysis; Deep Learning; Instance Segmentation

## 1. Giriş

İdrar analizi, kimyasal ve mikroskopik olmak üzere iki aşamalıdır. Kimyasal analizde özel olarak üretilmiş şeritlere damlatılan idrar sonrası renk değişimlerine bakılır. Mikroskopik analizinde ise idrar içeriğindeki akyuvar, alyuvar, kristal, bakteri gibi nesnelerin tespiti ve sayımı yapılır (Simerville *et al.* 2005, Strasinger and Di Lorenzo 2014).

İdrar örnekleri uygun teknikler kullanılarak doğru şekilde incelendiğinde mesane, idrar yolu, böbrekler ve diğer organ sistemleri hakkında önemli bilgiler sağlar (Perazella 2015, Int Kyn. 1). Tıp alanında teşhis ve tedavide sıklıkla kullanılan idrar analizleri, eskiden eğitilmiş uzman personeller tarafından yapılmaktaydı. Fakat bu şekilde yapılan analizler, insan kaynaklı hatalara açıktır, öznel değerlendirmeler içerir ve emek yoğunudur (Liang *et al.* 2018, Zaman *et al.* 2010). Günümüzde ise idrar tahlillerinin çoğu hastanelerde bulunan otomatik idrar analizörleri tarafından yapılmaktadır ve daha standart çıktılar elde edilmektedir (Zhang *et al.* 2018). Fakat, bu cihazların çoğu geleneksel görüntü işleme tekniklerini kullanır ve otomatik olmalarına rağmen yine de operatör kontrolüne ihtiyaç duymaktadırlar. Çünkü, tanıyı yanlış yönlendirebilecek düzeyde hatalı analiz sonuçları da üretebilmektedirler (İnce *et al.* 2021, Hu *et al.* 2010, Zaman *et al.* 2010). Mikroskopik analizi iyileştirmek adına bu cihazların görüntü işleme birimlerinde yapay zeka temelli görüntü işleme algoritmaları kullanılırsa; öğrenebilen, hatalarını düzeltip kendisini geliştirebilen ve insan kontrolüne ihtiyacı azaltan ya da ortadan kaldıran sistemler geliştirmek mümkün olabilir.

Yapay zeka sistemlerinin kullanıldığı güncel çalışmalarda idrarın mikroskopik analizleri için konvolüsyonel sinir ağları ya da kısaca CNN (Convolutional Neural Network) olarak ifade edilen derin öğrenme modelleri tercih edilmiştir (Suhail and Brindha 2021, Zeb *et al.* 2020). Derin öğrenme sistemlerinin nesne tespitindeki başarısının klasik görüntü işleme yöntemlerine göre daha iyi olması tercih sebebi olmaktadır (Grenspan 2016). İdrarın mikroskopik içeriğinde yer alan nesnelere konum

bilgisiyle birlikte tespit etmek için en çok R-CNN (Regions with CNN) (Girshick *et al.* 2014), YOLO (You Only Look Once) (Redmon *et al.* 2016) ve SSD (Single Shot Multibox Detector) (Li *et al.* 2018) algoritmaları ile çalışılmıştır.

Li vd. (2020) CNN kullanarak mikroskopun farklı odaklanmalarında ve hücrenin farklı düzlemsel açılarında idrardaki alyuvarları tespit etmeyi amaçlamışlardır. Deneysel sonuçlar önerdikleri sistemin 6 farklı alyuvar tipi için %82,1 başarı sağladığını göstermiştir. Primas (2018) CNN kullanarak alyuvar, akyuvar ve diğer parçacıkları tespit etmek için düşük maliyetli bir sistem oluşturmuştur. Sistem görüntü kaydedici, ayırıcı ve sınıflandırıcı olmak üzere üç bölümden oluşur. Alyuvar ve akyuvarlar için duyarlılığı sırasıyla %88 ve %91 olarak; özgüllüğü ise sırasıyla %89 ve %97 olarak hesaplamıştır. Liang vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada Faster R-CNN ve SSD sistemleri kullanılarak 7 farklı idrar içeriği (akyuvar, alyuvar, epitel çekirdeği, epitel hücresi, kristal, mantar ve silendir) tespit edilmeye çalışılmıştır. En iyi mAP (mean Average Precision) değeri 0,841 olarak hesaplanmıştır. Farklı bir Faster R-CNN uygulamasında Zhang vd. (2018) idrarda yer alan akyuvar ve alyuvar hücrelerini tespit etmişlerdir. 6000'den fazla etiketlenmiş idrar görüntüsü kullanılmıştır ve ağırlıklı ortalama F1 skoru 0,914 olarak hesaplanmıştır. Yang vd. (2017) tarafından yapılan ve 4000 görüntünün kullanıldığı farklı bir çalışmada yine Faster R-CNN kullanılmıştır. Görüntülerin yüzde 70'i eğitim ve yüzde 30'u test için kullanılmıştır. Akyuvar, alyuvar, mantar, kristal, silendir ve epitel olmak üzere 6 farklı nesne türü tespiti yapılmıştır. Hesaplanan mAP değeri 0,916 olmuştur. Wang vd. (2019) tarafından SSD ve YOLO kullanılarak yapılan farklı bir çalışmada akyuvar hücreleri tespit edilmiş ve yüzde 90,09 doğruluk sağlanmıştır.

Literatür taramasında idrar içeriğindeki bakteri gibi diğerlerine göre küçük nesnelerin tespit çalışmalarına rastlanmamıştır. Bakterilerin idrar görüntülerindeki boyutunun çok küçük olması nedeniyle başarıyı düşürmektedir ve bu nedenle idrar analizlerinde bakterilerle yapılan derin



öğrenme tespit çalışmalarından kaçınılmıştır. Ayrıca, çalışmalarda genel olarak az sayıda nesne türü tespiti yapıldığı görülmüştür. Nesne boyut farkı olan içeriklerin aynı anda tespiti zor olduğundan ve çok sayıda nesne türü ile çalışmanın tespit performansına olumsuz etkisi nedeniyle tercihlerin bu şekilde oluştuğu düşünülmektedir. Bu çalışmada ise mikroskopik idrar analizinde tıbbi anlamda önem arz eden bakteri, mantar, akyuvar, alyuvar, kristal ve epitel içerikleri aynı anda tespit edilmiştir. Yöntem olarak piksel düzeyinde (instance) segmentasyon yapabilen Mask R-CNN derin öğrenme modeli kullanılmıştır. Mask R-CNN sistemleri görüntüde tespit edilen nesne sınırlarını piksel düzeyinde ayrıntılı olarak işaretleyebilmektedir (He *et al.* 2017). Bu sayede idrar içeriğindeki nesne sınırları hassas bir şekilde belirlenerek segmentasyon yapılabilmektedir.

## 2. Materyal ve Metot

Mikroskopik idrar görüntüsü içeriklerinin tespit edildiği bu çalışmada Python programlama dili ile oluşturulmuş Mask R-CNN kütüphanesinden (Int Kyn. 2) faydalanılmıştır. İdrar görüntülerinin bir kısmı ile Mask R-CNN derin öğrenme sistemi eğitilmiştir ve kalan kısmı ile sistemin performansı test edilmiştir.

Derin öğrenme sistemlerinde kullanılan veri setinin görüntü analiz sonuçlarına etkisi çok büyüktür. Bu nedenle görüntülerin ön işleme doğru ve dikkatli bir şekilde yapılmalıdır. Görüntüler, CNN ağlarının eğitiminde girdi olarak kullanmadan önce içindeki nesnelere uygun araçlarla etiketlenmelidir. Sonrasında üzerinde çalışılan model eğitilip test edilebilir.

### 2.1 Veri Seti

Bu çalışmada kullanılan idrar görüntüleri Bezmialem Vakıf Üniversitesi Hastanesi laboratuvarlarında gerekli izinler alınarak toplanmıştır. İnsan idrar örnekleri santrifüj edilmiş ve mikroskop altına yerleştirilmiştir. Mikroskoba entegre edilmiş olan kamera yardımıyla çok sayıda idrar görüntüsü bilgisayar ortamına aktarılmıştır. Bu işlemler idrar tahlili standartları dikkate alınarak

gerçekleştirilmiştir (Kouri *et al.* 2000). Veri kümesi toplam 600 adet idrar görüntüsünden oluşur; bunlardan 500 tanesi eğitim ve 100 tanesi de test için kullanılmıştır. Eğitim setinde 4201 adet konum ve sınıf bilgisi ile etiketlenmiş idrar içeriğine ait nesnelere örüntüsü yer alırken; test setinde ise 1154 adet konum ve sınıf bilgisi ile etiketlenmiş idrar nesnelere örüntüsü bulunmaktadır. İdrar içerikleri bakteri, epitel, kristal, eritrosit, lökosit ve mantar olmak üzere 6 farklı sınıf etiketine sahiptir. Eğitim ve test için kullanılan etiketlenmiş idrar görüntülerinde yer alan içeriklerin sınıfları ve sayıları sırasıyla Çizelge 1 ve Çizelge 2'de verilmiştir.

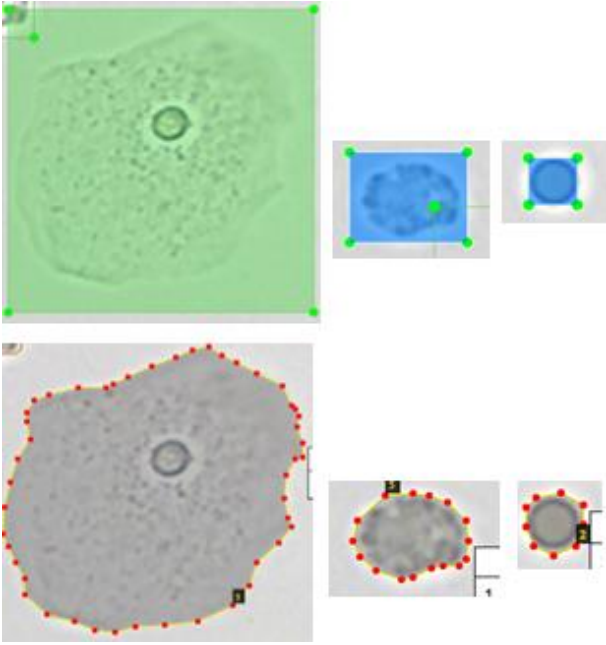
**Çizelge 1.** Eğitim setinde yer alan idrar görüntülerindeki nesnelere sınıflara göre dağılımı.

Sınıfı	Akyuvar	Alyuvar	Bakteri	Epitel	Kristal	Mantar
Sayısı	1164	1008	1228	148	401	252

**Çizelge 2.** Test setinde yer alan idrar görüntülerindeki nesnelere sınıflara göre dağılımı.

Sınıfı	Akyuvar	Alyuvar	Bakteri	Epitel	Kristal	Mantar
Sayısı	307	255	363	40	98	91

İdrardaki içerikler VGG Image Annotator (VIA) isimli uygulama (Int Kyn. 3) kullanılarak alanında uzman doktor ile etiketlenmiştir. VIA uygulaması web tarayıcısında çalışmaktadır ve herhangi bir kurulum gerektirmez. Örüntülerin hem sınıf hem de konum bilgilerini json formatında bir dosyada tutar. Derin öğrenme sistemlerinde tercih edilen dikdörtgen biçimli etiketlemenin yanında, görüntülerdeki içerikleri poligon bölge biçiminde etiketlemeye de olanak tanır. Poligon biçimli etiketleme hem zordur hem de zaman anlamında uzun sürmektedir. Fakat, görüntüdeki nesne sınırlarının daha doğru belirlenmesine imkân sağladığı için derin öğrenme ağının eğitiminde avantaj sağlamaktadır (Pande *et al.* 2022). Dikdörtgen biçimli etiketleme ile poligon biçimli etiketlemenin farkı Şekil 1'de görülebilir.

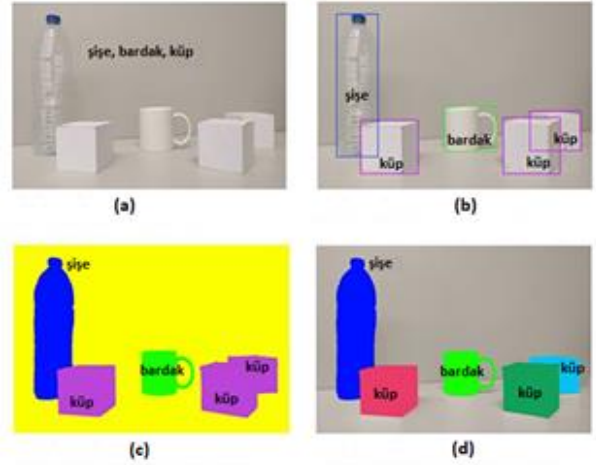


Şekil 1. Üstte dikdörtgen biçimli etiketlemeler ve altta poligon biçimli etiketlemeler.

## 2.2 Mask R-CNN

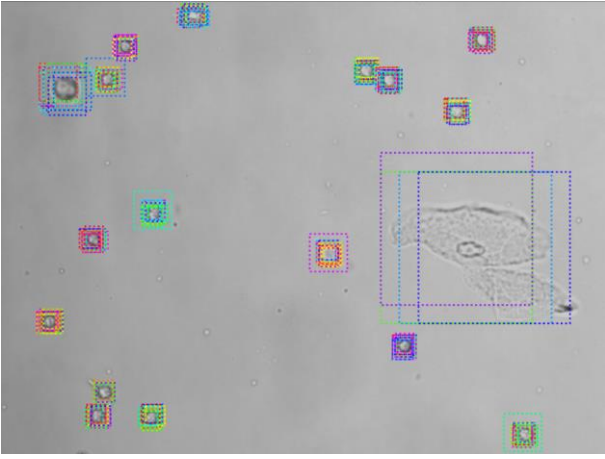
R-CNN modeli ilk olarak Ross Girshick vd. (2014) tarafından duyurulmuştur. R-CNN, görüntülerdeki örüntü konumlarını bulmak ve sınıf bilgisini tespit etmek için geliştirilmiş nesne tanıma modelidir. İhtiyaçlar doğrultusunda R-CNN yapısı sonraki yıllarda sırasıyla Fast R-CNN (Girshick 2015), Faster R-CNN (Ren *et al.* 2015) ve Mask R-CNN (He *et al.* 2017) olarak geliştirilmiştir.

Mask R-CNN bir önceki sürüm olan Faster R-CNN'den farklı olarak tespit edilen nesnelere maskeler oluşturan katmana sahiptir. Böylece piksel bazında (instance) segmentasyon gerçekleştirebilir. Bu şekilde yapılan segmentasyon ile görüntüdeki örüntülerin sınırları piksel bazında tespit edildiğinden daha detaylıdır. Bilgisayarlı görüde en zor görevlerden biridir (Garcia-Garcia *et al.* 2017). Şekil 2'de diğer nesne algılama türleriyle farklılıkları gösterilmiştir.

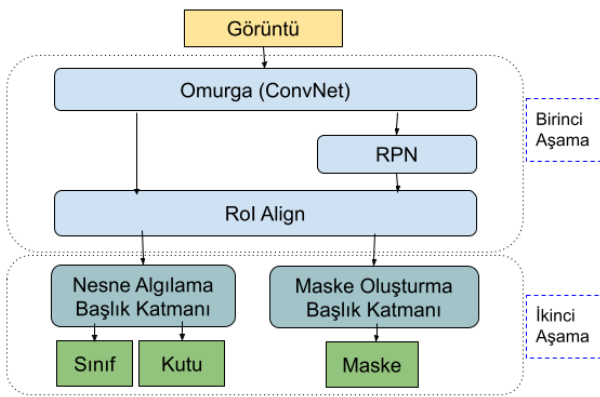


Şekil 2. a) Örüntünün sınıflandırılması b) Sınıflandırma ve nesne algılama c) Semantik segmentasyon d) Piksel bazlı (instance) segmentasyon. Kaynak: (Garcia-Garcia *et al.* 2017)

Mask R-CNN'de görüntü iki ana aşamada işlenir. İlk aşamada omurga olarak kullanılan CNN ağı tarafından görsel taranır ve konvolüsyonel öznelikler (özellik haritası) çıkarılır. RPN (Region Proposal Network) olarak isimlendirilen farklı bir ağ öznelikleri değerlendirir ve görselde nesne içermesi olasılığı bulunan ilgi alanlarını (RoI: Region of Interest) belirler. RoI olarak tanımlanan alanlara çerçeveler oluşturulur ve bunlar çapalar (anchors) olarak isimlendirilir. Oluşturulan her çapaya skor atanır ve yüksek skorlu olanlar pozitif çapalar olarak ifade edilir. Şekil 3'teki görselde örnek olarak veri tabanında yer alan resimlerden birinde en yüksek skorlu 200 çapanın gösterimi yapılmıştır. Çok fazla ve tekrarlı şekilde oluşturulan çerçeveler nedeniyle maksimum olmayı bastırma (non maximum suppression) algoritması da uygulanır. Veri işlemeyi kolaylaştırmak adına öznelikler ile ilgi alanları eşleştirilir ve bilgiler ikinci aşamaya devredilir. Mask R-CNN'in ikinci aşamasında ise belirlenen güven değeri üzerinde kalan ilgi alanları için görselde nihai çerçeveler en uygun olacak şekilde çizilerek sınıflandırma yapılır. Sonrasında tespit edilen nesnelere için maskeler oluşturularak işlem tamamlanır. Şekil 4'te Mask R-CNN'in genel akış şeması verilmiştir.



Şekil 3. Mask R-CNN ile görüntü işleme en yüksek skora sahip 200 çapanın gösterimi.



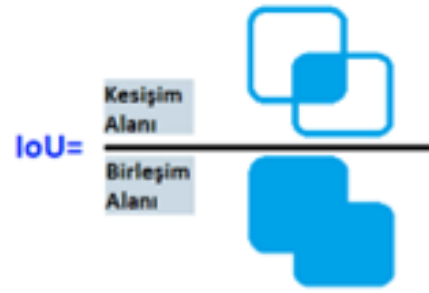
Şekil 4. Mask R-CNN aşamaları şematik gösterimi.

Mask R-CNN omurgası olarak ResNet101 (He *et al.* 2016) ağı kullanılmıştır. Ayrıca, özellik haritası çıkarmada özellik piramit ağından (FPN: Feature Pyramid Network) (Lin *et al.* 2017) da faydalanılmıştır.

### 2.3 Nesne Tespitinde Değerlendirme Metrikleri

Oluşturulan Mask R-CNN sisteminin performansı standart doğruluk (accuracy) ve genel ortalama hassasiyet (mAP: mean Average Precision) ile değerlendirilmiştir. R-CNN, YOLO gibi nesne tespiti modellerinin performansını ölçmede standart doğruluk hesabı yeterli görülmemiş ve mAP değerlendirme metriği oluşturulmuştur. Makine öğreniminde ve derin öğrenme ağlarının performans değerlendirmesinde başarı göstergesi olarak kullanılmaktadır (Int Kyn. 4). mAP hesaplamada ihtiyaç duyulan diğer metrikler bu bölümde verilmiş ve açıklanmıştır.

Kesişim bölgesi (IoU: Intersection of Union) ifadesi, görüntü işlemedeki nesne tespitinde model tahminlerinin veri kümesi etiketlemesi ile ne kadar uyumlu olduğunu göstermek için kullanılan bir metriktir (Rahman and Wang 2016). Mask R-CNN'in performans değerlendirmesinde eşik değeri gibi kullanılır. Belirlenen IoU değerinin altında kalan örtüşme hatalı tespit olarak; IoU değerini aşanlar ise doğru tespit olarak değerlendirilmektedir. Bu çalışmadaki performans değerlendirmesi hesaplamalarında veri kümesi ile tahminlerin minimum örtüşme oranı %50 (IoU=0,5) olarak alınmıştır. Mask R-CNN ile nesne tespitinde görüntüler için maskeler ve çerçeveler olmak üzere iki tip sınır çizilmektedir. Bu nedenle, IoU değerleri maskelere ve çerçevelere göre ayrı ayrı hesaplanmıştır. Hesaplama formülü Şekil 5'te görselleştirilerek verilmiştir.



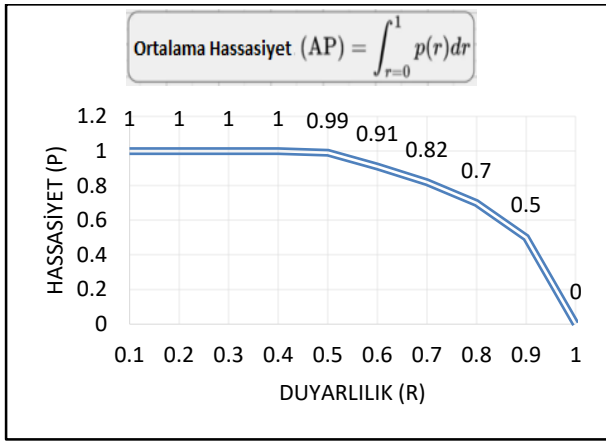
Şekil 5. Görselleştirilmiş IoU hesaplama formülü.

Veri setinde yer alan bir sınıf için; ağ tarafından yapılan sınıf bilgisi tahmini doğru ise doğru pozitif (DP), yanlış ise yanlış pozitif (YP) olarak ifade edilir. Veri setindeki aynı sınıf için; veri seti etiketlemesinde bu sınıfta yer almayan bir nesneyi ağ bu sınıfta tahmin ediyorsa yanlış negatif (YN), farklı sınıfta tahmin ediyorsa doğru negatif (DN) olarak ifade edilir (Schwenke and Schering 2014). Kısaca DP ve DN oluşturulan derin öğrenme ağının doğru çalıştığını YP ve YN ise hatalı tahmin yaptığını göstermektedir. Hassasiyet (P: precision) doğru tahminlerin ne kadarının gerçekten doğru olduğunu ve duyarlılık (R: recall) ise doğru yapılması gereken tahminlerin gerçekten ne kadarının doğru yapıldığını ifade eder. P ve R sırasıyla Eşitlik 1 ve Eşitlik 2'de verilen formüllerle hesaplanır (Flach and Kull 2015).

$$P = \frac{DP}{DP+YP} \quad (1)$$

$$R = \frac{DP}{DP+YN} \quad (2)$$

Hesaplanan P ve R değerlerinden P-R grafiği çizilir. Çizilen P-R grafiği altında kalan alana ortalama hassasiyet (AP: average precision) adı verilir. Şekil 6'da örnek P-R grafiği ve AP hesaplama formülü verilmiştir. AP'ler her sınıf için hesaplanıp tüm görüntüler için ortalamaları alınır nesne tespitinde önemli bir ölçüm metriği olan genel ortalama hassasiyet (mAP) değeri elde edilir (Flach and Kull 2015).



Şekil 6. P-R grafiği ve AP hesaplama formülü.

### 2.3 Çalışma Ortamı ve Sistem Konfigürasyonu

Mask R-CNN sisteminin eğitimi ve doğrulaması kişisel kullanım için oyunculara özel üretilmiş bilgisayarda yapılmıştır. Bu bilgisayar bir adet 10. nesil Intel i7 10750H 6 çekirdekli işlemci (CPU) ve bir adet Nvidia Geforce RTX2070 Max-Q dizayn 8GB ekran kartı (GPU) içermektedir. Sistem, eğitim setindeki görüntülerle eğitilmiştir ve test setindeki görüntüler ile Mask R-CNN sisteminin performans değerlendirmesi yapılmıştır. Model ağının eğitiminde öğrenme aktarımından (transfer learning) (Zhuang *et al.* 2020) yararlanılmıştır ve ImageNet (Deng *et al.* 2009) ile ön-eğitilmiş ağırlık dosyası kullanılmıştır. Nesne tespiti için minimum güven değeri 0,8 olarak alınmıştır. Eğitimde devir (epoch) sayısı 50 olarak ayarlanmış ve devir başına adım sayısı da 500 olarak hesaplanmıştır (eğitim

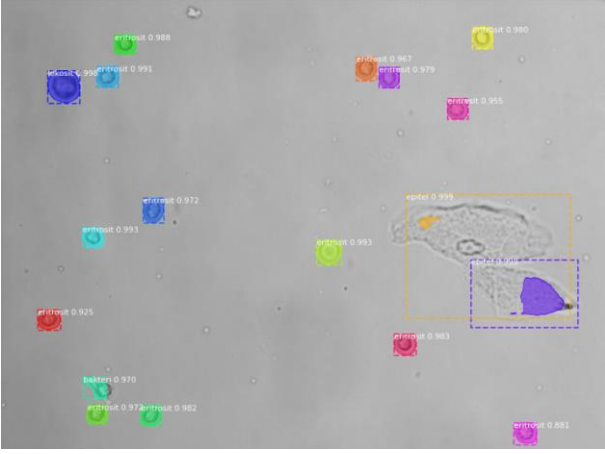
kümesindeki görüntü sayısı / gpu sayısı). Genel parametre yapılandırmaları Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3. Test setinde yer alan idrar görüntülerindeki nesnelere sınıflara göre dağılımı.

PARAMETRE	DEĞER
IMAGES_PER_GPU	1
STEPS_PER_EPOCH	500
VALIDATION_STEPS	100
BACKBONE	"resnet101"
COMPUTE_BACKBONE_SHAPE	None
BACKBONE_STRIDES	[4, 8, 16, 32, 64]
FPN_CLASSIF_FC_LAYERS_SIZE	1024
TOP_DOWN_PYRAMID_SIZE	256
NUM_CLASSES	6
RPN_ANCHOR_RATIOS	[0.5, 1, 2]
RPN_ANCHOR_STRIDE	1
RPN_NMS_THRESHOLD	0.7
RPN_TRAIN_ANCHORS_PER_IMAGE	256
POST_NMS_ROIS_TRAINING	2000
POST_NMS_ROIS_INFERENCE	1000
USE_MINI_MASK	True
MINI_MASK_SHAPE	(56, 56)
IMAGE_RESIZE_MODE	"square"
IMAGE_MIN_DIM	800
IMAGE_MAX_DIM	1024
IMAGE_MIN_SCALE	0
MEAN_PIXEL	np.array([123.7, 116.8, 103.9])
TRAIN_ROIS_PER_IMAGE	200
ROI_POSITIVE_RATIO	0.33
POOL_SIZE	7
MASK_POOL_SIZE	14
MASK_SHAPE	[28, 28]
MAX_GT_INSTANCES	200
RPN_BBOX_STD_DEV	np.array([0.1, 0.1, 0.2, 0.2])
BBOX_STD_DEV	np.array([0.1, 0.1, 0.2, 0.2])
DETECTION_MAX_INSTANCES	150
DETECTION_MIN_CONFIDENCE	0.8
DETECTION_NMS_THRESHOLD	0.3
LEARNING_RATE	0.001
LEARNING_MOMENTUM	0.9
USE_RPN_ROIS	True
TRAIN_BN	False
GRADIENT_CLIP_NORM	5

### 3. Bulgular

Eğitim sonrası çıktı olarak elde edilen ağırlık dosyası kullanılarak test için ayrılan 100 adet görüntüde Mask R-CNN ile nesne tespiti yaptırılmıştır. Şekil 7'de nesne tespiti sonrası görüntülerden birine ait çıktı paylaşılmıştır. Görsel çıktıda tespit edilen nesnelere çerçeve içine alınmaktadır ve nesnelere için oluşturulan maskeler renklendirilmektedir. Ayrıca, görüntülerin üst kısımlarına nesne türünü ifade eden sınıf bilgisi ve sistem tarafından tespit edilen güven değeri yazdırılmaktadır.



Şekil 7. Mask R-CNN ile nesne tespiti.

Oluşturulan Mask R-CNN sisteminin performans değerlendirmesi test setindeki görüntülerle yapılarak IoU değerinin maskelere göre hesaplandığı durumda, doğrulama setindeki 1154 idrar

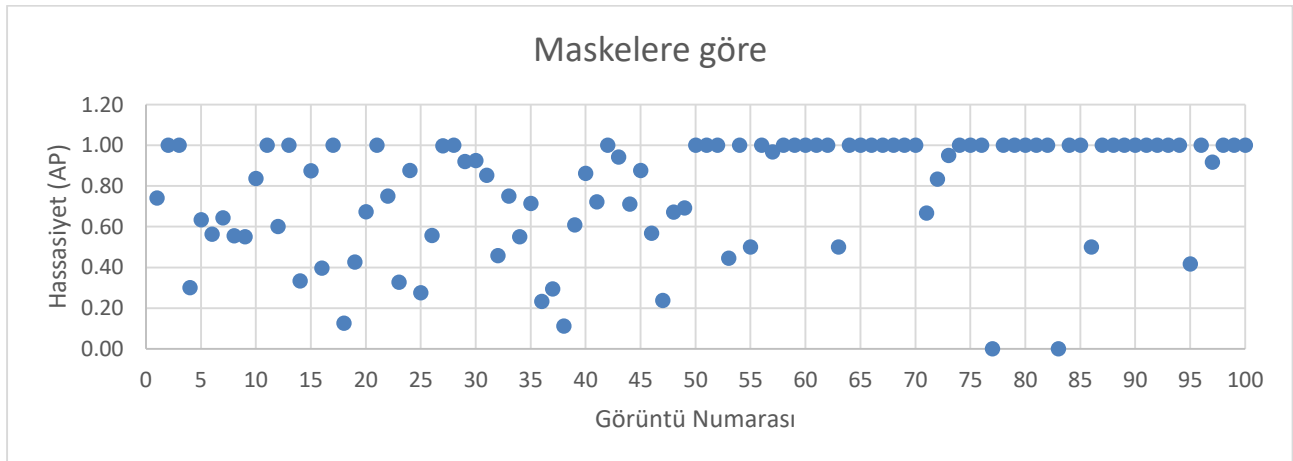
içeriğinden 808'i doğru şekilde tahmin edilmiştir. Diğer yandan, IoU değerlerinin çerçeveler ile hesaplandığı durumda 843 idrar içeriği doğru bir şekilde tespit edilmiştir. Hem maskelere göre hem çerçevelere göre yapılan değerlendirmede; en iyi tespit oranı akyuvarlar ( $\approx 93$ ) ve alyuvarda ( $\approx 89$ ) elde edilmişken en kötü tespit oranı bakterilerde ( $\approx 42$ ) gerçekleşmiştir. Epitel hücreleri sınırlayıcı kutulara göre hesaplamada başarılı bir şekilde tespit edilmişken ( $92,5$ ) maskelere göre olan hesaplamada başarı oranı çok düşmüştür ( $37,5$ ). Kristallerin ve mantarların yarıdan fazlası doğru tespit edilmiştir fakat tespit oranı idrar analizi için istenen düzeyde değildir. Çizelge 4'te sınıf bazında doğru ve yanlış tahminler ile tespit edilemeyen içeriklerin sayıları detaylı verilmiştir.

Çizelge 4. Veri setindeki test görüntülerinin tahmin sonuçları.

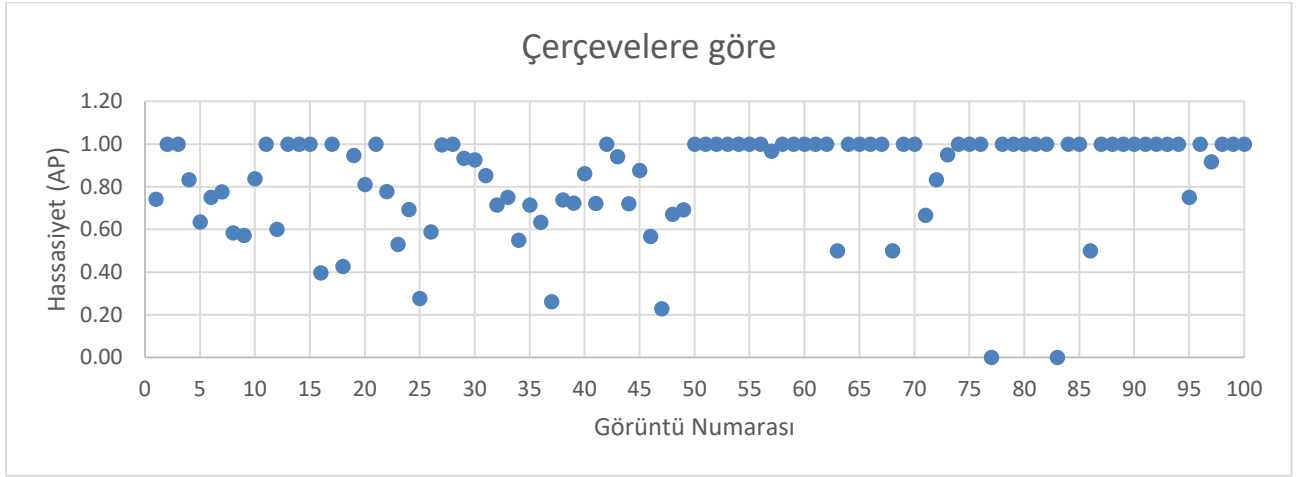
	@ IoU=0,5	alyuvar	akyuvar	bakteri	epitel	kristal	mantar	Toplam
Maskelere göre	Doğru	226	285	153	15	71	58	808
	Yanlış	11	11	0	0	0	1	23
	Tespit Yok	18	11	210	25	27	32	323
	Doğruluk Oranı (%)	88,63	92,83	42,15	37,5	72,45	63,74	70,02
Çerçevelere göre	Doğru	226	288	158	37	75	59	843
	Yanlış	11	11	0	0	0	1	23
	Tespit Yok	18	8	205	3	23	31	288
	Doğruluk Oranı (%)	88,63	93,81	43,53	92,5	76,53	64,84	73,05

Mask R-CNN'in performans değerlendirmesinde doğru sınıflandırma ile birlikte doğru konum tahmini de önemli olduğundan AP ve mAP değerleri de hesaplanmıştır. Test kümesindeki her bir görüntü için P-R grafikleri çizdirilerek AP değerleri bulunmuştur. Test setindeki tüm görüntüler için maskelere ve çerçevelere göre ayrı ayrı hesaplanan

AP değerleri dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 8 ve Şekil 9'da verilmiştir. Bu grafiklerde yer alan noktalar test setindeki her bir görüntü için elde edilmiş AP değerini ifade etmektedir. AP değerlerinin aritmetik ortalaması alınarak maskelerle genel ortalama hassasiyet  $mAP=0,7842$  ve çerçevelerle  $mAP=0,8343$  olarak hesaplanmıştır.



Şekil 8. Test setindeki 100 görüntünün maskelere göre AP değerleri dağılımı.



Şekil 9. Test setindeki 100 görüntünün çerçevelere göre AP değerleri dağılımı.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Literatürde yer alan çalışmaların çoğu semantik segmentasyon ve dikkörtgen biçimli etiketleme yapmaktadır. Bu nedenle, üst üste binen veya bitişik olan hücreleri/nesneleri tespit etmede sorunlar yaşanabilmektedir. Ayrıca, sadece birkaç tip idrar içeriğinin tespiti yapılmış çalışmalar literatürde yaygındır ve bu çalışmaların sonuçları az sayıda nesne sınıfı tespitinden dolayı başarılı görünmektedir. Daha fazla idrar içerik türü ile çalışılırsa (özellikle bakteri gibi küçük nesnelere) çalışmalarda tespit performanslarının kötüleşmesi kaçınılmaz olacaktır.

Mask R-CNN ile yapılan bu çalışmada ise tespit performansına olumsuz etkisine rağmen tıbbi önemi olan idrar nesnelere çalışmaya dahil edilmiştir. Küçük nesnelere tespit performansını olumsuz etkilemesine rağmen Mask R-CNN ile kurgulanan sistemin nesne tespit performansı tatminkardır. Özellikle akyuvar ve alyuvar hücrelerinin tespitinde yaklaşık %90 doğrulukta başarılı sonuçlar alınmıştır. Epitel hücreleri başarılı bir şekilde tespit edilmiş ve çerçevelere göre %92,5'lik doğruluk yüzdesi yakalanmıştır. Fakat epitel hücreleri için maskeler düzgün oluşturulamamış ve bu nedenle maskelere göre doğru tespit oranı %37,5'e düşmüştür. Epitellerin şekilleri çok farklılık gösterdiği için ve eğitim setinde epitel hücre görüntüsü diğerlerine göre az olduğu için bu durum yaşanmıştır. Mask R-CNN'in maske oluşturma katmanı özellikle epiteller için yeniden optimize edilebilir. Bakteriler %40

civarında başarı ile tespit edilebilmiştir. Bakteriler diğer idrar içeriklerine göre boyut olarak çok küçük olduğundan tespit etmek güçtür. Bakterileri ayrı bir katmanda ya da farklı döngüde tespit etmek doğru bir yaklaşım olacaktır. Kristaller ve mantarların çoğu doğru şekilde tespit edilmiştir fakat idrar analizinde daha yüksek başarı oranı gereklidir. Eğitim setinde yer alan kristaller ve mantarlar diğerlerine göre daha azdır. Bu sayıyı arttırma gerekliliği açıkça görülmüştür.

Genel ortalama hassasiyet sonuçları incelendiğinde ilk 50 görüntü için AP değerlerinin dağılımı çok farklılık gösterirken son 50 görüntü daha stabildir. Bunun nedeni ilk 50 görüntüde idrar nesnelere ait görüntü sayısının fazla; son 50 görüntüdeki görüntü sayısının ise az olmasından kaynaklanmaktadır. Bazı görüntülerde sadece bir tane görüntü olup, onun da tespit edilememesi sonucu sıfır AP değerleri görülmüştür. Bakterilerde kötü tespit performansı ve epitellerde maske oluşturulamaması nedeniyle mAP değeri aşağı çekilmiştir. Buna rağmen başarılı sayılabilecek sonuçlar alınmıştır.

Derin öğrenme sistemlerinde eğitim setindeki görüntü sayısının fazla olması daha iyi öğrenmeyi sağlar. Bu nedenle, kullanılan eğitim setindeki görüntülerin arttırılması sistem performansına olumlu yönde katkı sağlayacaktır. Oluşturulan Mask R-CNN sistemi daha fazla görüntü ile eğitilip iyi bir şekilde optimize edildiğinde idrar analizinde kullanılabilir. Ayrıca, piksel düzeyinde



segmentasyon, idrarda küçük nesnelere tespiti ve polinom bazlı etiketleme gibi ekstra özelliklere de sahiptir.

Bu çalışma, idrar analizörlerinin derin öğrenme ile geliştirilmesine rehberlik edebilir. Öğrenebilen, hatalarını düzeltebilen ve insan kontrolüne ihtiyaç duymayan yapay zeka temelli tıbbi cihazlar üretilebilir.

### Teşekkür

Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) ve TÜBİTAK 1071 – Uluslararası Araştırma Fonlarından Yararlanma Kapasitesinin ve Uluslararası Ar-Ge İşbirliklerine Katılımın Arttırılmasına Yönelik Destek Programı kapsamında desteklenmiştir.

Bu çalışmada kullanılan idrar görüntülerinin temini konusunda Bezmialem Vakıf Üniversitesi Hastanesi destek vermiştir.

### 5. Kaynaklar

Deng, J., Dong, W., Socher, R., Li, L. J., Li, K., & Fei-Fei, L., 2009. Imagenet: A large-scale hierarchical image database. In *2009 IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition* (pp. 248-255). IEEE.

Flach, P., & Kull, M., 2015. Precision-recall-gain curves: PR analysis done right. *Advances in Neural Information Processing Systems*, **28(1)**, 838-846.

Garcia-Garcia, A., Orts-Escolano, S., Oprea, S., Villena-Martinez, V., & Garcia-Rodriguez, J., 2017. A review on deep learning techniques applied to semantic segmentation. *arXiv preprint arXiv:1704.06857*.

Girshick, R., Donahue, J., Darrell, T., & Malik, J., 2014. Rich feature hierarchies for accurate object detection and semantic segmentation. In *Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition* (pp. 580-587). IEEE.

Girshick, R., 2015. Fast r-cnn. In *IEEE International Conference on Computer Vision* (pp. 1440-1448). IEEE.

Greenspan, H., Van Ginneken, B., & Summers, R. M., 2016. Guest editorial deep learning in medical imaging: Overview and future promise of an exciting new technique. *IEEE Transactions on Medical Imaging*, **35(5)**, 1153-1159.

He, K., Zhang, X., Ren, S., & Sun, J., 2016. Deep residual learning for image recognition. *IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition* (pp. 770-778). IEEE.

He, K., Gkioxari, G., Dollár, P., & Girshick, R., 2017. Mask r-cnn. *IEEE International Conference on Computer Vision* (pp. 2961-2969). IEEE.

Hu, X., Zhang, J., & Zhang, X., 2010. Evaluation of the Sysmex UF-1000i urine analyzer as a screening test to reduce the need for urine cultures for urinary tract infection. *Laboratory Medicine*, **41(6)**, 349-352.

İnce, H., İmamoğlu, S. E., & İmamoğlu, S. Z., 2021. Yapay zeka uygulamalarının karar verme üzerine etkileri: Kavramsal bir çalışma. *International Review of Economics and Management*, **9(1)**, 50-63.

Kouri, T., Fogazzi, G., Gant, V., Hallander, H., Hofmann, W., & Guder, W. G., 2000. European urinalysis guidelines. *Scandinavian journal of clinical and laboratory investigation*, **60(sup231)**, 1-96.

Li, Y., Huang, H., Xie, Q., Yao, L., & Chen, Q., 2018. Research on a surface defect detection algorithm based on MobileNet-SSD. *Applied Sciences*, **8(9)**, 1678.

Li, X., Li, M., Wu, Y., Zhou, X., Hao, F., & Liu, X., 2020. An accurate classification method based on multi-focus videos and deep learning for urinary red blood cell. *Conference on Artificial Intelligence and Healthcare* (pp. 67-71). ACM Digital Library.

Liang, Y., Kang, R., Lian, C., & Mao, Y., 2018. An end-to-end system for automatic urinary particle recognition with convolutional neural network. *Journal of Medical Systems*, **42(9)**, 1-14.

Lin, T. Y., Dollár, P., Girshick, R., He, K., Hariharan, B., & Belongie, S., 2017. Feature pyramid networks for object detection. In *Proceedings of the IEEE conference on computer vision and pattern recognition* (pp. 2117-2125). IEEE.

Liu, W., Anguelov, D., Erhan, D., Szegedy, C., Reed, S., Fu, C. Y., & Berg, A. C., 2016. Ssd: Single shot multibox detector. In *Computer Vision—ECCV 2016: 14th European Conference, Amsterdam, The Netherlands, October 11–14, 2016, Proceedings, Part I 14* (pp. 21-37). Springer International Publishing.

- Pande, B., Padamwar, K., Bhattacharya, S., Roshan, S., & Bhamare, M., 2022. A Review of Image Annotation Tools for Object Detection. In *2022 International Conference on Applied Artificial Intelligence and Computing* (pp. 976-982). IEEE.
- Perazella, M. A., 2015. The urine sediment as a biomarker of kidney disease. *American Journal of Kidney Diseases*, **66**(5), 748-755.
- Primas, S. R., 2018. The AutoScope: an automated point-of-care urinalysis system. Unpublished Doctoral Dissertation, Massachusetts Institute of Technology, USA.
- Rahman, M. A., & Wang, Y., 2016. Optimizing intersection-over-union in deep neural networks for image segmentation. In *International symposium on visual computing* (pp. 234-244). Springer, Cham.
- Redmon, J., Divvala, S., Girshick, R., & Farhadi, A., 2016. You only look once: Unified, real-time object detection. In *IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition* (pp. 779-788). IEEE.
- Ren, S., He, K., Girshick, R., & Sun, J., 2015. Faster r-cnn: Towards real-time object detection with region proposal networks. *Advances in Neural Information Processing Systems*, **28**, 91-99.
- Schwenke, C., & Schering, A. G., 2014. True positives, true negatives, false positives, false negatives. Wiley StatsRef: Statistics Reference Online.
- Simerville, J. A., Maxted, W. C., & Pahira, J. J., 2005. Urinalysis: a comprehensive review. *American family physician*, **71**(6), 1153-1162.
- Strasinger, S. K., & Di Lorenzo, M. S., 2014. Urinalysis and body fluids. FA Davis.
- Suhail, K., & Brindha, D., 2021. A review on various methods for recognition of urine particles using digital microscopic images of urine sediments. *Biomedical Signal Processing and Control*, **68**, 102806.
- Wang, Q., Bi, S., Sun, M., Wang, Y., Wang, D., & Yang, S., 2019. Deep learning approach to peripheral leukocyte recognition. *PLoS One*, **14**(6), e0218808.
- Yang, S., Fang, B., Tang, W., Wu, X., Qian, J., & Yang, W., 2017. Faster R-CNN based microscopic cell detection. In *2017 International Conference on Security Pattern Analysis and Cybernetics* (pp. 345-350). IEEE.
- Zaman, Z., Fogazzi, G. B., Garigali, G., Croci, M. D., Bayer, G., & Kránicz, T., 2010. Urine sediment analysis: Analytical and diagnostic performance of sediMAX®-a new automated microscopy image-based urine sediment analyser. *Clinica Chimica Acta*, **411**(3-4), 147-154.
- Zeb, B., Khan, A., Khan, Y., Masood, M. F., Tahir, I., & Asad, M., 2020. Towards the Selection of the Best Machine Learning Techniques and Methods for Urinalysis. In *Proceedings of the 2020 12th International Conference on Machine Learning and Computing* (pp. 127-133). ACM Digital Library.
- Zhang, X., Chen, G., Saruta, K., & Terata, Y., 2018. Detection and classification of RBCs and WBCs in urine analysis with deep network. In *ACHI 2018: The Eleventh International Conference on Advances in Computer-Human Interactions* (pp. 194-198). IARIA.
- Zhuang, F., Qi, Z., Duan, K., Xi, D., Zhu, Y., Zhu, H., Xiong, H., & He, Q., 2020. A comprehensive survey on transfer learning. *Proceedings of the IEEE*, **109**(1), 43-76.

#### İnternet kaynakları

- 1-<https://pdf.medicalexpo.com/pdf/roche/compendium-urinalysis-urine-test-strips-microscopy/71020-136212.html>, (30.03.2023)
- 2-[https://github.com/matterport/Mask\\_RCNN](https://github.com/matterport/Mask_RCNN), (30.03.2023)
- 3-<https://www.robots.ox.ac.uk/~vgg/software/via/>, (30.03.2023)
- 4-<https://jonathan-hui.medium.com/map-mean-average-precision-for-object-detection-45c121a31173>, (30.03.2023)



# Meme Mikrodalgası Hipertermi Aplikatörü İçin Geliştirilen Doku Taklidi Jel Karakterizasyonu

Ömer IŞIK<sup>1\*</sup>, Erdal KORKMAZ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*İstanbul Arel Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye.*

<sup>2</sup>*The Hague University of Applied Sciences, Research Group Smart Sensor Systems, The Netherlands.*

Sorumlu yazar e-posta\*: omer@arel.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-0726-9446>

e.korkmaz@hhs.nl ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-6118-6510>

Geliş Tarihi: 20.03.2023

Kabul Tarihi: 14.09.2023

## Öz

### Anahtar kelimeler

Hipertermi; Doku Taklidi Jeller; Elektromanyetik Etkileşim; Elektriksel Özellikler; Dielektrik Özellikler

İnsan vücudu ile elektromanyetik dalgaların etkileşimi, dokuların ve hücrelerin dielektrik özellikleri gibi faktörlerin yanı sıra diğer etkenler tarafından da şekillenir. Mikrodalga hipertermi ve mikrodalga görüntüleme uygulamalarında, deney ortamı ölçüm düzeneklerinde simülasyon sonuçlarını doğrulamak için doku taklit eden materyallere ihtiyaç vardır. Bu çalışmada hipertermi uygulamalarında kullanılmak üzere kadın memelerine ait bazı doku taklit materyallerinin karakterizasyonu sunulmuştur. Karakterize edilen doku taklit malzemelerinin maliyeti ucuz ve üretim aşamaları kolaydır. Deri, kas, meme yağı ve kanserli dokular ISM bandı 434 MHz'de önerilmektedir.

# Tissue Mimicking Gel Characterization Developed for a Breast Microwave Hyperthermia Applicator

## Abstract

### Keywords

Hyperthermia; Tissue Mimicking Gels; Electromagnetic Interaction; Electrical Properties; Dielectric Properties

The interaction of electromagnetic waves with the human body is determined by the dielectric properties of tissues and cells along with other considerations. The complex dielectric properties of the materials are very important for the interaction of the electromagnetic waves within the human body. In microwave hyperthermia and microwave imaging applications, there is a need of tissue mimicking materials to validate the simulation results in in vitro measurement setups. In this paper, we presented the characterization of some tissue materials belonging to female breast to be used for hyperthermia applications. The characterized tissue mimicking materials are inexpensive and have simple recipes that are easy to formulate. Skin, muscle, breast fat and cancerous tissues are proposed at ISM band 434 MHz.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

## 1. Giriş

Hesaplamalı elektromanyetik alanındaki gelişmeler, mikrodalga frekanslarında gerçekçi insan vücudu etkileşimlerini modellemenin olanaklı hale gelmesine katkı sağlamaktadır. Bu gelişmeler, son yıllarda kanser tedavisi için mikrodalga hipertermi ve diğer pahalı görüntüleme tekniklerine (MRi, CT) alternatif olarak mikrodalga görüntüleme üzerine birçok araştırma yapılmıştır. Simüle edilmiş sonuçları doğrulamak için köpekler, fareler ve

tavşanlar gibi hayvanlar veya ileri aşamasında insan denekler kullanılabilir. Bununla birlikte, insan deneklerin kullanımı çok katı etik düzenlemeler gerektirir [Furse 2000], [Fukunaga 2004]. Hayvan deneklerin kullanımı ise bazı maliyetli kolaylıklar gerektirmektedir [Zastrow 2008].

Tasarım süreci genellikle başlangıçta dokuyu taklit eden materyaller kullanılarak başlar, ardından hayvan denekleri kullanılır ve son olarak güvenlik değerlendirmesi gereksinimleri karşılandıktan sonra

cihazlar insanlar üzerinde test edilir. Bu şekilde, cihazların güvenilir ve etkili olduğundan emin olunur. [Gabriel 1996].

Elektromanyetik dalgaların insan vücudu ile etkileşimleri, diğer faktörlerin yanı sıra, dokuların ve hücrelerin dielektrik ve elektriksel özellikleri gibi faktörler tarafından belirlenir [Yılmaz 2008]. Elektromanyetik özellikleri yönüyle doku taklit eden jeller, biyomedikal mühendislik ve malzeme bilimlerinin kesişiminde önemli bir araştırma alanını oluşturmuştur. Bu jeller, elektromanyetik dalga etkileşimleri açısından biyolojik dokuların özelliklerini taklit etmeyi amaçlayan özel malzemelerdir [Gultekinoglu 2019]. Elektromanyetik özelliklere sahip bu jeller, manyetik rezonans görüntüleme (MRI), mikrodalga tedavisi, radyofrekans ablasyon ve biyoelektrik uygulamalar gibi birçok alanda potansiyel uygulamalara sahiptir. Doku taklit eden fantomlar, sıvı veya katı formda olabilir, amaçlanan dokuların elektriksel ve dielektrik özelliklerine yakın olabilir [Baysal 2019, Gultekinoglu 2019]. Ayrıca, bu fantomlar birbirleriyle etkileşime girmemelidir, böylece sonuçlar daha güvenilir olur ve gerçek insan vücuduyla yapılan deneylere daha yakın bir tahmin sağlanır.

Bu çalışmada literatürde önerilen meme dokularının bağlı dielektrik sabitini ve iletkenliğini taklit eden jel malzemeler detaylı olarak karakterize edilmiştir. Hipertermi veya mikrodalga görüntüleme araştırmalarında deneyler uzun süreye yayıldığı için bu jellerin zamana karşı deformasyonu oda sıcaklığı ve soğutucu ortamında incelenmiştir. Bu çalışma, meme kanseri için 434 MHz'de ISM bandında bir hipertermi aplikatörünün geliştirilmesine yönelik çalışmayı desteklemektedir [Korkmaz 2015], [Korkmaz 2013]. Bu amaçla deri, kas, yağ ve kanserli dokuları taklit eden jeller önerilmiştir. Deri, kas ve yağ taklit eden dokuyu taklit eden jellerin hem bağlı dielektrik sabiti ( $\epsilon_r$ ) hem de iletkenliği ( $\sigma$ ), 434 MHz'de ISM bandı için gerçek dokularla başarıyla eşleştirilmiştir. İstenen jelleri formüle etmek için DGBE (Dietilen glikol bütül eter), Triton X-100 (polietilen glikol mono fenil eter), NaCl(Tuz), Deiyonize su ve yağ kullanılmıştır. Elde edilen malzemelerin elektriksel özellikleri, SPEAG Dielektrik Değerlendirme Kiti DAK-3.5 dielektrik

prob kiti ve Anritsu Vectorstar MS4642A network analizörü ile ölçülmüştür.

## 2. Kas Taklit Eden Malzemenin Karakterizasyonu

Kas taklit eden jel, DGBE, Triton X-100, deiyonize su ve NaCl'nin karıştırılmasıyla karakterize edilir. Uygun doku taklit eden jelleri karakterize etmek için, her bileşenin elektriksel özellikleri ölçüldü ve elektriksel özelliklerin birbirine etkisi araştırılmıştır. Şekil 1a ve Şekil 1b sırasıyla saf Triton X-100, DGBE ve deiyonize suyun bağlı dielektrik geçirgenliğini ve iletkenliğini göstermektedir. DGBE ve Triton X-100, suya kıyasla düşük dielektrik sabitlerine ve iletkenliklere sahiptir. Aynı elektriksel özellikler sadece Triton X-100, deiyonize su ve NaCl'nin karıştırılmasıyla elde edilebilse de, Triton X-100'ün viskoz yapısı nedeniyle hava kabarcıkları içeren homojen olmayan bir karışım oluşmuştur. Daha homojen bir karışım formüle etmek için, Triton X-100'ü çözmek için DGBE kullanılır. Daha sonra elde edilen çözeltiye deiyonize su ve NaCl eklenir. İnsan kası, insan derisi ve yağına kıyasla daha yüksek iletkenliğe sahiptir, [Furse 2000], [Yılmaz 2008]. Bu nedenle elde edilen çözeltinin iletkenliğini artırmak için NaCl eklenir.

ISM bandı için karışımdaki her bir bileşenin yüzdeleri Çizelge 1'de verilmiştir. ISM bandı için insan kasının elektriksel özellikleri 433 MHz'de  $\epsilon_r=52.791$  ve  $\sigma=1.705$  olarak bilinmektedir [Chou, 1984]. ISM bandı için formüle edilmiş kas taklit eden jelin ölçülen elektriksel özellikleri  $\epsilon_r=52.85$  ve  $\sigma=1.68$ 'dir.

Ölçülen veriler ve referans [Zastrow 2008] arasında iyi eşleşme elde edilmiştir. Şekil 2, kas dokusu eşdeğer modeli için bileşenlerin karıştırılma sırasını göstermektedir. Karakteristik kas taklit eden malzemenin elektriksel özellikleri 0,1 ila 3 GHz arasında ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 4a ve Şekil 4b'de verilmiştir.

Çizelge 1. ISM Bandı için Kas Taklit Jelleri Tarifleri.

İçindekiler	ISM Band
De-ionized Su	72.6(%)
Triton X-100	18.8(%)
DGBE	8.6(%)
NaCl (Tuz)	690 (mgr)

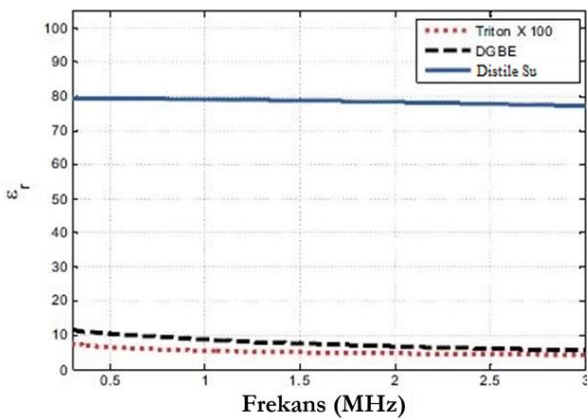
## 3. Deri Taklit Eden Malzemenin Karakterizasyonu

Deriyi taklit eden malzeme, DGBE, Triton X-100, deiyonize su ve NaCl'nin karıştırılmasıyla karakterize edilir. Şekil 1a ve Şekil 1b'de gösterildiği gibi, DGBE ve Triton X-100 yüksek frekanslarda düşük bağıl dielektrik geçirgenliklere ve elektrik iletkenliklere sahiptir. Deiyonize sudaki Triton X-100, bağıl dielektrik sabitini ve iletkenliği azaltmak için kullanılır. Triton X-100 saf deiyonize suda çözünmez. Triton X-100'e DGBE eklenmesi, karışımın viskozitesini azaltır ve Triton X-100'ün deiyonize su ile daha iyi kombine edilmesini sağlar. Çizelge 2, belirtilen deri dokusu eşdeğer modelini oluşturan çeşitli içerik maddelerinin konsantrasyonlarını göstermektedir.

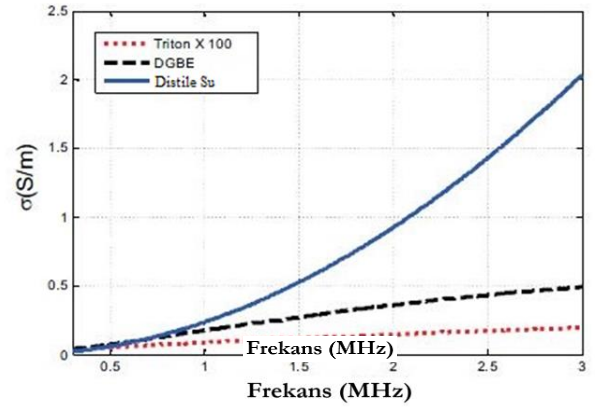
Karışımı oluşturan bileşenlerin doğru sırada karıştırılması önemlidir. Öncelikle karışımın viskozitesini azaltmak için Triton X-100 ve DGBE karıştırılır. Hava kabarcığı oluşumunu önlemek için bir karıştırıcı kullanarak deiyonize su eklenir. Ardından, istenen bağıl dielektrik geçirgenliği ve elektriksel iletkenliği elde etmek için NaCl eklenir. DGBE bileşenlerinin doğası gereği, karışım işlemi sonunda yüzeyde köpük tabakası oluşur. Bu tabaka, ölçüm sonuçlarını etkilememek için temizlenmiştir.

Çizelge 2. ISM Bandı deriyi Taklit Eden Jeller için Tarifler.

İçindekiler	ISM Band
De-ionized Su	67.6(%)
Triton X-100	28.4(%)
DGBE	4(%)
NaCl (Tuz)	620 (mgr)



a)



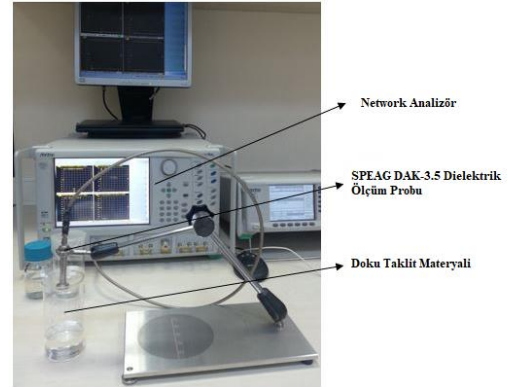
b)

Şekil 1. Triton X-100, DGBE ve deiyonize suyun frekansa karşı bağıl dielektrik geçirgenlikleri (a) ve iletkenlikleri (b).

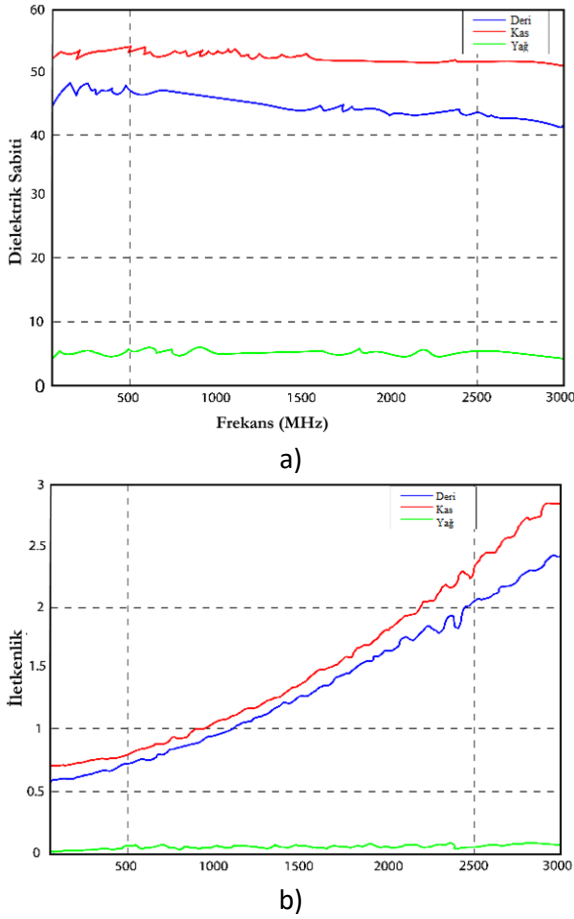


Şekil 2. Kas ve Deriyi taklit eden materyallerin hazırlanma süreci.

Elektriksel özellik ölçümü için ölçüm kurulumu Şekil 3'te gösterilmiştir. Deri eşdeğer modelinin elektriksel özellikleri, 0,1 ila 3 GHz arasında ölçülen ve Şekil 4a ve Şekil 4b'de gösterilen sonuçlarla karakterize edilir. Elde edilen sonuçlar belirtilen referans verilerle karşılaştırıldı ve küçük farklılıklara karşılık gelen benzer sonuçlar elde edilmiştir.



Şekil 3. Elektriksel özelliklerin ölçümleri için deneysel kurulum.



**Şekil 4.** Bağlı dielektrik geçirgenlikleri (a) ve karakterize edilen deri, kas ve yağı taklit eden jelin oda sıcaklığındaki frekansa karşı iletkenlikleri (b).

#### 4. Yağ Taklit Eden Malzemenin Karakterizasyonu

Düşük su içerikli bir doku olarak insan yağı, nispeten çok düşük dielektrik sabitine ve iletkenliğe sahiptir. Yağ taklit eden malzeme hazırlama işlemi Şekil 5'te gösterilmiştir. Ayçiçek yağı ve Triton X-100, ISM bandında insan yağının elektriksel özelliklerine yaklaşmak için birleştirilir. Karışımdaki her bir bileşenin ISM bantlarındaki yüzdeleri Çizelge 3'te verilmiştir. Bu karışımda zorluklarla karşılaşıldı çünkü yağların ve diğer sıvı kimyasalların karışımının birleştirilmesi zor.



**Şekil 5** Yağ taklit eden malzemenin hazırlanması.

Karakterize edilmiş taklit malzemenin elektriksel özellikleri, 434 MHz'de [Gabriel 1996], [Gabriel 1996] elde edilen referans verileriyle karşılaştırılır. Literatürde mevcut olan veriler ve ölçümler arasında iyi bir uyum elde edildiği gözlenmiştir. Ancak

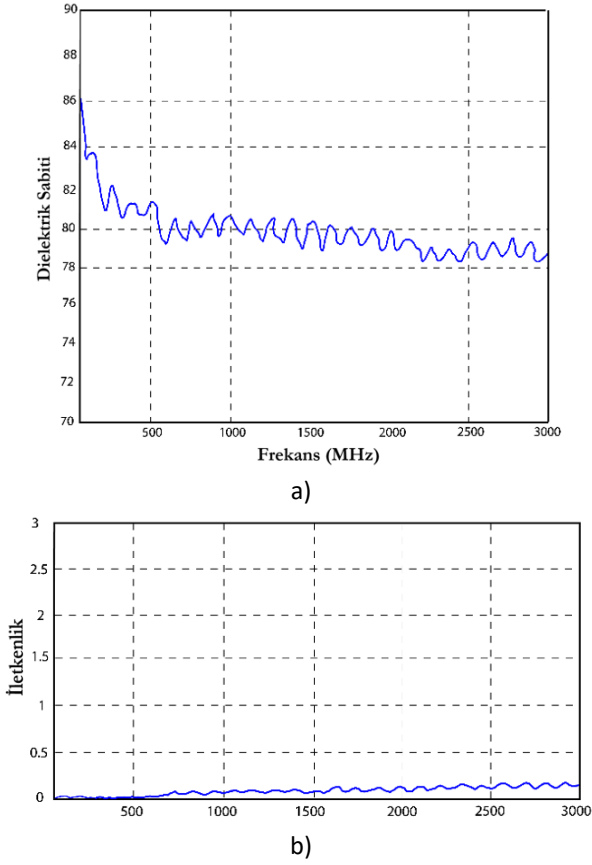
dielektrik sabitinin istenilen frekansına (5,5-4,85 civarında olması gereken) referans verisinin uymadığı görülmüştür. Hedef bağlı dielektrik geçirgenliği, iletkenliği elde ettiğimizde karıştırma oranını değiştirerek, oranlar düşük tutulmuştur. Tuz ilavesi, karışımın elektriksel özelliği artmadığı için mümkün olmadı. Yağı taklit eden malzemenin elektriksel özellikleri 0,1 ila 3 GHz arasında ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 4a ve Şekil 4b'de gösterilmiştir. Yağ eşdeğer doku modelinin elektriksel iletkenliği ve bağlı dielektrik geçirgenliği zamana bağlı olarak oda sıcaklığındaki değişim ve referans sonuçları ile, +4 dereceye bağlı olarak değişen değerlerin uygulanması henüz bir örtüşmeyi tamamlamamıştır.

**Çizelge 3.** ISM Bandı için Yağı Taklit Eden Jel Tarifleri.

İçindekiler	ISM Band
Yağ (%)	38,5(%)
Triton(X-100)	61,5(%)

#### 5. Kanser Dokusunu Taklit Eden Malzemenin Karakterizasyonu

Kanserli dokunun sağlıklı dokuya göre en önemli özelliği elektriksel iletkenlik oranının kanserli dokuda daha yüksek olmasıdır [Chaudhary 1984]. Meme kanseri dokusu ile ilgili olarak, meme kanseri dokusundan ihtiyaç duyulan dielektrik sabiti dokunun içeriğine göre değiştiğinden, gerçek bir eşdeğer doku yapmak imkansızdır [Lazebnik 2007]. Bu nedenle, ölçümlerde kullanmak için yeterli deiyonize su ve tuz karışımı derlenmiştir. Göğüs kanseri dokularının eşdeğer modellerinin elektriksel özelliği, 0.1 ila 3 GHz arasında ölçülmüştür; sonuçlar Şekil 6a ve Şekil 6b'de gösterilmiştir. ISM bandı için karışımdaki her bir bileşenin yüzdeleri Çizelge 4'te verilmiştir.



**Şekil 6.** Bağlı dielektrik geçirgenliği (a) ve karakterize edilen meme kanserini taklit eden jelin oda sıcaklığındaki frekansa karşı iletkenliği (b).

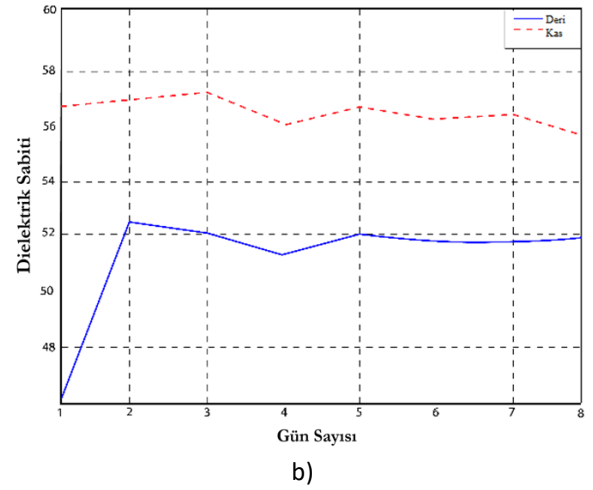
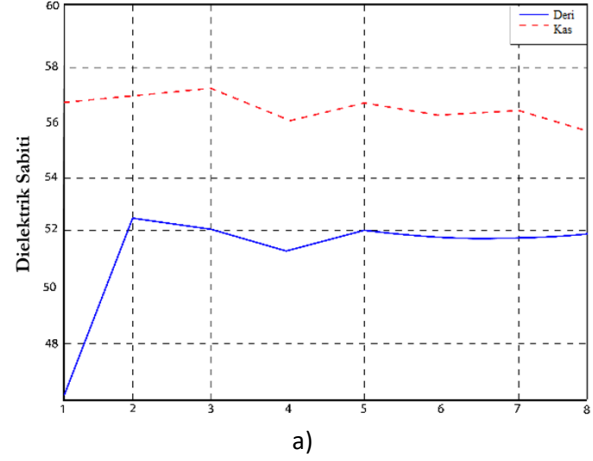
**Çizelge 4.** ISM Bandı için Kanserli Doku Taklit Jelleri için Reçeteler.

Ingredients	ISM Band
De-ionized Su	41.6(%)
Triton X-100	47.2(%)
DGBE	11.2(%)
NaCl (Tuz)	1540 (mgr)

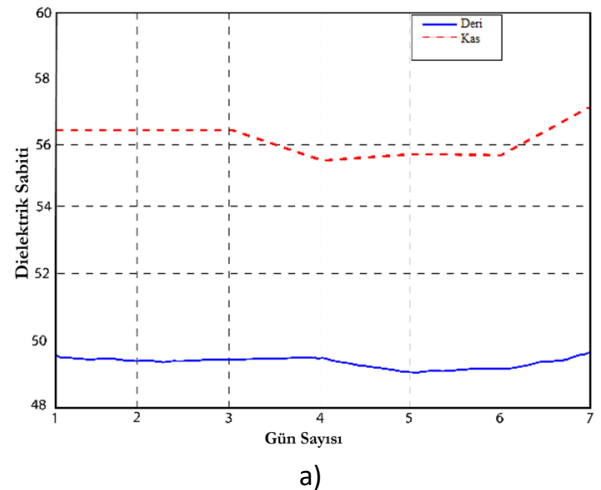
Ayrıca eşdeğer dokunun ne kadar süreyle kullanılabileceğini öğrenmek için günlük ölçümler yapılmıştır. ISM bandında farklı zamanlarda bağlı dielektrik geçirgenlik ve iletkenlik ölçümleri alınmıştır. Zamana karşı oda sıcaklığında ölçülen sonuçlar Şekil 7a ve Şekil 7b'de görüldüğü gibidir. Oda sıcaklığının +4 derece üzerinde bu sonuçlar Şekil 8a ve Şekil 8b'de görüldüğü gibidir. Karakterize edilmiş taklit malzemenin elektriksel özellikleri, 434 MHz'de [Gabriel 1996], elde edilen referans verilerle karşılaştırılmıştır. Literatürde mevcut olan veriler ve ölçümler arasında iyi bir uyum elde edilmiştir. Sonuç olarak, gerçek insan dokusunun elektriksel özelliklerinin ve karakterize edilen taklit malzemelerin ISM bandında eşleştiği gözlemlendi. Bu nedenle, modellerimiz ISM bandında insan

dokuları ile etkileşimli elektromanyetik dalgaları araştırmak için kullanılabilir. Önerilen modelin avantajları aşağıdaki gibidir:

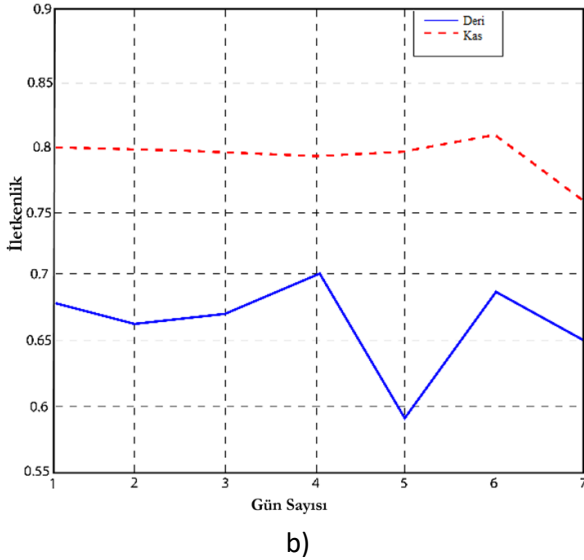
- Sadece birkaç bileşen içerir.
- Malzemelerin karıştırılması maliyetli değildir.
- Hazırlanması basit prosedürler içerir.
- Karakterizasyon yapmak için çok detaylı adımlara ve pahalı tesislere gerek yoktur.



**Şekil 7.** Deri ve kası taklit eden malzemelerin oda sıcaklığında zamana karşı bağlı dielektrik geçirgenlikleri (a) ve iletkenliği (b).







**Şekil 8.** Deri ve kası taklit eden materyallerin bağlı dielektrik geçirgenlikleri (a) ve iletkenlikleri (b) +4 °C'de zamana karşı.

## 6. Sonuç

Bu çalışmada dört farklı doku taklit eden jel karakterize edilmiştir. Kas taklit eden jeli formüle etmek için DGBE, Triton X-100, deiyonize su ve NaCl kullanıldı. Yağı taklit eden jel, birkaç yüzde DGBE, Triton ve yağ karışımlarından oluşur. Yağ taklit eden jelin iletkenliği ile ISM bandı için referans veriler arasında tutarsızlık vardı. Ayrıca bu jellerin dielektrik ve iletkenlik değerlerinin zamanla önemli ölçüde değişmediği ve bu nedenle soğutucuda saklanmalarına gerek olmadığı gözlemlenmiştir.

## Etik

Bu çalışmanın yayınlanması ile ilgili herhangi bir etik sorun bulunmamaktadır.

## 7. Kaynaklar

- Baysal, B., & Khodadoust, A. P. (2018). Tissue-mimicking gel phantoms with tunable electromagnetic properties for medical applications. *Sensors*, **18**(2), 602.
- Chaudhary, SS, Mishra, RK, Swarup, A, Thomas, JM. (1984). Dielectric properties of normal & malignant human breast tissues at radiowave & microwave frequencies. *Indian J Biochem Biophys.*, **21**(1):76-9. PMID: 6490065.
- Chou, C., Chen, G., Guy, A., & Luk, K. H. (1984). Formulas for preparing phantom muscle tissue at various

radiofrequencies. *Bioelectromagnetics*, **5**(4), 435–441. <https://doi.org/10.1002/bem.2250050408>

Fukunaga, K., Watanabe, S., Yamanaka, Y. (2004). Dielectric Properties of Tissue-Equivalent Liquids and Their Effects on Specific Absorption Rate, *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility*, vol. **46**, no. 1, pp 126-129, February 2004.

Furse, C.M.. (2000). Design of an antenna for pacemaker communication, *Microwave RF*, vol. **39**, no. 3, pp. 73–76, Mar. 2000.

Gabriel, C., Gabriel, S., Corthout, E. (1996) The dielectric properties of biological tissues: I. Literature survey, *Phys. Med. Biol.*, **41**, pp. 2231-2249, 1996.

Gabriel, S., Lau, R.W., Gabriel, C. (1996). The dielectric properties of biological tissues: II. Measurements in the frequency range 10 Hz to 20 GHz, *Phys. Med. Biol.*, **41**, pp. 2251-2269, 1996.

Gultekinoglu, M., & Celik, E. (2019). Electromagnetic properties of tissue-mimicking phantoms: Materials, design considerations, and applications, *IEEE Access*, **7**, 97744-97759.

Korkmaz, E., Isik, O., & Nassor, M. A. (2013). A compact microstrip spiral antenna embedded in water Bolus for hyperthermia applications. *International Journal of Antennas and Propagation*, **2013**, 1–6. <https://doi.org/10.1155/2013/954986>

Korkmaz, E., Isik, O., & Sagkol, H. (2015). A directive antenna array applicator for focused electromagnetic hyperthermia treatment of breast cancer, *European Conference on Antennas and Propagation*, 1–4. <https://ieeexplore.ieee.org/stamp/redirect.jsp?arnumber=/7209133/7228134/07228244.pdf&arnumber=7228244>

Lazebnik, M., Popovic, D., McCartney, L., Watkins, C. B., Lindstrom, M. J., Harter, J., Sewall, S., Ogilvie, T., Magliocco, A., Breslin, T. M., Temple, W. J., Mew, D., Booske, J. H., Okoniewski, M., & Hagness, S. C. (2007). A large-scale study of the ultrawideband microwave dielectric properties of normal, benign and malignant breast tissues obtained from cancer surgeries, *Physics in Medicine and Biology*, **52**(20), 6093–6115. <https://doi.org/10.1088/0031-9155/52/20/002>

Yilmaz, T., Karacolak, T., Topsakal, E. (2008) Characterization and testing of a skin mimicking material for implantable antennas operating at ISM band (2.4 GHz-2.48 GHz), *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, **7**: 418-420, DOI:10.1109/LAWP.2008.2001736

Zastrow, E., Davis, S.K., Lazebnik, M., Kelcz, F., Van Veen, B.D., Hagness, S.C. (2018). Development of Anatomically Realistic Numerical Breast Phantoms With Accurate Dielectric Properties for Modeling Microwave Interactions With the Human Breast, *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. **55**, no. 12, pp. 2792-2800.

## Ekstra Alıcı Anten Olmadan Mikrodalga Enerji Toplama

Ahmet YAŞLI<sup>1\*</sup>, Sadık ÜLKER<sup>2</sup>

<sup>1</sup>European University of Lefke, Faculty of Engineering, Department of Electrical and Electronics Engineering, Gemikonağı, Mersin-10 Turkey.

<sup>2</sup>European University of Lefke, Faculty of Engineering, Department of Electrical and Electronics Engineering, Gemikonağı, Mersin-10 Turkey.

Sorumlu yazar e-posta\*: [ayasli@eul.edu.tr](mailto:ayasli@eul.edu.tr)  
[sulker@eul.edu.tr](mailto:sulker@eul.edu.tr)

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-4654-3222>  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2664-8177>

Geliş Tarihi: 18.11.2022

Kabul Tarihi: 14.09.2023

### Öz

#### Anahtar kelimeler

Radyo frekansı toplama;  
Log periyodik anten;  
Doğrultucu devreler;  
Dönüşüm verimliliği

Bu makalede, farklı anten türlerinin verici anten olarak kullanıldığı, alıcı anten olarak ise voltaj doğrultucu devrede bulunan kapasitörün ucunun anten olarak kullanıldığı, farklı radyo frekansı hasadı durumlarını ele almaktadır. Girişte farklı antenler kullanılmış ve buna bağlı olarak iki farklı doğrultma devresi ile dönüşüm verimleri çalışılmıştır. Antensiz log periyodik anten kaynağı için uzak alanda %27.31 RF-DC güç dönüşüm verimi değeri elde edilmiştir. Yarım dalga boyu dipol anten kaynağı için yakın alanda %50.53 RF-DC güç dönüşüm verimliliği değeri elde edilmiştir. Sarmal anten kaynağı için 5 cm mesafeye kadar yaklaşık %14,78 RF-DC güç dönüşüm verimliliği gözlenmiştir. Kaynak olarak kullanılan Yagi-Uda anteni için herhangi bir alıcı anten olmadan uzaktan elde edilen RF-DC güç dönüşüm verimi %28,89 olmuştur.

## Microwave Energy Harvesting With No Extra Receiving Antenna

### Abstract

#### Keywords

Radio frequency harvesting;  
Log periodic antenna;  
Rectifier circuits;  
Conversion efficiency

This paper addresses different cases of radio frequency harvesting using different antenna types as transmitting antenna but using just the lead of the capacitor as the wire antenna at the receiving end with a voltage rectifier circuit. Different antennas were used in the input and with two different rectification circuits the conversion efficiencies were studied accordingly. For a source of log periodic antenna, without any antenna, 27.31% RF-DC power conversion efficiency value was obtained at the far-field. For a source of half wavelength dipole antenna, at the near-field, 50.53% RF-DC power conversion efficiency value was obtained. For a source of helical antenna, up to 5 cm distance about 14.78% RF-DC power conversion efficiency was observed. For the Yagi-Uda antenna used as a source, RF-DC power conversion efficiency that was obtained at the far was 28.89% without any receiving antenna..

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. INTRODUCTION

In a wireless power transmission system, the electrical power originated from some source gets transferred to the destination to be captured without the use of wires. The concept of power transmission first originated by Hertz and Tesla (Brown 1984). and the first experiments were done by a microwave-powered helicopter by Brown (1969). Although the initial applications of microwave power transmission focused on applications where directive, high-power

transmission was required, the interest in autonomous sensors led to the concept of ambient electromagnetic energy harvesting where rectennas were used to provide DC power by converting the available radio frequency (RF) power (Boaventura *et al.* 2013).

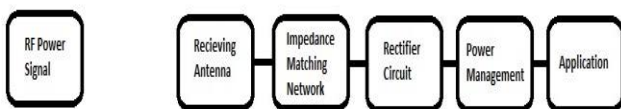
The power harvesting techniques are classified as using methods to obtain energy including thermoelectric conversion and solar energy conversion. Nowadays there are many different energy harvesting technologies such as solar,



thermal, wireless and piezoelectric. The design of energy efficient systems aim toward the operation of sensors and devices with self-sustained operation. Especially in low power electronics it is very important to have self-sustainable operation of instruments. There are still many different issues involving the design of wireless power transmission systems. Good review papers on radio frequency power harvesting was presented by Tran *et al.* (2017) and Divakaran and Krishna (2019). Scucchia and Limiti (2018) studied RF-DC conversion systems by establishing Greinacher voltage multiplier and harvesting RF energy from mobile phone base station signals. RF energy harvesting using millimeter-wave textile antenna between 26 GHz to 28 GHz was proposed by Wagih *et al.* (2019). Recently Fakharian (2021) proposed RF energy harvesting using high impedance asymmetric antenna array without impedance matching network.

Microwave energy harvesting has a wide variety of application domains to achieve energy efficient operation for a range of use cases. Energy sustainability can be considered as the major driving factor for different application domains such as Internet of Things (IoT), radio frequency identification (RFID), and smart buildings (Sherazi *et al.* 2022). Energy efficiency requirement for IoT applications in industrial automation applications can be at a lower level for example use of the technique in small sized sensors.

All the literature in wireless power transmission focusses on having receiving antenna. In this work, a simple demonstration of energy harvesting, without the use of any receiving antenna, except with the lead of a capacitor acting as a wire antenna, is demonstrated at around 660 MHz. This can really prove that without extra receiving antenna, we can obtain reasonable RF-DC power conversion efficiencies.



**Figure 1.** Conceptual block diagram of RF energy harvesting system.

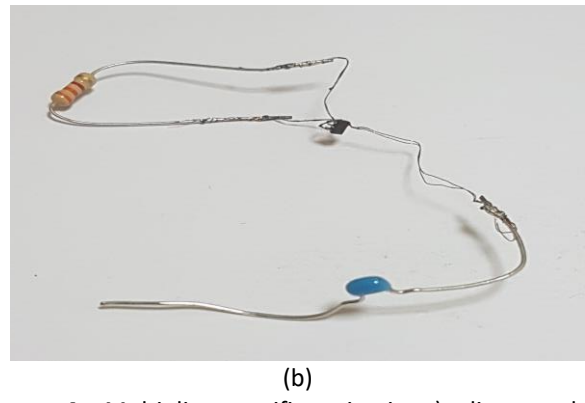
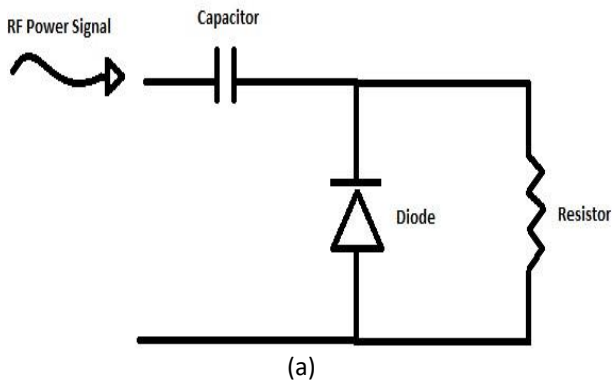
## 2. Design and Methodology

Essentially the importance of receiving antenna and impedance matching network are crucial for highly efficient operation. We can see that the in real harvesting systems, an antenna is placed at the receiving end, which is followed by a matching network to match the impedance of the receiving antenna with the rectifier circuit to avoid any loss in power. After the rectifier circuit there should be components to store the rectified DC voltage. Also there have been different design methodologies for implementing different rectifier or voltage multiplier circuits to increase RF-DC power conversion efficiency. In our study our aim was to make some studies using no receiver antenna, except for the lead of a capacitor acting as a wire antenna, but just simple rectifier circuit and observe the conversion efficiencies accordingly. We can consider the conceptual block diagram for RF energy harvesting system as depicted in Figure 2.

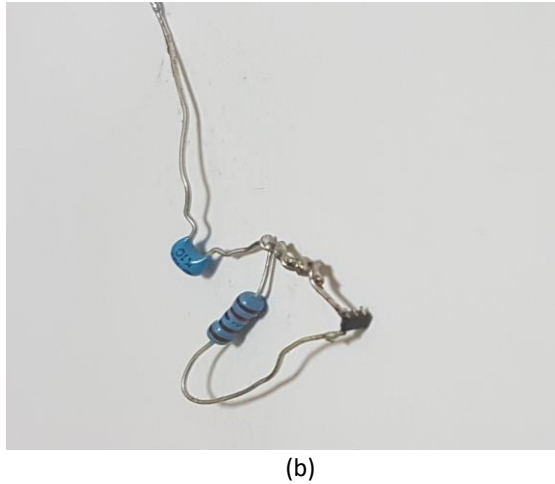


**Figure 2.** Conceptual block diagram of RF energy harvesting system – simplified

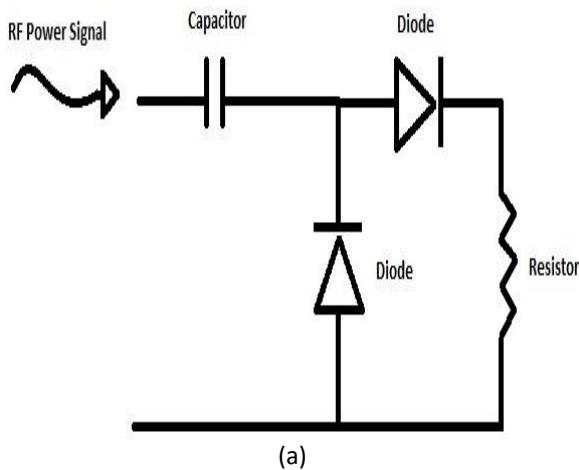
In Figure 2 we demonstrate our experiment with no extra receiving antenna, not having a matching network and using directly rectifying circuit to convert the RF power into DC voltage. Naturally the efficiencies were expected to be very low however the experiments using different transmitting antennas indicated that in fact it is possible to obtain about 50% in RF-DC power conversion efficiency. Two different circuit diagrams as well as their photographs for rectifier circuits are shown in Figure 3 and Figure 4. These circuits were used in the analysis.



**Figure 4.** Multiplier rectifier circuit a) diagram b) constructed circuit



**Figure 3.** Single diode rectifier circuit a) diagram b) constructed circuit



In wireless power harvesting several evaluation metrics can be used, such as operation range, RF-DC power conversion efficiency, resonator Q-factor, sensitivity, and output power. In our work we used RF-DC power conversion efficiency as our evaluation metric. Namely:

$$\text{Efficiency} = P_{\text{measured}} / P_{\text{available}} \quad (1)$$

where  $P_{\text{measured}}$  is calculated from the voltage value measured from the rectifier circuit and  $P_{\text{available}}$  is measured using a receiver antenna placed at the same location as the receiving circuit.

### 3. Experiment and Discussion of Results

A simple experimental setup clearly showing the circuit is shown in Figure 5.





(b)

Figure 5. Experimental setup a) top view b) side view.

As for RF power source Antenna Trainer Scientech ST2261 was used (Scientech 2021). This equipment provides RF signal around 659-664 MHz. For measuring the available power to the circuit a spectrum analyzer GW INSTRON GSP-827 was used (Tequipment 2021), for measuring DC voltages BRYMEN BM807 true rms multimeter was used (Brymen 2021). As a load resistor 1.2 kΩ was used for the single diode configuration (Circuit 1, C1), a load resistor 3.3 kΩ was used for multiplier circuit configuration (Circuit 2, C2). For the rectification surface mount microwave Schottky diodes Avago HSMS-286B (Avago 2021) were used. Detection sensitivity of these diodes are 50 mV/microW at 915 MHz. A capacitor of 0.01 μF was used as a DC block. The operating frequency for our transmitting antennas were in the 500-750 MHz range. We observed the resonant frequency and used four different types of antennas as transmitter (Log periodic, half wavelength dipole, Helical and Yagi-Uda) and looked at the operation range, and RF-DC power conversion efficiency. Considering the dimensions of the transmitting antennas and the frequency of operation, we can consider the radiation in these examples to be in far-field for distances greater than 5 cm.

### 3.1 Log Periodic Antenna

A log periodic antenna which is a multi-element directional antenna with large bandwidth was used as the source for transmitting RF power. The results were obtained as shown in Table 1.

Table 1: log periodic antenna harvesting results

Source (dBm)	Distance (cm)	Received Power (mW)	Voltage C1 (mV)	Voltage C2 (mV)	C1 Efficiency (%)	C2 Efficiency (%)
14.0	1	0.457088	236	364	10.154	24.156
14.0	5	0.524807	45	253	0.322	10.164
14.0	10	0.346737	27	203	0.175	9.904
14.0	15	0.263027	15	229	0.071	16.615
14.8	1	0.575440	280	442	11.354	28.292
14.8	5	0.645654	60	307	0.465	12.164
14.8	10	0.489779	44	251	0.329	10.719
14.8	15	0.323594	24	289	0.148	21.509
15.9	1	0.676083	327	535	13.180	35.280
15.9	5	0.794328	80	356	0.671	13.296
15.9	10	0.575440	60	300	0.521	13.034
15.9	15	0.380190	36	353	0.284	27.313
17.4	1	1.023293	410	719	13.689	42.099
17.4	5	1.202264	110	465	0.839	14.987
17.4	10	0.912011	94	421	0.807	16.195
17.4	15	0.616595	55	441	0.409	26.284

Also we can observe the conversion efficiencies for these cases as well in Figure 6 for Circuit 1 and Figure 7 for Circuit 2.

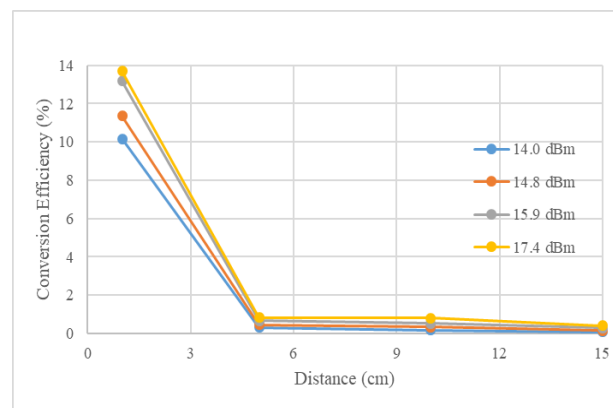
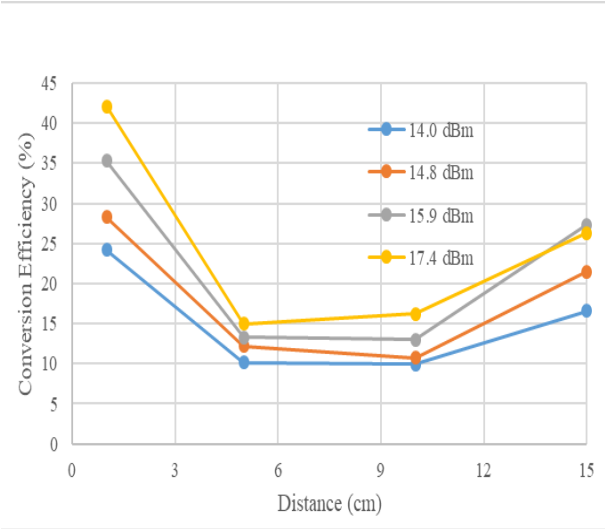


Figure 6. Efficiency values with increasing distance from source Log Periodic Antenna and Circuit 1



**Figure 7.** Efficiency values with increasing distance from source Log Periodic Antenna and Circuit 2.

It is very noticeable that single diode configuration (i.e. Circuit 1) was not very effective in converting the transmitted power into harvested power. Only at the near-field region (i.e. 1cm), some conversion efficiency values, around 10% to 13%, were observed. For the multiplier circuit configuration however, at the far-field good RF-DC power conversion values were observed. Even at 15 cm, efficiencies reaching to 27% were observed.

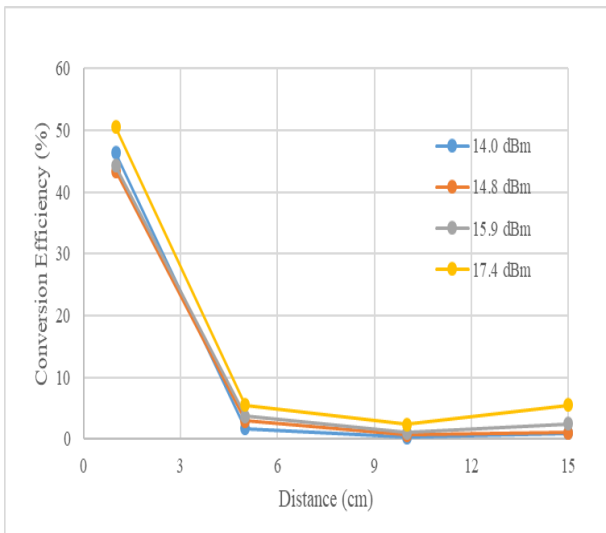
### 3.2 Half Wavelength Dipole Antenna

A half wavelength dipole antenna, which is an omnidirectional wire antenna with radiation is at maximum perpendicular to conductor and becoming zero at axial direction, was used as the source for transmitting RF power. The results were obtained as shown in Table 2.

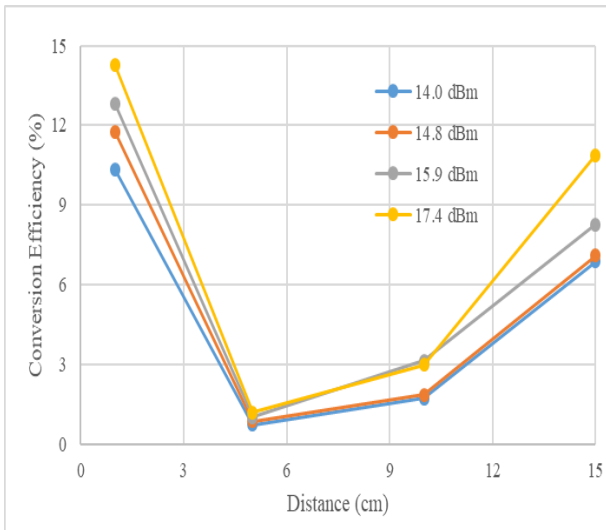
**Table 2:** Half wavelength dipole antenna harvesting results

Source (dBm)	Distance (cm)	Received Power (mW)	Voltage C1 (mV)	Voltage C2 (mV)	C1 Efficiency (%)	C2 Efficiency (%)
14.0	1	0.933254	720	178	46.290	10.346
14.0	5	0.128825	52	50	1.749	0.711
14.0	10	0.100000	19	63	0.301	1.708
14.0	15	0.050119	24	110	0.958	6.866
14.8	1	1.071519	747	213	43.397	11.768
14.8	5	0.128825	68	61	2.991	0.860
14.8	10	0.100000	28	78	0.653	1.854
14.8	15	0.054954	26	124	1.025	7.092
15.9	1	0.144544	80	73	44.235	12.822
15.9	5	0.125893	40	110	3.690	1.001
15.9	10	0.069183	45	145	1.059	3.138
15.9	15	1.995262	1100	313	2.439	8.254
17.4	1	0.245471	128	98	50.536	14.289
17.4	5	0.125893	60	135	5.562	1.192
17.4	10	0.089125	77	212	2.383	2.983
17.4	15	0.933254	720	178	5.544	10.879

For this transmitting antenna again we can see Figure 8 and Figure 9 for comparison of two different configurations with different power levels.



**Figure 8.** Efficiency values with increasing distance from source Half Wavelength Dipole antenna and Circuit 1



**Figure 9.** Efficiency values with increasing distance from source Half Wavelength Dipole antenna and Circuit 2

In this case, we obtained two different efficiency curves depending on single diode configuration and multiplier circuit configuration. In the near-field efficiencies in the 44-50% were obtained for the first circuit configuration, however negligible power was received in far-field. For the multiplier circuit configuration at the far-field conversion efficiencies around 10% were obtained.

### 3.3 Helical Antenna

A helical antenna, which is a travelling wave antenna in the shape of a corkscrew was used as the source for transmitting RF power. This type of antenna has a wide bandwidth and can produce circularly polarized fields. The experimental results were obtained as shown in Table 3.

**Table 3:** Helical antenna harvesting results

Source (dBm)	Distance (cm)	Received Power (mW)	Voltage C1 (mV)	Voltage C2 (mV)	C1 Efficiency (%)	C2 Efficiency (%)
14.0	1	1.995262	410	513	7.021	10.991
14.0	5	0.407380	208	220	8.850	9.901
14.0	10	0.177828	12	52	0.067	1.267
14.0	15	0.144544	1	56	0.001	1.808
14.8	1	2.398833	486	600	8.205	12.506
14.8	5	0.588844	268	273	10.165	10.547
14.8	10	0.251189	36	61	0.430	1.234
14.8	15	0.199526	1	65	0.000	1.765
15.9	1	3.019952	600	719	9.934	14.265
15.9	5	0.741310	319	318	11.439	11.368
15.9	10	0.281838	58	82	0.995	1.988
15.9	15	0.257040	2	73	0.001	1.728
17.4	1	3.890451	847	908	15.367	17.660
17.4	5	1.023293	454	426	16.785	14.779
17.4	10	0.457088	122	127	2.714	2.941
17.4	15	0.446684	7	90	0.009	1.511

For the helical antenna observed conversion efficiency percentage values were also plotted as Figure 10 and Figure 11 for both of the configurations.

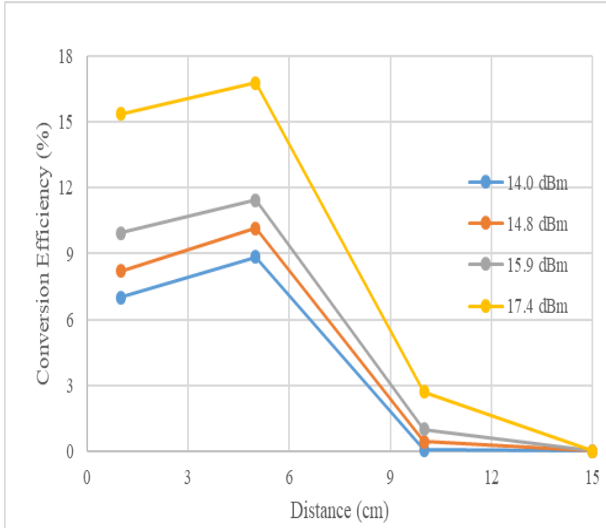


Figure 10. Efficiency values with increasing distance from source Helical antenna and Circuit 1

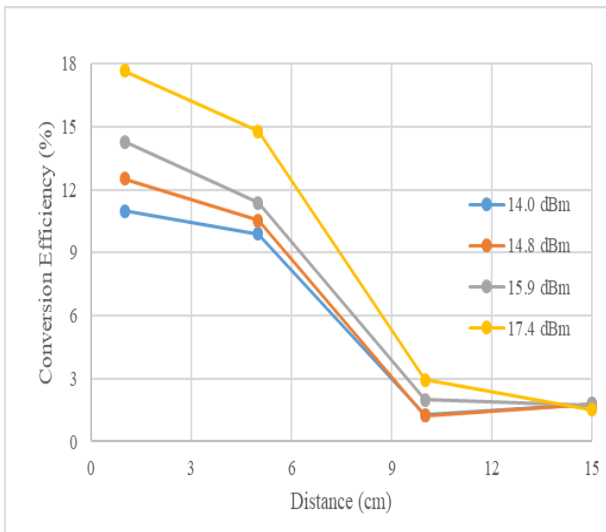


Figure 11. Efficiency values with increasing distance from source Helical antenna and Circuit 2

When helical antenna was used as the transmitter, conversion efficiency values were around 8-16% at the beginning of the far-field region (i.e. around 5 cm) and then dropped drastically. It was also noticeable that unlike the other antenna types, in this case both the single diode rectification circuit and multiplier circuit configuration RF-DC power conversion efficiencies were similar.

### 3.4 Yagi-Uda Antenna

The Yagi-Uda antenna, which is a travelling wave antenna but relatively smaller bandwidth, was used as the source for transmitting RF power. The results were obtained as follows in Table 4.

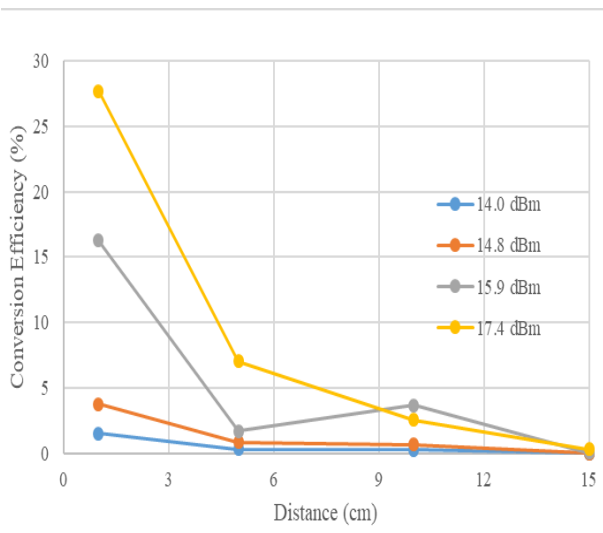
Table 4: Yagi-uda antenna harvesting results

Source (dBm)	Distance (cm)	Recived Power (mW)	Voltage C1 (mV)	Voltage C2 (mV)	C1 Efficiency (%)	C2 Efficiency (%)
14.0	1	0.015849	17	50	1.520	13.145
14.0	5	0.010000	6	21	0.300	3.675
14.0	10	0.006310	5	37	0.267	18.081
14.0	15	0.012589	1	24	0.007	3.813
14.8	1	0.019953	30	63	3.759	16.577
14.8	5	0.010000	10	30	0.833	7.500
14.8	10	0.007943	8	48	0.671	24.171
14.8	15	0.015849	2	30	0.021	4.732
15.9	1	0.025119	70	76	16.256	19.162
15.9	5	0.012589	16	41	1.695	11.127
15.9	10	0.010000	21	58	3.675	28.033
15.9	15	0.019953	4	36	0.067	5.413
17.4	1	0.039811	115	114	27.683	27.204
17.4	5	0.019953	41	65	7.021	17.646

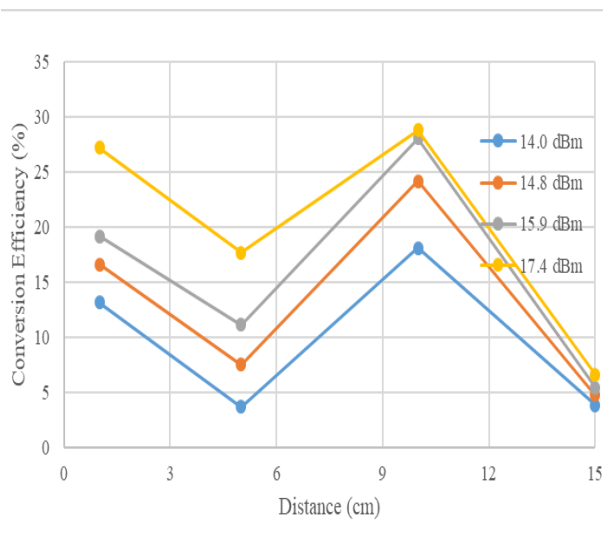


17.4	10	0.01584 9	22	74	2.545	28.793
17.4	15	0.03162 3	11	50	0.319	6.588

For this harvesting configuration as well, we can see the responses in Figure 12 and Figure 13.



**Figure 12.** Efficiency values with increasing distance from source Yagi-Uda antenna and Circuit 1



**Figure 13.** Efficiency values with increasing distance from source Yagi-Uda antenna and Circuit 2

In these configurations, decent RF-DC power conversion efficiencies were obtained for single diode configuration in near-field and for multiplier

circuit configuration in the far-field. In the near field about 27% RF-DC power conversion efficiencies were obtained as maximum for single diode rectifier circuit. For the far-field, using multiplier circuit configuration, RF-DC power conversion efficiencies close to 28% were obtained.

#### 4. Conclusion

This paper presents work conducted using RF energy harvesting without the use of extra receiving antenna. Different antennas were used for transmitting the power and two different circuit configurations were used to study the received power in terms of RF-DC power conversion efficiencies. It was observed that, for log periodic antenna, with single diode configuration only in the near-field some RF-DC power conversion efficiency (around 10%) was obtained. For the multiplier circuit however in the far-field as well some RF-DC power conversion efficiencies reaching to 25% were obtained.

When the half wavelength dipole was used as a power source, single diode configuration at the near-field produced good RF-DC power conversion efficiencies reaching to 50.5%. At the far-field, similar to log periodic antenna only multiplier circuit configuration produced reasonable RF-DC power conversion efficiencies, reaching about 6-8%.

When the helical antenna was used as a power source, only up to 5 cm distances RF-DC power conversion efficiencies with reasonable values were obtained. In this case for both of the configurations RF-DC power conversion efficiency values were similar being around 10%-15%. Also there were no noticeable received power for distances greater than 5 cm.

As a power source, when Yagi-Uda antenna was used, for the single diode configuration only at the near-field RF-DC power conversion efficiencies especially at high input powers were observed. For the multiplier circuit the best results were obtained at the distances of 10 cm and the highest RF-DC power conversion efficiency value was 28.8%.

## 5. References

- Brown, W. C., 1969. Experiments involving a microwave beam to power and position a helicopter. *IEEE Transactions On Aerospace and Electronic Systems*, **5**, 692-702.
- Brown, W. C., 1984. The history of power transmission by radio waves. *IEEE Transactions On Microwave Theory and Techniques*, **32(9)**, 1230-1242.
- Boaventura, A., Collado A., Carvalho, N. B. and Gerogiadis, A., 2013. Optimum behaviour. *IEEE Microwave Magazine*, **14(2)**, 26-35.
- Divakaran, S. K. and Krishna, D. D., 2019. RF energy harvesting systems: An overview and design issues. *International Journal of RF and Microwave Computer-Aided Engineering*, **29(1)**, 21633.
- Fakharian, M. M., 2021. RF energy harvesting using high impedance asymmetric antenna array without impedance matching network. *Radio Science*, **56(3)**, 1-10.
- Scucchia, L. and Limiti, E., 2018. RF energy harvesting using mobile phone base station signals. *Microwave Review*, **24(2)**.
- Sherazi, H. H. R., Zorbas, D. and O'Flynn, B., 2022. A Comprehensive survey on RF energy harvesting: applications and performance determinants. *Sensors* **22(8)**, 2990.
- Tran, L. G., Cha, H. K. and Park, W. T., 2017. RF power harvesting: a review on designing methodologies and applications. *Micro and Nano Systems Letters*, **5(1)**, 1-16.
- Wagih, M., Weddell, A. S. and Beeby, S., 2019. Millimeter-wave textile antenna for on-body RF energy harvesting in future 5G networks. *In 2019 IEEE Wireless Power Transfer Conference*, 245-248.

## Internet References

- 1-<https://docs.rs-online.com/8c06/0900766b80a92e75.pdf>, (26.05.2021)
- 2-<https://brymen.eu/shop/bm806s/>, (02.04.2021)
- 3-<https://www.scientechworld.com/education-software-training-and-skill-development/antenna-radar-and-satellite/antenna-training-system>, (21.06.2021)
- 4-<https://www.tequipment.net/InstekGSP-827.html>, (12.10.2021)



# Derinkuyu Yeraltı Şehrinin Sabit Saçıcılı İnterferometri Tekniği İle İncelenmesi

Osman OKTAR<sup>1</sup>,

<sup>1</sup>Aksaray Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Harita Mühendisliği Bölümü, Aksaray.

Sorumlu yazar e-posta: osmanoktar@aksaray.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-6764-0561>

Geliş Tarihi: 29.11.2022

Kabul Tarihi: 12.09.2023

## Özet

Bu çalışmada, Derinkuyu Yeraltı Şehrinin bulunduğu bölgede uydu bakış doğrultusundaki (LOS) hareketlerin belirlenmesi amacıyla Derinkuyu merkezini kapsayacak şekilde PSInSAR analizi gerçekleştirilmiştir. PSInSAR analizinde 11.10.2014 ile 09.12.2022 tarihleri arasında algılanmış 37 adet SAR görüntüsü kullanılmıştır. PSInSAR analizi StaMPS programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çalışma alanında 2014-2021 (8 yıl), 2018-2021 (4 yıl) ve 2020-2021 (2 yıl) yıllarını kapsayan SAR görüntüleri analiz edilmiştir. Çalışma bölgesi için elde edilen uydu bakış doğrultusundaki (LOS) hızlar incelendiğinde; bölgede yıllık 6.11 mm'ye kadar alçalma değerleri ve -6.25 mm'ye kadar yükselme değerleri elde edilmiştir. LOS yönünde elde edilen hızlar ve standart sapmaları incelendiğinde; Derinkuyu Yeraltı Şehri'nin bulunduğu bölgede anlamlı bir alçalma ve yükselme değerinin bulunmadığı belirlenmiştir.

### Anahtar kelimeler

PSInSAR; Derinkuyu  
Yeraltı Şehri;  
Deformasyon; StaMPS

## Investigation of Derinkuyu Underground City by Persistent Scatterer Interferometry Technique

### Abstract

In this study, PSInSAR analysis was carried out to cover the center of Derinkuyu in order to determine the movements in the line-of-sight (LOS) direction in the region where Derinkuyu Underground City is located. For PSInSAR analysis, 37 SAR images captured between 11.10.2014 and 09.12.2022 are used. In the study area, SAR images covering the years 2014-2021 (8 years), 2018-2021 (4 years) and 2020-2021 (2 years) were analyzed. PSInSAR analysis was performed using the StaMPS. According to the results of the analysis, when the line-of-sight (LOS) velocities obtained for the study area are examined, annual subsidence values of up to 6.11 mm and annual uplift values up to -6.25 mm were obtained in this region. When the velocities and standard deviations obtained in the LOS direction are examined; It has been determined that there is no significant subsidence and uplift values in the region where Derinkuyu Underground City is located.

### Keywords

PSInSAR; Derinkuyu  
Underground City;  
Deformation; StaMPS

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Kapadokya bölgesinde 36 yeraltı şehri bulunmaktadır. Bu yeraltı şehirleri içinde en büyük yeraltı şehri olan Derinkuyu Yeraltı Şehri 1967 yılında turizme açılmış olup, 8 katlıdır. Derinkuyu, kolay kazılabilir ve zayıf dayanıma sahip ignimbirit birimi üzerinde konumlanmıştır. Bu açıdan turistik yeraltı şehrinin yanı sıra, ilçedeki konutların altında farklı boyutlarda ve düzensiz geometriye sahip çok sayıda büyüklükleri farklılık gösteren kaya oyma yapı bulunmaktadır. Ancak, bahsedilen kaya oyma yapılarının konumları ve büyüklükleri ile ilgili resmi ve

düzenli bir kayıt sistemi olmadığından dolayı bu yeraltı boşluklarında duraysızlıklar meydana gelmektedir (Dolap, 2019). Bu açıdan bahsedilen duraysızlıkların yüzeydeki etkilerinin hem Derinkuyu Yeraltı Şehrinin bulunduğu bölgede hem de ilçe merkezinde bilimsel bir yöntemle incelenmesi gerektiği düşünülmektedir.

Tektonik etki dışındaki asismik yüzey deformasyonları (PSInSAR) yöntemi ile alansal olarak kolaylıkla gözlemlenebilir. PSInSAR tekniği, son yıllarda deformasyonların izlenmesi üzerine

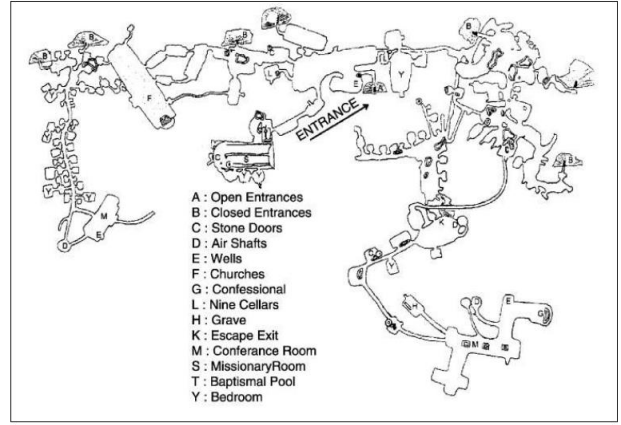
yapılan çalışmalarda oldukça yaygın olarak kullanılan bir jeodezik yöntemdir. PSInSAR tekniği, Batı Anadolu Menderes bölgesindeki tektonik hareketlerin izlenmesi (Arikan vd., 2010; Poyraz ve Hastaoğlu, 2020; Oktar vd., 2021), deprem kaynaklı yüzey hareketlerinin incelenmesi (Yen vd., 2011), heyelanların izlenmesi (Peyret vd., 2008, Hastaoğlu vd., 2014; Bayık vd., 2021), volkanik alanlar (Hooper vd., 2004; Hooper vd., 2007; Gündüz vd., 2023), jeolojik veya kentsel alanlarda (Meisina vd., 2006; Osmanoglu vd., 2011; Gezgin vd., 2022; Bilgilioğlu, 2022) ve maden alanlarında meydana gelen sübvansiyonlarda (Abdikan vd., 2014) gibi birçok deformasyon izleme çalışmasında kullanılmıştır.

Bu çalışmada Derinkuyu Yeraltı Şehrini içinde bulunduğu Derinkuyu İlçe Merkezini kapsayacak şekilde deformasyonu bölgesel olarak inceleme amacıyla PSInSAR analizi gerçekleştirilerek bölgede meydana gelen uydu bakış doğrultusundaki (LOS) hareketler belirlenmiştir. PSInSAR analizi StaMPS/MTI (Hooper vd., 2018) yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

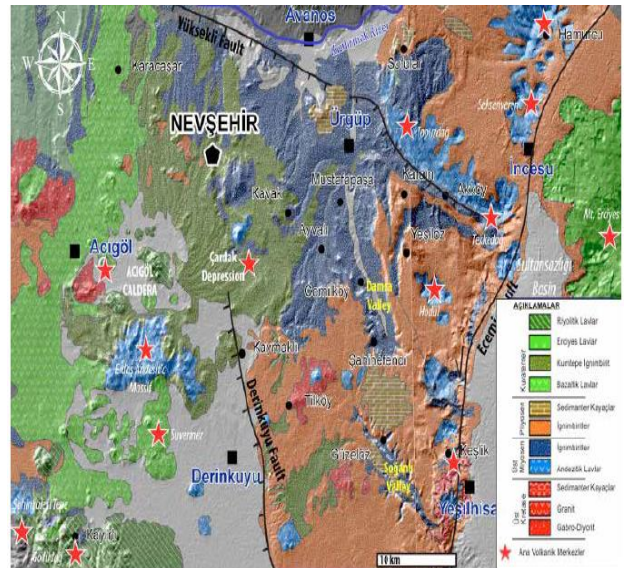
### 2.1 Derinkuyu Yeraltı Şehri

Derinkuyu, Nevşehir İline bağlı olup, 1930 yılında ilçe olmuştur. İlçenin kuzeyinde Nevşehir, güneyinde Niğde, doğusunda Kayseri, Yeşilhisar, kuzeydoğusunda Ürgüp, kuzeybatısında Acıgöl ve batısında Aksaray ili bulunmaktadır. Derinkuyu İlçesi sınırları içerisinde bulunan Derinkuyu Yeraltı Şehri, Eski Eserler ve Müzeler Genel Müdürlüğünce temizlenerek 1965 yılında turizme açılmıştır. 8 katı temizlenerek turizme açılan yeraltı şehrinin 18-20 kat olduğu düşünülmektedir (Şekil 1). Derinkuyu Yeraltı Şehri 1500m<sup>2</sup>lik alanı kaplamakta olup 85m derinlikli olarak tanımlanmaktadır (Birant, 1992).



Şekil 1. Derinkuyu Yeraltı Şehri'nin planı (Gülyaz ve Yenipinar, 1996).

Şekil 2'de çalışma alanının jeoloji haritası verilmiştir. Derinkuyu yerleşiminin kolay kazılabilir ve zayıf dayanıma sahip ignimbirit birimi üzerinde yer alması sebebiyle, yeraltı şehrinin yanı sıra, mevcut konutların altında farklı boyutlarda kaya oyma mekân yer almaktadır (Dolap, 2019). Şekil 3'de çalışmada kullanılan Sentinel-1A uydu radar görüntülerinin yaklaşık olarak kapsadığı alan verilmiştir.



Şekil 2. Çalışma alanının jeoloji haritası (Aydar, vd. 2012).

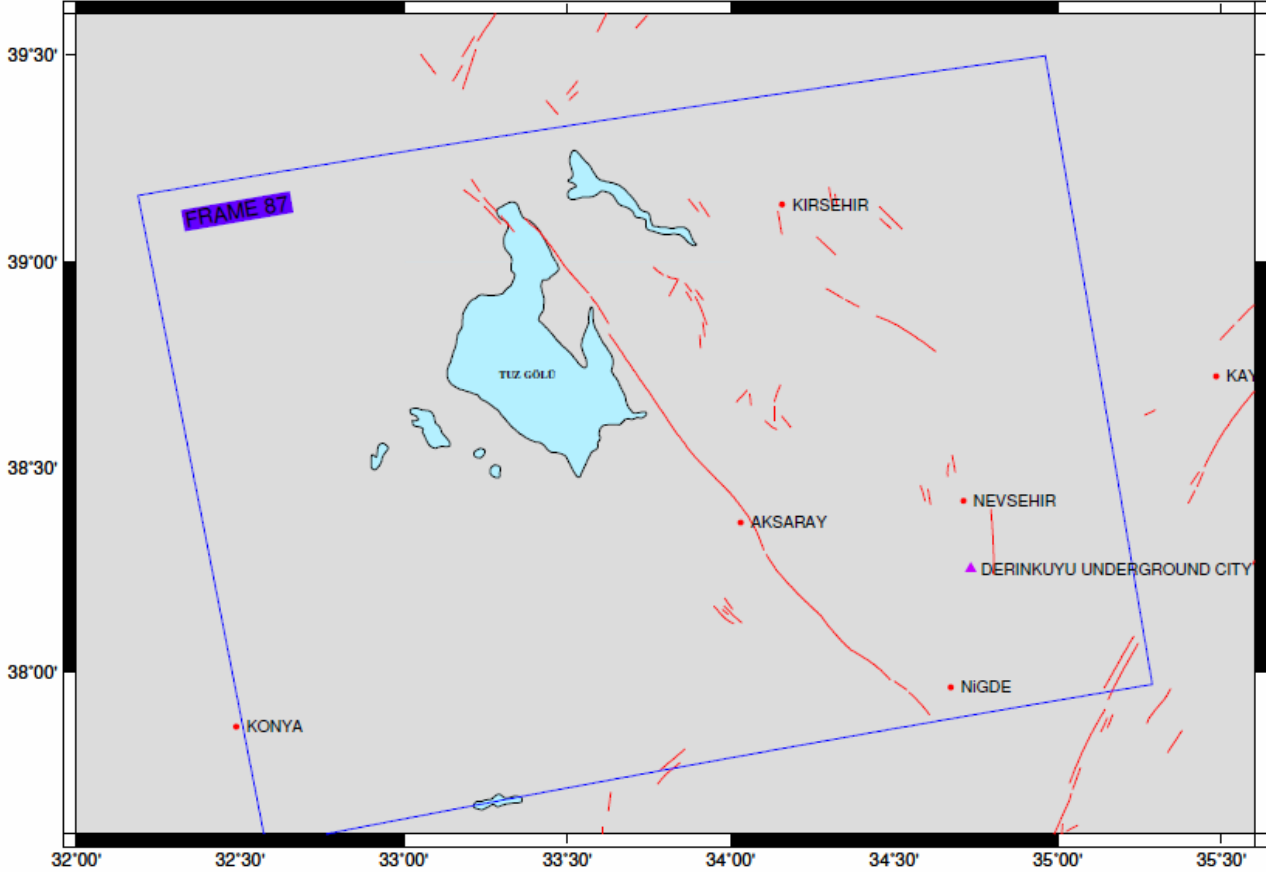
### 2.2 PSInSAR (Persistent Scatterer Interferometry / Sabit Saçılı Interferometri)

Hooper ve arkadaşları (2007), PSInSAR tekniğini farklı bir yaklaşımla ele almış ve kabuk hareketlerinin deformasyon analizinde Stanford Method for PS (StaMPS) yöntemini geliştirmişlerdir. Bu yöntem, binalar gibi bariz nesnelere olsun ya da

olmasın her türlü arazide analiz yapmak için düşük faz değişikliği sergileyen pikselleri bulmak için interferometrik fazın konumsal korelasyonunu kullanır. Sabit hedef noktalarını belirlemek için interferogramların adaptasyon haritaları kullanılır. Korelasyon eşik değerinin belirlenmesi, değerlendirmede en basit yöntem olarak kullanılmaktadır. Bir hedef, ortalama değerden daha fazla uyum değeri sergiliyorsa, bu nokta sabit saçıcı (the permanent scatterer-PS) adayı olarak seçilir.

Bununla birlikte, baz uzunluğu (baseline length) ve Sayısal Yükseklik Modeli (SYM) gibi kısıtlamalardan dolayı adaptasyon haritaları (adaptation maps) kullanılmayabilir.

PS noktalarının sayısını arttırmak için SAR görüntülerinin sayısının en az 12 olması tavsiye edilir (Hooper, vd., 2007).



**Şekil 3.** Çalışma alanı. 87 iz numaralı Sentinel-1A uydu radar görüntülerinin yaklaşık olarak kapsadığı alan mavi çizgilerle oluşturulan kapalı alan ile gösterilmektedir. Kırmızı çizgiler bölgedeki aktif fayları temsil etmektedir (Emre vd., 2013).

Her bir görüntüdeki bir pikselin genlik değerleri zaman serileri oluşturur. Geometrik ve zamansal bir korelasyon bozukluğundan etkilenen ve sabit bir genlik değer dizisine sahip olan pikseller PS noktası olarak seçilirler. PS noktalarında tutarlılık değeri için eşik değer 0.4 seçilmiştir ve eşik değeri genellikle 0.40 ile 0.42 aralığındadır (Lu vd., 2020). PSInSAR yönteminde, n adet görüntü kullanılarak n-1 adet interferogram oluşturulur (Colesenti, vd., 2001) ve mm/yıl doğruluğu ile sonuçlar elde edilebilir. Oldukça uyumlu hedefleri (target) belirleme amacıyla çoklu interferogram setleri oluşturulur. Bu amaçla, tek bir ana görüntü (master image)

kullanılarak oluşturulan bir dizi diferansiyel interferogram hazırlanır. SYM, interferogramların oluşturulmasında topografyanın etkisini elimine etmek için kullanılmalıdır. Öncelikle, SNAP yazılımı kullanılarak interferogramlar oluşturulmuştur. Daha sonra, topografyanın interferogramlar üzerindeki etkisini ortadan kaldırmak için SRTM (Shuttle Radar Topography Mission) verileri kullanılmıştır. Mekânsal olarak ilişkili hataları (atmosfer, yörünge) elimine etmek için StaMPS yazılımında atmosferik filtreleme uygulanmaktadır. İnterferogramlardan STAMPS yazılımı kullanılarak PS noktaları belirlenmiş ve LOS yönündeki hareketler elde edilmiştir.



### 2.3 PSInSAR Analizinde Kullanılan SAR Görüntüleri

PSInSAR analizinde ESA tarafından uzaya fırlatılan Sentinel-1 uydu görüntüleri kullanılmıştır. Çizelge 1’de Sentinel-1A SAR görüntülerinin çekim tarihleri verilmiştir. Çalışmada kullanılan 87 iz numaralı Sentinel-1A uydu radar görüntülerinin yaklaşık olarak kapsadığı alan Şekil 3’de verilmiştir.

**Çizelge 1.** Çalışmada kullanılan SAR görüntüleri.

Sentinel-1A		
2014.10.11	2019.02.11	2020.08.04
2015.07.02	2019.04.12	2020.10.03
2016.07.08	2019.06.11	2020.12.02
2017.07.03	2019.08.10	2021.02.12
2018.02.04	2019.10.09	2021.04.01
2018.04.05	2019.12.08	2021.06.12
2018.08.03	2020.02.18	2021.08.11
2018.10.02	2020.04.06	2021.10.10
2018.12.13	2020.06.05	2021.12.09

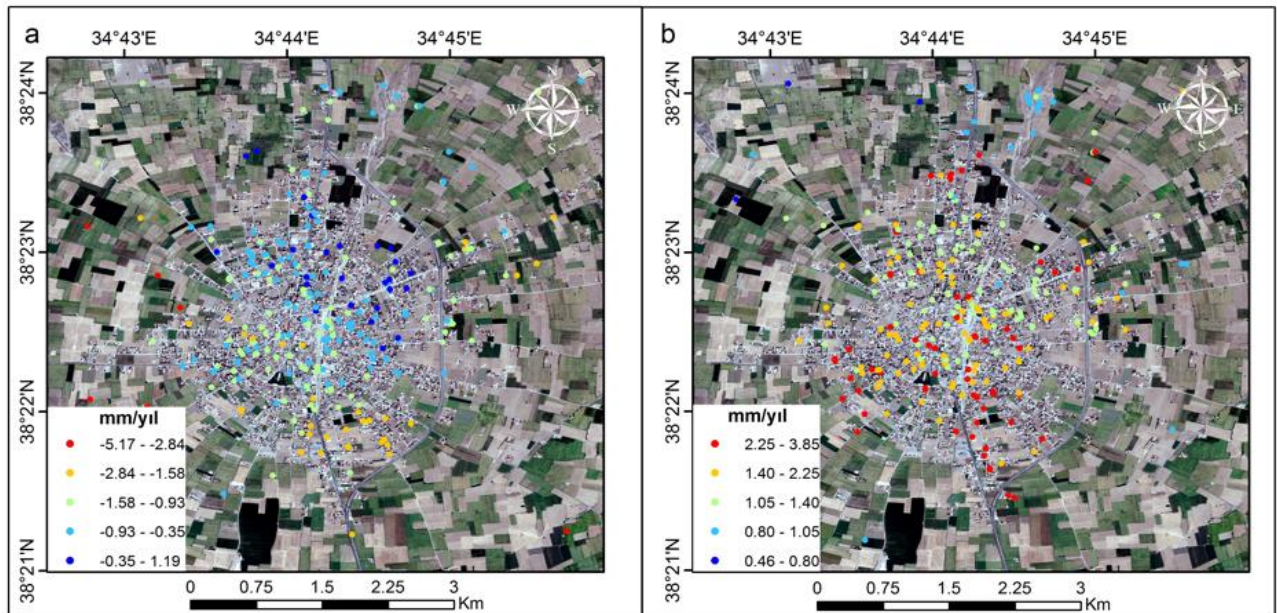
PSInSAR analizinde, düz arazi yüzeylerinde yükselen (Ascending) ve alçalan (Descending) yörüngede benzer sonuçlar elde edilmektedir (Aslan vd., 2019; Bilgilioğlu vd., 2021; Yağmur ve Musaoğlu, 2022). Çalışma alanının topografik yapısı göz önünde bulundurularak sadece yükselen yörüngede görüntüler kullanılmıştır.

Çalışmada, 11.10.2014 ile 09.12.2021 tarihleri arasında algılanmış 37 adet IW (Interferometric Wide) modda ve C band ile algılama yapan 87 iz numaralı yükselen özellikli (Ascending) Sentinel-1A SAR görüntüleri ücretsiz olarak Copernicus’a ait Copernicus Açık Erişim Merkezi’nden (Open Access Hub) (İnt. Kyn. 1) temin edilmiştir.

### 3. Bulgular

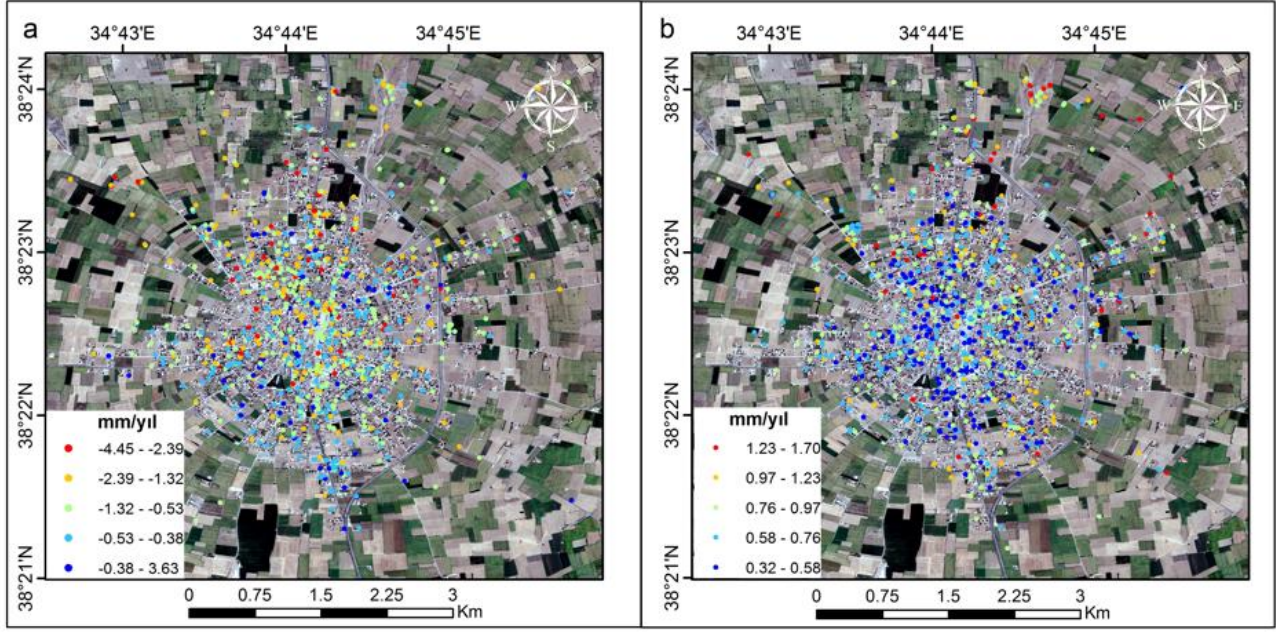
Derinkuyu Yeraltı Şehrinin içinde bulunduğu Derinkuyu İlçe Merkezini kapsayacak şekilde belirlenen çalışma alanında deformasyonu bölgesel olarak inceleme amacıyla Çizelge 1’de verilen SAR görüntüleri değerlendirilmiş ve bölgede meydana gelen deformasyonlar belirlenmiştir. Çalışma alanını kapsayacak şekilde PSInSAR analizi gerçekleştirerek bölgede meydana gelen uydu bakış doğrultusundaki (LOS) hareketler elde edilmiştir. PSInSAR analizinde birincil (master) görüntü olarak seçilen görüntü, analizde kullanılan tüm görüntülerin zamansal ve mekânsal olarak ortasında olacak şekilde seçilmiştir. Şekil 3’de verilen çalışma alanı için belirlenmiş görüntüler kendi içinde alt bölümlere ayrılmaktadır. Bu bölümler soldan sağa IW1, IW2 ve IW3 şeklinde oluşmaktadır.

PSInSAR analizinde gerçekleştirilen tüm işlem adımları çalışma alanını kapsayan IW3 bölümü için uygulanmıştır. Çalışmada farklı zaman aralıklarında deformasyon varlığını irdeleme amacıyla 3 farklı zaman aralığı belirlenerek analizler gerçekleştirilmiştir. Bunlar; 2014-2021 (8 yıl), 2018-2021 (4 yıl) ve 2020-2021 (2 yıl)’dır. Şekil 4, Şekil 5 ve Şekil 6’da PSInSAR sonuçları verilmiş olup sonuçlar Natural Break yöntemiyle 5 sınıfa ayrılmıştır.

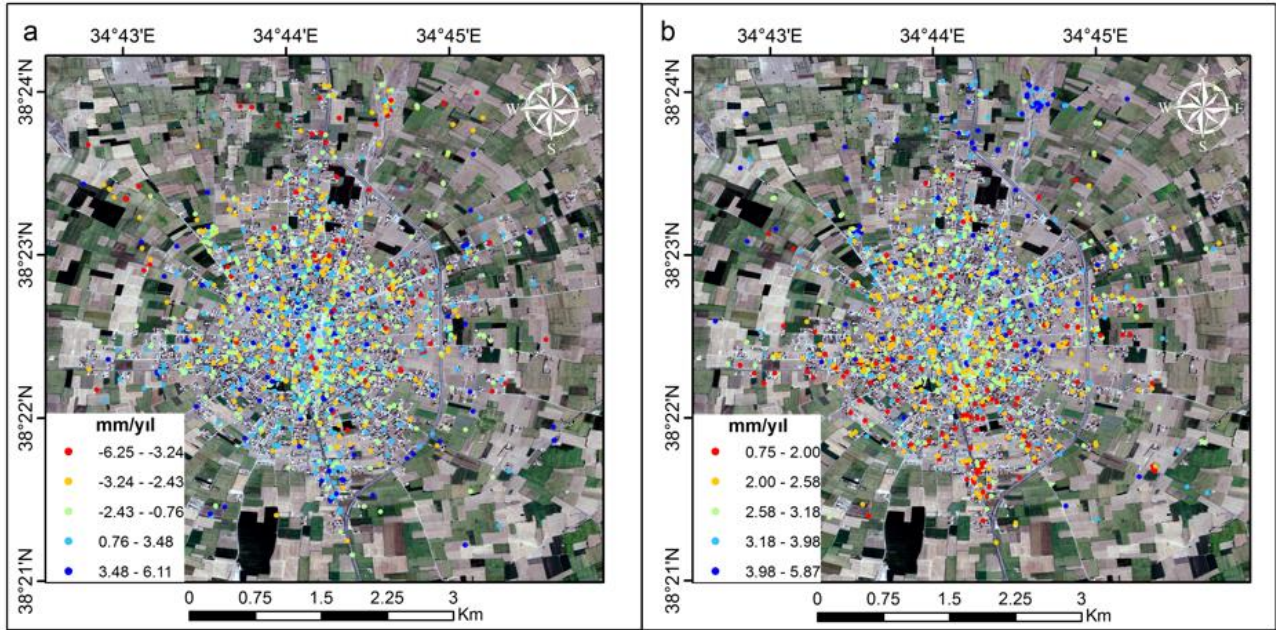


**Şekil 4.** a) 2014-2021 yıllık hızlar (LOS) b) 2014-2021 yıllık hızların standart sapmaları (LOS).





Şekil 5. a 2018-2021 yıllık hızlar (LOS) b 2018-2021 yıllık hızların standart sapmaları (LOS).



Şekil 6. a 2020-2021 yıllık hızlar (LOS) b 2020-2021 yıllık hızların standart sapmaları (LOS).

2014-2021 (8 yıl) yıllarını kapsayan SAR görüntülerinin analizinde 287 PS noktası elde edilmiştir. 8 Temmuz 2016 tarihli görüntü master görüntü olarak seçilmiştir. Bölge için elde edilen uydu bakış doğrultusundaki (LOS) yıllık hızlar (a) ve standart sapmaları (b) Şekil 4'te verilmiştir. Şekil 4'te yatay eksen boylam bilgisini verirken dikey eksen ise enlem bilgisini vermektedir. Ayrıca şekilde verilen renk skalasında mavi renk uydu bakış doğrultusunda yüksekliği artan noktaları gösterirken kırmızı renk ise uydu bakış doğrultusunda yüksekliği

azalan noktaları göstermektedir. Şekil 4 incelendiğinde, çalışma alanında LOS yönünde yıllık hız değerleri -5.17 mm (en düşük) ve 1.19 mm (en yüksek) arasında değişmektedir. Şekil 4 incelendiğinde çalışma alanında LOS yönünde yıllık hızların standart sapma değerlerinin 0.46 mm ile 3.85 mm arasında değiştiği görülmektedir. 2018-2021 (4 yıl) yıllarını kapsayan SAR görüntülerinin analizinde 830 PS noktası elde edilmiştir. 18 Şubat 2020 tarihli görüntü master görüntü olarak seçilmiştir. Bölge için elde edilen

uydu bakış dođrultusundaki (LOS) yıllık hızlar (a) ve standart sapmaları (b) Şekil 5'te verilmiştir.

Şekil 5 incelendiğinde, çalışma alanında LOS yönünde yıllık hız değerleri -4.45 mm (en düşük) ve 3.63 mm (en yüksek) arasında deđişmektedir. Şekil 5 incelendiğinde çalışma alanında LOS yönünde yıllık hızların standart sapma değerlerinin 0.58 mm ile 1.70 mm arasında deđiştii görülmektedir.

2020-2021 (2 yıl) yıllarını kapsayan SAR görüntülerinin analizinde 1080 PS noktası elde edilmiştir. 12 Şubat 2021 tarihli görüntü master görüntü olarak seçilmiştir. Bölge için elde edilen uydu bakış dođrultusundaki (LOS) yıllık hızlar (a) ve standart sapmaları (b) Şekil 6'da verilmiştir.

Şekil 6 incelendiğinde, çalışma alanında LOS yönünde yıllık hız değerleri -6.25 mm (en düşük) ve 6.11 mm (en yüksek) arasında deđiştii görülmektedir. Şekil 6 incelendiğinde çalışma alanında LOS yönünde yıllık hızların standart sapma değerlerinin 0.75 mm ile 5.87 mm arasında deđiştii görülmektedir.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Çalışmada, Derinkuyu Yeraltı Şehri ve Derinkuyu ilçe merkezini kapsayacak şekilde PSInSAR analizi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. PSInSAR sonuçlarına göre çalışma bölgesinde uydu bakış dođrultusunda (LOS) 6.11 mm ile -6.25 mm arasında deđişen hız değerleri ve bu hızların 5.87 mm ve 0.58 mm arasında deđişen standart sapma değerleri elde edilmiştir. Bu sonuçlar dođrultusunda Derinkuyu ilçe merkezinde önemli seviyede bir alçalma ve yükselme görülmemiştir.

PSInSAR yöntemiyle bir çalışma bölgesinde meydana gelen yüzey deformasyonları (yükselme-alçalma) belirlenebilmektedir. Bu açıdan Derinkuyu Yeraltı Şehri'nin yüzeydeki konumunun bilinmemesi, yeraltı şehrinin bulunduğu bölgedeki yüzeyin detaylı bir şekilde incelenmesini çalışmanın amacı açısından kısıtlayan bileşenlerdendir. Bu sebeple yeraltı şehri girişinin çevresindeki ps noktalarının hızları incelenmiştir.

PSInSAR analizi sonucu elde edilen ps nokta hızlarının anlamlı olup olmadığı 3 sigma kuralı ile incelenmiştir. Bu amaçla, Şekil 4'te verilen 2014-

2021 (8 yıl), Şekil 5'te verilen 2018-2021 (4 yıl) ve Şekil 6'da verilen 2020-2021 (2 yıl) yılları için gerçekleştirilen PSInSAR analizi sonuçlarından Derinkuyu Yeraltı Şehri girişini çevreleyecek şekilde 5 ps noktasının hız ve standart sapma değerleri belirlenerek sırasıyla Çizelge 2, Çizelge 3 ve Çizelge 4'te verilmiştir.

**Çizelge 2.** 2014-2021 PSInSAR tabanlı hız deđerlendirme sonuçları.

Hızlar (mm/yıl- LOS)	Standart Sapmalar (mm)	Anlamlı/Anlamsız
-0.7	1.0	Anlamsız
1.6	1.1	Anlamsız
-0.8	1.1	Anlamsız
-1.4	1.1	Anlamsız
-1.3	0.9	Anlamsız

**Çizelge 3.** 2018-2021 PSInSAR tabanlı hız deđerlendirme sonuçları.

Hızlar (mm/yıl- LOS)	Standart Sapmalar (mm)	Anlamlı/Anlamsız
-1.1	0.5	Anlamsız
-2.7	1.0	Anlamsız
-0.5	0.4	Anlamsız
-0.3	0.4	Anlamsız
-1.6	0.7	Anlamsız

**Çizelge 4.** 2020-2021 PSInSAR tabanlı hız deđerlendirme sonuçları.

Hızlar (mm/yıl- LOS)	Standart Sapmalar (mm)	Anlamlı/Anlamsız
-3.2	3.0	Anlamsız
-5.9	3.3	Anlamsız
-5.2	3.4	Anlamsız
-3.8	3.0	Anlamsız
-2.5	2.3	Anlamsız

Çizelge 2, Çizelge 3 ve Çizelge 4 incelendiğinde Derinkuyu Yeraltı Şehri'nin bulunduğu bölgede anlamlı bir alçalma ve yükselme deđerinin bulunmadığı belirlenmiştir.

Çalışma alanında 2014-2021 (8 yıl), 2018-2021 (4 yıl) ve 2020-2021 (2 yıl) yıllarını kapsayan PSInSAR analizi sonucunda elde edilen PS nokta sayısı

sırasıyla 287, 830 ve 1080'dir. Bu sonuçlara göre analiz edilen SAR görüntülerinin tarihleri bir birine yaklaştıkça PSInSAR analizi gerçekleştirilen çalışma alanında PS nokta sayısının arttığı söylenebilir.

## 5. Kaynaklar

- Abdikan, S., Arıkan, M. and Şanlı, F.B., 2014. Monitoring of coal mining subsidence in peri-urban area of Zonguldak city (NW Turkey) with persistent scatterer interferometry using ALOS-PALSAR. *Environmental Earth Sciences*, **71**, 4081-4089.
- Arıkan, M., Hooper, A. and Hanssen, R., 2010. Radar time series analysis over West Anatolia. European Space Agency (Special Publication) ESA, SP-677.
- Aslan, G., Cakir, Z., Lasserre, C. and Renard, F., 2019. Investigating subsidence in the Bursa Plain, Turkey, using ascending and descending Sentinel-1 satellite data. *Remote Sensing*, **11**, 1, 85.
- Aydar, E., Schmitt, A. K., Çubukçu, E., Akin, L., Ersoy, O., Sen, E., Duncan, R. and Atici, G., 2012. Correlation of ignimbrites in the central Anatolian volcanic province using zircon and plagioclase ages and zircon compositions. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **213-214**, 83–97.
- Bayık, Ç., Abdikan, S., Özdemir, A., Arıkan, M., Şanlı, F. B. and Doğan, U., 2021. Investigation of the landslides in Beylikduzu-Esenyurt Districts of Istanbul from InSAR and GNSS observations. *Natural Hazards*, **109**, 1, 1201-1220.
- Bilgilioğlu, B. B., Erten, E. and Musaoğlu, N., 2021. Analysis of Salt Lake Volume dynamics using Sentinel-1 based SBAS measurements: A case study of Lake Tuz, Turkey. *Remote Sensing*, **13-14**, 2701.
- Bilgilioğlu, B. B., 2022. Yapay açıklıklı radar interferometre teknikleri ile Tuz Gölü dinamiklerinin analizi. Doktora Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 145.
- Birant, M.A., 1992. Kapadokya, And Yayınları, İstanbul.
- Colesenti, C., Ferretti, A., Prati, C. and Rocca, F., 2001. Comparing GPS, optical leveling and persistent scatterers. *Proceedings of IGARSS*, 2622–2624.
- Dolap, D., 2019. Derinkuyu (Nevşehir) yerleşimindeki sığ yeraltı kaya oyma yapıların duraylılığının incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, NÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Nevşehir, 83.
- Emre, Ö., Duman, T.Y., Özalp, S., Elmacı, H., Olgun, Ş. and Şaroğlu, F., 2013. 1/1.125.000 Ölçekli Türkiye Diri Fay Haritası [1/1.125.000- Scale Turkey Active Fault Map]. Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü Özel Yayınlar Serisi, Ankara.
- Gezgin, C., Ekercin, S., Tiryakioğlu, İ. Aktuğ, B., Erdoğan, H., Gürbüz, E., Orhan, O., Bilgilioğlu, S.S., Torun, A.T., Gündüz, H.İ., Oktar, O., Türkmen, C., and Kaya, E., 2022. Determination of recent tectonic deformations along the Tuz Gölü Fault Zone in CentralAnatolia (Turkey) with GNSS observations. *Turkish Journal of Earth Sciences*, **31**, 1, 20-33.
- Gülyaz, M.E. and Yenipınar, H., 1996. Underground cities of Cappadocia, Dünya Kitap Kırtasiye Tur. Tic., 96.
- Gündüz, H.İ., Yılmaztürk, F. and Orhan, O., 2023. An Investigation of Volcanic Ground Deformation Using InSAR Observations at Tendürek Volcano (Turkey). *Applied Sciences*, **13**, 6787.
- Hastaoğlu, K. Ö., Poyraz, F., Türk, T., Koçbulut, F., Şanlı, U., Yılmaz, I., Şanlı, F. B., Kuçak, R. A., Demirel, M., Gürsoy., Ö. ve Duman, H., 2014. GPS ve PS-InSAR yöntemleri kullanılarak Koyulhisar (Sivas) heyelanlarının izlenmesi: ilk sonuçlar. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **4**, 2, 161-175.
- Hooper, A., Zebker, H., Segall, P. and Kampes, B., 2004. A new method for measuring deformation on volcanoes and other natural terrains using InSAR persistent scatterers. *Geophysical Research Letters*, **31**, 1-5.
- Hooper, A., Segall, P. and Zebker. H., 2007. Persistent Scatterer InSAR for crustal deformation analysis with application to Volcán Alcedo. *Journal of Geophysical Research Atmospheres*, **112**, B07407.
- Hooper, A., Bekaert, D., Hussain, E. and Spaans, K., 2018. StaMPS/Manual, Version 4.1b, School of Environment, University of Leeds, LS2 9JT Leeds, UK.
- Lu, P., Han, J., Hao, T., Li, R. and Qiao, G., 2020. Seasonal deformation of permafrost in Wudaoliang basin in

Qinghai-Tibet plateau revealed by StaMPS-InSAR. *Marine Geodesy*, **43**, 248–268.

Meisina, C., Zucca, F., Fossati, D., Ceriani, M., Allievi, J., 2006. Ground deformation monitoring by using the permanent scatterers technique: the example of the Oltrepo Pavese (Lombardia, Italy). *Engineering Geology*, **88**, 240–259.

Oktar, O., Erdoğan, H., Poyraz, F. and Tiryakioğlu İ., 2021. Investigation of deformations with the GNSS and PSInSAR methods. *Arabian Journal of Geosciences*, **14**, 2586.

Osmanoğlu, B., Dixon, T. H., Wdowsinski, S., Cabral-Cano, E. and Jiang, Y., 2011. Mexico City subsidence observed with persistent scatterer InSAR. *International Journal of Applied Earth Observation and Geoinformation*, **13**, 1, 1-12.

Peyret, M., Rolandone, F., Dominguez, S., Djamour, Y. and Meyer, B., 2008. Source model for the Mw 6.1, 31 March 2006, Chalan–Chulan earthquake (Iran) from InSAR. *Terra Nova*, **20**, 2, 126–133.

Poyraz, F. and Hastaoğlu, K.Ö., 2020. Monitoring of tectonic movements of the Gediz Graben by the PSInSAR method and validation with GNSS results. *Arabian Journal of Geosciences*, **13**, 844.

Yağmur, N. ve Musaoğlu, N., 2022. Havalimanlarında yapısal değişimlerin PSInSAR tekniği ile belirlenmesi: İstanbul Havalimanı örneği. *Harita Dergisi*, **168**, 28-37.

Yen, J.Y., Lu, C.H., Chang, C.P., Hooper, A., Chang, Y.H., Liang, W.T., Chang, T.Y., Lin, M.S. and Chen, K.S., 2011. Investigating active deformation in the northern longitudinal valley and City of Hualien in Eastern Taiwan using persistent scatterer and small-baseline SAR interferometry. *Terrestrial Atmospheric Ocean Sciences*, **22**, 3, 291–304.

### **İnternet Kaynakları**

1-<https://scihub.copernicus.eu/dhus/#/home> (28.09.2022)



AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 055601 (1214-1221)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 055601 (1214-1221)

DOI: 10.35414/akufemubid.1292117

Araştırma Makalesi / Research Article

## Çimento Hamurlarının Mekanik Özelliklerine CO<sub>2</sub> Kürünün Etkisi

Merve YÜKSEL<sup>1</sup>, Ahmet ÖZCAN<sup>1</sup>, Mehmet Uğur TOPRAK<sup>1\*</sup><sup>1</sup>Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Kütahya.

Sorumlu yazar e-posta\*: mugur.toprak@dpu.edu.tr  
merveyuksell6@gmail.com  
ahmet.ozcan1@dpu.edu.tr

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-5483-2871>  
ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0001-7386-9335>  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-6451-9413>

Geliş Tarihi: 03.05.2023

Kabul Tarihi: 03.09.2023

### Öz

#### Anahtar kelimeler

Basınç dayanımı;  
CO<sub>2</sub> kürü;  
Çimento Hamuru;  
Su/çimento oranı.

Erken yaşta CO<sub>2</sub> kürü, çimento hidrasyon ürünlerinin oluşumunu etkileyerek çimento bağlayıcı malzemelerin mekanik özelliklerini değiştirebilmektedir. Farklı su/çimento (s/ç) oranlarında (%28 ve %32) çimento hamurları hazırlandıktan sonra 4 farklı şekilde CO<sub>2</sub> kürü uygulanmıştır. Çimento hamurlarının karıştırma işlemi bittikten 15 dk sonra numunelere 15, 30 ve 60 dk CO<sub>2</sub> kürü (1, 3, 5, 8 ve 10 bar) uygulanmıştır. Aynı zamanda numunelerin bir kısmına da priz başladıktan sonra (117 dk) 30 dk CO<sub>2</sub> kürü (1, 3, 5, 8, 10 ve 50 bar) uygulanmıştır. Çimento hamurlarının 7 günlük basınç dayanımları incelenmiştir. En yüksek basınç dayanımı (112.73 MPa) 15 dk ön bekleme yapılmış ve 60 dk süresince 3 bar CO<sub>2</sub> kürü uygulanmış KK %28 kodlu numunede elde edilmiştir. Kontrol numunelerinde s/ç oranı arttığında basınç dayanımındaki azalma %27 iken, 15 dk ön beklemeden sonra 60 dk CO<sub>2</sub> kürü uygulanan numunelerdeki bu azalma oranı %53'dür. Dayanım artışı açısından genel olarak çimento hamuruna uygulanan en uygun kür işlemi 15 dk ön bekleme sonunda 60 dk 3 bar CO<sub>2</sub> kürüdür.

## Effect of CO<sub>2</sub> Curing on Mechanical Properties of Cement Pastes

### Abstract

#### Keywords

Compressive strength;  
CO<sub>2</sub> curing;  
Cement Paste;  
Water/cement ratio.

CO<sub>2</sub> curing at an early age can change the mechanical properties of cement-binding materials by affecting the formation of cement hydration products. After the cement pastes were prepared at different water/cement (w/c) ratios (28% and 32%), CO<sub>2</sub> curing was applied in 4 different ways. 15 minutes after the mixing process of the cement pastes was completed, CO<sub>2</sub> curing (1, 3, 5, 8 and 10 bar) was applied to the samples for 15, 30 and 60 minutes. At the same time, 30 minutes of CO<sub>2</sub> curing (1, 3, 5, 8, 10 and 50 bar) was applied to some of the samples after setting (117 minutes). The 7-day compressive strengths of cement pastes were investigated. The highest compressive strength (112.73 MPa) was obtained in the KK 28% coded sample, which was kept for 15 minutes and then cured with 3 bar CO<sub>2</sub> for 60 minutes. While the decrease in compressive strength was 27% when the w/c ratio in the control samples increased, this decrease rate was 53% in the samples cured with CO<sub>2</sub> for 60 minutes after 15 minutes of pre-waiting. In terms of strength increase, the most suitable curing process applied to cement paste, in general, was 3 bar CO<sub>2</sub> curing for 60 minutes after 15 minutes of pre-waiting.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Dünyada artan nüfus, sanayileşme ve enerji ihtiyacına paralel olarak sera gazları salınımindaki artış küresel ısınmaya bağlı olarak iklim değişiklikleri, hava kirliliği, doğal afetler tarım ve hayvancılıkta üretim sıkıntıları vb. çok önemli ekolojik problemleri doğurmuştur. Devletler “Kyoto Protokolü”, “Paris Antlaşması”, “Birleşmiş Milletler İklim Değişikliği Çerçeve Sözleşmesi”, “Viyana Sözleşmesi” ve

“Montreal Protokolü” gibi anlaşmalar ile en önemli sera gazlarından biri olan CO<sub>2</sub> gazı emisyonunu azaltmaya çalışmaktadırlar (Gürbüz *et al.* 2019). 1 kg çimento üretmek için ortalama 0.87 kg CO<sub>2</sub> salınımı olmaktadır (Damtoft *et al.* 2008, Pacheco-Torgal *et al.* 2012).

Sudan sonra en çok tüketilen ikinci malzeme olan çimentonun kullanımı küresel kalkınma için çok

önemlidir. Yılda 3,5 milyar tondan fazla çimento üretilmekte ve üretilen her bir ton çimento için yaklaşık 900 kg CO<sub>2</sub> salınmaktadır. Avrupa Birliği'nin 2030 iklim ve enerji çerçevesi, 1990'daki seviyelere kıyasla sera gazı emisyonunu %40 oranında azaltma hedefi belirlemiştir. Fosil yakıtların yakılmasından kaynaklanan CO<sub>2</sub> emisyonu, biyokütle, doğal gaz veya katı atıklardan elde edilen yakıt gibi alternatif yakıtlar kullanılarak azaltılabilir. Portland çimentosu (PÇ) üretiminde alternatif yakıtlara geçiş, CO<sub>2</sub> emisyonlarını %40 oranında azaltabilir. Bununla birlikte, karbondioksit emisyonuna önemli bir katkı (yaklaşık %60), klinkerin ana bileşeni olan karbonatların ayrışmasından kaynaklanmaktadır (Nair *et al.* 2023).

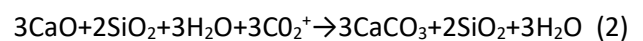
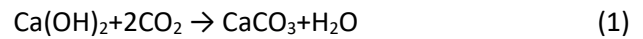
Hızlandırılmış karbonatlaşma ile çimento bazlı malzemelerde CO<sub>2</sub> mineralize edilerek mukavemeti artırmak mümkündür. Nem kimyasal reaksiyonun oluşmasını sağlayarak çimento karbonatlaşmasında önemli bir rol oynamaktadır. Bununla birlikte aşırı nem CO<sub>2</sub>'nin yayılmasını engelleyebilir. Bu sebeple etkili karbonatlaşma için ideal nem içeriğine ihtiyaç vardır. Geleneksel beton üretiminde genellikle su/çimento (s/ç) oranı 0.3'ün üzerindedir. Artan s/ç oranının neden olduğu boşluk suyu doygunluğu, CO<sub>2</sub> difüzyon yollarının mevcudiyetini azaltırken, yüzey tabakasındaki mikroyapının yoğunlaşması da genel karbonatlaşma veriminde azalmaya yol açar (Tiong *et al.* 2022).

CO<sub>2</sub> kürü uygulanan hazır betonlarda aynı dayanım %5-8 daha az bağlayıcı kullanarak elde edilebilmektedir. Orta ölçekli bir beton santralinde CO<sub>2</sub> kürü ile bağlayıcıdan yapılacak tasarruf ile birlikte yıllık 897 ton CO<sub>2</sub> salınımı engellenebildiği belirtilmektedir (Monkman and Macdonald 2017).

Erken karbonatlaşma reaksiyonu, süresi genellikle birkaç dakika ile birkaç saat arasında değişen yeni dökülmüş betonda meydana gelir. CO<sub>2</sub> ile kürlenme işlemi sırasında CO<sub>2</sub>, esas olarak trikalsiyum silikatlar (C<sub>3</sub>S) ve dikalsiyum silikatlar (C<sub>2</sub>S) ile hızla reaksiyona girerek kalsiyum karbonatlar ve silika jel de dahil olmak üzere karbonatlaşma ürünlerinin oluşumuna yol açar. Ayrıca CO<sub>2</sub>'ye maruz kalmadan önce oluşan C-S-H ve kalsiyum hidroksit gibi hidratlar da

tüketilecektir. Silikatların karbonatlaşma hızları, hidrasyon hızlarından daha hızlıdır. Sonuç olarak, beton ürünlerin mikro yapısı hızla yoğunlaşır ve böylece beton çok daha yüksek erken yaş dayanımına ulaşabilir. Dökümden hemen sonra 2-4 saat CO<sub>2</sub> ile kürlenmiş beton bloklar, 24 saat buharla kürlenmiş beton bloklara benzer bir mukavemet göstermektedir. Bu nedenle, erken CO<sub>2</sub> kürü, buhar kürüne kıyasla prekast beton ürünlerin üretim verimliliğini etkili bir şekilde artırabilir. Ayrıca, erken CO<sub>2</sub> kürü, buhar küründen daha çevre dostudur. Buharla kürlenme ile karşılaştırıldığında, erken CO<sub>2</sub> kürlenme sürecindeki karbondioksit emisyonu ve enerji tüketimi çok daha küçüktür. Buhar kürü sırasında her bir normal ağırlık ve hafif standart beton blok için sırasıyla 2300 kJ ve 2500 kJ enerji tüketilmektedir. Buna karşılık, erken CO<sub>2</sub> kürü sırasında standart bir beton blok için yalnızca 500 kJ enerjiye ihtiyaç vardır (Song *et al.* 2022a).

CO<sub>2</sub> kürü; çimento bağlayıcı ürünlerde (beton, parke taşı, briket vb.) karıştırma aşamasında veya ürüne şekil verildikten sonra atmosfer basıncında veya daha yüksek basınçlar ile enjekte edilen CO<sub>2</sub>'nin Ca iyonu içeren çimento bileşenleri ile aşağıda verilen reaksiyonlara girerek CaCO<sub>3</sub>'e dönüşmesine dayanan hızlandırılmış bir kür sistemidir. Denklem 1-4'te kısaca verilmiş reaksiyonlar sırasıyla gaz halindeki CO<sub>2</sub>'nin sıvı CO<sub>2</sub>'ye dönüşmesi, sıvı CO<sub>2</sub>'nin su ile reaksiyonu ile H<sup>+</sup> ve bikarbonat (HCO<sub>3</sub>) iyonlarının oluşması ve sonrasında H<sup>+</sup> ile trikalsiyum silikat (3CaO.SiO<sub>2</sub>) ve dikalsiyum silikat (2CaO.SiO<sub>2</sub>) reaksiyonları sonucu Ca<sup>2+</sup> açığa çıkması ve HCO<sub>3</sub> ile birleşerek CaCO<sub>3</sub> oluşumu ile sonuçlanmaktadır. CO<sub>2</sub> kürü ekzotermik reaksiyonlar başlattığı için beton 75 °C'de buhar küründen daha hızlı sertleşmektedir. Başlıca karbonatlaşma ürünleri denklem 3 ve 4'te görüleceği şekilde CaCO<sub>3</sub> ve silika jelidir. Zayıf bir yapı olan portlanditin sağlam ve stabil bir yapı olan CaCO<sub>3</sub>'e dönüştürülmesi ile basınç dayanımı önemli ölçüde artmaktadır. Bu bağlamda çimentolu paneller, karolar ve beton bloklarda kullanımı çok faydalı olmaktadır (Khan *et al.* 2018, Song *et al.* 2022b).





Hızlı karbonatlaşma ile CaCO<sub>3</sub> oluşumu malzemenin daha erken ve yüksek dayanım almasını sağlamaktadır (Shi *et al.* 2017, Kang *et al.* 2019). Alkali hidrasyon ürünlerinin tüketimi nedeniyle karbonatlaşmanın betondaki gözenek çözeltisinin pH'ını düşürebileceği bilinmektedir. Betonun pH değeri 11.5'in altına düştüğünde, potansiyel çelik korozyonu ve çatlak oluşumu riskine neden olabilir. Numunenin yüzey tabakasındaki hidrasyon ürünlerinin ve klinker fazlarının sadece bir kısmı hızlandırılmış karbonatlaşma reaksiyonuna katılacaktır. Ayrıca, hızlandırılmış karbonatlaşmanın tamamlanmasından sonra, takip eden uzun süreli kürelemede çimentonun daha fazla hidrasyonu, gözenek çözeltisinin pH'ının artmasına yardımcı olan Ca(OH)<sub>2</sub> dahil olmak üzere daha fazla hidrasyon ürünü üretecektir (Wei *et al.* 2023).

Literatürde inceleme yapıldığında çimentonun içerisindeki C<sub>3</sub>S ve C<sub>2</sub>S miktarları karbon ile hızlı bağ yapma eğiliminden dolayı önemlidir (Goodbrake *et al.* 1979). S/ç oranının çok fazla yükselmesi ise boşlukların su ile dolmasına neden olmakta ve karbondioksitin tam absorpsiyonunu engellemektedir (Klemm and Berger, 1972). Literatürde çimento esaslı yapı malzemelerinde CO<sub>2</sub> kürü ile ilgili çalışmalar (Xuan *et al.* 2018, Khan *et al.* 2018, Tu *et al.* 2018, Zhan *et al.* 2018, Zhang and Shao 2018, Kumar *et al.* 2019, Chen and Gao 2020, Song *et al.* 2021, Wang *et al.* 2022, Guo *et al.* 2022, Lu *et al.* 2022, Jiang *et al.* 2023a, Xu *et al.* 2023, Han *et al.* 2023) son yıllarda önem kazanmakta olup, bu alandaki çalışmaların sayısı artmaktadır.

Hazır beton sektöründe sürdürülebilirlik için CO<sub>2</sub> salınımının önemli ölçüde düşürülmesi şarttır. Bu bağlamda akademik ve ticari çalışmalar son yıllarda ivme kazanmıştır. Çimento bağlayıcılı yapıların CO<sub>2</sub> ile kürü CO<sub>2</sub>'nin atmosfere salınımını engellenmekte ve kür aşamasında kullanılan sudan tasarruf sağlanmaktadır. Bu makalede karbon ayak izimizi düşürebilmek, doğayı ve atmosferi koruyabilmek amacıyla; farklı basınçlarda CO<sub>2</sub> kürünün farklı s/ç

oranına sahip çimento hamurlarının basınç dayanımına etkileri ile ilgili deneysel çalışmalar yapılmıştır.

## 2. Materyal ve Metot

Çimento hamurlarında ÇİMSA Eskişehir fabrikasından temin edilen CEM I 42.5 R (PÇ 42.5) kullanılmıştır. PÇ özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Çimento hamurlarının üretiminde iki farklı s/ç oranı (0.28 ve 0.32) kullanılmıştır. Çimento hamurları tek eksenli basınç presinde (Şekil 1) sabit 17 MPa basınç ile 15 cm silindir kalıpta sıkıştırılarak boy/çap oranı 1 olan silindir numuneler şeklinde üretilmiştir. Çimento hamurunun su miktarı arttıkça aynı basınç altında daha fazla sıkıştığı için s/ç oranı %32 olan numunelerde kalıba bir miktar daha fazla çimento hamuru konularak presleme yapılmıştır. Böylece her iki seri içinde boy/çap oranı korunmuştur. 15 mm yüksekliğinde ve 15 mm çapında üretilen silindir numunelerden kontrol serileri üretildikten hemen sonra polietilen örtü ile sarılarak deney zamanına kadar susuz kürlenmeye bırakılmıştır. Diğer numunelere ise 15 dk ve priz başlangıcı (117 dk) olmak üzere iki farklı ön bekleme süresinden sonra CO<sub>2</sub> kürü uygulanmıştır. Priz başlangıcından sonra 30 dk 1, 3, 5, 8, 10 ve 50 bar CO<sub>2</sub> kür uygulanırken, diğer numunelerde ise karıştırma işlemi bittikten 15 dk sonra 15, 30 ve 60 dk 1, 3, 5, 8 ve 10 bar CO<sub>2</sub> kürü uygulanmıştır. Daha sonra numuneler deney gününe kadar polietilen örtü ile sarılarak kürlenmişlerdir. Ön bekleme süreleri çimento priz başlangıç süresi ve numuneleri hazırlayarak reaktöre koyup reaktör kapağını vidalayıp küre başlayabildiğimiz en erken süre olan 15 dk dikkate alınarak seçilmiştir. Kontrol serileri s/ç oranına göre K %28 ve K %32 olarak, CO<sub>2</sub> kürü uygulanan seriler ise KK %28 ve KK %32 olarak kodlanmıştır. Her seri için 4 adet numune üretilmiştir ve 7. günde basınç dayanımı deneyine tabi tutulmuşlardır. Numunelerin üretim ve test şeması Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Çimento hamurlarının üretimi, CO<sub>2</sub> kürü uygulaması ve basınç dayanımının belirlenmesi

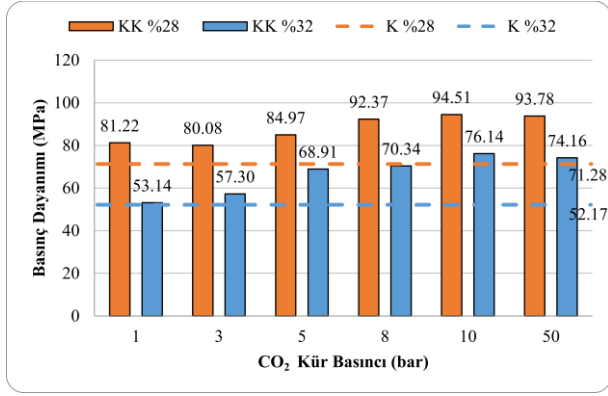
Çizelge 1. PÇ'nin özellikleri

Oksit	%	Fiziksel ve Mekanik Özellikler	Limit Değerler	
CaO	62.5	Özgül yüzey (cm <sup>2</sup> /g)	3372	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.59	Özgül ağırlık	3.05	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.09	Priz bşl. (dk)	117	60 dk <
SiO <sub>2</sub>	19.4	Priz btş. (dk)	178	
MgO	1.74	Genleşme (mm)	2	10 mm >
K <sub>2</sub> O	0.64	Basınç dyn. (MPa)		
Na <sub>2</sub> O	0.2	2-gün	30.8	20 MPa ≤
SO <sub>3</sub>	3.29	7-gün	39.5	
KK*	3.15	28-gün	56	42.5 MPa ≤

KK: Kızdırma kaybı

### 3. Bulgular ve Tartışma

Şekil 2'de priz başlangıçlarından itibaren 30 dk süresince farklı barlarda CO<sub>2</sub> uygulanarak kür edilen çimento hamurlarının basınç dayanımları gösterilmektedir. Sonuçlar incelendiğinde s/ç oranı arttıkça kontrol çimento hamurlarının basınç dayanımlarının belirgin bir miktarda azaldığı görülmektedir. K %28 ve K %32 için basınç dayanımları sırasıyla 71.28 ve 52.17 MPa'dır. K %28 ve K %32 için CO<sub>2</sub> kürü ile basınç dayanımında meydana gelen artış ortalama olarak sırasıyla %23 ile %28'dir. Priz başladıktan sonra CO<sub>2</sub> kürü uygulamasında CO<sub>2</sub> basıncı arttıkça, KK %32 serilerinde KK %28'e göre basınç dayanımında çok daha belirgin artışlar meydana gelmiştir. Bu durum artan su miktarı ile birlikte karbonatlaşma reaksiyonlarının miktarının artmasından ve K %32 serilerinde çimento hamurunun daha boşluklu bir yapıya sahip olması nedeni ile CO<sub>2</sub>'nin çimento ve hidrasyon ürünleri ile reaksiyona girerek karbonatlaşması ile açıklanabilir. Priz başladıktan sonra 30 dk CO<sub>2</sub> kür uygulandığında 10 bara kadar KK %28 basınç dayanımları 81 MPa'dan 94 MPa'ya kadar, KK %32 ise 52 MPa'dan 76 MPa'ya basınçla beraber artmıştır ve bu değerler iki s/ç oranı içinde kontrol numunelerinden yüksektir. 50 bar CO<sub>2</sub> küründeki çimento hamurlarının basınç dayanımı değerlerinin, 10 bar CO<sub>2</sub> küründekilere göre düştüğü gözlemlenmiştir. Bu nedenle diğer serilerde 50 bar CO<sub>2</sub> kürü uygulanmamıştır.



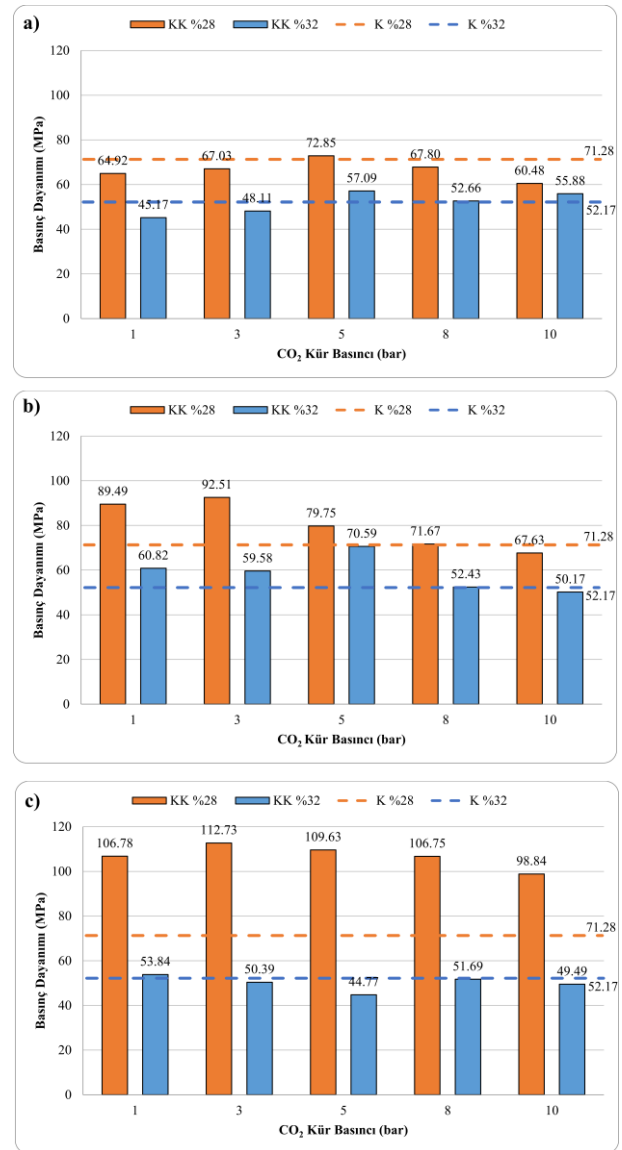
Şekil 2. Priz başladıktan sonra (117 dk) 30 dk CO<sub>2</sub> kür uygulanan çimento hamurlarının basınç dayanımları

Ön bekleme süresi 15 dk olan ve 15, 30 ve 60 dk farklı barlarda CO<sub>2</sub> kürü uygulanan numunelerin basınç dayanımları Şekil 3'te verilmiştir. 15 dk ön bekleme süresinden sonra 30 dk CO<sub>2</sub> kür uygulamasında KK %32 serilerinde en yüksek dayanım 5 bar kür basıncı ile elde edilmiş daha yüksek kür basınçları dayanım gelişimini belirgin bir şekilde düşürmüştür. KK %28 serilerinde 3 bar ile 30 dk CO<sub>2</sub> kür uygulandığında basınç dayanımı 92 MPa iken, 10 barda 67 MPa'a kadar düşmüştür. Kısa ön bekleme süresinden (15 dk) sonra başlatılan CO<sub>2</sub> kürde yüksek kür basıncının çimento hamurunun dayanım gelişimini olumsuz etkilediği görülmüştür. Priz başlangıcı sonrası uygulanan CO<sub>2</sub> kürde ise yüksek basınçlarda dayanım olumsuz etkilenmemiştir. CO<sub>2</sub> kürü ile oluşan kalsiyum karbonat, kalsiyum alüminat monokarbonat oluşturmak için alüminat ile reaksiyona girebilirken, yüksek polimerizasyonlu silika jel portlandit ile reaksiyona girerek C-S-H oluşturabilir. Karbonatlaşma küründen sonra uygulanan yeniden hidrasyon prosedürü, daha sonraki mukavemeti koruyarak erken mukavemeti artırabilir (Jiang *et al.* 2023b).

En yüksek basınç dayanımı (112.73 MPa) 15 dk ön beklemeden sonra 3 bar 60 dakika CO<sub>2</sub> kür uygulanan KK %28 serisinde elde edilmiştir. KK %32 serilerinde su miktarının yüksek olmasından dolayı 5 bar kür basıncı ve 30 dk CO<sub>2</sub> kür süresinin yeterli olduğu, daha yüksek kür sürelerinin ve basınçlarının uygulanmasının çimento hamurunun dayanım gelişimini olumsuz etkilediği görülmüştür. Bu durum aşırı CO<sub>2</sub> kürünün çimento hamurlarının s/ç oranını

artırması, CO<sub>2</sub> kürün hidrasyon reaksiyonlarının devamını engellemesi veya oluşan C-S-H yapısını bozmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Wei *et al.* (2023) s/ç oranı 0.3 ve 0.4 olan çimento hamurlarına 1, 3, 7 ve 14 gün CO<sub>2</sub> kürü uygulamışlardır. 1 günlük CO<sub>2</sub> kürü s/ç oranı 0.3 olan numunelerin basınç dayanımlarında azalmaya sebep olurken, s/ç oranı 0.4 olan numunelerin dayanımlarını artırmıştır. En yüksek basınç dayanımları 14 gün CO<sub>2</sub> kürü uygulanan numunelerde elde edilmiştir. Genel olarak CO<sub>2</sub> kür süresi arttıkça numunelerin basınç dayanımları da artmıştır.



Şekil 3. Ön bekleme süresi 15 dk ve CO<sub>2</sub> kür süresi 15 (a), 30 (b) ve 60 dk (c) olan çimento hamurlarının basınç dayanımları

#### 4. Sonuçlar

Priz başlangıç süresinden sonra CO<sub>2</sub> kür uygulandığında genel olarak dayanımlar artan kür basıncı ile doğru orantılı olarak artmıştır. Yüksek kür basınçlarına rağmen en yüksek dayanım 94 MPa'dır. En yüksek basınç dayanımı (112.73 MPa) s/ç oranı %28 olan ve kısa (15 dk) ön bekleme süresinden sonra 60 dk 3 bar basınçta kür uygulanan çimento hamurunda elde edilmiştir. Priz başlangıç süresinde CO<sub>2</sub> uygulanan numuneler ile karıştırma işlemi bittikten sonra 15. dk'da CO<sub>2</sub> kürü uygulanan numunelerin basınç dayanımları karşılaştırıldığında, aynı CO<sub>2</sub> kür süresi (30 dk) için 3 barda çıkılan dayanımlara (90 MPa) yakın dayanımlara ulaşabilmek için priz başladıktan sonra CO<sub>2</sub> kürü uygulanan numunelerde daha yüksek basınçlarda (8-10 bar) CO<sub>2</sub> kürü yapmak gerekmiştir. Bu durum hidratasyon reaksiyonları ilerlemeden kür yapmanın daha uygun olduğunu göstermiştir. Bu verilerden olabildiğince erken CO<sub>2</sub> kür yapılmasının ve basıncın 3 barda tutulmasının hem ekonomi hem de yüksek dayanım değerleri açısından en uygun olacağı görülmektedir. Kür süresi için istenilen dayanım ve ekonomi değerlendirilerek 30 veya 60 dk kür süresi seçilebilir.

Çimento hamurundaki s/ç oranı arttığında priz başlangıcından sonra uygulanan CO<sub>2</sub> kürünün normal küre göre çok daha yüksek dayanım artışları sağladığı açık bir şekilde görülmektedir. Bunun nedeni suyun varlığında karbonatlaşma reaksiyonlarının çok daha verimli gerçekleşmesi olabilir. Ancak su oranı belirli bir miktarı aşınca çimento hamurundaki s/ç oranının artması çimento hamurlarının dayanımında belirleyici olmakta ve dayanımı belirgin bir şekilde düşürmektedir.

Beton briket, blok vb. üretiminde karıştırma aşamasında CO<sub>2</sub> kürünün yapılması, daha sonra ürüne şeklinin verilmesi önerilebilir. Karbonatlaşma reaksiyonları sırasında açığa çıkan suyun bir kısmının sıkıştırma aşamasında üründen atılması daha düşük s/ç oranına sebep olurken aynı zamanda daha yüksek dayanıma sahip ürünlerin üretilmesini sağlayacaktır. CO<sub>2</sub> kür uygulamasında yüksek dayanım elde etmek için çimento bağlayıcılı ürünlerde s/ç oranı, kür süresi ve basıncının

deneylerle belirlenmesi gerektiği görülmüştür. İleriki çalışmalarda ürün boyutlarına göre kür koşullarının araştırılması önerilebilir.

#### Teşekkür

Bu çalışma Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi tarafından (Proje no: 2022 – 42) hızlı destek projesi kapsamında desteklenmiştir.

#### 5. Kaynaklar

- Chen, T., Gao, X., 2020. Use of carbonation curing to improve mechanical strength and durability of pervious concrete. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, **8(9)**, 3872–3884.
- Damtoft, J.S., Lukasik, J., Herfort, D., Sorrentino, D., Gartner, E.M., 2008. Sustainable development and climate change initiatives. *Cement and Concrete Research*, **38(2)**, 115-127.
- Goodbrake, C.J., Young, J.F., Berger, R.L., 1979. Reaction of hydraulic calcium silicates with carbon dioxide and water. *Journal of the American Ceramic Society*, **62(9-10)**, 488-491.
- Guo, R., Wang, L., Huang, H., Wang, T., Yi, Z., 2022. Enhanced carbonation curing of cement pastes with dolomite additive. *Greenhouse Gases: Science and Technology*, **12(2)**, 273–283.
- Gürbüz, C., Aracı, Ö.N.K., Bekci, İ., 2009. Dünya'da ve türkiye'de karbon ticareti ve karbon muhasebesi uygulamaları üzerine bir araştırma. *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi* **11(28)**, 424-438.
- Han, S.H., Jun, Y., Kim, J.H., 2023. The use of monoethanolamine CO<sub>2</sub> solvent for the CO<sub>2</sub> curing of cement-based materials. *Sustainable Materials and Technologies*, **35**, e00559.
- Jiang, L., Wu, Q., Gu, Q., Zhong, D., Wang, L., 2023a. Utilization of CO<sub>2</sub>-cured waste cement powder to enhance the properties and microstructure of cement mortar and paste. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **34(10)**, 04022253.
- Jiang, L., Wu, Q., Huo, Z., Zhu, Z., Wu, F., Lu, B., 2023b. An approach to improve compressive strength of cement

- paste at low temperature by carbonation curing, *Construction and Building Materials*, **365**, 130128.
- Kang, S.H., Kwon, Y.H., Moon, J., 2019. Quantitative analysis of CO<sub>2</sub> uptake and mechanical properties of air lime-based materials. *Energies*, **12(15)**, 2903.
- Khan, M.T., Saud, K.R., Irfan, K.A.M., Ibrahim, S., 2018. Curing of concrete by carbon dioxide. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)*, **5(4)**, 4410-4414.
- Klemm, W.A., Berger, R.L., 1972. Accelerated curing of cementitious systems by carbon dioxide: Part I. Portland cement. *Cement and Concrete Research*, **2(5)**, 567-576.
- Kumar, T.S., D, B.K.V.G., Reddy, S.T.N., Rao, G.S., 2019. Mechanical properties of concrete when cured with carbon dioxide. *International Journal of Engineering and Advanced Technology*, **8(6)**, 2544-2549.
- Lu, B., Drissi, S., Liu, J., Hu, X., Song, B., Shi, C., 2022. Effect of temperature on CO<sub>2</sub> curing, compressive strength and microstructure of cement paste. *Cement and Concrete Research*, **157**, 106827.
- Monkman, S., MacDonald, M., 2017. On carbon dioxide utilization as a means to improve the sustainability of ready-mixed concrete. *Journal of Cleaner Production*, **167**, 365-375.
- Nair, P.A.K., Paine, K., Calabria-Holley, J., 2023. Control of carbonation mechanism in Portland cement paste using synthetic carbon-capture aluminosilicates. *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*, **69**, 102391.
- Pacheco-Torgal, F., Abdollahnejad, Z., Camões, A.F., Jamshidi, M., Ding, Y., 2012. Durability of alkali-activated binders: A clear advantage over Portland cement or an unproven issue?. *Construction and Building Materials*, **30**, 400-405.
- Shi, C., Tu, Z., Guo, M.Z., Wang, D., 2017. Sustainable and Nonconventional Construction Materials using Inorganic Bonded Fiber Composites. Junior, H.S., Fiorelli, J., dos Santos, S.F. (Editor), Woodhead Publishing, 313-341.
- Song, B., Hu, X., Liu, S., Shi, C., 2022b. Chloride binding of early CO<sub>2</sub>-cured Portland cement-fly ash-GGBS ternary pastes. *Cement and Concrete Composites*, **134**, 104793.
- Song, B., Liu, S., Hu, X., Ouyang, K., Li, G., Shi, C., 2022a. Compressive strength, water and chloride transport properties of early CO<sub>2</sub>-cured Portland cement-fly ash-slag ternary mortars. *Cement and Concrete Composites*, **134**, 104786.
- Song, B., Shi, C., Hu, X., Ouyang, K., Ding, Y., Ke, G., 2021. Effect of early CO<sub>2</sub> curing on the chloride transport and binding behaviors of fly ash-blended Portland cement. *Construction and Building Materials*, **288**, 123113.
- Tiong, M., Li, X., Mo, K.H., Ling, T.C., 2022. Effects of moulding pressure and w/c induced pore water saturation on the CO<sub>2</sub> curing efficiency of dry-mix cement blocks. *Construction and Building Materials*, **335**, 127509.
- Tu, Z., Shi, C., Farzadnia, N., 2018. Effect of Limestone Powder Content on the Early-Age Properties of CO<sub>2</sub>-Cured Concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **30(8)**, 04018164.
- Wang, Y., Mo, K.H., Du, H., Ling, T.C., 2022. Effects of CO<sub>2</sub> curing treatment on alkali-silica reaction of mortars containing glass aggregate. *Construction and Building Materials*, **323**, 126637.
- Wei, J., Mo, K.H., Ling, T.C., 2023. Roles of subsequent curing on the pH evolution and further hydration for CO<sub>2</sub> cured cement pastes. *Journal of Building Engineering*, **64**, 105701.
- Xu, J., Wang, H., Wang, W., Shi, F., 2023. The influence of CO<sub>2</sub>-cured incinerated waste fly ash on the performance of reactive powder concrete. *Coatings*, **13(4)**, 709.
- Xuan, D., Zhan, B., Poon, C.S., 2018. A maturity approach to estimate compressive strength development of CO<sub>2</sub>-cured concrete blocks. *Cement and Concrete Composites*, **85**, 153-160.
- Zhan, B.J., Xuan, D.X., Poon, C.S., Shi, C.J., Kou, S.C., 2018. Characterization of C-S-H formed in coupled CO<sub>2</sub>-water cured Portland cement pastes. *Materials and Structures*, **51**, 92.

Zhang, D., Shao, Y., 2018. Surface scaling of CO<sub>2</sub>-cured concrete exposed to freeze-thaw cycles. *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*, **27**, 137-144.



AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 055602 (1222-1234)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 055602 (1222-1234)

DOI: 10.35414/akufemubid.1302254

Araştırma Makalesi / Research Article

## 06 Şubat 2023 Kahramanmaraş Depremlerinde (Mw 7.7-Mw 7.6) Meydana Gelen Gerçek Can Kayıpları Ve Yapısal Hasar Değerlerinin Tahmin Edilen Değerler İle Karşılaştırılması

Ömer Faruk NEMUTLU<sup>1\*</sup>, Ali SARI<sup>2</sup>, Bilal BALUN<sup>3</sup><sup>1</sup>Bingöl Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Bingöl, Türkiye.<sup>2</sup>İstanbul Teknik Üniversitesi, İnşaat Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye.<sup>3</sup>Bingöl Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Mimarlık Bölümü, Bingöl, Türkiye.

Sorumlu yazar e-posta\*: ofnemutlu@bingol.edu.tr ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7841-3911>  
asari@itu.edu.tr ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-6888-1276>  
bbalun@bingol.edu.tr ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-0906-4484>

Geliş Tarihi: 25.05.2023

Kabul Tarihi: 02.10.2023

### Öz

Türkiye’de, aktif fay zonlarını sınırları içerisinde bulundurması sebebiyle geçmişten günümüze kadar, birçok deprem meydana gelmiştir. Bu depremler önemli can ve mal kayıplarına neden olmuştur. Bu kayıplar maddi ve manevi olarak ülkede yaşayan insanları derinden etkilemiştir. Bunlara son olarak 06 Şubat 2023 tarihinde yaklaşık 9 saat arayla meydana gelen Kahramanmaraş merkezli iki büyük deprem eklenmiştir. Doğu Anadolu Fay Zonunun Ölü Deniz Fay Zonu ile birleştiği bölümde 04.17’de meydana gelen deprem sonrasında, yerel saatle 13.24’te Doğu Anadolu Fay Zonunun başka bir kolu olan Çardak Fayında diğer deprem meydana gelmiştir. Çok büyük bir alanda hissedilen depremlerden 11 il etkilenmiş, 14 milyonun üzerinde insan depremden zarar görmüştür. Meydana gelen zararlar yapısal hasar kaynaklı can kayıpları ve ekonomik kayıplardır. Depremden etkilenen bölgede birçok yapı tamamen göçmüş, bir bölümü ise ağır hasarlı bir şekilde kullanılamaz hale gelmiştir. Bu çalışma ise deprem kaynaklı kayıpları önceden tahmin edebilen kayıp değerlendirilmesi metodolojisi kullanarak gerçekte meydana gelmiş kayıpların değerlendirilmesi amaçlamıştır. 11 ildeki gerçek kayıplar ile tahmin edilen kayıplar karşılaştırılmıştır. Can kaybı tahminlerinde kullanılan modifiye edilmiş can kaybı katsayıları ile gerçek sonuçlar benzer değerler almıştır. Yıkımın büyük olduğu şehirlerde ağır hasarlı ve yıkık bina sayıları tam olarak örtüşmese dahi, genel olarak kayıp tahmin aşamaları uygulandığında benzer sonuçlar verdiği görülmüştür. Çalışma sonuçları incelenmiş, sonuçlar gerekçeleri ile irdelenmiştir.

### Anahtar kelimeler

Deprem; Maraş  
Depremleri; Kayıp  
Değerlendirmesi;  
Yapısal Hasarlar; Can  
Kayıpları

## Comparison of Actual Loss of Life and Structural Damage in 06 February 2023 Kahramanmaraş Earthquakes (Mw 7.7-Mw 7.6) with Estimated Values

### Abstract

Many earthquakes have occurred in Turkey from past to present due to the fact that it contains active fault zones within its borders. These earthquakes caused significant loss of life and property. These losses have deeply affected the people living in the country, both materially and spiritually. Finally, two major earthquakes centered in Kahramanmaraş, which occurred on 06 February 2023 with an interval of 7 hours, were added. After the earthquake that occurred at 04.17 in the section where the Eastern Anatolian Fault Zone meets the Dead Sea Fault Zone, another earthquake occurred on the Çardak Fault, another branch of the Eastern Anatolian Fault Zone, at 13:24 local time. 11 provinces were affected by the earthquakes felt in a very large area, and more than 14 million people were harmed by the earthquake. The damages that occur are loss of life and economic losses due to structural damage. In the region affected by the earthquake, many buildings collapsed completely, and some of them became unusable with heavy damage. This study, on the other hand, aims to evaluate the actual losses by using

### Keywords

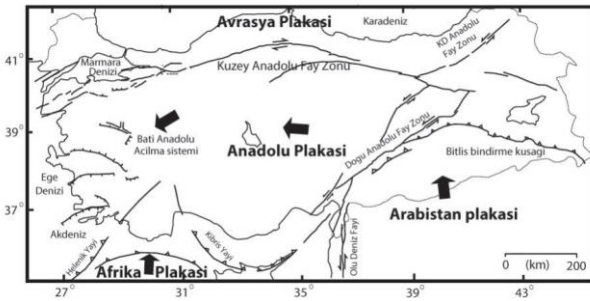
Earthquake; Maraş  
Earthquakes; Loss  
Assessment; Structural  
Damages; Loss of Life

the methodology used in the loss assessment study, which can predict losses due to earthquakes. Actual losses and estimated losses in 11 provinces were compared. The modified death coefficients used in the loss of life estimates and the actual results have taken similar values. Even though the heavily damaged and destroyed numbers do not exactly match in the cities where the destruction is great, it has been observed that the loss estimation stages are applied in general, giving similar results. The results of the study were examined and the results were analyzed with their justifications.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

## 1. Giriş

Geçmişte meydana gelen depremler, aktif deprem kuşakları üzerinde bulunan Türkiye’de yaşayan insanların hayatlarının bir parçası olduğunu göstermiştir. Buna göre yaşamalı ve bu gerçeğe uygun şekilde barınma ihtiyacını karşılamalıdır. Çünkü Türkiye, sınırları içerisinde birçok aktif fay zonunu içermektedir. Bunlardan en önemlileri Kuzey Anadolu ve Doğu Anadolu Fay zonlarıdır. Tarih boyunca bu faylar üzerinde meydana gelen depremler çok önemli can ve mal kayıplarına neden olmuştur (Bikçe, 2015). Bu faylar Şekil 1’de gösterilmiştir (Sünbül ve Sünbül, 2018). 1939 Erzincan, 1971 Bingöl, 1992 Erzincan, 1999 Gölçük, 2003 Bingöl, 2010 Karakoçan, 2011 Van, 2020 Elazığ, 2020 İzmir, 2023 Maraş depremleri ülkemizde ciddi can ve mal kayıplarına neden olan depremlere örnek olarak verilebilir.



Şekil.1 Türkiye’deki önemli aktif fay zonları

Türkiye’de sismik boşluk olarak araştırmacılar tarafından belirlenen fay segmentleri mevcuttur. Marmara bölgesindeki İstanbul’u da etkileyecek bir sismik boşluk, Kuzey Anadolu Fayı üzerinde Bingöl’ün Yedisu ilçesi yakınlarındaki Yedisu sismik boşluğu, Doğu Anadolu fayının Palu ile Bingöl arasında kalan kısmındaki Bingöl sismik boşluğu önemli sismik boşlukların başında gelmektedir (Akbayram vd., 2022). Bu sismik boşluklar gibi literatürde Kahramanmaraş’ın Pazarcık ilçesinde de bir sismik boşluğun bulunduğu ve bu sismik boşlukta

bir deprem meydana gelmesi beklenen bir durumdur. Nitekim 06 Şubat 2023 tarihinde yerel saatle 04.17’de ve 13.24’te iki farklı fay zonunda büyük yıkıcı depremler meydana gelmiştir (AFAD 2023). Bu depremler ile ağırlıklı olarak Güney Doğu ve Doğu Anadolu bölgesindeki illeri kapsayan 11 il depremden etkilenmiştir. Bu depremlerden ilki, Doğu Anadolu Fay zonu ve Ölü Deniz Fay zonu birlikte kırılmasıyla meydana gelmiştir. İkinci deprem ise Doğu Anadolu Fay zonu Elbistan ilçesine doğru uzanan bir kolu olan Çardak Fayı üzerinde meydana gelmiştir (Afet ve Acil Durum Başkanlığı, 2023).

Depremlerin yıkıcı etkileri ve yapısal hasar kaynaklı meydana gelen can kayıplarının tahmini gelecekte olması muhtemel depremlere alınması gereken önlemler açısından önem kazanmaktadır. Ayrıca, bu kayıp tahminleri, deprem sonrası arama-kurtarma faaliyetlerine de yön verme açısından kritik bir öneme sahiptir. Bu çalışmalar genel olarak kayıp değerlendirme çalışmaları olarak literatürde isimlendirilmektedir ve meydana gelmiş depremler üzerinden elde edilen veriler, mevcut bina durumlarının bir arada değerlendirilmesi ile gelecekte olması muhtemel depremlerden kaynaklı kayıpları tahmin etmek üzerine olasılıksal değerlendirmelerdir (Askan vd., 2011; Coşkun, 2021; Işık vd., 2019; Uğurhan vd., 2011). Bu kayıp çalışmaları literatürde birçok farklı açıdan değerlendirilmekte fakat genel olarak 3 ana başlıkta dikkate alınmaktadır. Bu 3 başlık şu şekildedir:

- Yapısal hasar kaynaklı kayıplar
- Can ve mal kayıpları, ekonomik kayıplar
- Ulaşım ve iletim hatlarında meydana gelebilecek kayıplar

Bu kayıp değerlendirme çalışmaları, çeşitli yazılımlar ile bölgesel olarak yapılmaktadır. Bu

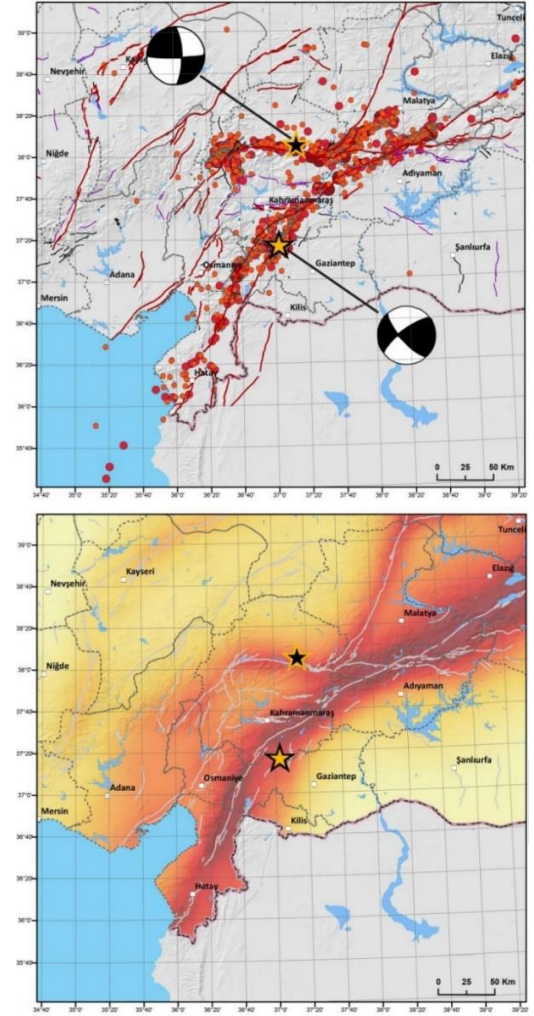
alanda üniversiteler ve kurumların birçok hasar kaynaklı kayıp tahmin yazılımları mevcuttur. Bunlara örnek olarak aşağıdaki yazılımlar verilebilir (HANCILAR vd. 2019; Işık vd. 2019; Ercan Işık, 2010):

- DBELA
- MAEVIZ
- ELER
- HAZUS
- HAZTURK
- AFAD-RED

Bu çalışmada da 06 Şubat 2023 tarihli Kahramanmaraş depremlerinde meydana gelen can ve mal kayıpları, yapısal hasar kaynaklı gerçek kayıp sonuçları, kayıp değerlendirme metodolojisi kullanılarak tahmin edilen kayıplar ile karşılaştırılmıştır. Deprem sonrası istasyonlardan elde edilen PGA değerleri üzerinden kırılma eğrileri ile yapıların hasar görülebilirlikleri elde edilmiş, bu yapısal hasarlar üzerinden can kayıplarının tahmini yapılmıştır. Gerçek ve tahmin edilen değerlerin birbiri ile uyumu incelenmiş, sonuçlar gerekçeleri ile irdelenmiştir.

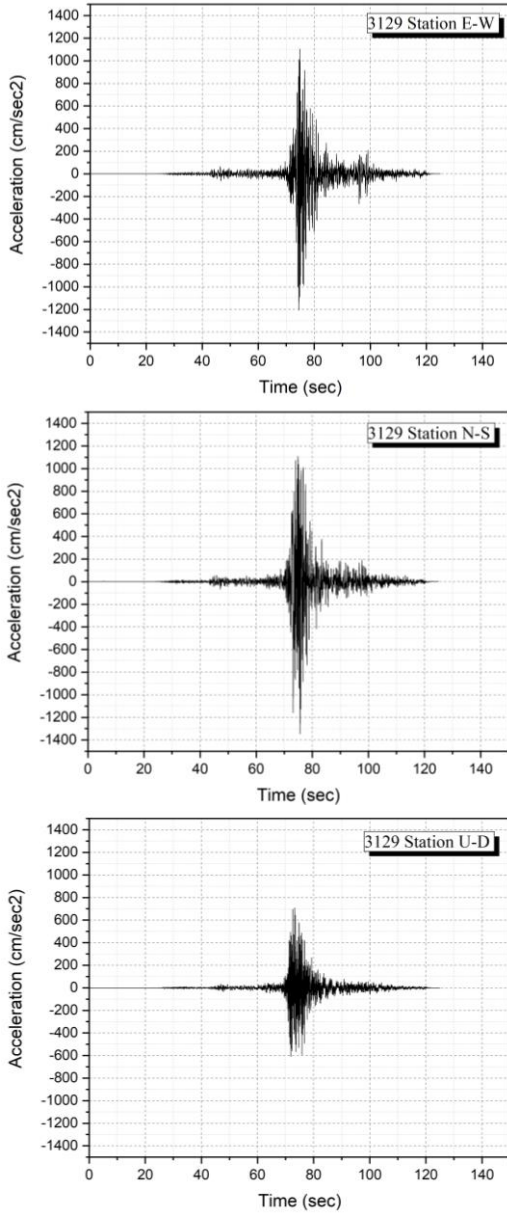
## 2. 06 Şubat Kahramanmaraş Depremleri

6 Şubat 2023 günü, Türkiye'nin güneyinde yerel saat ile 4.17 ve 13.24'te Kahramanmaraş merkezli Pazarcık ve Elbistan merkezli 2 deprem meydana gelmiştir. AFAD'ın açıkladığı verilere göre büyüklükleri sırasıyla Mw 7.7 ve Mw 7.6'dır. Pazarcık merkezli deprem Ölüdeniz Fay Zonu ile Doğu Anadolu Fay Zonu üzerinde meydana gelirken, Elbistan depremi ise Doğu Anadolu Fay Zonunun bir kolu olan Çardak Fayında meydana gelmiştir. AFAD'ın yayınladığı deprem ön raporuna göre meydana gelen depremlerin konumları ve artçı şok aktiviteleri aşağıdaki Şekil 2'de verilmiştir (Afet ve Acil Durum Başkanlığı, 2023). Ayrıca Türkiye Deprem Tehlike Haritasından elde edilen bölgeye ait tehlike haritası Şekil 2'de verilmiştir.

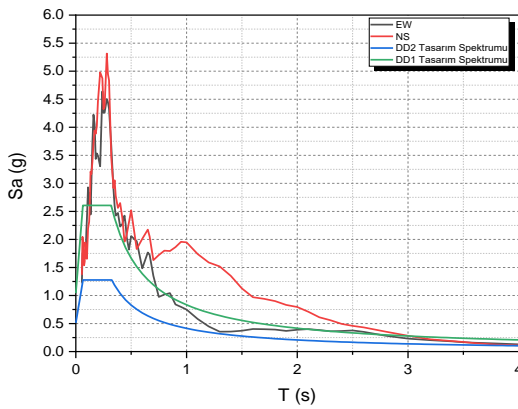


Şekil.2 Depremin artçı şok aktiviteleri ve merkez üssü (Afet ve Acil Durum Başkanlığı, 2023).

Bölgenin deprem tehlike haritasından elde edilen deprem tehlikesi, deprem sonrası ölçülen ivme değerleri ile örtüşmemektedir. Depremin meydana getirdiği ivme değerleri yönetmelik koşullarını bazı bölgelerde sağlamamakta ve beklenenden daha yüksek değerlerde kaldığı görülmektedir. Şekil 3'te AFAD veri tabanından (Afet ve Acil Durum Başkanlığı, 2023) elde edilen 3129 istasyonuna ait ivme, hız ve deplasman grafikleri verilmiştir. 3129 Hatay istasyonuna ait ivme kayıtlarından elde edilen ivme spektrumları ile deprem yönetmeliğindeki tasarım spektrumları DD1 ve DD2 deprem yer hareket düzeyleri için karşılaştırılmıştır (Şekil 4). Bu karşılaştırmada depremin etkisinin yönetmelikteki yer hareket düzeylerinin çok üstünde kaldığı görülmektedir.



Şekil.3 3129 İstasyonuna ait ivme, hız ve deplasman grafikleri



Şekil.4 3129 istasyon verileri kullanılarak davranış ve tasarım spektrumlarının karşılaştırılması

Pazarcık ve Elbistan depremleri neticesinde ülkemizin 11 şehri doğrudan etkilenmiştir. Bu

şehirlerde birçok bina hasar görmüş ve ülke nüfusunun yaklaşık %15'i depremden etkilenmiştir. Adrese dayalı nüfus kayıt sistemi verilerine göre depremden etkilenen şehirlerde 14.013.196 kişi ikamet etmektedir (İstanbul Teknik Üniversitesi 2023). Depremden etkilenen iller ve bu illere ait nüfus verileri aşağıdaki Çizelge 1'de verilmiştir.

Tablo.1 Depremden etkilenen iller ve nüfusları.

Depremden Etkilenen İller	Nüfus
Adana	2274106
Adıyaman	635169
Diyarbakır	1804880
Elazığ	591497
Gaziantep	2154051
Hatay	1686043
Malatya	812580
Kahramanmaraş	1177436
Şanlıurfa	2170110
Kilis	147919
Osmaniye	559405
Bölge Toplamı	14013196
Erkek	7049219
Kadın	6963977
Türkiye	85279553
Erkek	42704112
Kadın	42575441

İllerde meydana gelen yapısal hasarlara bakıldığında birçok neden ortaya çıkmaktadır. Bunlar genel olarak; binaların yaşı, yönetmelik koşullarına uyulmaması, mühendislik hizmeti almayan binalar, malzeme ve işçilik kalitesinin düşük olması, farklı kat seviyelerinde bitişik nizam binaların bulunması, giriş katlarda bulunan ticari alanlar nedeniyle yapının taşıyıcı sisteminin sonradan değiştirilmesi, en kesit boyutlarının ve donatı miktarlarının yetersizliği ve kötü zemin koşullarıdır. Hasar oluşturan durumlara daha birçok neden eklenebilir. Bu hata ve eksikliklerden dolayı depremden etkilenen bölgelerde yapı stokuna ait binaların büyük bir bölümü ya ağır hasar almış ya da tamamen göçmüştür. Göçme mekanizmalarına bakıldığında yana yatma, sandviç şeklinde göçme, dönerek göçme, sıvılaşma kaynaklı batma veya yana doğru eğilme şeklinde yapıların hasar gördüğü binalar



mevcuttur. Depremden etkilenen bölgeler incelendiğinde doğru taşıyıcı sistem seçimleri, doğru zemin tespitleri ile sağlam zeminlere inşa edilen yapıların hasar almadığı da görülmüştür. Bu yapılara sismik izolatör kullanılan kamu hastaneleri ve devlet destekli inşa edilen toplu konutlar örnek verilebilir. Bu yapılarda hasarlar çok sınırlı kalmıştır. Bu derece büyük bir depremde bile yönetmelik koşullarına uyulmasının, taşıyıcı sistemin doğru seçilmesinin, sağlam zemine doğru yapılar inşa edilmesinin deprem risklerini en aza indirdiği görülmektedir. Aşağıda verilen Şekil 5'te deprem bölgesinde hasar gören yapı örnekleri verilmiştir.

Deprem kaynaklı etkilenen şehirler nüfus ve yüz ölçümü olarak önemli bir alan kaplamaktadır. Depremin etkilediği alan, Avrupa'daki birçok ülkenin toplamından daha büyüktür. Bunu anlayabilmek için aşağıdaki Şekil 6'da verilen görsel incelenebilir. Etkilenen alan yaklaşık olarak Belçika ve Hollanda'nın toplamı kadardır.



Şekil.5 Hasarlı yapı örnekleri

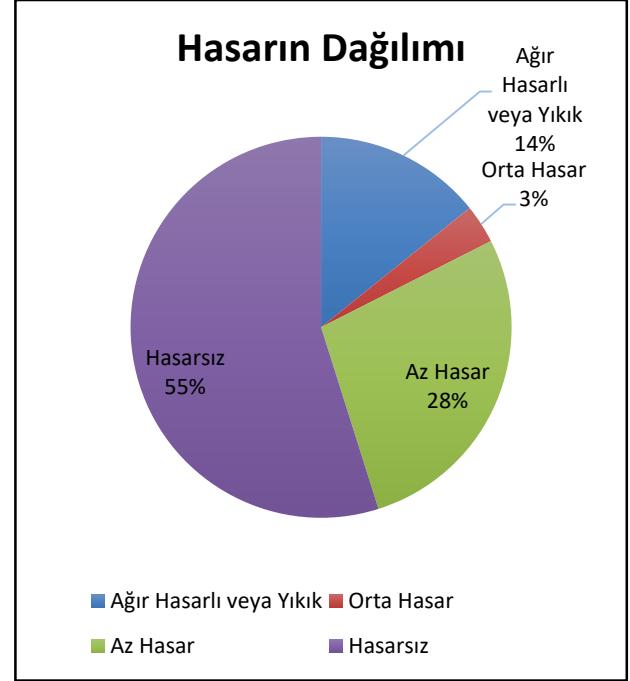


Şekil.6: Depremin etkilediği bölgenin büyüklük karşılaştırması

### 3. Depremler Nedeniyle Meydana Gelen Kayıplar

Depremler sonrası meydana gelen hasarlar, devlet kurumlarının yaptığı hasar tespit çalışmaları ile daha net bir şekilde ortaya çıkmaktadır. Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı koordinasyonunda devam eden hasar tespit çalışmaları ile bölgedeki acil yıkılması gereken, yıkık, ağır hasarlı, orta hasarlı, az hasarlı ve hasarsız binalar tespit edilmektedir. 3 Mart 2023 tarihli Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı verilerine göre 830806 bina 3273628

bağımsız bölümde hasar tespiti yapılmış ve bu binaların 105794'ü ağır hasarlı, yıkık veya acil yıkılması gereken binalar olarak değerlendirilmiştir (Çevre Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı, 2023). Deprem kaynaklı hasarların dağılımı ve illere göre hasar sınıflarının dağılımı 7 ve 8'de ve Çizelge 2'de verilmiştir. Şekil 9'da illere göre hasarlı yapı dağılımları ve yapım yılları verilmiştir. Şekil 10'da ise hasarlı yapıların dağılımı harita üzerinde gösterilmiştir.

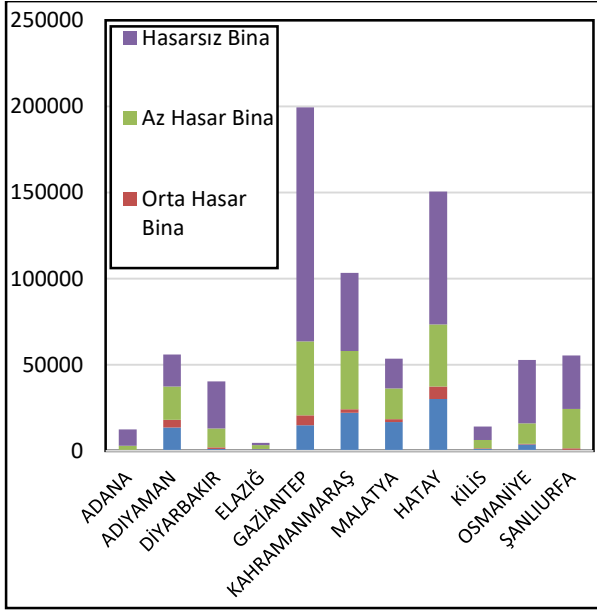


Şekil.7 Deprem kaynaklı hasar dağılımı

Çizelge.2 Kahramanmaraş depremlerinde etkilenen illerdeki hasarlı yapı dağılımı.

Şehirler	İncelenen Bina Sayısı	Ağır Hasarlı veya Yıkık	Orta Hasar	Az Hasar	Hasarsız
Adana	13141	97	462	2568	9396
Adıyaman	63452	13730	4338	19410	18598
Diyarbakır	45149	1110	1044	10977	27334
Elazığ	4810	1036	174	2176	1266
Gaziantep	228272	15008	5662	42945	135809
Kahramanmaraş	117801	22113	2208	33664	45395
Malatya	64883	16870	1694	17745	17333
Hatay	158112	30112	7281	36112	77107
Kilis	15387	1261	307	4746	7918
Osmaniye	56371	3794	465	11830	36666
Şanlıurfa	63428	663	829	22913	30964
Toplam	830806	105794	24464	205086	407786

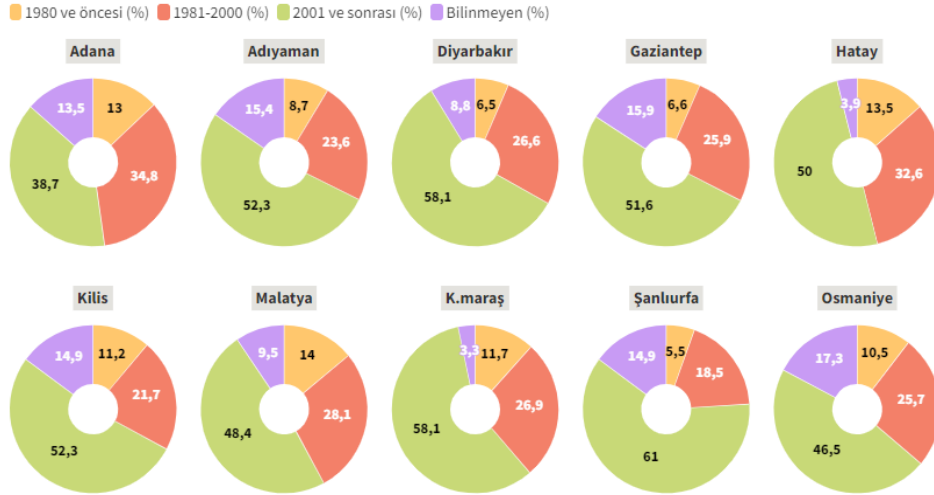




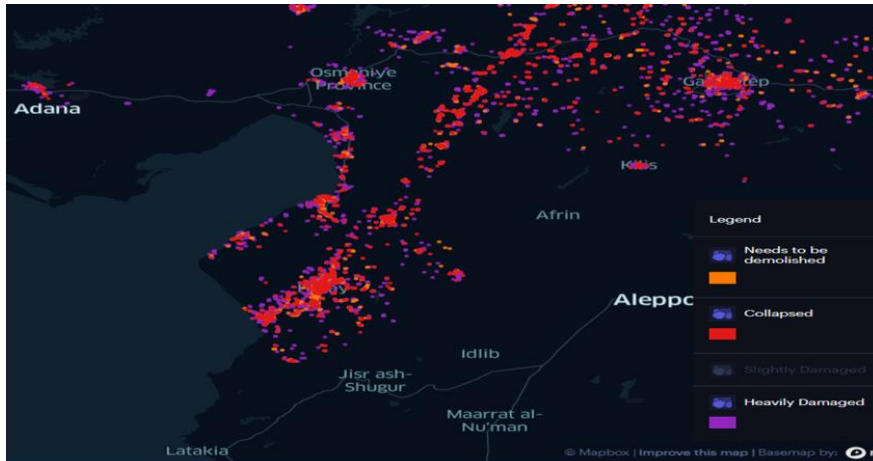
Şekil.8 İllere göre deprem kaynaklı hasar sınıflarının dağılımı

Yapısal hasar kaynaklı can kayıpları deprem sonrasında ne yazık ki çok yüksek olmuştur. 5

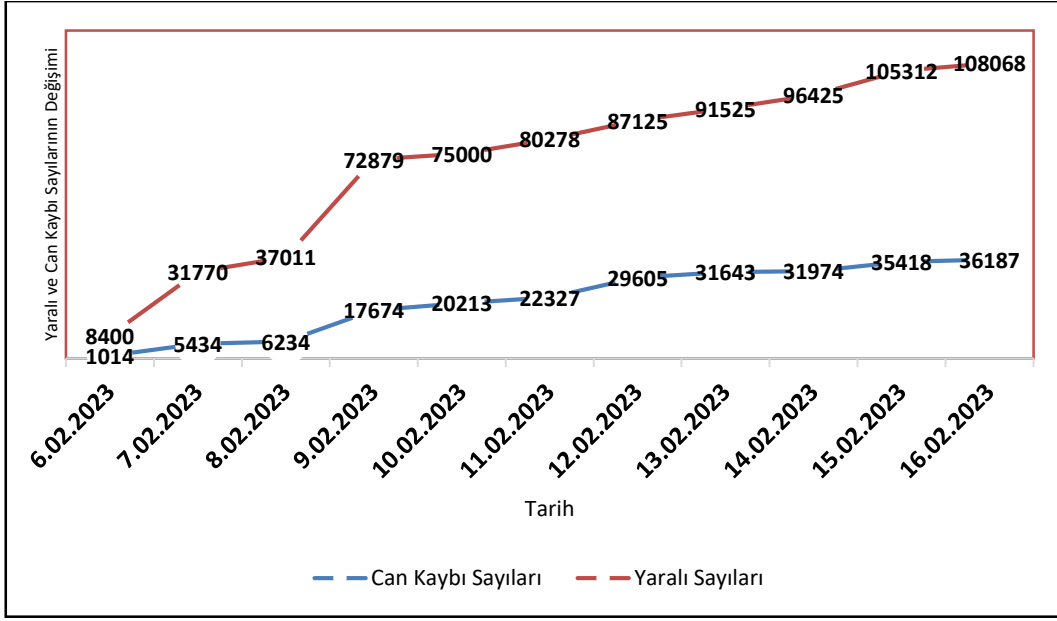
Nisan 2023'te AFAD verilerine göre 50399 vatandaşımız hayatını kaybetmiştir. Can kayıpları arama kurtarma faaliyetlerinin hızı ile doğrudan ilişkilidir. Arama kurtarma faaliyetlerinin yavaş ilerlemesi veya geç başlaması durumunda enkazlar ve hasarlı yapılardan canlı kurtarma olasılığı düşmektedir. Bu depremlerin etkilediği alanın büyük olması ve bu alana yayılı bir yıkımın olması arama kurtarma faaliyetlerinin hızını yavaşlatmıştır. Aşağıdaki iki şekilde (Şekil 11 ve 12) tarihlere göre can kaybı ve yaralı sayılarının değişimini göstermektedir. Depremin ilk aşamalarında yaralı sayıları çok hızlı artarken sonuna doğru yavaşlamıştır. Can kaybı sayılarında ise depremin üzerinden yaklaşık 10 gün geçmesinin ardından can kaybı sayılarındaki artış yavaşlamıştır. Bu değişime bakılarak enkaz kaldırma çalışmalarının tamamlanmasından sonra toplam can kaybı sayısının 50000'in biraz daha üzerine çıkacağı beklenmektedir.



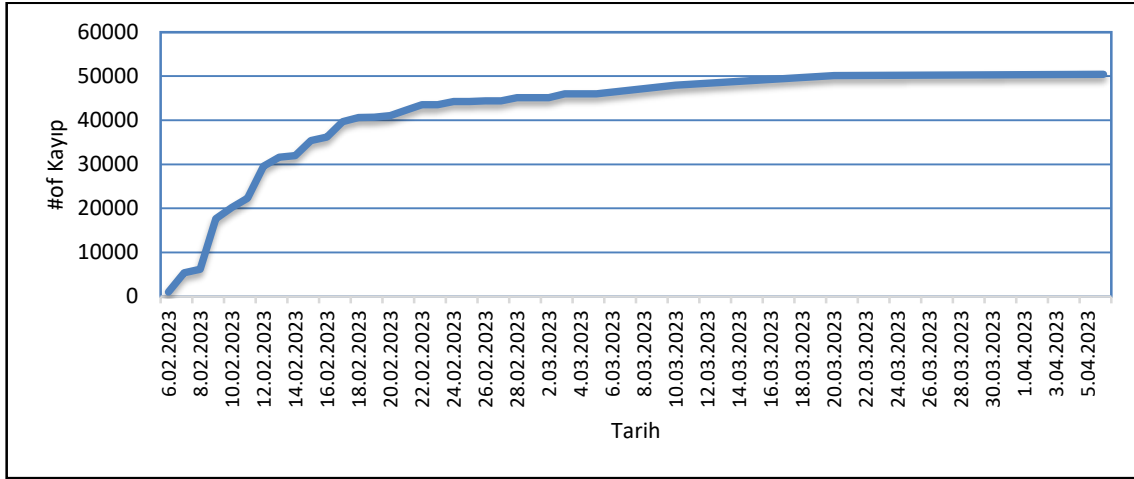
Şekil.9 Hasarlı yapıların illere ve yapım yılına göre dağılımı



Şekil.10 Depremdeki hasar dağılımının harita üzerinde gösterimi(İTÜ-UHUZAM)



Şekil.11 Deprem kaynaklı can kaybı ve yaralı sayısının değişimi



Şekil.12 Can kaybı sayılarının 5 Nisan 2023'e kadar değişimi

#### 4. Kayıp Değerlendirmesinde İzlenen Yöntem

Kayıp değerlendirme çalışmaları genel olarak 4 ana aşamadan meydana gelir. Bu aşamalar; deprem tehlikesinin belirlenmesi, yapı stok özelliklerinin belirlenmesi, yapısal analiz ve can ve mal kayıplarının belirlenmesidir (Ay ve Erberik, 2008; M. Erdik vd., 2003; M. Erdik ve Durukal, 2006; Mustafa Erdik, 2017). Deprem tehlikesinin tespiti aşamasında, öncelikle bölgede bulunan sismik kaynaklar belirlenir ve bu sismik kaynakların jeolojik özellikleri ortaya çıkarılır. Sonrasında bu sismik kaynakların meydana getireceği olası depremlerin ortaya koyacağı etki azalım ilişkileri ile belirlenir. Azalım ilişkilerinden elde edilen deprem parametreleri yapı stok özelliklerinin belirlenmesi ile analizler sonucunda elde edilen

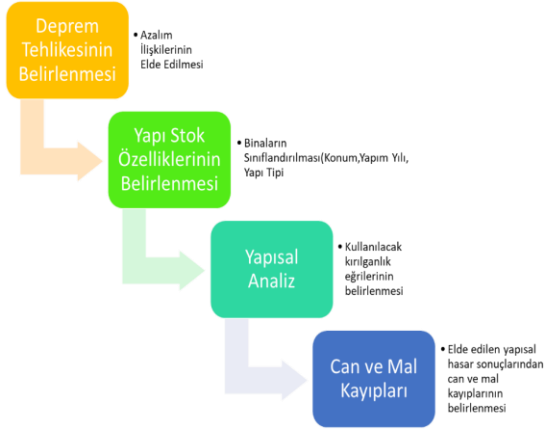
kırılgnlık eğrilerine giriş parametresi olarak kullanılır. Sonrasında bu kırılgnlık eğrilerinden alınan sonuçlar yapısal hasarların hasar seviyelerine dağılımı hakkında bilgiler verir. Bu bilgiler neticesinde mevcut yapı stokundaki hasarlı yapılar belirlenir ve ardından yapısal hasar kaynaklı can ve mal kayıplarına bu değerler ile geçiş yapılabilir. Kayıp değerlendirmesi ile ilgili izlenecek yol haritası aşağıdaki bölümde detaylı olarak açıklanmıştır.

Burada azalım ilişkileri devreye girer ve talep deprem parametresinin tahmininde kullanılır. Sonrasında yapı stok özelliklerinin, yapıların karşılaşıacağı hasar durumunun tahmini için belirlenmesi gerekmektedir. Kayıp değerlendirme çalışmaları için yapı stoku ile ilgili



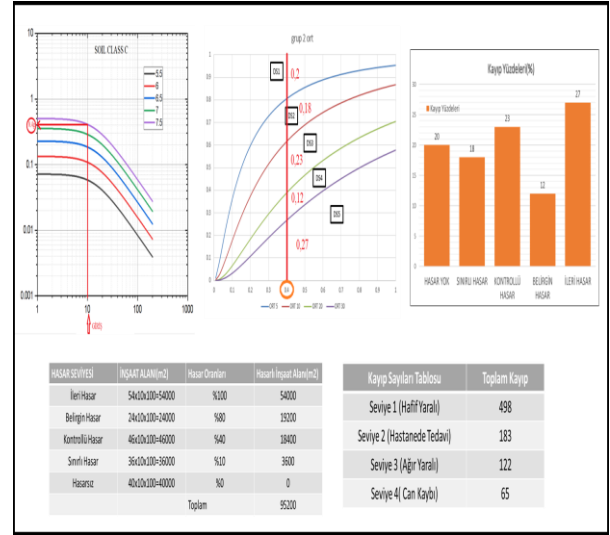
geometrik konumlar, yapım yılları ve yapıların tipleri ile ilgili bilgilerin toplanması gerekmektedir. Bu bilgiler toplandıktan sonra yapısal analiz adımına geçilerek bina kapasiteleri ve yapıların hasar görebilme olasılıklarını veren kırılma eğrileri belirlenir. Kırılma eğrileri belirlendikten sonra yapısal hasarlar tahmin edilebilir. Yapısal hasarların tahmin edilmesinden sonra bu veriler üzerinden can ve mal kayıplarının tahmini gerçekleştirilir. Kayıp tahmin analiz aşamaları aşağıdaki Şekil 13'te verilmiştir.

Kayıp tahmin analizlerinde bu aşamalar; teorik olarak azalım ilişkilerinin elde edilmesi, senaryo depremlerinin belirlenmesi ve kırılma eğrilerinin ortaya çıkarılması ve yapısal hasarların tahmin edilmesini içerir.



Şekil.13 Kayıp tahmin analiz aşamaları

Sonrasında bu veriler kullanılarak can ve mal kayıplarının tahminine geçilir. Deprem tehlikesi belirlenirken gerekli olan veri bölgedeki fayların özellikleridir. Bu bilgiler kullanılarak azalım ilişkileri elde edilip, senaryo depremler üretilerek meydana gelecek deprem talebi belirlenir. Bu deprem talebi kırılma eğrilerine giriş için kullanılır ve kırılma eğrisinin yansıttığı bina grubu için hasar görebilme olasılıklarını elde etmemizi sağlar. Bu olasılıklar yapı stoku üzerinde değerlendirilerek hangi yapıların hangi hasar sınırları içerisinde kaldığı belirlenir. Yapısal hasar sonuçlarına göre, literatürdeki katsayı çizelgeleri kullanılarak can kayıpları ve ekonomik kayıplar tahmin edilir. Örnek işlem adımları aşağıdaki Şekil 14'te verilmiştir.



Şekil.14 Kayıp değerlendirme işlem adımları

## 5. Bulgular ve Değerlendirmeler

Bu çalışmada uygulanan kayıp değerlendirme yöntemi Mw 7,7 6 Şubat Kahramanmaraş depremi verileri kullanılarak değerlendirilmiş ve gerçek veriler ile tahmin verileri karşılaştırılmıştır. 3 Mart 2023 verileri kullanılarak yapılan incelemede o güne kadar olan hasarlı yapı ve can kaybı sayısı üzerinden değerlendirmeler gerçekleştirilmiştir. Her şehir merkezine en yakın istasyondan ölçülen ivme değerleri alınmış (Çizelge 3) ve bu değerler yazarlardan Ömer Faruk Nemutlu'nun doktora tez çalışmasındaki (Nemutlu 2023) kırılma eğrilerinde kullanılmıştır. Bu kırılma eğrilerinden en genel yapı özelliğini yansıtan 4'lü gruplandırmanın 2 nolu sınıflandırmasına ait kırılma eğrisi kullanılarak (Şekil 15) bölgedeki yapıların hasar görebilme olasılıkları belirlenmiştir. Belirlenen hasar görebilme olasılıkları ile yapısal hasar durumları belirlenmiş bu sonuçlar kullanılarak can kaybı tahmini gerçekleştirilmiştir. 3 Mart 2023 verilerine göre o güne kadar olan can kaybı sayısı 45089 olarak açıklanmıştır. Tez çalışmasındaki yapmış olduğumuz can kaybı tahminine göre 47920 olarak can kaybı tahmin edilmiştir. Yazarın tez çalışmasında önerdiği modifiye can kaybı katsayıları Erdik' in (Erdik 2017) çalışmasında önerilen can kaybı katsayıları üzerinden hazırlanmıştır. Bu katsayılar günümüzde gelişen arama-kurtarma faaliyetlerinin can kaybı değişimlerine olumlu şekilde yansıtılması ile elde edilmiştir. Çizelge 4 ve

Çizelge 5 can kaybı katsayılarını göstermektedir. Tez çalışmasındaki (Nemutlu 2023) tahminimizin yüksek çıkması hasar tespit ve enkaz kaldırma çalışmalarının göz ardı edilmesidir. Ayrıca bu can kaybı tahminlerinde önerilen modifiye can kaybı kat sayıları kullanılmıştır. Bu katsayılar modifiye (Çizelge 5) edilmeden değerlendirilseydi can kaybı sayıları gerçek değerlerin çok altında kalacaktı. Hasar tahminlerinde ise değerlendirilen 11 ilin 7 sinde ağır hasarlı ve yıkık yapılar çok yakın şekilde tahmin edilmiştir. Yıkımın çok yüksek olduğu Adıyaman, Hatay, Malatya ve Kahramanmaraş'ta ağır hasarlı yapılar üzerinden elde edilen gerçek kayıp değerleri ile tahmin edilen kayıp değerler arasında farklar bulunmaktadır. Tahmin edilen değerler gerçek değerlerin üzerinde kalmaktadır. Genel olarak orta hasarlı yapıların da tahminleri ile gerçek sonuçları örtüşmemektedir.

**Çizelge.3** Kayıp değerlendirmesi için şehir merkezlerine yakın istasyonlardaki ölçülen PGA değerleri

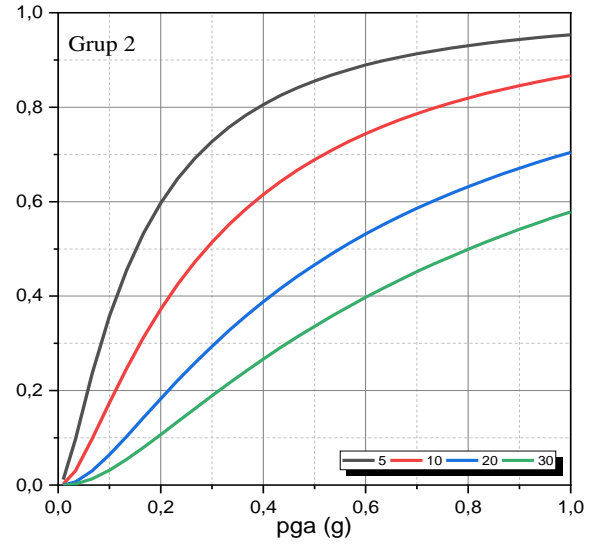
İller	İstasyon	PGA-NS (g)
Adana	0118	0.04
Adıyaman	0201	0.48
Diyarbakır	2101	0.08
Elazığ	2308	0.19
Gaziantep	2708	1.13
Kahramanmaraş	4616	0.66
Malatya	4404	0.14
Hatay	3129	1.37
Kilis	7901	0.05
Osmaniye	8002	0.14
Şanlıurfa	6304	0.21

**Çizelge.4** Can Kaybı Katsayıları

Katsayılar Tablosu	Sınırlı Hasar	Kontrollü Hasar	Belirgin Hasar	İleri Hasar(Göçme)
Seviye 1 (Hafif Yaralı)	0,05	0,2	1	30
Seviye 2 (Hastanede Tedavi)	0,005	0,02	0,5	11
Seviye 3 (Ağır Yaralı)	0	0	0,02	7,5
Seviye 4 (Can Kaybı)	0	0	0,01	4

**Çizelge.5** Modifiye Can Kaybı Katsayıları

Katsayılar Tablosu	Sınırlı Hasar	Kontrollü Hasar	Belirgin Hasar	İleri Hasar(Göçme)
Seviye 1 (Hafif Yaralı)	0,075	0,3	1,5	45
Seviye 2 (Hastanede Tedavi)	0,0075	0,03	0,75	16,5
Seviye 3 (Ağır Yaralı)	0	0	0,01	3,75
Seviye 4 (Can Kaybı)	0	0	0,005	2

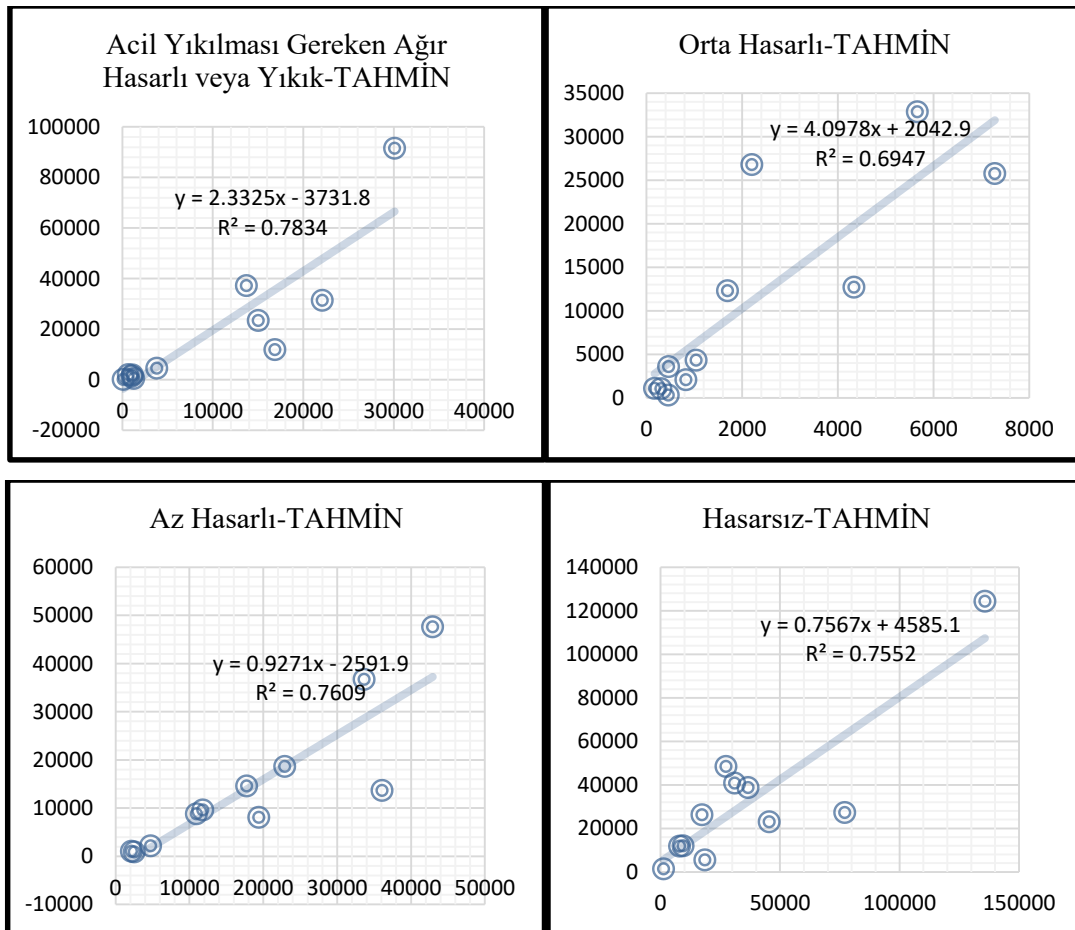


**Şekil.15** Kullanılan Kırılma Eğrisi

Gerçek veriler ile tahmin edilen veriler arasındaki korelasyon Şekil 16'da verilmiştir. Orta hasarlı yapılar için verilen ilişkide R2 değerleri 0.69 çıkmaktadır. Diğer hasar gruplarında bu değerler 0.70'in üzerindedir. Bunun nedeni hasar tespit sonuçlarının tamamlanmamış olması ve bu durumun gerçek sonuçları etkilemesidir. Ayrıca orta hasarlı ve ağır hasarlı yapı kavramı çok fazla yoruma dayalı kavramlardır. Hasar tespiti yapan uzmanın bilgi birikimi ve tecrübesiyle doğrudan ilgilidir. Böylesine büyük bir depremde ağır hasarlı ve yıkık binaların saha tecrübelerine dayanarak daha yüksek olması beklenen bir durumdur. Bu nedenle tahminlerin gerçek verilerle bazı kısımlarda örtüşmemesi durumunda dahi genel anlamda bir uyum gösterdiği görülmektedir. Aşağıda verilen Çizelge 6'da gerçek veriler ile tahmin edilen hasarlı yapı sayılarının illere göre dağılımı verilmiştir.

**Çizelge.6** Gerçek veriler ile tahmin edilen hasarlı yapı sayılarının illere göre dağılımı

İller	Acil	Acil	Orta	Orta	Az Hasarlı- GERÇEK	Az Hasarlı- TAHMİN	Hasarsız- GERÇEK	Hasarsız- TAHMİN
	Yıkılması Gereken Ağır Hasarlı veya Yıkık- GERÇEK	Yıkılması Gereken Ağır Hasarlı veya Yıkık- TAHMİN		Hasarlı- GERÇEK				
Adana	97	86	462	302	2568	874	9396	11878
Adıyaman	13730	37178	4338	12708	19410	8050	18598	5516
Diyarbakır	1110	1920	1044	4309	10977	8815	27334	48408
Elazığ	1036	1413	174	1060	2176	1025	1266	1311
Gaziantep	15008	23461	5662	32853	42945	47603	135809	124355
Kahramanmaraş	22113	31389	2208	26762	33664	36701	45395	22928
Malatya	16870	11856	1694	12303	17745	14565	17333	26160
Hatay	30112	91459	7281	25737	36112	13647	77107	27269
Kilis	1261	466	307	1045	4746	2138	7918	11739
Osmaniye	3794	4493	465	3561	11830	9588	36666	38730
Şanlıurfa	663	1990	829	2081	22913	18625	30964	40731



**Şekil.16** Gerçek veriler ile tahmin edilen verilerin hasar seviyelerine göre uyumu

## 6. Sonuçlar

Çalışmada elde edilen bulgular değerlendirildiğinde aşağıda maddeler halinde verilen sonuçlar elde edilmiştir:

- Can kayıplarının tahmini ile gerçek sonuçlar örtüşmektedir. Bu durum can kaybı katsayılarının olumlu yönde modifiye edilmesinin doğruluğunu göstermektedir.
- Hasar tahminlerinde ise değerlendirilen 11 ilin 7 sinde ağır hasarlı ve yıkık yapılar çok yakın şekilde tahmin edilmiştir. Yıkımın çok yüksek olduğu Adıyaman, Hatay, Malatya ve Kahramanmaraş'ta gerçek değerler ile tahmin edilen değerler arasında ağır hasarlı yapı sayısında farklar bulunmaktadır. Tahmin edilen değerler gerçek değerlerin üzerinde kalmaktadır.
- Genel olarak orta hasarlı yapıların tahmininde de tahminler ile gerçek sonuçlar örtüşmemektedir. Bunun nedeni hasar tespit sonuçlarının tamamlanmamış olmasıdır. Ayrıca orta hasarlı ve ağır hasarlı yapı kavramı çok fazla yoruma dayalı kavramlardır. Hasar tespiti yapan uzmanın bilgi birikimi ve tecrübesiyle doğrudan ilgilidir.
- Böylesine büyük bir depremde ağır hasarlı ve yıkık bina sayılarının saha tecrübelerine dayanarak daha yüksek olması gerektiği beklenen bir durumdur. Bu nedenle tahminlerin gerçek verilerle bazı kısımlarda örtüşmemesine rağmen genel anlamda bir uyum gösterdiği görülmektedir.

## 7. Kaynaklar

- AFAD, 2021. <https://www.afad.gov.tr/>. Tarihinde 05 Ocak 2021, adresinden erişildi <https://www.afad.gov.tr/>
- Afet ve Acil Durum Başkanlığı, 2023. 06 Şubat 2023 Pazarcık (Kahramanmaraş) Mw 7.7 Elibstan (Kahramanmaraş) Mw 7.6 Depremlerine İlişkin Ön Değerlendirme Raporu".
- Akbayram, K., Bayrak, E., Pamuk, E., Özer, Ç., Kıranşan, K., Varolgüneş, S., 2022. Dynamic sub-surface characteristic and the active faults of the Genç District locating over the

Bingöl Seismic Gap of the East Anatolian Fault Zone, Eastern Turkey. *Natural Hazards*, **114**(1), 825–847.

- Askan, A., Uğurhan, B., Ün, E. M., Erberik, M. A. 2011. Batı Marmara Bölgesi için Alternatif Yöntemlerle Deprem Hasar ve Kayıp Tahmini Çalışmaları. 1. Türkiye Deprem Mühendisliği ve Sismoloji Konferansı, Ankara, 1-9.
- Ay, B. Ö., Erberik, M. A., 2008. Vulnerability of Turkish low-rise and mid-rise reinforced concrete frame structures. *Journal of Earthquake Engineering*, **12**(2), 2–11.
- Bikçe, M., 2015. Türkiye’de Hasara Ve Can Kaybına Neden Olan Deprem Listesi (1900-2014). İçinde *3.Türkiye Deprem Mühendisliği ve Sismoloji Konferansı*, İzmir, Türkiye, 1-10.
- Çevre Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı. 2023. [csb.gov.tr](https://csb.gov.tr/).
- Çoşkun, A. M., 2021. Afet Yönetimi ve Karar Destek Sistemi (AYDES) Üzerine Bir Çalışma. *Kamu Yönetimi ve Teknoloji Dergisi*, **3**(1), 61–80.
- Erdik, M., Aydinoglu, N., Fahjan, Y., Sesetyan, K., Demircioglu, M., Siyahi, B., Durukal, E., Özbey, C., Biro, Y., Akman, H., Yuzugullu, O., 2003. Earthquake risk assessment for Istanbul metropolitan area. *Earthquake Engineering and Engineering Vibration*, **2**(1), 1–23.
- Erdik, M., Durukal, E., 2006. Earthquake loss assessment for Istanbul metropolitan area. *8th US National Conference on Earthquake Engineering 2006*, **8**(1), 4447–4456.
- Erdik, M., 2017., Earthquake risk assessment. *Bulletin of Earthquake Engineering*, **15**(12), 5055–5092.
- Hancılar, U., Şeşetyan, K., Çaktı, E., 2019. İstanbul’daki 2000 Yılı Sonrası Binalar İçin Tasarım Depremi Altında Karşılaştırmalı Yapısal Hasar ve Mali Kayıp Tahminleri. *Teknik Dergi*, **30**(3), 9107-9123.
- Işık, Ecan, Sağır, C., Tozlu, Z., Ustaoglu, Ü. S., 2019. Farklı Deprem Senaryolarına Göre Kırşehir İli Kayıp Tahmin Analizleri. *Doğal Afetler ve Çevre Dergisi*, **5**(1), 80–93.
- Işık, E., 2010. Bitliş şehri deprem performans analizi, Doktora Tezi, Fen Bilimler Enstitüsü,

Sakarya Üniversitesi.

Nemutlu, Ö. F., 2023. Bingöl ili şehir merkezindeki binalarda deprem performansı, yapısal riskler ve kayıpların incelenmesi, Doktora tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü.

Sünbül, F., Sünbül, A. B., 2018. Deprem etkileşimlerinde Coulomb gerilme kriteri değerlendirmesi; Doğu Anadolu fay hattı. *Karaelmas Science and Engineering Journal*, **8**(2), 523–535.

Ugurhan, B., Askan, A., Erberik, M. A., 2011. A methodology for seismic loss estimation in urban regions based on ground-motion simulations. *Bulletin of the Seismological Society of America*, **101**(2), 710–725.

İstanbul Teknik Üniversitesi, 2023. 6 Şubat 2023 Kahramanmaraş Depremleri İTÜ Deprem Raporu. İstanbul.

# Silindirik Depolama Tanklarında Oluşan Çalkantı Etkisinin Akışkan Türüne Bağlı Değişimi

Begüm Yurdanur DAĞLI<sup>1\*</sup>, Muhammet Ensar YİĞİT<sup>2</sup>, Yalçın BOSTANCI<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Manisa Teknik Bilimler MYO, İnşaat Bölümü, Manisa.

<sup>2,3</sup>Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Manisa

Sorumlu yazar e-posta\*: begum.dagli@cbu.edu.tr

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-2021-5450>

e-posta: ensar.yigit@cbu.edu.tr

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-0161-7144>

e-posta: yalcinbostanci478@gmail.com

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-0574-1935>

Geliş Tarihi: 10.04.2023

Kabul Tarihi: 18.09.2023

## Öz

Bu çalışma deprem kuvvetinin sıvı depoları gibi özel yapılarındaki yıkıcı etkisini, akışkan- yapı etkileşimi problemi açısından ortaya koymak amacı ile gerçekleştirilmiştir. Yapının dinamik davranışı tank öz ağırlığı, akışkan ağırlığı, çalkantı kuvveti ve deprem kuvveti dikkate alınarak araştırılmıştır. Düzce depremine ilişkin veriler kullanılarak doğrusal olmayan analizler yapılmıştır. ABAQUS sonlu elemanlar programı ile yapılan analizlerde çelik tank Lagrangian, seçilen üç farklı akışkan Eulerian yaklaşımı ile modellenmiştir. Hesaplar Coupled Eulerian-Lagrangian metod (CEL) üzerinden sürdürülmüştür. Analizlerde açık zaman entegrasyonu kullanılmıştır. Üstü kubbe şeklinde kapatılan silindirik çelik tankın %70 oranında su, yağ ve petrol ile dolu olduğu kabul edilmiştir. Tank üzerinde belirlenen referans noktalarında meydana gelen en büyük yer değiştirme ve Von Mises gerilme değerleri karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Serbest yüzey profilleri her akışkan için ayrı ayrı elde edilmiştir. Depolanılan akışkan türüne bağlı olarak çalkantı kaynaklı hidrodinamik kuvvetlerin yapı üzerindeki etkisinin değiştiği gözlenmiştir.

## Anahtar Kelimeler

Akışkan-yapı etkileşimi;  
CEL; Çalkantı; Eulerian-  
Lagrangian yaklaşımları

# Variation of Sloshing Effect in Cylindrical Storage Tanks Depending on Fluid Type

## Abstract

This study is conducted to demonstrate the destructive effect of earthquake force on special structures such as liquid tanks in terms of fluid-structure interaction problem. The dynamic behavior of the structure is investigated considering the tank's own weight, fluid weight, sloshing force, and earthquake force. Nonlinear analysis is performed using data from the Düzce earthquake. In the analyses applied with the ABAQUS finite element program, the steel tank is modeled using the Lagrangian approach, and three different fluid are modeled with the Eulerian approach. The calculations are carried out using the Coupled Eulerian-Lagrangian (CEL) method. Explicit time integration is utilized in the analysis. It is assumed that the torispherical closed cylindrical steel tank is filled with 70% water, oil, and petroleum. The maximum values of displacement and Von Mises stress at the reference points on the tank are presented comparatively. The free surface profiles are obtained for each fluid type separately. It has been observed that the effect of the hydrodynamic forces caused by sloshing on the structure changes depending on the type of stored fluid.

## Keywords

Fluid-structure  
interaction; CEL;  
Sloshing; Eulerian-  
Lagrangian approaches

## 1. Giriş

Yağ, su gibi akışkanların yanı sıra kimyasal sıvı ve petrol ürünlerinin depolanması ve taşınmasında da yaygın olarak kullanılan silindirik çelik tanklar, deprem, yapısal titreşimler, manevralar nedeni ile çalkantı dalgalarına ve bu dalgaların sebep olduğu

hidrodinamik kuvvetlere maruz kalmaktadırlar (Bayraktar vd. 2010). Tankın duvarlarına etkiyen hidrodinamik basınç kuvveti ve bunlara ilave momentler yapısal hasarlara hatta yıkımlara sebep olabilecek mertebelere kadar ulaşmaktadır (Bayer 2007). Tankın doğal titreşim frekansı ile çalkantı

frekansının birbirine yaklaşması rezonans riskini ortaya çıkarmakta bu da büyük yapısal hasarlara hatta göçmelere yol açmaktadır. Akışkan depolama tanklarında hidrodinamik kuvvetlere bağlı olarak meydana gelen hasar ve göçme tipleri, genellikle aşırı basınç gerilmesi etkisi altında tank duvarının burkulması, ankrajların göçmesi ve taban plağında plastik deformasyon şeklinde görülmektedir (Çelik 2018).

Serbest yüzeyli akışkanların elastik katı cisim ile kuvvet aktarımını içeren bu problem akışkan-yapı etkileşimine önemli bir örnek teşkil etmektedir. Bu nedenle mühendislik alanında konuya ilişkin analitik, nümerik ve deneysel birçok çalışma bulunmaktadır. Akışkan depolama tankları ile ilgili ilk araştırmalar; Jacobsen (1949), Graham ve Rodriguez (1952) ve Housner (1957) tarafından yapılmıştır. Akışkan depolama tankına ait dinamik analizler sismik yükler göz önünde bulundurularak gerçekleştirilmiştir. Virella vd. (2003) çatının, boş çelik tankların doğal periyotları üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Bu makalede, silindirik bir kabuk ve sabit bir çatı ile inşa edilen ince duvarlı çelik yerüstü tanklarının serbest titreşim sorunu ele alınmıştır. Shrimali ve Jangid (2003) "Earthquake response of isolated elevated liquid storage steel tanks" isimli çalışmalarında izole edilmiş yüksek, sıvı depolama çelik tanklarının deprem tepkilerini incelemişler, çalışmaların küçük ve geniş olmak üzere iki farklı tank modeli kullanmışlardır. Virella vd. (2005) çalışmalarında, çelik silindirik tankların doğal periyotları, mod şekilleri ile yatay hareketler altındaki tepkileri üzerindeki hidrostatik basınç ve kendi ağırlığından meydana gelen yükün etkisini araştırmışlardır. Çalışmalarında, silindir yüksekliği, çap oranları ve hassasiyet oranları farklı olan üç akışkan tank sistemini analiz etmişlerdir. Dooms vd. (2006) çalışmalarında, ovalleşme gözlenen bir siloya ait deneysel sonuçlarla doğrulanan sonlu elemanlar modeli sunmakta ve akışkan-yapı açısından inceleme yapmaktadırlar. Jianbao vd (2010) hacim artışı ile birlikte büyüyen silo boyutlarının belirlenmesi amacı ile bir çalışma yapmışlardır. Üç boyutlu sonlu elemanlar yöntemi kullanılarak doldurma ve boşaltma anında çeper basıncı hesaplanmıştır. Çalışma sonucunda statik duvar

basıncının büyük ölçüde Young modülü, Poisson oranı, tane duvar arası sürtünme katsayısı ve içsel sürtünme açısı ile bağlantılı olduğu görülmüştür. Chaduvula vd. (2013) yüksek su tanklarının sismik davranışını akışkan-yapı-zemin etkileşimi etkisi altında incelemişlerdir. Aynı zamanda analiz ettikleri yapının 1:4 ölçekli bir modelini yaparak sarsma tablası vasıtasıyla yapay bir deprem yüklemesi etkisi altında deneysel olarak da incelemişlerdir. Kotrasová vd. (2014) tarafından zemine sabitlenmiş silindirik tankın deprem kuvveti etkisi ile hidrodinamik analizi Sonlu Elemanlar Metodu kullanılarak ADINA yazılımı ile gerçekleştirilmiştir. Üstü açık silindirik sıvı depolama tankı analizi de iki yönlü akışkan yapı etkileşimi tekniği ile Lagrangian-Eulerian (ALE) formülasyonu kullanılarak yapılmıştır.

Bu çalışma kapsamında üç farklı akışkan ile %70 oranında doldurulmuş düşey silindirik çelik tankın sismik harekete bağlı davranışı incelenmiştir. Çelik vd. (2020) çalışmasında elde ettiği; sıvı tanklarının kubbe şeklinde kapatılmasının deformasyonları ve burkulmaları azalttığı sonucundan yola çıkılarak tank modeli oluşturulmuştur. Yapısal yüklerin yanı sıra su, yağ ve petrole ait akışkan ağırlığı göz önüne alınarak statik yükler hesaplanmıştır. Eşdeğer statik yatay yükler rijit duvarlı ve sabit tabanlı tankın doğrusal matematiksel modeline uygulanmıştır. Tank içerisinde kullanılan her bir akışkanın homojen ve sıkıştırılmaz olduğu göz önünde bulundurulmuştur. Analizlerde 1999 Düzce depremine ilişkin 1401 nolu istasyondan alınan veriler kullanılmıştır. Üç boyutlu silindirik tank ve ortamı sonlu elemanlar analizi ile modellenerek, yapının dinamik davranışı incelenmiştir. Nümerik akışkan-yapı etkileşimli analizinde sonlu elemanlar programlarından biri olan ABAQUS paket programından yararlanılmıştır. Sonlu elemanlar analizinde çelik tank Lagrangian, seçilen üç farklı akışkan Eulerian yaklaşımı ile modellenerek analiz Coupled Eulerian-Lagrangian metod (CEL) üzerinden sürdürülmüştür. Büyük deformasyonların gözlemlendiği durumlarda kullanılan CEL yöntemi, Lagrangian ve Eulerian yaklaşımlarının tek başına kullanıldığı akışkan-yapı etkileşimi problemlerindeki dezavantajların ortadan kalmasını sağlamaktadır (Liu vd. 2016) İvmeli hareketin sebep olduğu çalkantı



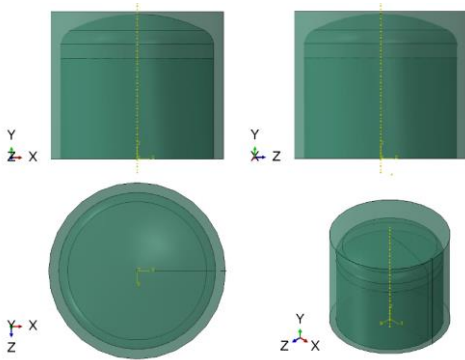
ile meydana gelecek olan hidrodinamik yüklerin gerçeğe en yakın simülasyonu için tank katı model olarak içerisindeki sıvı da akışkan model olarak tasarlanarak birleştirilmiştir. Analizlerde açık zaman entegrasyonu kullanılarak tank içerisindeki akışkan kaynaklı çeper basıncı hesaplanmıştır. Üç farklı akışkan dikkate alınarak elde edilecek gerilme ve yer değiştirme değerleri tankın tabanı ve H toplam yükseklik olmak üzere tabandan itibaren 0.2H, 0.5H, 0.7H ve H mesafelerinde atanacak kontrol noktalarında izlenmiştir. Sonuçlar karşılaştırmalı olarak grafikler yardımıyla sunulmuştur.

## 2. Materyal ve Metot

Çalkantı dinamiğinin büyük bir öneme sahip olması nedeni ile akışkanların hareketinin ve hareketin yapılarda sebep olduğu etkilerin simülasyonu son yıllarda yaygın olarak çalışmalara konu olmaktadır (Liu vd. 2022, Kang vd. 2019, Wei ve Zhang 2020). Bu çalışma kapsamında akışkan-yapı etkileşim problemlerinin gerçekçi olarak modellenip analiz edilmesi sırasında kullanılan programlardan birisi olan Abaqus tercih edilmiştir. Yüksek bilgisayar kapasitesi gerektiren analizleri en kısa sürede en doğru şekilde sonuçlandırabilmek için Sonlu Elemanlar esaslı CEL yöntemi kullanılmıştır.

### 2.1 İnce Cidarlı Silindirik Çelik Tankın Modellenmesi

Deprem etkisi ile silindirik tanklarda oluşan deformasyonların incelendiği çalışmalarda en iyi performans üstü-kubbe şeklinde kapatılan modeller ile elde edilmiştir (Çelik vd. 2020). Bu nedenle proje kapsamında akışkan tipinin çalkantı dinamiği üzerindeki etkisi incelenirken Şekil 1'de verilen kubbe şeklinde çatıya sahip silindirik çelik tank modeli tercih edilmiştir.



Şekil 1. Çelik silindirik tankın görünüşleri

Çalışma için yaygın olarak kullanılan fiziksel karakteristiklere sahip ince cidarlı silindirik akışkan depolama yapısına ait değerler belirlenmiştir. Tankın yapısal boyutları Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Çelik Silindirik tankın yapısal özellikleri

Fiziksel Karakteristik	Birim	Değeri
Tank çapı	m	15,08
Tank yüksekliği	m	14,27
Duvar kalınlığı	mm	6

Depolama tankının hacminin %70'ine kadar akışkan ile dolu olduğu ve tankın, çoğu araştırmaya benzer şekilde rijit bağlantı ile zemine sabitlendiği kabul edilmiştir (Cho ve Cho 2007, Park vd. 2016, Sharma vd. 2019). Yüksek mukavemet ve yüksek dayanım nedeniyle yapı çelik olarak tasarlanmıştır. Lagrangian yaklaşım ile modellenen çelik tankın mekanik özellikleri Çizelge 2'de görülmektedir.

Çizelge 2. Çelik Silindirik tankın mekanik özellikleri

Malzeme	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> ) Yoğunluk	$\gamma$ (N/m <sup>3</sup> ) Birim Hacim Ağırlık	E (N/m <sup>2</sup> ) Elastisite Modülü	$\nu$ Poisson Oranı	t (m) Et Kalınlığı
Çelik	7850	77008	2.1x10 <sup>11</sup>	0.3	0.006

### 2.2 Yapıya Etkiyen Kuvvetler

Depolama için kullanılan yapıların hem amacına uygun hem de emniyetli kullanım şartlarını oluşturacak şekilde yapılabilmesi için üzerindeki yüklerin (statik ve dinamik yükler) doğru olarak belirlenmesi ve kritik yükleme durumları dikkate alınarak analiz edilmesi gerekmektedir. Çalışma kapsamında çalkantı etkisini gözlemleyebilmek için tankın hacminin %70'i oranında dolu olduğu kabul edilmiştir. Bu durumda akışkan yüksekliği 9,90m olarak hesaplanmıştır.

Akışkan depo duvarları hem düşey hem de yatay kuvvetlere maruz kalmaktadır. Düşey kuvvetler akışkan ve çeper arasındaki sürtünme kuvvetinden, yatay kuvvetler ise akışkanın çepere uyguladığı itme kuvvetinden kaynaklanmaktadır. Özellikle deprem kuvveti etkisinde akışkan depolanan tanklarda çalkantı ile birlikte ilave gerilmeler oluşmakta, çeper basıncı artmaktadır.

Tankın öz ağırlığı kubbe şeklindeki çatı ve ince cidarlı çelik silindirik gövdeden oluşmakta olup bu çalışmada yapı üzerinde bulunan yardımcı ve ilave ekipmanlar dikkate alınmamıştır.

Silindirik tanktaki hidrostatik basınç tabana doğru artan düzgün üçgen şeklindedir. Çalışma kapsamında üç farklı akışkan için hesaplar yapılmıştır. Bu akışkanlara ait özellikler Çizelge 3'te görülmektedir.

**Çizelge 3.** Akışkan özellikleri

Malzeme	Sesin sıvıdaki hızı $C_0$ (m/s)	Gruneisen oranı $\Gamma_0$	Yoğunluk $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	Dinamik Viskozite $\mu$ (N.s/m <sup>2</sup> )	Bulk Modülü $K$ (N/m <sup>3</sup> )
Su	1450	0	1000	$1.002 \times 10^{-3}$	$2.07 \times 10^9$
Yağ	1740	0	865	$310 \times 10^{-3}$	$1.50 \times 10^9$
Petrol	1570	0	860	$8 \times 10^{-3}$	$1.35 \times 10^9$

Yapıyı harekete geçiren ivme, titreşim moduna katılan yapı kütesinin oranı ile değişen yatay bir kuvvettir (Council 2003). Atalet kuvveti formülü nedeniyle ivme, bir tank üzerindeki kuvvetlerin belirlenmesinde önemli bir faktördür, ancak daha da önemlisi deprem kuvvetlerinin zaman içinde etkisini hesaba katan, hızla birlikte hızlanmadır. Bu çalışmada dinamik analizler Düzce depremi verileri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Düzce depremi özellikleri Çizelge 4'te zamana bağlı ivme, hız ve yer değiştirme grafiği ise Şekil 2'de verilmiştir.

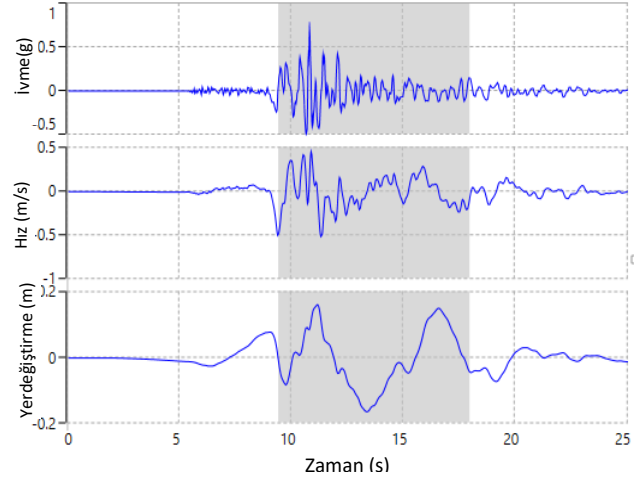
**Çizelge 4.** Düzce depremi özellikleri

Özellik	Veri
Büyüklük (Mw)	7,1
Yer hızı (cm/s)	294,0
Yer ivmesi (g)	0,733
Tip	Yanal atımlı

İstasyondan alınan deprem kaydı 25s için verilmiş olmasına karşın analizler deprem ivmesinin en etkili olduğu 9,44s-17,98s zaman aralığı dikkate alınarak yapılmıştır. En büyük gerilme ve yer değiştirme değerlerinin gözleneceği 8,50s'lik süreç incelenerek analiz süresi kısaltılmıştır.

Depreme maruz kalan depolama yapılarının haznelerinin üstünde bir miktar boşluk olması durumunda harekete geçen serbest yüzeyli akışkan kütesinin oluşturduğu dalgalar hazne duvarlarına çarparak hidrodinamik kuvvetlere sebep olmaktadır.

Çalkantı kuvveti olarak da adlandırılan bu kuvvet konuma bağlı karakteristik fonksiyonlarla zamana bağlı harmonik fonksiyonların çarpımlarının toplamı olarak verilebilir (Housner 1963). Deprem süresince meydana gelen çalkantılar sonucu oluşan hidrodinamik basınçlar haznenin iki kütleli bir yapı sistemi olarak davranış göstermesine neden olduğu kabul edilebilir. Dolayısıyla elde edilen çözüm yöntemi çok serbestlik dereceli lineer sistemlerinki ile aynı olmaktadır.



**Şekil 2.** Zamana bağlı Düzce depremi verileri

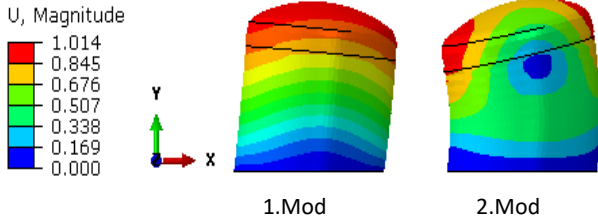
Depolanan sıvının sıkıştırılmaz olduğu tank-sıvı sisteminin modellenmesi için kullanılan basitleştirilmiş Housner mekanik modelinde impulsif (rijit) ve konvektif (çalkalanma) kütleler ile tanımlamalar yapılmaktadır.

Tankın alt kısmındaki akışkan, tank ve temel ile birlikte sanki katıymış gibi hareket ederken, tankın üst tarafındaki akışkan tank ile ters yönde hareket etmektedir (Djermane vd. 2014). İmpulsif mod, tankın, depolanan akışkan ile birlikte hareket etmesi durumunda sisteme ait modu temsil eder. Tanka etkiyen yanal kuvvet impulsif frekansa bağlıdır ve aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır (Malhotra ve Veletsos 1994).

$$f_i = \frac{1}{c_i} \frac{\sqrt{t/R} \sqrt{E}}{\sqrt{\rho H_L}} \quad (1)$$

Burada  $\rho$  akışkanın yoğunluğunu,  $E$  tank için kullanılan malzemenin Elastisite modülünü,  $H_L$  tank içindeki akışkan yüksekliğini,  $c_i$  narinlik parametresi  $HL/R'$ 'ye bağlı katsayıyı göstermektedir. Çalışma kapsamında 0,63 olan  $HL/R$  değerine karşı,  $c_i$  7,5

alınmıştır (Code 2005). Çalkantı etkisi ile ortaya çıkan deformasyon şekilleri akışkan çeşidine bağlı olarak daha değişken olduğundan ilk iki mod için elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır. Şekil 3'te akışkan depolama tankının ilk iki mod şekli verilmiştir.



Şekil 3. Akışkan depolama tankı mod şekilleri

Çalışmada depolama tankının kısmen su, yağ ve petrol ile dolu olması durumları göz önünde bulundurulmuştur. Bu üç farklı akışkanın depolanması koşulu için Denklem (1) kullanılarak hesaplanan ilk iki moda ait doğal titreşim frekansı değerleri Çizelge 5'te görülmektedir.

Çizelge 5. Doğal titreşim frekansı değerleri

Akışkan	1.Mod Doğal Titreşim Frekansı (s <sup>-1</sup> )	2.Mod Doğal Titreşim Frekansı (s <sup>-1</sup> )
Su	3,8760	9,0787
Yağ	4,1579	9,7331
Petrol	4,1695	9,7601

### 3. CEL Yöntemi ile Akışkan-Yapı Etkileşimi Analizi

Tankın Lagrangian yaklaşım ile akışkanın ise Eulerian yaklaşım ile modellendiği sistem için geçerli korunum prensipleri aşağıdaki denklemler yardımı ile tanımlanmıştır.

$$\frac{D\rho}{Dt} + \rho \nabla \cdot u = 0 \quad (\text{Kütlenin Korunumu}) \quad (2)$$

$$\rho \frac{Du}{Dt} + \nabla \cdot \sigma + \rho \beta \quad (\text{Momentumun Korunumu}) \quad (3)$$

$$\frac{D\varepsilon}{Dt} = \sigma : D \quad (\text{Enerjinin Korunumu}) \quad (4)$$

Burada  $u$  hız vektörü,  $\rho$  yoğunluk,  $\sigma$  Cauchy gerilmesi,  $\beta$  cisim kuvveti,  $\varepsilon$  ise iç enerjinin birim hacme oranıdır.  $D/Dt$  maddesel türev operatörü olup Denklem (5) ile tanımlanmıştır.

$$\frac{D\psi}{Dt} = \frac{\partial \psi}{\partial t} + u \cdot \nabla \psi \quad (5)$$

Denklemdaki  $\psi$  rastgele seçilmiş bir fiziksel büyüklüğü temsil etmektedir.  $\nabla$  ise vektörel ve diferansiyel bir operatör olup sırasıyla Kartezyen ve silindirik koordinatlarda aşağıdaki gibi ifade edilmektedir.

$$\nabla = i \frac{\partial}{\partial x} + j \frac{\partial}{\partial y} + k \frac{\partial}{\partial z} \quad (6)$$

$$\nabla = e_r \frac{\partial}{\partial r} + e_\theta \frac{\partial}{\partial \theta} + e_z \frac{\partial}{\partial z} \quad (7)$$

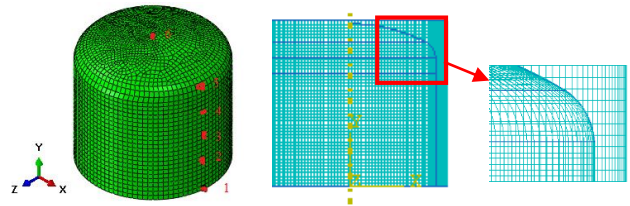
Denklem (6)'da geçen  $\{x, y, z\}$  Kartezyen koordinatları,  $\{i, j, k\}$  ise bu koordinatlara ait birim vektörleri temsil etmektedir. Denklem (7)'de kullanılan  $\{r, \theta, z\}$  silindirik koordinatları,  $\{e_r, e_\theta, e_z\}$  silindirik koordinatların birim vektörlerini göstermektedir. Denklem (6)'nın korunum denklemlerinde kullanılması ile elde edilen Eulerian yaklaşıma ait genel denklem

$$\frac{\partial \psi}{\partial t} + \nabla \cdot \varphi = S \quad (8)$$

şekindedir. Denklemden kullanılan  $\varphi$  akış fonksiyonu,  $S$  kaynak terimidir.

### 3.1. CEL Yönteminin Tank Üzerinde Uygulanması

Bu çalışmada akışkan-yapı etkileşim modeli, tankın Lagrangian ve akışkanın Eulerian yaklaşım ile modellendiği CEL (Coupled Eulerian Lagrange) yöntemiyle Abaqus sonlu elemanlar analiz programı kullanılarak oluşturulmuştur. Elemanların malzeme ile birlikte deforme olduğu varsayımı ile düğümlerin malzemeye sabitlendiği Lagrangian aşamasının sonunda büyük oranda şekil değişikliği görülen bölgeler tespit edilir. Eulerian aşamasında ise, bu şekil değişikliğinin gözlemlendiği elemanlarda otomatik olarak mesh yapısı tekrar oluşturulur (Gücüyen ve Erdem 2019). CEL Yönteminin uygulandığı akışkan depolama tankı Şekil 4'de verilmiştir.



Şekil 4. Akışkan depolama tankı modeli ve ağ yapısı

Çelik gövde ve akışkan arasındaki etkileşimi (interaction) sağlamak için çelik gövde için

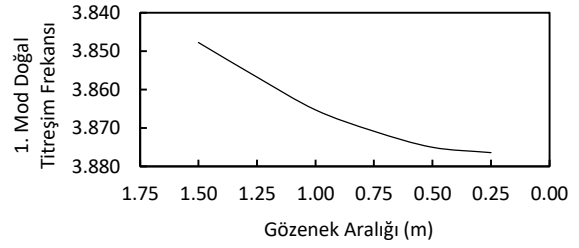
Lagrangian ağ yapısı, akışkanı modellemek için Eulerian body ağ yapısı tekniğinden yararlanılmıştır. Akışkan modelde kullanılan eleman geometrisi hexahedron (6 yüzlü) ve eleman tipi FC3D8'dür. FC3D8 ile kodlanan eleman tipinin açılımı; akışkan (F), sürekli (C, continuum) üç boyutlu (3D) ve 8 düğüm noktalı (8) şeklindedir. Temas problemleri için geliştirilmiştir. Sürtünme kuvvetinin aktarımı temas noktası özellikleri tanımlanırken teğetsel davranış için sürtünme katsayısı 0,2 kabul edilerek dikkate alınmıştır.

Depolama tankı modelinde kullanılan eleman geometrisi ise 4 düğümlü çift eğimli ince veya kalın kabuk (2 yüzlü) dür. Eleman tipi belirli bir et kalınlığına sahip boru kesitli katı cisim modellerinde de kullanılan SR4'dür. SR4 kodlamasının açılımı ise; kabuk (S), 4 düğüm noktalı (4) ve azaltılmış integrasyon (R) şeklindedir. Lagrangian tank için 44219 eleman, Eulerian akışkan için 136848 tanımlanmıştır. Ayrıca modelde 187786 bağlantı noktası (node) ve 694124 değişken kullanılmıştır.

Modellenen yapı ve akışkan için malzeme atamaları yapıldıktan sonra sınır şartları ve yükleme koşulları tanımlanmıştır. Akışkan depolama tankının zemine oturduğu kabul edilerek ankastre mesnet koşulları kullanılmıştır. Yapının ve yapının içerisindeki akışkanın hareketine sebep olan sismik kuvvet Düzce depremi veri kaydı kullanılarak etkilmiştir. Tüm modele ise  $g=9.81 \text{ m/s}^2$  yer çekimi ataması yapılmıştır.

Bağlantı noktası ve eleman sayısının doğru tespit edilmesi, analiz sonuçlarının güvenilirliğini ve işlem süresini etkilediği için büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle bağlantı noktası sayısının ve eleman sayısının farklı değerleri için ön analizler yapılarak karşılaştırılır. Değerlendirme kriteri olarak belirlenen değişken art arda yapılan hesaplamalarda değişmiyorsa ideal bağlantı noktası ve eleman sayısına ulaşılmış demektir. Yapılan bu ön hesaplamalara hassaslık analizi denilmektedir.

Çalışma kapsamında hassaslık analizleri için 1. Mod doğal titreşim frekansı, değerlendirme kriteri olarak seçilerek karşılaştırmalar yapılmıştır (Şekil 5).



**Şekil 5.** Hassaslık analizi sonuçları

Sonlu elemanlar yöntemini kullanarak hesap yapan yazılım için temel bağıntı aşağıda verilmiştir.

$$[K]\{x\} - \omega^2[m]\{x\} = 0 \quad (9)$$

Burada [K] rijitlik matrisini, [m] kütle matrisini,  $\omega$  doğal titreşim frekansı, {x} ise tankın yer değiştirmesini temsil etmektedir.

Analizler sırasında, Eulerian ve Lagrangian yaklaşımı ile modellenen ve temas eden kısımlar birbiri içine geçmezler. Bir kontak bölgesinde uyumluluğun sağlanması için yazılım iki kontak yüzeyi arasında bir ilişki kurar. CEL yönteminde kontak yüzeyleri arasındaki etkileşim için Penalty tabanlı kontak formülünü kullanılmaktadır. Böylece akışkan-yapı etkileşim problemlerinde karşılaşılan temas yüzeyi atama ihtiyacı ortadan kalkar. En iyi sonuçları en kısa sürede elde edebilmek için CEL uygulaması, Abaqus/Explicit yazılımı ile çalıştırılmaktadır. Abaqus/Explicit çözücüsü ile uygulanan CEL yöntemi, açık bir zaman entegrasyon şeması kullanılmaktadır. Lineer olmayan diferansiyel denklem sistemleri için merkezi fark kuralı uygulanmaktadır. Hareket denklemleri aşağıdaki denklemlere göre entegre edilmektedir.

$$\dot{v}_{\left(i+\frac{1}{2}\right)}^N = \dot{v}_{\left(i-\frac{1}{2}\right)}^N + \frac{\Delta t_{i+1} + \Delta t_{(i)}}{2} \ddot{v}_{(i)}^N \quad (10)$$

$$v_{(i+1)}^N = v_{(i)}^N + \Delta t_{i-1} \dot{v}_{\left(i+\frac{1}{2}\right)}^N \quad (11)$$

$$\ddot{v}_{(i)}^N = \frac{1}{M_{NJ}} (P_i^J - F_i^J) \quad (12)$$

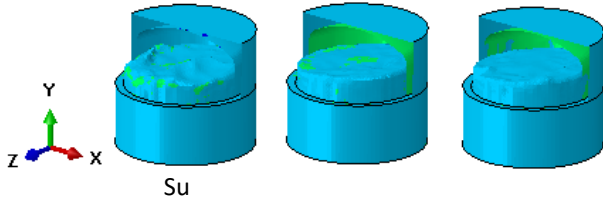
Denklemlerde kullanılan  $v$ ,  $\dot{v}$ ,  $\ddot{v}$  sırasıyla yer değiştirme, hız ve ivme terimlerini sembolize eder. Ayrıca  $M^{NJ}$  kütle matrisini,  $P_i^J$  akışkandan tanka aktarılan dış kuvvet vektörünü,  $F_i^J$  ise gerilme kaynaklı iç kuvvet vektörünü göstermektedir.

İterasyon yapmadan devam eden hesaplamalarda bir sonraki adım için bilinmeyen değerlerin belirlenmesi için önceki adımdaki bilinmeyenlerin çözümüne ihtiyaç duyulmaktadır. Zaman artışı, birden fazla elemana akışın olmasını engelleyecek şekilde otomatik olarak ayarlanmaktadır. Çalışmada sonlu elemanlar analizleri depremin etki ettiği 8,50s için 0,01s zaman artış değeri ile gerçekleştirilmiştir. Eulerian yaklaşımın geçerli olduğu aşamada zaman artış deformasyonunun önüne geçebilmek için büyük deformasyona uğrayan elemanlar için ağ yapısı yenilenir ve malzeme akışı hesaplanır. Çözüm performansını arttırmak için Eulerian yaklaşım aşamasında elemanların deformasyonları pasifize edilir. Langrangian yaklaşımın geçerli olduğu aşama sonunda büyük deformasyon gözlenen elemanlar tespit edilir.

#### 4. Bulgular

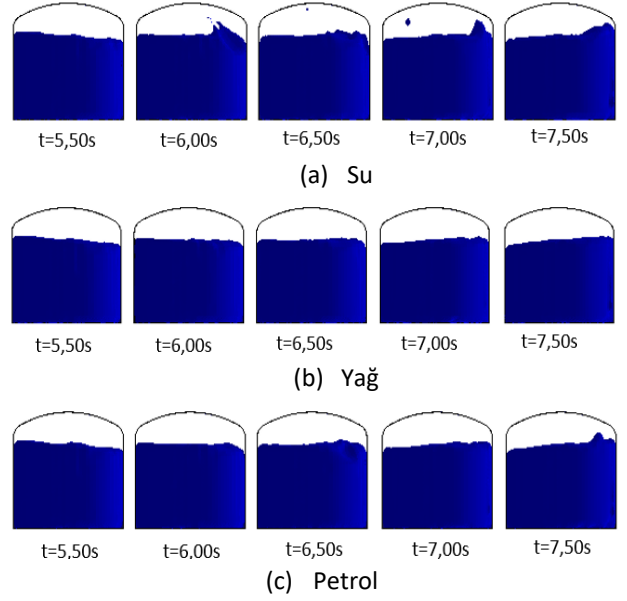
##### 4.1. Akışkan Yüzü Profilleri

Tankın %70 oranında dolu olması nedeni ile deprem kuvveti, akışkanın çalkalanmasına yani yüzeyinde profil değişimine yol açar. Akışkan yüzü profilindeki bu değişim, tank üzerinde ilave dinamik etkilere sebep olmaktadır. Çalışmada ele alınan su, yağ ve petrol için akışkan yüzü profilleri Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 6. Akışkan yüzü profilleri

Şekil 6'da görüldüğü gibi çalkantı nedeni ile petrol tank yüzeyindeki en belirgin dalgalanma dinamik viskozitesi en küçük olan suda görülmektedir. Serbest akışkan yüzeyinde oluşan bu çalkantı dalgaları, akışkan özelliklerine göre zamana bağlı değiştiğinden tank üzerindeki en büyük gerilme ve yer değiştirmenin meydana geleceği zaman aralığı da üç tank modeli için değişmektedir. t=5,50s ile t=7,50s aralındaki akışkan yüzeyi profilleri 0,50s zaman artışı ile Şekil 7'de ayrı ayrı sunulmuştur.



Şekil 7. Zamana bağlı serbest yüzey derinlik değişimleri

Çalkantı etkisine maruz kalan akışkanların serbest yüzey derinliklerinin zamana bağlı değişimleri incelendiğinde tankın serbest titreşim frekansına uygun hareket ettikleri görülmektedir. Yağda meydana gelen çalkantı dalgası yüksekliği daha düşüktür.

##### 4.2. Yer Değiştirme Değerleri

Çalkantı nedeni ile tankta meydana gelen yer değiştirme değerlerinin 2,45s, 4,10s, 6,20s ve 8,50s anında kaydedilen değişimleri Çizelge 6'da verilmiştir.

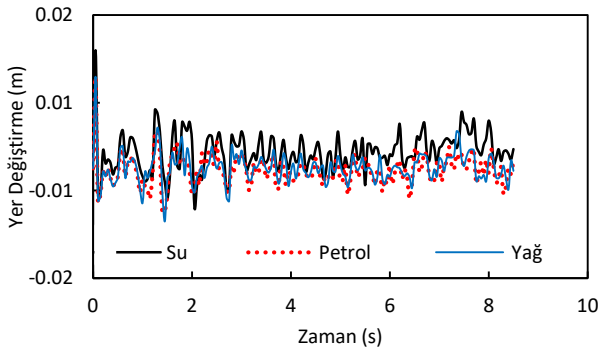
Çizelge 6. Akışkan türüne bağlı yer değiştirmeler

Zaman	Depolanan Akışkan		
	Su	Yağ	Petrol
2,45s	0.086 0.072 0.057 0.043 0.029 0.014 0.000	0.044 0.037 0.030 0.023 0.016 0.008 0.001	0.103 0.086 0.069 0.053 0.036 0.019 0.002
4,10s	0.174 0.170 0.166 0.161 0.157 0.153 0.149	0.175 0.170 0.165 0.160 0.155 0.149 0.144	0.282 0.257 0.232 0.206 0.181 0.156 0.131
6,20s	0.140 0.116 0.091 0.070 0.047 0.024 0.000	0.037 0.031 0.025 0.019 0.012 0.006 0.000	0.057 0.038 0.028 0.019 0.010 0.002
8,50s	0.136 0.113 0.091 0.068 0.046 0.023 0.001	0.086 0.073 0.059 0.045 0.032 0.018 0.004	0.056 0.047 0.038 0.029 0.020 0.011 0.002



Depolanan akışkanın su olması durumunda tankta meydana gelen en büyük yer değiştirme değeri 0,241m olmaktadır. Bu yer değiştirme  $t=1,70s$  anında ortaya çıkmaktadır. Aynı zaman aralığında yağ için belirlenen değer 0.188m olmasına karşın en büyük değer  $t=1,60s$  anında hesaplanmıştır. Yağ dolu tankta gözlenen en büyük yer değiştirme değeri 0.202m'dir. Petrol için ise  $t=1,7s$  anında 0.204m yer değiştirme tespit edilmiştir. Ancak petrol ile kısmen dolu tankta ortaya çıkan en büyük yer değiştirme diğer akışkanları içeren yapılardan farklı olarak  $t=4.10s$  anında 0.282 m olarak belirlenmiştir.

Çalkantı dalgalarının oluşumunda akışkanın yoğunluğu ve viskozitesinin etkili olduğu elde edilen sonuçlardan görülmektedir. Çalkantı dalgalarının oluşturduğu hidrodinamik kuvvetlerin tank duvarlarında yol açtığı ilave basınç yüklerinin etkisi, akışkanın mekanik özelliklerine bağlı olarak farklı zamanlarda en büyük değerlere ulaşmaktadır. Tankın tabanı ile depolama hacminin (silindirik gövdenin) en üst noktasında oluşan en büyük yer değiştirme değerlerinin farkları Şekil 8 ile verilmiştir.



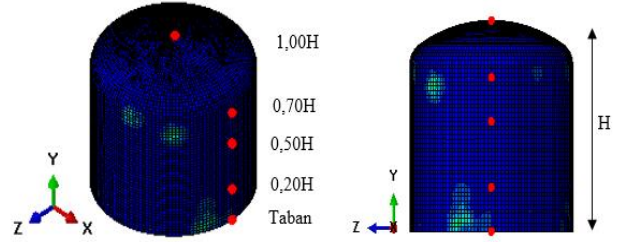
Şekil 8. Yer değiştirme farklarının zamana bağlı değişimi

Şekil 8'de görüldüğü gibi deprem kuvvetinin etkili olduğu 8,50s içinde tankın tabanında ve gövdenin üst noktasında yer değiştirme açısından en büyük fark, akışkanın su olması koşulu altında ortaya çıkmaktadır.

Çalkantı dalgasının en belirgin olduğu yani serbest akışkan yüzeyinde en büyük derinlik değişiminin gözlemlendiği durum için elde edilen bu sonuçlar birbirleri ile tutarlıdır.

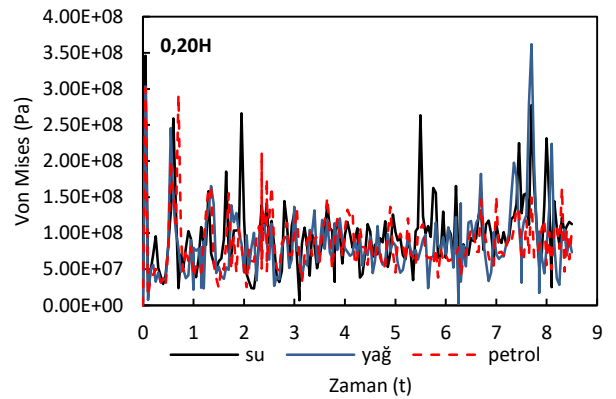
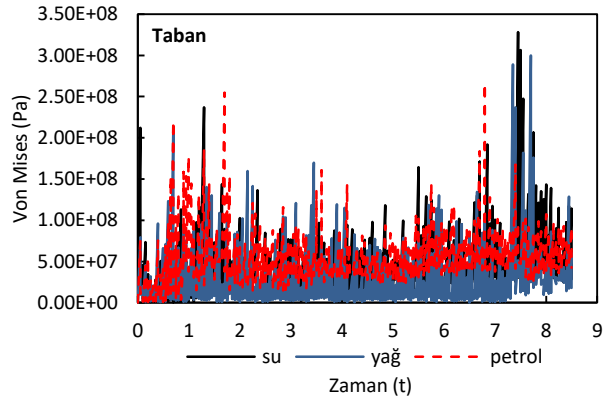
### 4.3. Von Mises Gerilme Değerleri

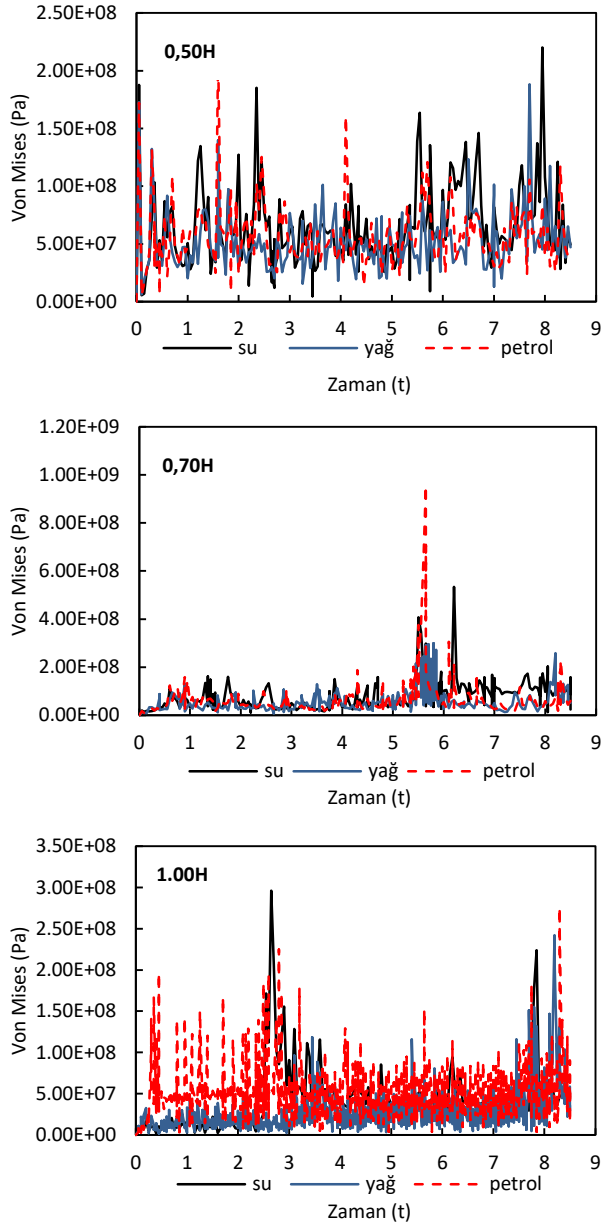
Akışkan türüne bağlı çalkantı etkisi ile oluşan Von Mises gerilme değerlerinin değişimini daha iyi inceleyebilmek amacı ile H tank yüksekliği olmak üzere taban, 0,20H, 0,50H, 0,70H ve H mesafelerinde elde edilen değerler grafikler halinde sunulmuştur. Şekil 9'da dikkate alınan ve zamana bağlı değişimi grafik haline getirilen referans noktaları tank üzerinde işaretlenmiştir.



Şekil 9. Referans noktaları

Seçilen referans noktalarında hesaplanan gerilmelerin 8,50s boyunca değişimi üç akışkan açısından karşılaştırmalı olarak Şekil 10'da verilmiştir.





**Şekil 10.** Zamana bağlı Von Mises gerilme dağılımı

Akışkanların mekanik özelliklerine göre değişen hareketleri çalkantı dinamiğini etkilemektedir. Çalkantı dalgasının hız profili akışkan derinliği ile ters orantılıdır. Yani derinlik arttıkça akışkan hızı düşer. Akışkan viskozitesinden kaynaklanan, tank çeperi ve akışkan arasındaki etkileşimin gerçekleştiği bölge sınır tabakası olarak adlandırılır. Tabanda oluşan gerilme değerleri, her üç akışkan açısından da incelendiğinde yağın sınır tabakadan daha çok etkilendiği görülür. 0,2H, 0,5H, 0,7H yükseklikleri çalkantı dalgası nedeni ile akışkan hızı değişimlerinin, yer değiştirmelerin ve gerilmelerin düzensiz olduğu seviyelerdir.

## 5. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, akışkan depolamak amacı ile kullanılan silindirik çelik tanklarda çalkantı nedeni ile oluşan dinamik etkilerin analizi yapılmıştır. Akışkan çalkantısının tankın yapısal davranışa üzerindeki tesiri gözlenmiştir. Tankın %70 oranında su, yağ ve petrol ile dolu olması koşulları altında gerçekleştirilen çalışmada yerel zemin hareketleri Düzce depremine ait kayıtlar kullanılarak modellenmiştir. Tankın hareketi, akışkan hareketine neden olan enerjiyi sağlamakta bu da serbest akışkan yüzeyinde çalkantıyı meydana getirmektedir. Analizlerde akış ortam için Eulerian, tank için ise Lagrangian yaklaşım kullanılmıştır. Akışkan ve tank arasındaki etkileşim CEL yöntemi sağlanmıştır. İlk olarak farklı akışkanları depolayan tanklara ait doğal titreşim frekansı değerlerinin karşılaştırması yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar ilk iki mod için  $\omega_{\text{petrol}} > \omega_{\text{yağ}} > \omega_{\text{su}}$  şeklindedir. Yağ ve petrol depolayan tanklar için doğal titreşim frekansı değerleri birbirine yakındır. Bu sonuçlar akışkan tankında depolanan akışkanın, dinamik etki altındaki davranışına bağlı olarak yapı periyodunu etkilediğini göstermektedir.

İkinci aşamada akışkan yüzey profilleri  $t=5,50s$  ile  $t=7,50s$  arasında incelenmiştir. Suda oluşan derinlik değişimlerinin daha fazla olduğu görülmüştür. Viskozitesi daha düşük olduğu için akışkan hızının derinlik ile değişimi daha büyüktür. Aynı yaklaşımla yağın viskozitesi fazla olduğu için yüzeydeki derinlik değişimleri diğer iki akışkanla karşılaştırıldığında daha azdır. Tankın hareketinin frekansı akışkanın doğal frekanslarından birine yaklaştığında büyük genlik sahip çalkantılar oluşmaktadır. Çalkantı dalgaları, akışkan türüne göre farklı zamanlarda en büyük dalga yüksekliğine ulaştığı için tank duvarlarındaki en büyük ilave basınç değerinin etkili olduğu zamanlar da değişiklik göstermektedir.

Son aşamada ise yer değiştirme ve gerilme değerlerine bağlı sonuçlar elde edilmiştir. Başlangıçta akış +x yönüne doğru uyarıldığı için akışkan o yöne hareket etmeye başlar, sağ duvara çarpar ve ardından yükselir. Bu saniyeden sonra uyarımın yönü değişir ve kazanılan enerji ile yön değiştirerek tankın sol duvarına çarpar, ardından tekrardan uyarımın yönü değişir. Kazandığı



enerjiden hem de uyarımdan kaynaklanan eylemsizlikten dolayı devrilip ters dalgalar oluşur. Bu harekete bağlı olarak yapılan karşılaştırma sonuçlarında yağ dolu tankın tabanında ve depolama hacminin en üst noktasındaki en büyük Von Mises gerilmelerinin gözleendiği zaman aralıklarının birbirine en yakın olan değerleri içerdiği gözlenmiştir. Depolama hacminin en üst noktası referans kabul edildiğinde en büyük Von Mises gerilmesi depolanan akışkanın su olması durumunda  $t=5,60s$  anında, akışkanın yağ olması durumunda  $t=8,20s$  anında ve petrol olması durumunda ise  $t=4,20s$  anında ortaya çıkmaktadır.

Her üç akışkan için de 0,7H yüksekliğinde yapılan incelemeler sonucunda 5,5s-6,0s arasında yer değiştirme ve Von Mises gerilme değerlerinde düzensizlikler tespit edilmiştir. Bu düzensizliklerinin sebebi sismik yer hareketi ile tank içerisindeki akışkanın serbest yüzeyinde meydana gelen ters dalgalar. Bu zaman aralığında gözlenen ani farklar giden ve dönen çalkantı dalgasının karşılaşması ile ortaya çıkan ilave basınçtan kaynaklanmaktadır. Tankın doğal titreşim frekansı değerine göre düzensizliğin yaşandığı zaman aralığı değişmektedir. Bu düzensizlik tank stabilitesini büyük ölçüde etkilemektedir.

Bu çalışma depolama yapılarının deprem etkisi altında taşıdıkları akışkana bağlı olarak gösterdikleri tepkilerin de farklı olacağı sonucunu ortaya koymaktadır. Depolama tankında gözlenen doğal titreşim frekansının yanı sıra hem yer değiştirme hem de gerilme değerleri akışkan türüne bağlı olarak değişmektedir. Ayrıca akışkan türü yapıda meydana gelebilecek en büyük yer değiştirme ve gerilme değerlerinin ortaya çıkacağı zaman aralığının da değişmesine sebep olmaktadır. Yani akışkan türüne bağlı çalkantı dinamiğinin Eulerian–Lagrangian yaklaşım gibi bir analiz ile araştırılması, tasarım kriterlerinin simülasyon yapıldıktan sonra belirlenmesi büyük hasar ve yıkımların önüne geçilebilmesine imkan sağlayacaktır.

## Teşekkür

Bu projeyi “2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı” 2022/1 dönemi kapsamında değerlendirerek maddi destek sağlayan

TÜBİTAK Bilim İnsanı Destek Programları Başkanlığı’na teşekkürlerimizi sunarız.

## 6. Kaynaklar

- Bayer, A.M., 2007. Silindirik Depolama Tanklarında Çalkantı Nedeniyle Oluşan İç Basınçların Azaltılmasına Yönelik Gövde Perdelerinin Tasarımı. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 220.
- Bayraktar, A., Sevim, B., Altunışık, A.C., ve Türker, T., 2010. Effect of the model updating on the earthquake behavior of steel storage tanks. *Journal of Constructional Steel Research*, **66**, 462-469.
- Chaduvula, U., Patel, D. ve Gopalakrishnan, N., 2013. Fluid-structure-soil interaction effects on seismic behaviour of elevated water tanks. *Procedia Engineering*, **51**, 84-91.
- Cho. K. and Cho. S., 2007. Seismic response of cylindrical steel tanks considering fluid-structure interaction. *Steel Structures*, **7**, 147–152.
- Code, P., 2005. Eurocode 8: Design of structures for earthquake resistance-part 1: general rules, seismic actions and rules for buildings. Brussels: European Committee for Standardization.
- Council, B.S.S., 2003. National Earthquake Hazard Reduction Program recommended provisions for seismic regulations for 348 new buildings and other structures—part 2: commentary (FEMA 450-2). Federal Emergency Management Agency, Washington, DC.
- Çelik, A.İ., 2018. Silindirik Çelik Su Tanklarının Sismik Analizinin Fem ile Gerçekleştirilmesi. In 2nd International Symposium on Natural Hazards and Disaster Management, Sakarya University Culture and Congress Center, Sakarya-Turkey.
- Çelik, A.İ., Köse, M.M., Akgül, T., & Apay, A.C., 2020. Yıkıcı sismik yükler altında silindirik çelik su tanklarının doğrusal olmayan analizi. *Eskişehir Teknik Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi B-Teorik Bilimler*, **8(2)**, 154-170.
- Djermane, M., Zaoui, D., Labbaci, B., Hammadi, F., 2014. Dynamic buckling of steel tanks under seismic excitation: numerical evaluation of code provisions. *Eng. Struct.*, **70** 181–196.

- Dooms, D., Degrande. G., De Roeck, G. ve Reynders, E., 2006. Finite element modelling of a silo based on experimental modal analysis. *Engineering Structures*, **28**, 532-542.
- Graham, E.W. and Rodriguez, A.M., 1952. The characteristics of fuel motion which affect airplane Dynamics. *Journal of Applied Mechanics*, **19**, 381-388.
- Gücüyen, E. & Erdem, R.T., 2019. Kompozit deniz yapısının dalga kuvvetleri altında incelenmesi. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, **10(3)**, 1125-1136.
- Housner, G., 1957. Dynamic pressure on accelerated fluid containers. *Bulletin of the Seismological Society of America*, **47**, 15-35. 103.
- Housner, G.W., 1963. The dynamic behavior of water tanks. *Bulletin of the seismological society of America*, **53(2)**, 381-387.
- Jacobsen, L.S., 1949. Impulsive hydrodynamics of fluid inside a cylindrical tank and of a fluid surrounding a cylindrical pier. *Bulletin of the Seismological Society of America*, **39**, 189- 204.
- Jianbao, F., Maotian, L., Qing, Y. ve Tingkai, N., 2010. Three-dimensional finite element analysis of wall pressure on large diameter silos. *Journal of Convergence Information Technology*, **5(7)**, 120-128.
- Kamila, K., Ivan. G., Eva. K., 2014. Dynamic time-history response of cylindrical tank considering fluid-structure interaction due to earthquake. *Applied Mechanics & Materials*, 617.
- Kang, T.W., Yang, H.I. & Jeon, J.S., 2019. Earthquake-induced sloshing effects on the hydrodynamic pressure response of rigid cylindrical liquid storage tanks using CFD simulation. *Engineering Structures*, **197**, 109376.
- Liu, H., Xu, K., Zhao, Y., 2016. Numerical investigation on the penetration of gravity installed anchors by a coupled Eulerian– Lagrangian approach. *Applied Ocean Research*, **60**, 94–108.
- Liu, Z., Yuan, K., Liu, Y., Andersson, M., & Li, Y., 2022. Fluid sloshing hydrodynamics in a cryogenic fuel storage tank under different order natural frequencies. *Journal of Energy Storage*, **52**, 104830.
- Malhotra, P.K. & Veletsos, A.S., 1994. Uplifting response of unanchored liquid-storage tanks. *Journal of Structural Engineering*, **120(12)**, 3525-3547.
- Park. J.H., Bae. D. & Oh. C.K., 2016. Experimental study on the dynamic behavior of a cylindrical liquid storage tank subjected to seismic excitation. *International Journal of Steel Structures*, **16(3)**, 935-945.
- Sharma. V., Arun. C.O. & Krishna. I.P., 2019. Development and validation of a simple two degree of freedom model for predicting maximum fundamental sloshing mode wave height in a cylindrical tank. *Journal of Sound and Vibration*, **461**, 114906.
- Shrimali, M.K. ve Jangid, R.S., 2003. Earthquake response of isolated elevated liquid storage steel tanks. *Journal of Constructional Steel Research*, **59**, 1267-1288.
- Virella, J.C., Godoy, L.A. ve Suarez, L.E., 2003. Influence of the roof on the natural periods of empty steel tanks. *Engineering Structures*, **25**, 877-887.
- Virella, J.C., Suarez, L.E. ve Godoy, L.A., 2005. Effect of pre-stress states on the impulsive modes of vibration of cylindrical tank-liquid systems under horizontal motions. *Journal of Vibration and Control*, **11(9)**, 1195-1220.
- Wei, G. & Zhang, J., 2020. Numerical study of the filling process of a liquid hydrogen storage tank under different sloshing conditions. *Processes*, **8(9)**, 1020.

# Grafen Oksit/Altın/Polianilin Nanokompozitlerinin Eş Zamanlı Çöktürme/Polimerizasyon Yöntemleriyle Sentezi ve Fototermal Performansı

Furkan SOYSAL<sup>1\*</sup>, Zafer ÇIPLAK<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Ankara.

<sup>2</sup>Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Sivas.

Sorumlu yazar e-posta\*: fsoysal@aybu.edu.tr

zaferciplak@cumhuriyet.edu.tr

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-2558-2014>

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-2449-5274>

Geliş Tarihi: 17.02.2023

Kabul Tarihi: 18.09.2023

## Öz

### Anahtar kelimeler

Grafen oksit; Altın nanoparçacıkları; Polianilin; Fototermal

Bu çalışmada, grafen oksit (GO) üzerinde tek basamakta altın tuzunun (HAuCl<sub>4</sub>) indirgenmesi ve anilin monomerinin polimerize edilmesiyle GO/Au/Polianilin (PANI) nanokompozitleri farklı bileşimlerde sentezlenmiş, karakterize edilmiş ve 808 nm dalgaboyuna sahip bir lazer ile fototermal özellikleri incelenmiştir. 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer gücü yoğunluğunda 0.1 mg/mL derişime sahip nanokompozit dispersiyonları arasında 10 dakikalık ısıtma işlemi sonucunda ulaşılan en yüksek sıcaklık GO1-Au-PANI4 nanokompozitinde 62.6 °C, en yüksek fototermal dönüşüm verimi ise 0.384 olmuştur. Bu nanokompozit üzerinde tekrarlı ısıtma soğutma deneyleri gerçekleştirilmiş ve ulaşılan en yüksek sıcaklıkta kayda değer bir değişiklik gözlenmemiştir. GO/Au/PANI nanokompozitinin tek basamaklı kolay sentez yöntemi ve yüksek fototermal performansı ile umut verici bir fotoajan olduğu tespit edilmiştir.

## Synthesis and Photothermal Performance of Graphene Oxide/Gold/Polyaniline Nanocomposites via Simultaneous Precipitation/Polymerization Methods

### Abstract

### Keywords

Graphene oxide; Gold nanoparticles; Polyaniline; Photothermal

In this study, GO/Au/Polyaniline (PANI) nanocomposites were synthesized by a single step via reduction of gold salt (HAuCl<sub>4</sub>) on graphene oxide (GO) and polymerization of aniline monomer. Nanocomposites prepared with different compositions were characterized and their photothermal properties were investigated using a laser having a wavelength of 808 nm. Among the nanocomposite dispersions with 0.1 mg/mL concentration, the highest temperature achieved with 10 minutes of heating at a laser power density of 1.5 W/cm<sup>2</sup> was 62.6 °C, and the highest photothermal conversion efficiency was 0.384 in GO1-Au-PANI4 nanocomposite. Repeated heating and cooling experiments were carried out on this nanocomposite and no significant change was observed on the maximum temperature. GO/Au/PANI nanocomposite is found to be a promising photoagent with its easy one-step synthesis method and high photothermal performance.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Son yıllarda dikkat çeken alternatif bir kanser terapi yöntemi olan fototermal terapi, yakın kızılötesi (NIR) (650-950 nm dalgaboyu aralığında) bölgesi ışınlarını absorplayarak ısınan ve yüksek sıcaklık yardımıyla hipertermi mekanizmasıyla tümör hücrelerini yok eden fotoajanlara dayanmaktadır (Zhou vd., 2013; Jaque vd., 2014). Fotoajanların suda iyi dağılımları

ve görece yüksek sıcaklıklara kararlı olarak ısınabilmeleri gerekmektedir. Bu amaçla, altın başta olmak üzere metal nanoparçacıklar, polimerler ve grafen temelli nanokompozitler incelenmektedir (Jain vd., 2007; Zhou vd., 2013; Jaque vd., 2014).

Wang vd. (2013), Au nanokafes yapısındaki nanoparçacıklardan hazırladıkları dispersiyonu 0.8

W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda 7.5 dakikada 50°C sıcaklığa ısıtmışlardır (Wang vd. 2013). Huang vd. (2013), poli(etilen glikol)-b-poli(ε-kaprolakton)/Au nanoparçacık dispersiyonlarının fototermal özelliklerini incelemişlerdir. 1 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda 5 dakikalık ısıtma periyodu sonunda 40.7°C sıcaklık artışı elde etmişlerdir (Huang vd., 2013). Zhou vd. (2013), 1 mg/mL derişimde F-127 ile fonksiyonelleştirdikleri nano PANI yapıları ile 0.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda 5 dakika ısıtma sonunda 48.2°C sıcaklığa ulaşmışlar ve fototermal dönüşüm verimini 0.485 olarak hesaplamışlardır (Zhou vd., 2013). Wang vd. (2022) Au nanoyıldız/PANI nanokompoziti ile 0.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda 5 dakikalık ısıtma ile 38.9°C sıcaklık artışı elde etmişlerdir (Wang vd., 2022).

Grafen oksit (GO) yüksek yüzey alanına ve mekanik dayanıma sahip iki boyutlu bir malzemedir (Bedeloğlu ve Taş 2016, Gorduk 2021). Fototermal uygulamalarda GO yapılarının fotoajan olarak tek başına kullanılması düşük enerji dönüşümü açısından uygun görülmemektedir (de Melo-Diogo vd., 2018). Robinson vd. (2011), polietilen glikol ile fonksiyonelleştirdikleri GO nanoyapısının yüksek derişimli dispersiyonunu (20 mg/mL) 0.6 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda 8 dakikada 36°C'un altında bir sıcaklığa ısıtabilmişlerdir (Robinson vd., 2011). GO, metal nanoparçacıkların stabilize edilebileceği yüksek yüzey alanına sahip destek malzemeleri olarak kullanılmaktadır. Altın, gümüş ve bakır gibi metal nanoparçacıklar karbon temelli desteklerin fototermal dönüşümlerini de arttırmaktadır (Chen vd., 2016; Ji vd., 2022). Metal nanoparçacıkların dokuyla doğrudan teması sitotoksisite açısından sorunlara yol açabileceğinden, polimerik biyoajanlar ile kaplanmaları çözüm olarak görülmektedir (Yslas vd., 2015). Bu amaçla kullanılan polianilin (PANI), yüksek NIR absorpsiyonuna sahip olan, düşük maliyetli ve çok yönlü bir polimerdir (Neelgund vd., 2016).

Bu çalışmada, GO/Au/PANI üçlü nanokompoziti farklı bileşimlerde sentezlenmiş, karakterize edilmiş ve fototermal özellikleri incelenmiştir. GO yüzeyine Au nanoparçacıkları indirgeme ile çöktürülmüş ve eşanlı olarak anilin polimerizasyonu

gerçekleştirilmiştir. Tek basamakta sentezlenebilen nanokompozitler NIR lazer ile ışımaya tabi tutulmuş ve fototermal dönüşüm verimleri hesaplanmıştır. En yüksek fototermal verime sahip örnek üzerinde tekrarlı ısıtma soğutma deneyleri gerçekleştirilerek fototermal kararlılığı gösterilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1 Materyal

Grafit oksit, Grafen Kimya Sanayi (Türkiye) firmasından temin edilmiştir. Kloroaurik asit (HAuCl<sub>4</sub>) (≥ %99.5), anilin (≥ %99.5), dodesilbenzen sülfonik asit (DBSA) (%70 izopropanolde) ve p-fenilendiamin (FDA) (≥ %99.0) Sigma-Aldrich (Almanya) firmasından temin edilmiştir. Deiyonize su (direnci ≥18 MΩ.cm) Young Lin aquaMAX (Güney Kore) cihazından elde edilmiştir.

### 2.2 GO/Au/PANI Nanokompozitlerinin Sentezi

0.1 M DBSA çözeltisine 5 mg/mL derişimde olacak şekilde grafit oksit eklenmiş ve 1 saat boyunca ultrasonik banyoda tutularak grafit oksit tabakalarının ayrılması sağlanmıştır. Elde edilen GO dispersiyonuna 20 mM HAuCl<sub>4</sub> ve 0.1 M DBSA derişimindeki çözelti eklenerek 60 dakika karıştırılmıştır. 0.1 M DBSA derişiminde ayrı bir çözeltiye anilin monomeri eklenmiş ve bu çözelti GO ve HAuCl<sub>4</sub> içeren dispersiyona damla damla eklenerek 48 saat boyunca oda sıcaklığında karıştırılmış ve polimerizasyon tepkimesi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra karışıma etanol eklenerek GO/Au/PANI nanokompoziti çöktürülmüş, etanol ve su ile defalarca yıkanmış ve vakum etüvünde 60°C'ta kurutulmuştur. Farklı HAuCl<sub>4</sub> ve anilin bileşimleri ile hazırlanan nanokompozitler Çizelge 1'de sunulmuştur.

**Çizelge 1.** Farklı HAuCl<sub>4</sub> ve anilin bileşimleri ile hazırlanan nanokompozitler.

Nanokompozit	mg grafen oksit /mg anilin	mol HAuCl <sub>4</sub> /mol anilin
GO1/Au/PANI4	1/4	1/4
GO2.5/Au/PANI2.5	1/1	1/2.5
GO4/Au/PANI1	4/1	1/1

### 2.3 Karakterizasyon

Nanokompozitlerin karakterizasyonu Ultraviyole-Görünür bölge (UV-Vis) spektrofotometresi (Shimadzu 1601, Japonya), Fourier-dönüştürümlü kızılötesi (FTIR) spektrofotometresi (Shimadzu 8400-S, Japonya), X-Işını difraktometresi (XRD) (Rigaku MiniFlex, Japonya) ve geçirimli elektron mikroskopu (TEM) (FEI Tecnai G2 Spirit BioTwin, ABD) ile yapılmıştır.

### 2.4 Fototermal Ölçümler

Nanokompozitlerin fototermal performanslarının belirlenmesi için 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişiminde sulu dispersiyonları hazırlanmış ve mikrosantrifüj tüplerine 1.0 mL hacimde alınarak 808 nm dalgaboyuna sahip bir NIR lazer (Grande G41, ABD) ile 1.0, 1.5 ve 2.0 W/cm<sup>2</sup> güç yoğunluklarında ışımaya tabi tutulmuşlardır. Dispersiyon sıcaklıkları, bir termal kamera (FLIR E50, ABD) ile zamana karşı kaydedilmiştir. Zaman sabiti yöntemi kullanılarak fototermal dönüşüm verimi ( $\eta$ ) Denklem (1) ile hesaplanmıştır (Tan vd., 2016):

$$\eta = \frac{hA(T_{maks}-T_c)-Q_{su}}{I(1-10^{-\lambda})} \quad (1)$$

Burada  $h$  ısı aktarım katsayısı,  $A$  ısı aktarımına dik alan,  $T_{maks}$  dispersiyonun en yüksek sıcaklığı,  $T_c$  ortam sıcaklığı,  $Q_{su}$  suyun aldığı ısı,  $I$  lazer gücü ve  $\lambda$  dispersiyonun 808 nm'deki absorpsiyon değeridir. Fototermal dönüşüm veriminin hesaplanması için dispersiyonlar 10 dakika boyunca lazerle ısıtılmış daha sonra lazer kapatılarak soğuma evresinde zaman karşı sıcaklık değerleri kaydedilmiştir.  $hA$  değerinin bulunması için boyutsuz sıcaklık  $\theta$ , Denklem (2) ile tanımlanmıştır:

$$\theta = \frac{T-T_c}{T_{maks}-T_c} \quad (2)$$

Soğuma evresi verileri kullanılarak çizilen  $(-\ln\theta, t)$  grafiğinin eğimi zaman sabiti  $\tau$ 'yu vermektedir. Denklem (3) kullanılarak  $hA$  değeri hesaplanmıştır:

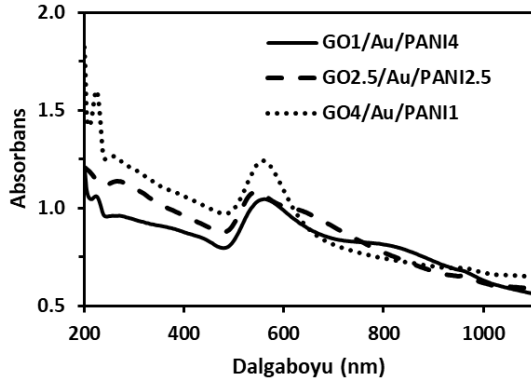
$$hA = \frac{mC_p}{\tau} \quad (3)$$

Burada  $m$  ve  $C_p$ , sırasıyla suyun kütlesi ve ısı kapasitesidir.

### 3. Bulgular ve Tartışma

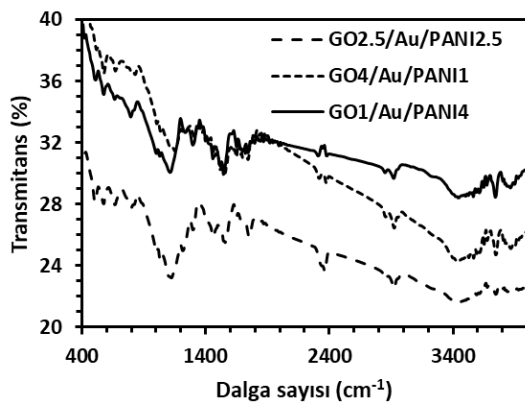
GO/Au/PANI nanokompozitlerinin sentezi, H<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub>'ün indirgenmesi ve eş anlı olarak anilin oksidatif polimerizasyonu ile tek basamakta gerçekleştirilmiş, GO üzerinde oluşan polimer zincirleri arasında Au nanotaneçikleri üretilmiştir. Böylece Au nanoparçacıkları ve PANI arasında güçlü bir etkileşim oluşturulmuştur. PANI'nın fonksiyonel bir protonik asit olan DBSA ile katkılanması, nanokompozitin suda kararlı dispersiyonlar oluşturmasını sağlamıştır. Ayrıca sentez ortamının DBSA içermesi, Au nanotaneçiklerinin stabilizasyonuna yardımcı olmuştur (Haba vd., 1999).

Şekil 1'de 0.1 mg/mL derişimindeki GO/Au/PANI nanokompozitlerinin UV-Vis spektrumları verilmiştir. 230 nm dalgaboyundaki pik GO'ye ait C—C bağlarının  $\pi \rightarrow \pi^*$  geçişini göstermektedir (Xu vd., 2011). Bununla birlikte, C=O bağlarının  $n \rightarrow \pi^*$  geçişi PANI'nın benzenoid pikiyle çakışmaktadır. DBSA ile katkılanmış PANI'nın karakteristik pikleri olan benzenoid (325-360 nm), PANI zincirlerinin protonlanma basamağını gösteren bant (400-430 nm) ve polaron bandı (780-800 nm) görülmektedir. (Han vd., 2002). Bu piklerin ve absorpsiyon bantlarının absorpsiyonlarının farklı olması başlangıç monomer oranları arasındaki farklılıktan kaynaklanmaktadır. En yüksek anilin oranına sahip GO1/Au/PANI4 örneğinde pik absorpsiyonları beklendiği gibi en yüksek çıkmıştır. Her üç örnekte de 570 nm civarında Au nanotaneçiklerine özgü yüzey plazmon rezonans bandı görülmektedir (Doyen vd., 2013).



Şekil 1. GO/Au/PANI nanokompozitlerinin UV-Vis spektrumları

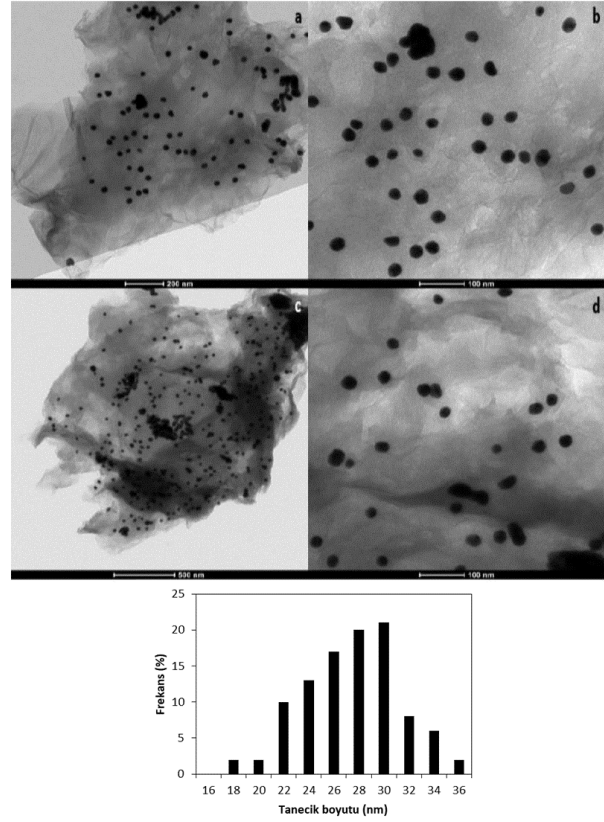
Şekil 2’de GO/Au/PANI örneklerinin FTIR spektrumları görülmektedir. GO’ya ait O-H gerilme titreşimleri  $3400\text{ cm}^{-1}$ , C=O gerilme titreşimi  $1720\text{ cm}^{-1}$ , aromatik C=C titreşimi  $1604\text{ cm}^{-1}$  dalgasayısında gözlenmiştir (Yang vd., 2010). DBSA ile katkılanmış PANI’ya ait protonlanmış imin ve aminlere ait hidrojen bağları ( $3500\text{ cm}^{-1}$ ), kinon halka deformasyonu ( $1560\text{ cm}^{-1}$ ), benzenoid halka deformasyonu ( $1480\text{ cm}^{-1}$ ), C—N ve C—N+ gerilme titreşimleri ( $1297\text{ cm}^{-1}$  ve  $1241\text{ cm}^{-1}$ ), —NH<sup>+</sup>= gerilme titreşimi ( $1120\text{ cm}^{-1}$ ) ve S=O titreşimi ( $1003\text{ cm}^{-1}$ ) gözlenmektedir (Misoon ve Seok 2012; Feng vd., 2015). Bu karakteristik piklerin belirgin şekilde varlığı PANI’nın başarıyla sentezlendiğinin göstergesidir.



Şekil 2. GO/Au/PANI nanokompozitlerinin FTIR spektrumları

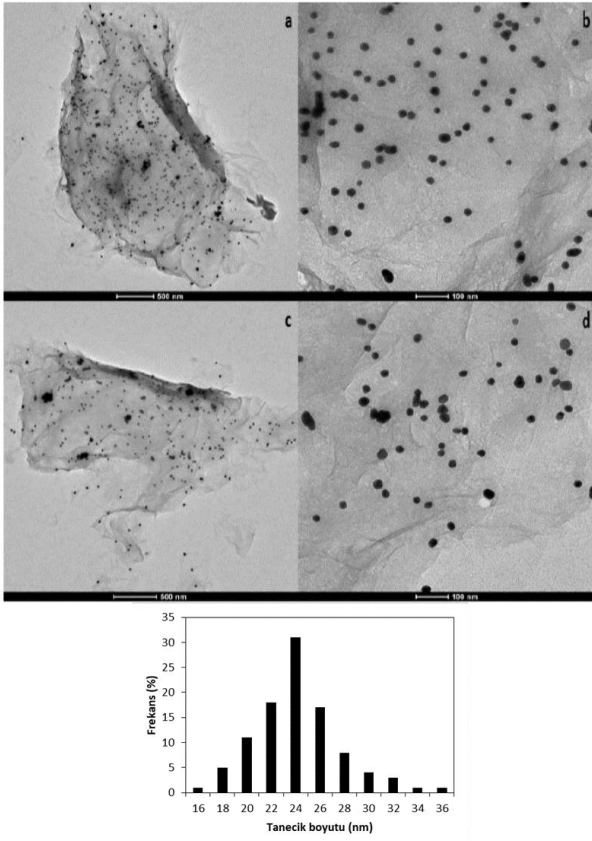
Şekil 3’te GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin TEM görüntüleri verilmiştir. GO tabakalarının PANI ile tamamen kaplanmış olduğu gözlenmektedir. Polimerzasyon ve H<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub> indirgenmesinin eş anlı

olarak gerçekleşmesi ile Au nanotaneçiklerin polimer matrisi içerisinde homojen olarak dağıldığı görülmektedir. Bununla birlikte, yerel Au aglomerasyonları da gözlenmektedir.



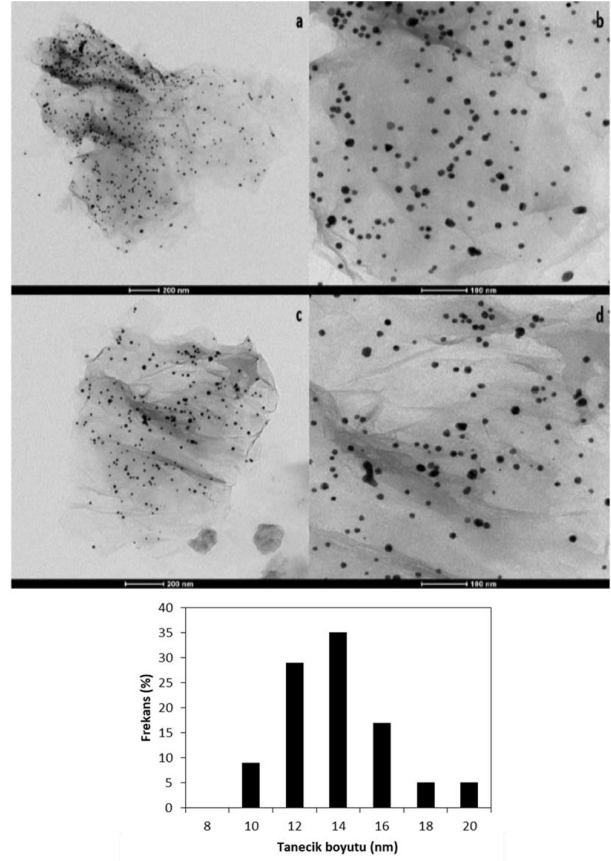
Şekil 3. GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin TEM görüntüleri

Monomer miktarının önemli ölçüde azaldığı GO4/Au/PANI1 nanokompozitinde (grafit oksit/anilin 1:1) ise PANI kalınlığının büyük ölçüde azaldığı ve GO nanotabakalarının yüzeyindeki kırışıklıkların belirginleştiği görülmektedir (Şekil 4). H<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub> derişiminin azaltılması ile tanecik boyut dağılımında büyük bir değişiklik olmamıştır (18-32 nm). GO1/Au/PANI4 örneğinde meydana gelen yerel aglomerasyonların giderildiği ve Au nanotaneçiklerin PANI yüzeyinde homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir. GO4/Au/PANI1 örneğinde de benzer şekilde Au nanotaneçiklerinin homojen bir şekilde kaplandığı görülmektedir.



Şekil 4. GO4/Au/PANI1 nanokompozitinin TEM görüntüleri

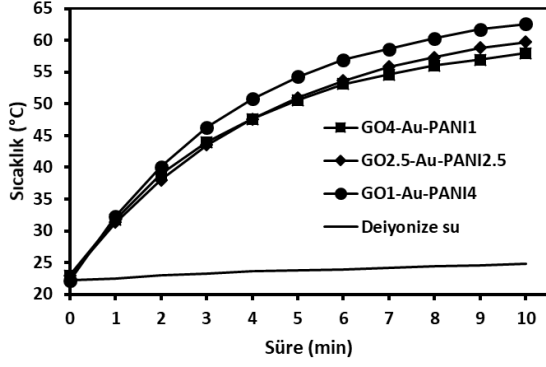
GO4/Au/PANI1 ve GO1/Au/PANI4 örneklerine göre daha yüksek monomer ve metal tuzu derişimi temel alınarak hazırlanan GO2.5/Au/PANI2.5 nanokompozitinde, metal nanotaneceklerinin hem daha küçük parçacık boyutunda hem de daha dar bir parçacık boyut aralığında (10-20 nm) sentezlendiği görülmektedir (Şekil 5). H<sub>AuCl<sub>4</sub></sub> derişiminin elde edilen Au nanoparçacıklarının parçacık boyutu ve boyut dağılımını doğrudan etkilemektedir. Bununla birlikte, yüksek H<sub>AuCl<sub>4</sub></sub> derişiminin başlangıç indirgenme hızını artırdığı ve daha çok sayıda Au<sup>0</sup> çekirdek oluşumuna neden olduğu düşünülmektedir. Bu sayede çok sayıda küçük boyutlu ve dar parçacık boyut aralığında nanoyapıların sentezlenebildiği sonucuna varılmıştır. TEM görüntülerinde en fazla nanoparçacığın GO2.5/Au/PANI2.5 örneğinde görüntülenmesi bu hipotezi desteklemektedir.



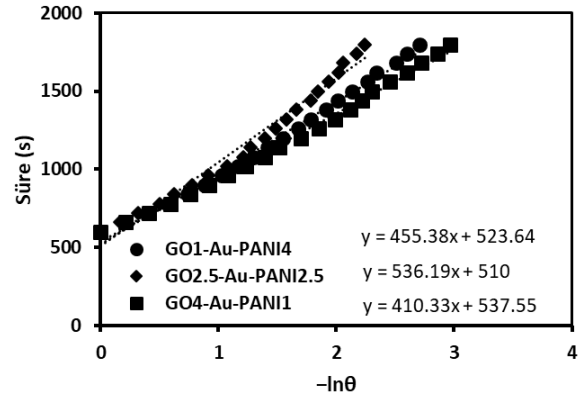
Şekil 5. GO2.5/Au/PANI2.5 nanokompozitinin TEM görüntüleri

Sentezlenen nanokompozitlerinin fototermal özelliklerinin belirlenmesi için öncelikle en yüksek derişim belirlenmiştir. Nanokompozitler PANI ile kaplı olduğu için PANI sitotoksitesi esas alınmıştır. Literatürde 0.15 mg/mL değerinin altındaki PANI kolloidlerinin biyolojik uygulamalarda güvenle kullanılabileceği rapor edilmiştir (Kucekova vd., 2014). Bu nedenle en yüksek derişim 0.1 mg/mL olarak belirlenmiştir. Şekil 6'da 0.1 mg/mL derişiminde GO/Au/PANI nanokompozitlerinin 1 mL'lik dispersiyonlarının 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda ısınma eğrileri verilmiştir. Karşılaştırma için aynı lazer güç yoğunluğunda 1 mL deiyonize su da ısıtılmış ve sadece 2.6°C sıcaklık artışı kaydedilmiştir. GO1/Au/PANI4, GO2.5/Au/PANI2.5 ve GO4/Au/PANI1 örnekleri 10 dakikalık lazer ışıması sonucunda sırasıyla 62.6, 59.7 ve 58.0°C'a ısınmışlardır. En yüksek PANI içeriğine sahip olan GO1/Au/PANI4 örneğinin en yüksek sıcaklığa ulaşması beklenen bir sonuçtur.





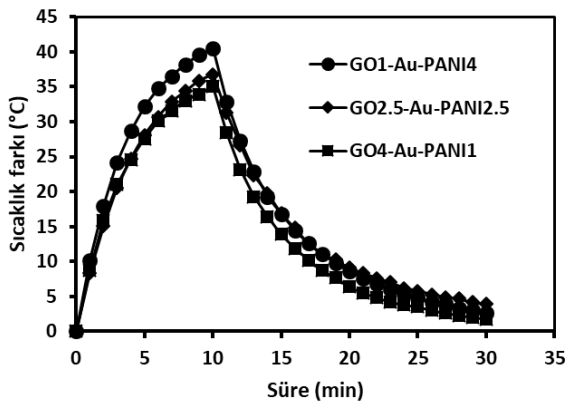
Şekil 6. 0.1 mg/mL derişiminde GO/Au/PANI nanokompozitlerinin 1 mL'lik dispersiyonlarının 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda ısınma eğrileri



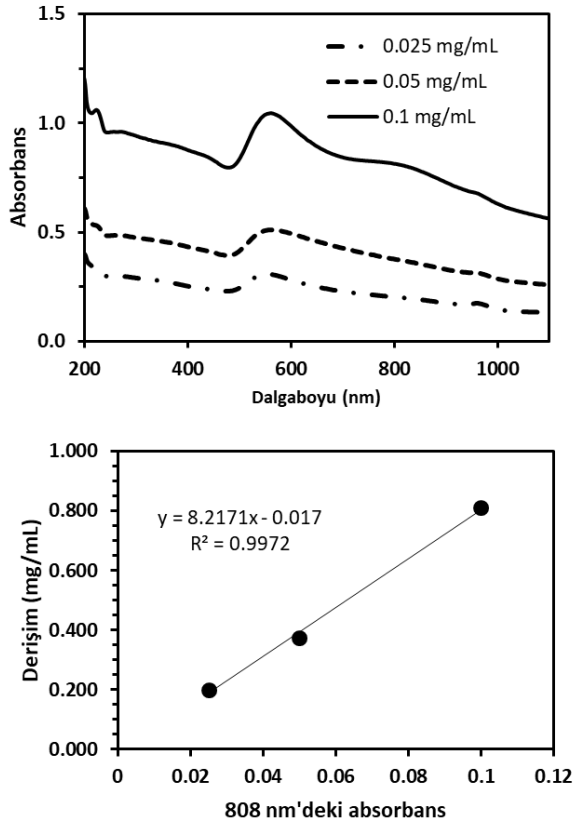
Şekil 8. GO/Au/PANI nanokompozitlerinin zaman sabitleri

Fototermal dönüşüm verimlerinin hesaplanması amacıyla 0.1 mg/mL derişimindeki GO/Au/PANI dispersiyonları 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda ısıtma işleminin ardından lazer kapatılarak soğumaya bırakılmış ve sıcaklıkları kaydedilmiştir (Şekil 7).  $(-ln\theta, t)$  grafiğinin eğiminden hesaplanan zaman sabitleri GO1/Au/PANI4 için 455.38, GO2.5/Au/PANI2.5 için 536.19 ve GO4/Au/PANI1 için 410.33 s olarak hesaplanmıştır (Şekil 8). Daha sonra Denklem (3) kullanılarak  $hA$  değerleri ve Denklem (1) kullanılarak fototermal dönüşüm verimleri hesaplanmıştır. GO1/Au/PANI4, GO2.5/Au/PANI2.5 ve GO4/Au/PANI1 örnekleri için fototermal dönüşüm verimleri sırasıyla 0.384, 0.298 ve 0.380 bulunmuştur.

1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda en yüksek sıcaklığa ulaşan ve en yüksek fototermal dönüşüm verimine sahip olan GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin dispersiyon kararlılığının denemesi için 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişimlerdeki UV-Vis spektrumları ile 808 nm'deki absorbans değerine karşı derişim grafikleri çizilmiştir (Şekil 9). Absorbans-derişim davranışı lineer bulunmuş ( $R^2=0.9972$ ) ve nanokompozitin sulu dispersiyonunun kararlı olduğu tespit edilmiştir.



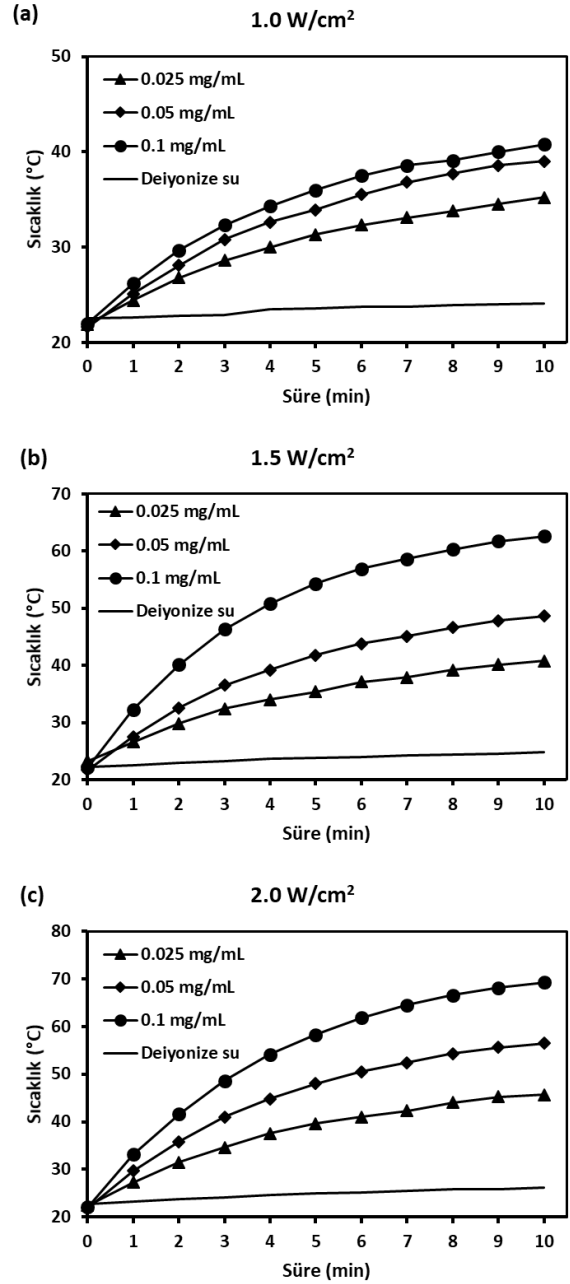
Şekil 7. 0.1 mg/mL derişiminde GO/Au/PANI nanokompozitlerinin 1 mL'lik dispersiyonlarının 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda ısınma ve soğuma eğrileri



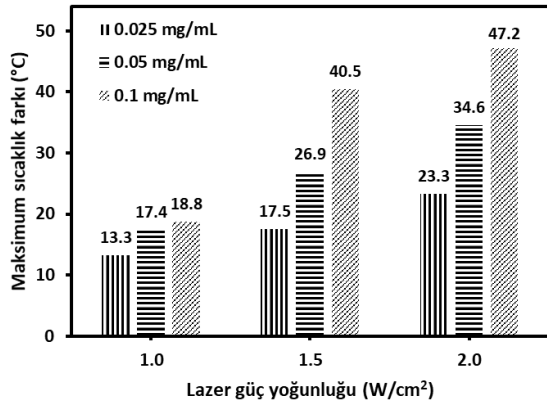
Şekil 9. GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişimlerdeki UV-Vis spektrumları ile 808 nm'deki absorpsan değerine karşı derişim grafikleri

GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin fototermal özelliklerinin daha ayrıntılı incelenmesi amacıyla 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişimlerinde 1.0, 1.5 ve 2.0 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğu değerlerinde ısınma davranışı incelenmiştir (Şekil 10). Aynı derişimde lazer güç yoğunluğu arttırıldığında elde edilen en yüksek sıcaklık değerleri de artmıştır. Beklenildiği gibi aynı lazer güç yoğunluğunda derişim arttırıldıkça ulaşılan en yüksek sıcaklık değerleri artmıştır. 1.0 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda 10 dakikalık ısıtma periyodunda deiyonize su sadece 1.6°C ısınırken GO1/Au/PANI4 nanokompoziti 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişimlerdeki dispersiyonları sırasıyla 13.3, 17.4 ve 18.8°C ısınmışlardır. 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda deiyonize su 2.6°C ısınmış, GO1/Au/PANI4 0.025 mg/mL derişimindeki dispersiyonu 17.5°C, 0.05 mg/mL derişimindeki dispersiyonu ise 26.9°C ısınmıştır. Uygulanan en yüksek lazer güç yoğunluğu olan 2.0 W/cm<sup>2</sup> değerinde 10 dakika ısıtma periyodunda deiyonize su 3.3°C ısınmıştır. Bu koşullarda GO1/Au/PANI4

nanokompozitinin 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişimlerdeki dispersiyonları sırasıyla 23.3, 34.6 ve 47.2°C ısınmışlardır (Şekil 11).

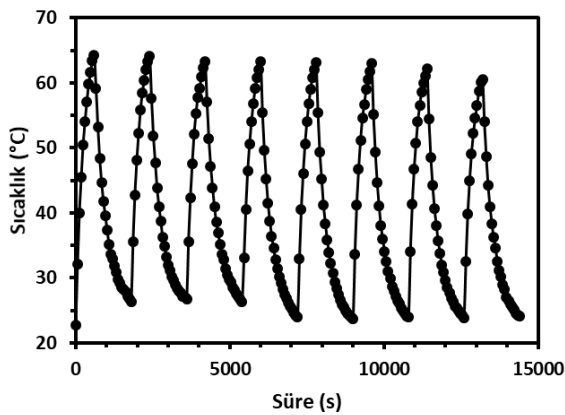


Şekil 10. GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin (a) 1.0, (b) 1.5 ve (c) 2.0 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğu değerlerinde ısınma eğrileri



**Şekil 11.** GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin 0.025, 0.05 ve 0.1 mg/mL derişimlerinde ve 1.0, 1.5 ve 2.0 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğu değerlerinde elde edilen en yüksek sıcaklık farkları

GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin döngüsel fototermal kararlılığının ortaya konulabilmesi amacıyla, 0.1 mg/mL derişimindeki dispersiyon 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda ardışık olarak sekiz kez 10 dakika ısıtma ve 20 dakika soğuma periyoduna tabi tutulmuştur. Bu koşullarda elde edilen en yüksek sıcaklıklar sırasıyla 64.3, 64.1, 63.3, 63.3, 63.2, 63.0, 62.2 ve 60.6°C olarak kaydedilmiş ve kayda değer bir azalma olmamıştır (Şekil 12). Bununla birlikte dispersiyon ardışık ısıtma ve soğuma döngülerinde kararlılığını korumuş, herhangi bir topaklanma, çökme ve benzeri durum meydana gelmemiştir.



**Şekil 12.** GO1/Au/PANI4 nanokompozitinin 0.1 mg/mL derişiminde ve 1.5 W/cm<sup>2</sup> lazer güç yoğunluğunda ardışık ısıtma soğuma eğrileri

#### 4. Sonuç

GO/Au/PANI nanokompoziti, Au tuzunun indirgenmesi ve anilin oksidatif polimerizasyonu ile eş anlı olarak tek basamakta gerçekleştirilerek fototermal etkinliği ve kararlılığı yüksek bir nanokompozit geliştirilmiştir. Nanokompozit bileşiminde bulunan Au hem sentez aşamasında hem de fototermal enerji dönüşümünün iyileştirilmesinde rol oynamıştır. Nanokompozitteki PANI bileşiminin artmasıyla 808 nm dalgaboyundaki lazer ışınının absorpsiyonu artmış ve böylece nanokompozit daha yüksek sıcaklıklara ulaşmıştır. DBSA katkılı PANI suda iyi dağıldığı ve kararlı bir dispersiyon oluşturduğu için döngüsel fototermal deneylerde kararlı bir ürün elde edilmiştir. Elde edilen tüm sonuçlar değerlendirildiğinde GO/Au/PANI nanokompoziti fototermal ısıtma uygulamalarında kullanılabilir, kolay üretilebilir bir fotoajandır.

#### 5. Kaynaklar

- Bedeloğlu, A., ve Mahmut, T.A.Ş., 2016. Grafen ve grafen üretim yöntemleri. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **16(3)**, 544-554. <https://doi.org/10.5578/fmbd.32173>
- Chen, H., Liu, Z., Li, S., Su, C., Qiu, X., Zhong, H., Guo, Z., 2016. Fabrication of graphene and AuNP core polyaniline shell nanocomposites as multifunctional theranostic platforms for SERS real-time monitoring and chemo-photothermal therapy. *Theranostics*, **6(8)**, 1096. <https://doi.org/10.7150/thno.14361>
- de Melo-Diogo, D., Lima-Sousa, R., Alves, C. G., Costa, E. C., Louro, R. O., Correia, I. J., 2018. Functionalization of graphene family nanomaterials for application in cancer therapy. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, **171**, 260-275. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2018.07.030>
- Doyen, M., Bartik, K., Bruylants, G., 2013. UV-Vis and NMR study of the formation of gold nanoparticles by citrate reduction: Observation of gold-citrate aggregates. *Journal of Colloid and Interface Science*, **399**, 1-5. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2013.02.040>

- Feng, X., Chen, N., Zhou, J., Li, Y., Huang, Z., Zhang, L., Ma, Y., Wang, L., Yan, X., 2015. Facile synthesis of shape-controlled graphene–polyaniline composites for high performance supercapacitor electrode materials. *New Journal of Chemistry*, **39(3)**, 2261-2268. <https://doi.org/10.1039/C4NJ01843E>
- Gorduk, O. 2021. Voltammetric determination of vanillin in commercial food products using electrochemically fabricated graphene oxide modified electrode. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **21(1)**, 84-96. <https://doi.org/10.35414/akufemubid.819216>
- Haba, Y., Segal, E., Narkis, M., Titelman, G. I., Siegmann, A., 1999. Polymerization of aniline in the presence of DBSA in an aqueous dispersion. *Synthetic Metals*, **106(1)**, 59-66. [https://doi.org/10.1016/S0379-6779\(99\)00100-9](https://doi.org/10.1016/S0379-6779(99)00100-9)
- Han, M. G., Cho, S. K., Oh, S. G., Im, S. S., 2002. Preparation and characterization of polyaniline nanoparticles synthesized from DBSA micellar solution. *Synthetic Metals*, **126(1)**, 53-60. [https://doi.org/10.1016/S0379-6779\(01\)00494-5](https://doi.org/10.1016/S0379-6779(01)00494-5)
- Huang, P., Lin, J., Li, W., Rong, P., Wang, Z., Wang, S., Wang, X., Sun, X., Aronova, M., Niu, G., Leapman, R.D., Nie, Z., Chen, X., 2013. Biodegradable gold nanovesicles with an ultrastrong plasmonic coupling effect for photoacoustic imaging and photothermal therapy. *Angewandte Chemie*, **125(52)**, 14208-14214. <https://doi.org/10.1002/ange.201308986>
- Jain, P. K., El-Sayed, I. H., El-Sayed, M. A., 2007. Au nanoparticles target cancer. *Nano today*, **2(1)**, 18-29. [https://doi.org/10.1016/S1748-0132\(07\)70016-6](https://doi.org/10.1016/S1748-0132(07)70016-6)
- Jaque, D., Maestro, L. M., del Rosal, B., Haro-Gonzalez, P., Benayas, A., Plaza, J. L., Martin Rodriguez, E., Solé, J. G., 2014. Nanoparticles for photothermal therapies. *Nanoscale*, **6(16)**, 9494-9530. <https://doi.org/10.1039/C4NR00708E>
- Ji, M., Liu, H., Cheng, M., Huang, L., Yang, G., Bao, F., Huang, G., Huang, Y., Hu, Y., Cong, G., Yu, J., Zhu, C., Xu, J., 2022. Plasmonic metal nanoparticle loading to enhance the photothermal conversion of carbon fibers. *The Journal of Physical Chemistry C*, **126(5)**, 2454-2462. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.1c10792>
- Kucekova, Z., Humpolicek, P., Kasparkova, V., Perecko, T., Lehocký, M., Hauerlandova, I., Saha, P., Stejskal, J., 2014. Colloidal polyaniline dispersions: antibacterial activity, cytotoxicity and neutrophil oxidative burst. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, **116**, 411-417. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2014.01.027>
- Misoon, O., Seok, K., 2012. Effect of dodecyl benzene sulfonic acid on the preparation of polyaniline/activated carbon composites by in situ emulsion polymerization. *Electrochimica Acta*, **59**, 196-201. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2011.10.058>
- Neelgund, G. M., Bliznyuk, V. N., Oki, A., 2016. Photocatalytic activity and NIR laser response of polyaniline conjugated graphene nanocomposite prepared by a novel acid-less method. *Applied Catalysis B: Environmental*, **187**, 357-366. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2016.01.009>
- Robinson, J. T., Tabakman, S. M., Liang, Y., Wang, H., Sanchez Casalongue, H., Vinh, D., Dai, H., 2011. Ultrasmall reduced graphene oxide with high near-infrared absorbance for photothermal therapy. *Journal of the American Chemical Society*, **133(17)**, 6825-6831. <https://doi.org/10.1021/ja2010175>
- Tan, J., Namuangruk, S., Kong, W., Kungwan, N., Guo, J., Wang, C., 2016. Manipulation of amorphous-to-crystalline transformation: Towards the construction of covalent organic framework hybrid microspheres with NIR photothermal conversion ability. *Angewandte Chemie International Edition*, **55(45)**, 13979-13984. <https://doi.org/10.1002/anie.201606155>
- Wang, Y., Black, K. C., Luehmann, H., Li, W., Zhang, Y., Cai, X., Wan, D., Liu, S., Li, M., Kim, P., Li, Z., Wang, L.W., Liu, Y., Xia, Y., 2013. Comparison study of gold nanohexapods, nanorods, and nanocages for photothermal cancer treatment. *ACS Nano*, **7(3)**, 2068-2077. <https://doi.org/10.1021/nn304332s>
- Wang, Y., Yang, Y., Yang, L., Lin, Y., Tian, Y., Ni, Q., Wang, S., Ju, H., Guo, J., Lu, G., 2022. Gold Nanostar@ Polyaniline Theranostic Agent with High Photothermal Conversion Efficiency for Photoacoustic Imaging-Guided Anticancer

Phototherapy at a Low Dosage. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **14(25)**, 28570-28580.  
<https://doi.org/10.1021/acsami.2c05679>

Xu, Z., Gao, H., Guoxin, H., 2011. Solution-based synthesis and characterization of a silver nanoparticle–graphene hybrid film. *Carbon*, **49(14)**, 4731-4738.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2011.06.078>

Yang, N., Zhai, J., Wan, M., Wang, D., Jiang, L., 2010. Layered nanostructures of polyaniline with graphene oxide as the dopant and template. *Synthetic Metals*, **160(15-16)**, 1617-1622.  
<https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2010.05.029>

Yslas, E. I., Ibarra, L. E., Molina, M. A., Rivarola, C., Barbero, C. A., Bertuzzi, M. L., Rivarola, V. A., 2015. Polyaniline nanoparticles for near-infrared photothermal destruction of cancer cells. *Journal of Nanoparticle Research*, **17**, 1-15.  
<https://doi.org/10.1007/s11051-015-3187-y>

Zhou, J., Lu, Z., Zhu, X., Wang, X., Liao, Y., Ma, Z., Li, F., 2013. NIR photothermal therapy using polyaniline nanoparticles. *Biomaterials*, **34(37)**, 9584-9592.  
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2013.08.075>

# Molten Salt Approach for Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Synthesis as a Charge Storage Electrode

Ümran KURTAN<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Department of Materials and Materials Processing Technologies, Vocational School of Technical Sciences, İstanbul University-Cerrahpaşa, 34500, İstanbul/Turkey

\*Corresponding author e-mail: umran.kurtan@iuc.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-1279-7729>

Geliş Tarihi: 02.04.2023

Kabul Tarihi: 14.09.2023

## Abstract

**Keywords**  
Molten Salt Method;  
Cobalt Oxide;  
Electrode;  
Energy Storage

A versatile molten salt method was targeted to fabricate the cobalt oxide (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanospheres as charge storage electrodes. The Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanospheres were prepared in KNO<sub>3</sub> molten salt in only one step within 5 minutes. The nanospheres were with an average size distribution of almost 80-130 nm. The specific capacitance of cobalt oxide was found to be 285 F/g at 10 mV/s and 171 F/g at 0.5 A/g in 6 M KOH and the Trasatti method was used to understand the outer and inner surface capacitive contributions. The material possessed a moderate rate capability (63.1% at 5 A/g) and had good cyclic stability (90.5% after 1200 cycles). This experimental study does not require any solvent usage and thus can provide a green and continuous approach for the preparation of various transition metal oxides with good electrochemical properties in the energy storage field.

## Bir Yük Depolama Elektrodu Olarak Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Sentezi İçin Eriyik Tuz Yaklaşımı

**Anahtar Kelimeler**  
Eriyik Tuz Yöntemi;  
Kobalt Oksit;  
Elektrot;  
Enerji Depolama

## Öz

Yük depolama elektrotları olarak kobalt oksit (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanokürelerini sentezlemek için çok yönlü bir eriyik tuz yöntemi hedeflenmiştir. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoküreleri KNO<sub>3</sub> erimiş tuzunda sadece tek adımda 5 dakika içerisinde hazırlanmıştır. Nanokürelerin ortalama boyut dağılımı yaklaşık 80-130 nm'dir. Kobalt oksidin spesifik kapasitansı 6 M KOH elektrolitinde 10 mV/s'de 285 F/g ve 0.5 A/g'da 171 F/g olarak bulunmuş ve dış ve iç yüzey kapasitif katkılarına anlamak için Trasatti yöntemi kullanılmıştır. Malzeme orta seviyede bir kapasite koruması (5 A/g'da %63.1) ve iyi bir döngüsel kararlılık (1200 çevrim sonrası %90.5) göstermiştir. Bu deneysel çalışma herhangi bir çözücü kullanımını gerektirmemektedir ve bu nedenle enerji depolama alanında iyi elektrokimyasal özelliklere sahip çeşitli geçiş metal oksitlerinin hazırlanması için yeşil ve sürekli bir yaklaşım sağlayabilir.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Introduction

As promising energy storage devices, supercapacitors are of special significance because of their good specific power, long cycle life, and rapid charge/discharge process. Supercapacitors also called ultracapacitors or electrochemical capacitors are used in many fields including electric vehicles, portable electronic power systems, and military service (Kurtan 2022, Kurtan and Aydın 2021, Lee *et al.* 2011, Wang *et al.* 2010). An electrode is a critical component of supercapacitors and transition metal oxides such as Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Kebabsa *et al.* 2020, Tan *et al.* 2015), MnO<sub>2</sub> (Du *et al.* 2022),

NiO (Liang *et al.* 2012), V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (Kim *et al.* 2013) and ZnO (Ma *et al.* 2020) have been considered as potential high capacitance electrodes due to their facile availabilities. Among these, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> is attractive, and sensors, catalysts, magnetic resonance imaging, lithium-ion batteries, and supercapacitors are the possible application areas of cobalt oxide. Owing to its many advantages such as earth-abundance, being environmentally friendly, low cost, and multiple valence states, it gained significant attention in the energy storage field, specifically supercapacitors. Up to now, traditional methods including solution combustion (Afrooze and Shaik

2023), sol-gel (Priyadharsini *et al.* 2020), hydrothermal (Anuradha and Raji 2022, Arjunan *et al.* 2023), solvothermal (UmaSudharshini *et al.* 2021, Gao *et al.* 2023), electrodeposition (Jadhav *et al.* 2023) and reflux (Packiaraj *et al.* 2019) have been utilized to prepare a variety of cobalt oxide nanostructures. However, these reported preparation methods not only require multi-steps but also are complicated and time-consuming. In addition to these methods, molten-salt synthesis is one of the simple, cheap, and non-toxic method to obtain high-quality nanomaterials in a relative temperature and time. It can overcome all these drawbacks since it is facile (one-step), ultrafast, and does not require any solvent usage. Moreover, the sealing is not necessary for the experiment resulting in large amounts of electrodes that can be easily fabricated.

In this study, the main goal is to synthesize porous  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanomaterial as a potential supercapacitor electrode by a versatile molten-salt method. It is well-known that there is a close relationship between the starting material and the as-synthesized  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanostructures. Cobalt (II) sulfate heptahydrate ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) was used as a precursor with a low melting temperature ( $96.8^\circ\text{C}$ ). The

reaction occurred at a relative temperature of  $380^\circ\text{C}$  which is necessary for the melting of  $\text{KNO}_3$  salt in the air atmosphere. The inorganic salt served as both a template and an activating agent. Any further calcination or physical and chemical treatments have been used. This facile approach can save cost and gain insight into the large-scale production of electrode materials for supercapacitors and other energy storage devices compared with traditional techniques.

## 2. Experimental

### 2.1. Material Synthesis

The 5 g of  $\text{KNO}_3$  salt in a crucible was heated to  $380^\circ\text{C}$  in a furnace until a molten state was reached. Then, the crucible was taken and 3.6 mmol cobalt (II) sulfate heptahydrate ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) was added into the molten salt, which was maintained for 5 min in the furnace. The black product was taken and cooled down naturally. Finally, washing was done with hot distilled water to remove recrystallized  $\text{KNO}_3$  salt. The preparation step of the  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanospheres is illustrated in Fig. 1.

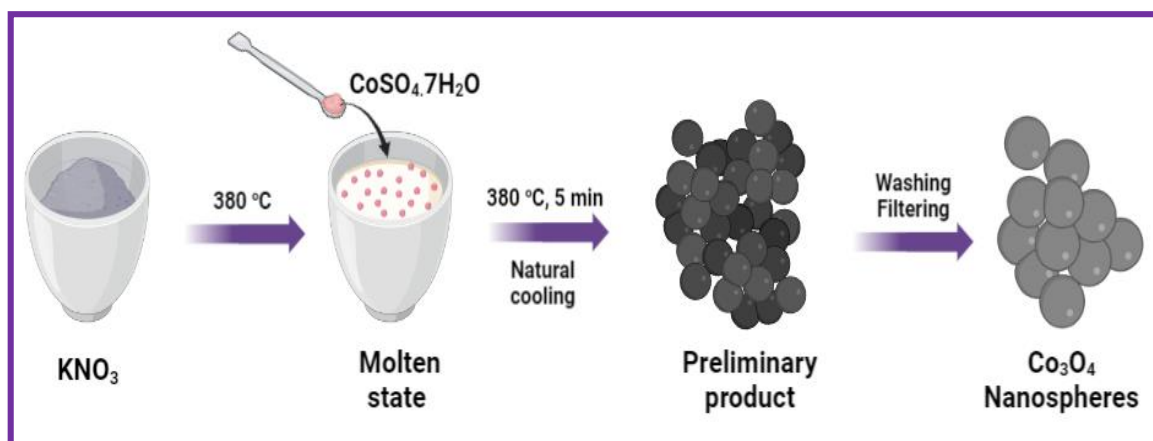


Fig. 1. Representation of the synthesis of  $\text{Co}_3\text{O}_4$ .

### 2.2. Material Characterizations

The morphological properties were investigated by scanning electron microscopy (SEM) with an FEI Quanta 250 FEG instrument and transmission electron microscopy (TEM, Hitachi HT-7700, 40-120 kV). X-ray diffraction (XRD) pattern was recorded on

a Thermo Scientific ARL X'TRA, and FTIR was measured with a Bruker Alpha instrument.

### 2.3. Electrode Preparation and Electrochemical Measurements

The as-synthesized  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanosphere (80 wt%), carbon black (10 wt%), and polyvinylidene difluoride



(PVDF) (10 wt%) were mixed in a few drops of N-methyl-2-pyrrolidone (NMP). Then, it was coated onto a Ni foam followed by drying at 100 °C for 12 h. Approximately 3.7 mg of electroactive material with an area of 1 cm<sup>2</sup> was coated. The electrochemical behaviours were investigated using a three-electrode system. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanospheres, Ag/AgCl, and Pt were used as the working, reference, and counter electrode, respectively. 6 M KOH was the electrolyte, and the electrochemical tests of the electrode were analyzed by cyclic voltammetry (CV), galvanostatic charge-discharge (GCD), and the electrochemical impedance spectroscopy (EIS) techniques using the GAMRY Reference 3000. EIS was measured in a frequency scale of 100 kHz-0.1 Hz at open circuit potential. The specific capacitances from CV and GCD analysis can be calculated by using the following equations, respectively (Liu *et al.* 2012, Üstün *et al.* 2023, Zhang *et al.* 2014).

$$C = \frac{\int_{V_1}^{V_2} IdV}{mv\Delta V} \quad (1)$$

$$C = I\Delta t/m\Delta V \quad (2)$$

where C is the gravimetric specific capacitance (F/g), I is the current (A), m is the mass of the electrode, v is the scan rate, and ΔV is the potential interval.

### 3. Results and Discussion

The morphological character of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was depicted and shown in Fig. 2a-c. The obtained Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> possessed spherical shape morphology with an average particle size distribution of almost 80-130 nm. The energy dispersive X-ray (EDX) was shown in Fig. 2d and the atomic percentages of cobalt and oxygen elements were 90.61% and 9.39%, respectively. The SEM image (Fig. 3a) with the corresponding elemental mapping images in Fig. 3b demonstrated that cobalt and oxygen elements existed and were homogeneously distributed throughout the Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanospheres. The morphology of the Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was further investigated using TEM analysis (Fig. 3c and 3d) and it can be seen

that the particles were relatively agglomerated. The spherical structure was clearly observed which provides a continuous pathway for ion transfer. The crystallinity was investigated by XRD and the spectrum of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanospheres was seen in Fig. 4a. The diffraction peaks at 18.8°, 30.8°, 35.8°, 43.8°, 55.6°, 58.2°, 66.3° and 76.4° were attributed to the crystal planes of (111), (202), (311), (400), (422), (333), (404) and (022) which matches the JCPDS data (Card No. 96-900-5892). It is notable that peaks were intense and sharp which reveals the good crystalline structure of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, with no traces of other phases or impurities. The crystallite size of the sample was calculated by Scherer's equation and was found as ~16.8 nm. Low crystallite size can make the ion transfer path easier and decrease the charge transfer. The FTIR spectrum is represented in Fig. 4b. Two characteristic and intense peaks were observed at 550 and 656 cm<sup>-1</sup>, which are related to the stretching vibrations of the Co–O bonds. The band at 550 cm<sup>-1</sup> is responsible for the vibration of the Co<sup>3+</sup>–O while the band at 656 cm<sup>-1</sup> belongs to the Co<sup>2+</sup>–O the Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanospheres (Liu *et al.* 2017, Tharasan *et al.* 2022). The broad band in the range of 3000-3700 cm<sup>-1</sup> can be attributed to the stretching vibrations of hydroxyl group and the peak at 1200 cm<sup>-1</sup> can be attributed to carbonates resulting from the reaction of cobalt oxide with carbon dioxide in the air during the synthesis (Guo *et al.* 2018, Tharasan *et al.* 2022). FTIR analysis verified the formation of cobalt oxide.

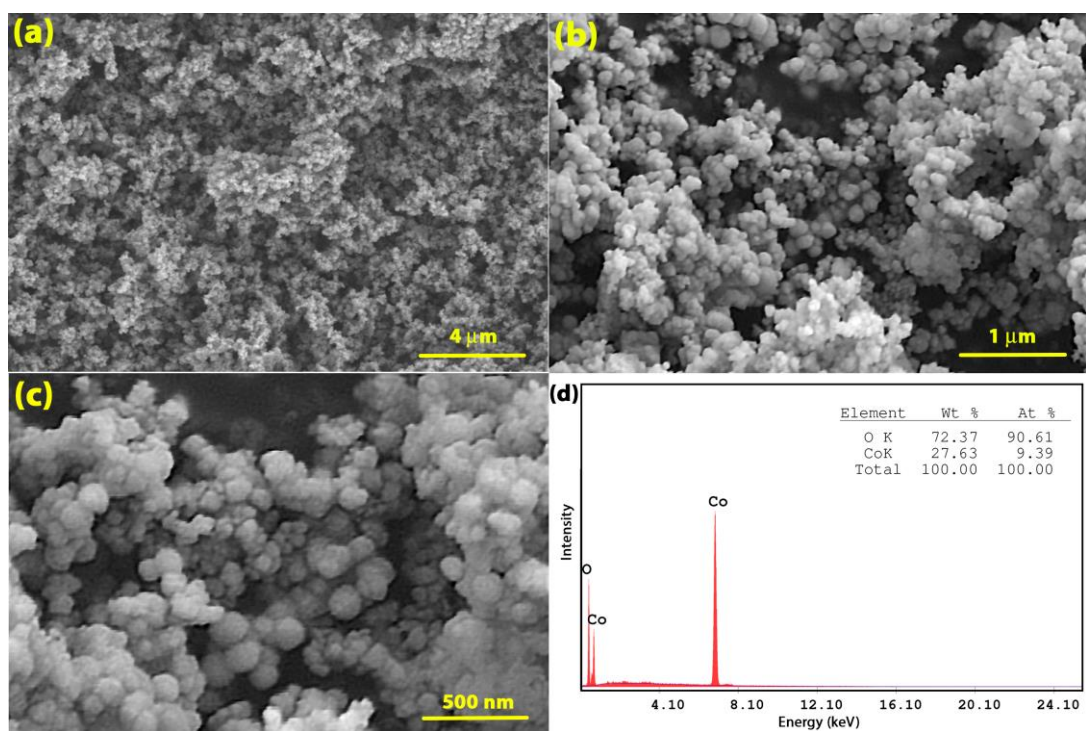


Fig. 2. (a-c) SEM images of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  (d) EDX spectrum.

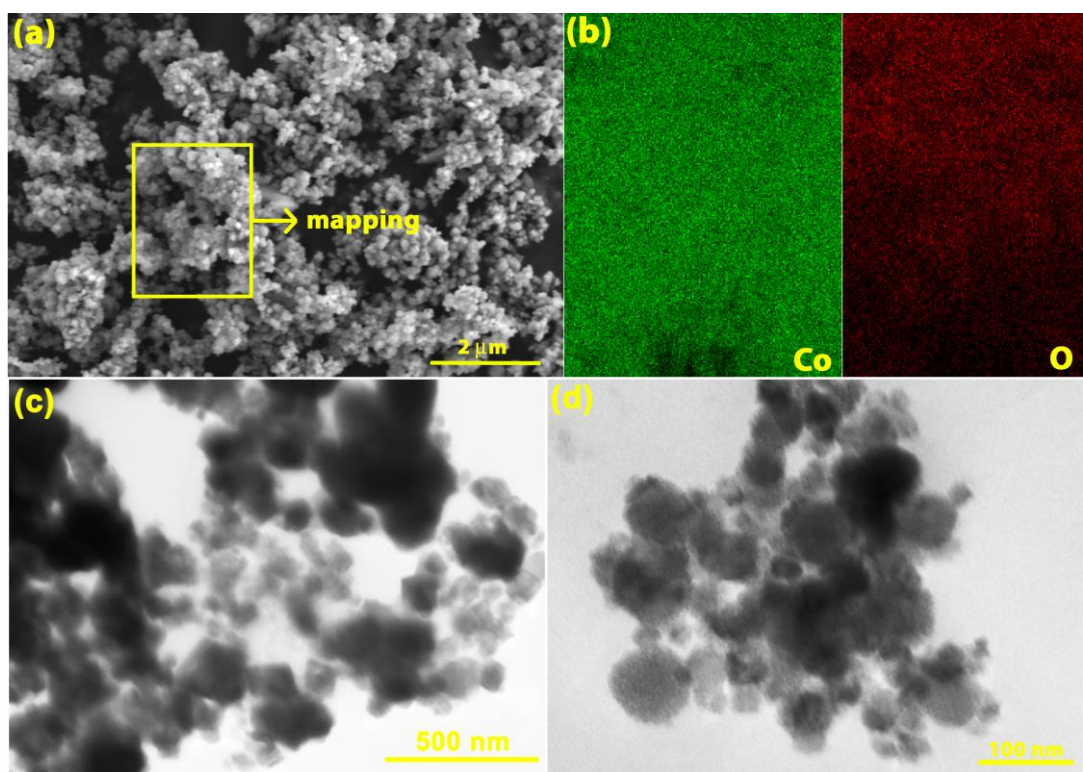


Fig. 3. (a) SEM image, (b) the EDX mapping images of Co and O elements, (c) low magnification, and (d) high magnification of TEM images of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanospheres.

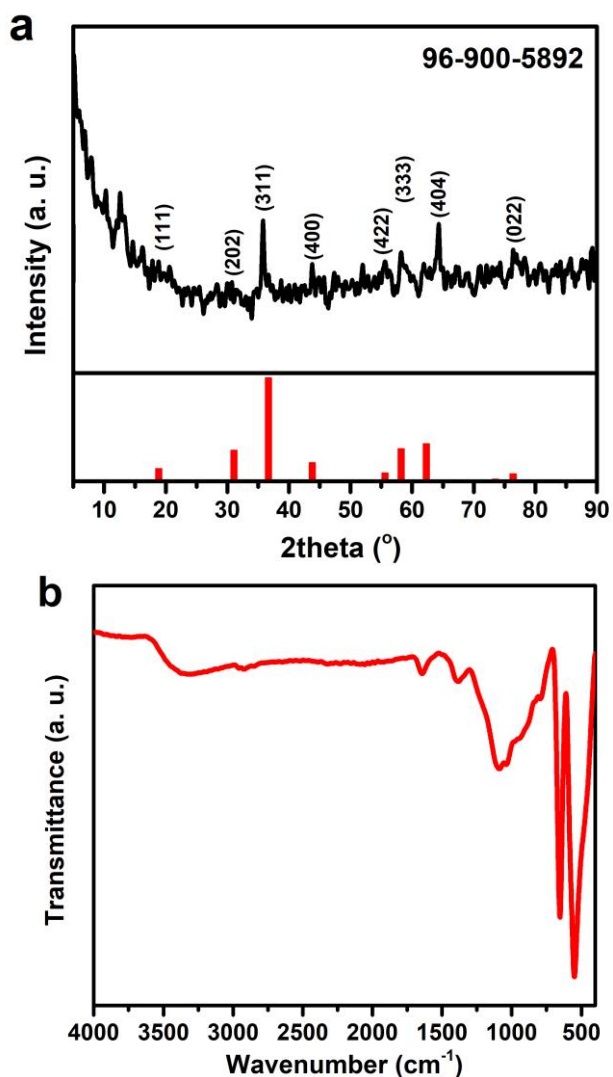
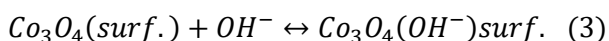


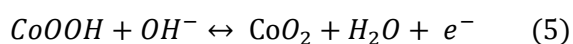
Fig. 4. (a) The XRD pattern and (b) FTIR spectra of  $\text{Co}_3\text{O}_4$ .

Fig. 5a displays the CV curves between 0 to 0.4 V (vs. Ag/AgCl) with various scan rates from 10 to 200 mV/s. During scanning, a pair of distinct redox peaks were seen which is ascribed to the reversible redox reaction of  $\text{Co}^{+3}/\text{Co}^{+2}$  and reveals the pseudocapacitance behaviour (Yang *et al.* 2013). The energy storage mechanism requires two essential steps including non-faradic and faradic processes as shown in the following (Chen *et al.* 2019, Liu *et al.* 2017, Wang *et al.* 2016):

**Non-faradic:**



**Faradic:**



It was also observed that oxidation peaks were not completely symmetric with reduction peaks which is probably due to the polarization of the electrode and the solution resistance during faradic processes (Liu *et al.* 2017, Meher *et al.* 2011, Vidhyadharan *et al.* 2014). Fig. 5b shows the specific capacitance (F/g) versus scan rate (mV/s) and the values reduced with the increase in scan rate. Because at high scan rates, only the outer surface can be used and electrolyte cannot go into the inside of the electrode due to limited time. The specific capacitance for  $\text{Co}_3\text{O}_4$  was found to be 285 F/g at 10 mV/s and 155 F/g at 200 mV/s, which is a good rate capability of 54.4%.

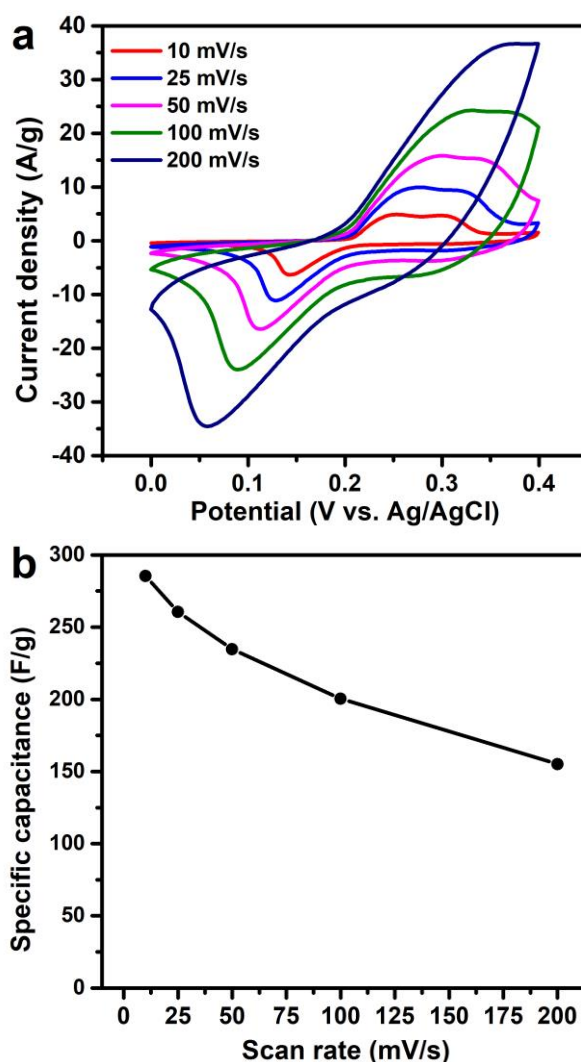


Fig. 5. (a) CV curves and, (b) Specific capacitances for different scan rates.

In order to distinguish capacitive contributions of the total capacitance, the Trasatti method has been used (Ardizzone *et al.* 1990). First, CVs of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  were collected for different scan rates. The total

capacitance ( $C_{\text{total}}$ ) is the summation of the outer and inner surface capacitances which depend on the scan rate as in the following:

$$C_{\text{total}} = C_{\text{outer}} + C_{\text{inner}} \quad (\text{F/g}) \quad (6)$$

At a high scan rate, the accumulation results from the outside of the electrode while both inside and outside accumulation can be occurred only at low scan rates. The total capacitance can be defined as the following:

$$C^{-1}(v) = \text{constant}(v^{0.5}) + C_{\text{total}}^{-1} \quad (7)$$

where  $v$  is the scan rate. Plotting  $C^{-1}(v)$  versus  $v^{0.5}$  gives a linear graph (Fig. 6a). When the linear fit to the y-axis ( $C$  vs  $v^{-0.5}$ ) was extrapolated, a new linear graph can be drawn as seen in the following formula (Fig. 6b):

$$C(v) = \text{constant}(v^{-0.5}) + C_{\text{outer}} \quad (8)$$

Subtraction of  $C_{\text{outer}}$  from  $C_T$  gives the  $C_{\text{inner}}$ . As a result, the capacitive contributions of inner and outer surfaces were found as 50.9% and 49.1%, respectively (Fig. 6c).

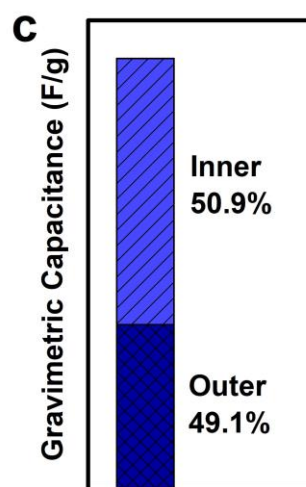
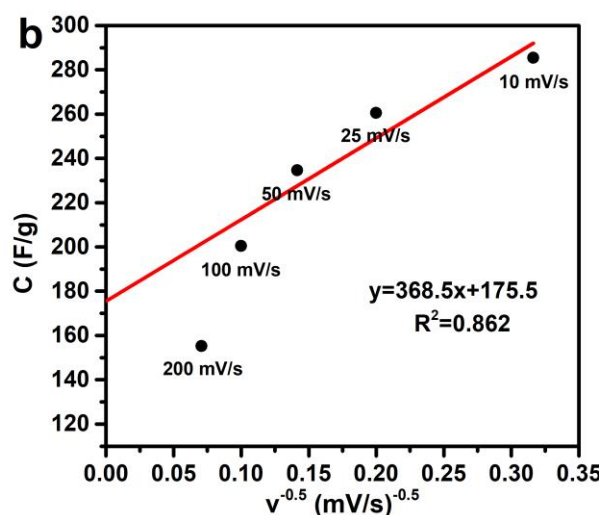
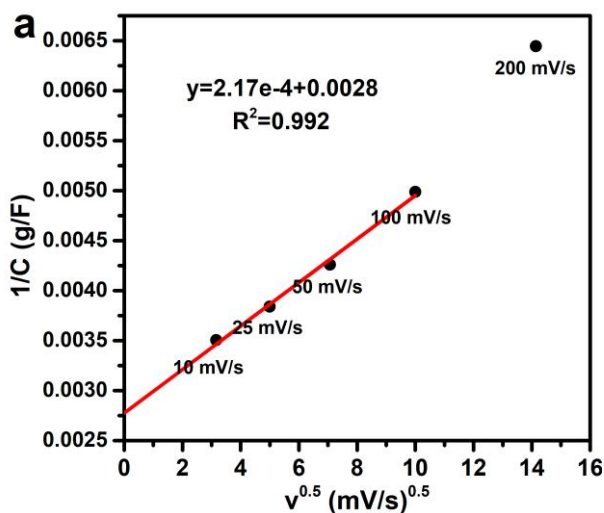


Fig. 6. (a) Plot of  $1/C$  vs  $v^{0.5}$ , (b)  $C$  vs  $v^{-0.5}$ , and (c) histogram of capacitance contribution.

Fig. 7a shows the GCD curves in the range of 0 to 0.4 V (Vs Ag/AgCl). The specific capacitance was 171 F/g at 0.5 A/g and sustained its rate performance of 63.1% at 5 A/g, which is much higher than many recent studies in the literature (Table 1) (Afrooze and Shaik 2023, Lima-Tenório *et al.* 2018, Pore *et al.* 202, Priyadharsini *et al.* 2020, Tharasan *et al.* 2022, Tummala *et al.* 2012; Wang *et al.* 2011). The calculated specific capacitances of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  for all current densities and various scan rates are shown in Table 2. Moreover, the cyclic ability of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  at 2 A/g after 1200 cycles was found to be 90.5% which demonstrates its remarkable rate performance (Fig. 7b).

**Table 1.** Comparison of the Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> electrode with some other Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanostructures in the literature.

Materials	Synthesis Method	Time	Temp.	Electrolyte	Capacitance	Potential (V)	Cycling Stability	Ref.
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanosphere	Molten Salt	5 min	380°	6 M KOH	171 F/g (0.5 A/g)	0-0.4	90.5%-1200	This Study
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanosphere	Combustion	1h+8h	150°	1 M KOH	182 F/g (0.5 A/g)	0-0.7	71%-2000	(Afrooze and Shaik 2023)
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NPs	Precipitation	2h+3h	80-400°	6 M KOH	115.3 F/g (1 A/g)	-0.1-0.45	No change	(Tharasan <i>et al.</i> 2022)
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NPs	Sol-Gel	2h	400°	1 M KOH	120 F/g (1mA/cm <sup>2</sup> )	0-0.6	-	(Lima-Tenório <i>et al.</i> 2018)
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> microflakes	Hydrothermal	18h+2h	453-673K	1 M KOH	127 F/g (0.1 mA/cm <sup>2</sup> )	0-0.45	95.6%-1000	(Pore <i>et al.</i> 2021)
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -layered	Precipitation	3h	400°	2 M KOH	202.5 F/g (1 A/g)	0-0.4	82%-2000	(Wang <i>et al.</i> 2011)
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Plasma Spray	-	-	6 M KOH	162 F/g (2.75 A/g)	~0-0.35	72.2%-1000	(Tummala <i>et al.</i> 2012)
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> microspheres	Solvothermal	16h+2h	120°+350°	3 M KOH	261.1 F/g (0.5 A/g)	~0-0.37	90.2%-2000	(Guo <i>et al.</i> 2018)



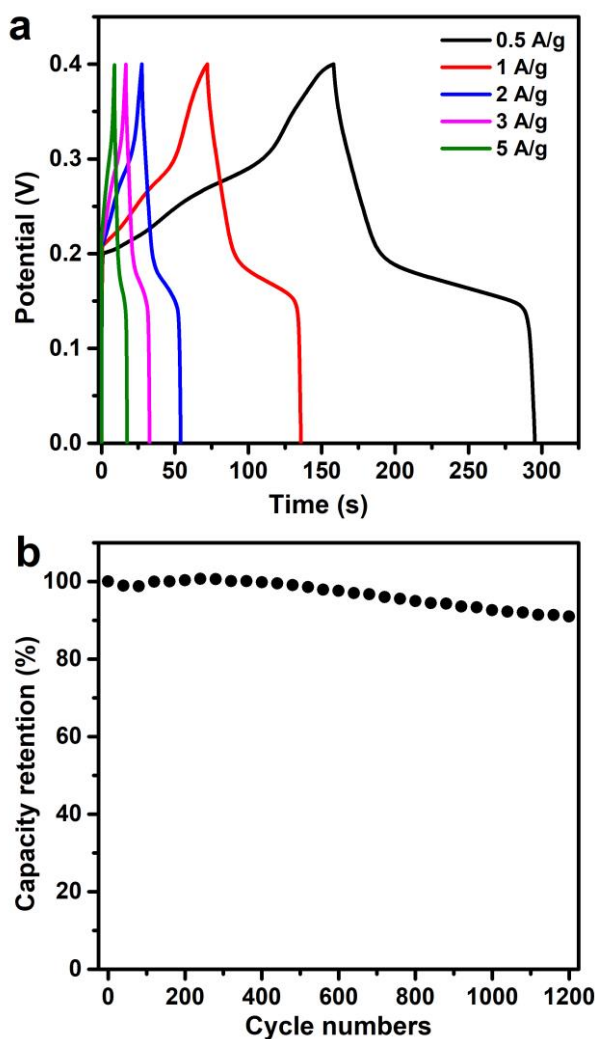


Fig. 7. (a) GCD curves and (b) Cyclic performance at 2 A/g of the  $\text{Co}_3\text{O}_4$ .

Fig. 8a shows the EIS spectra and its equivalent circuit inset which includes the series resistance ( $R_s$ ), and charge transfer resistance ( $R_{ct}$ ). Low resistance values were seen which indicate good conductivity of the  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanospheres. Warburg impedance ( $W$ ) resulting from the frequency dependence of ion diffusion into the electrode, the capacitance ( $C$ ) of the electrode, and constant phase angle ( $Q$ ) are the other circuit parameters. Fig. 8b is the Bode diagram which gives information about the relaxation time ( $t_0'$ ). It is the inverse of the frequency ( $f_0$ ) when the phase angle is  $-45^\circ$  ( $t_0 = 1/2\pi f_0$ ). The phase angle of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanospheres was found to be  $-72^\circ$ , which is close to  $90^\circ$  demonstrating its good capacitance response with ultrafast kinetic ability. Here,  $t_0$  value equals 2.57 ms which means that the maximum

capacitance could be reached in an ultrafast charge time (Nashim *et al.* 2021).

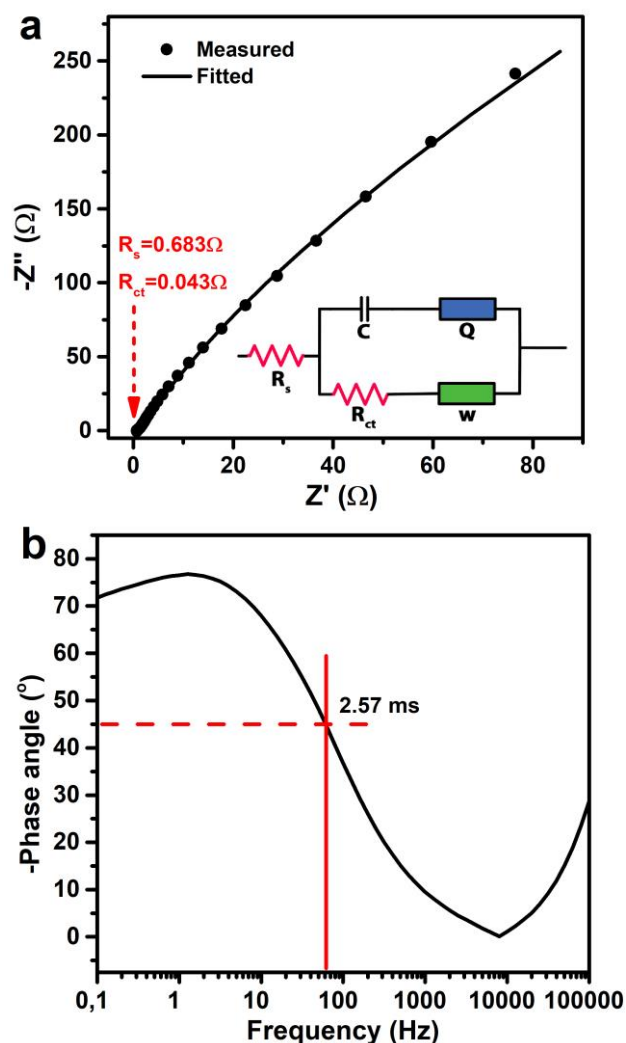


Fig. 8. (a) Nyquist plot (The inset shows the equivalent circuit) and (b) Bode diagram.

Table 2. Specific capacitances obtained from different methods in a three-electrode system.

Scan rate (mV/s)	Galvanostatic charge/discharge (GCD)		
	Cyclic voltammetry (CV) Specific Capacitance (F/g)	Current Density (A/g)	Specific Capacitance (F/g)
10	285	0.5	171
25	261	1	159
50	235	2	132
100	201	3	121
200	155	5	108

#### 4. Conclusion

In summary, cobalt oxide nanospheres were fabricated by an easy (one-step) and ultrafast (only 5 minutes) in molten KNO<sub>3</sub>-salt method and were analyzed by SEM, EDX, TEM, XRD, and FTIR techniques. When applied as the electrode material, a specific capacitance of 285 F/g and 171 F/g were found at 10 mV/s and 0.5 A/g, respectively. The electrode exhibited a moderate rate capability (63.1% at 5 A/g) and had good cyclic stability (90.5% after 1200 cycles). Anyway, this efficient fabrication approach is so simple, thus easily can be extended for the fabrication of various metal oxides without complicated operations.

#### 5. References

- Afrooze, A., and Shaik D., 2023. Porous Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanospheres Synthesized via Solution Combustion Method for Supercapacitors. *Chemical Papers*, **77**, 1201–1211.
- Anuradha, C.T., and Raji, P., 2022. Hydrothermal Synthesis, Characterization, and Electrochemical Behaviour of Cobalt Oxide Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles for Stable Electrode with Enhanced Supercapacitance. *Brazilian Journal of Physics*, **52**, 211-215.
- Ardizzone, S., Fregonara G., and Trasatti S., 1990. Inner and Outer Active Surface of RuO<sub>2</sub> Electrodes. *Electrochimica Acta*, **35**, 263–267.
- Arjunan, A., Ramasamy S., Kim J., and Kim S.K., 2023. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles-Embedded Nitrogen-Doped Porous Carbon Spheres for High-Energy Hybrid Supercapacitor Electrodes. *Journal of Energy Storage*, **68**, 107758.
- Chen, M., Ge Q., Qi, M., Liang X., Wang F., and Chen, Q., 2019. Surface & Coatings Technology Cobalt Oxides Nanorods Arrays as Advanced Electrode for High Performance Supercapacitor. *Surface & Coatings Technology*, **360**, 73–77.
- Du, P., Dong Y., Dong Y., Wang X., and Zhang H., 2022. Fabrication of Uniform MnO<sub>2</sub> Layer-Modified Activated Carbon Cloth for High-Performance Flexible Quasi-Solid-State Asymmetric Supercapacitor. *Journal of Materials Science*, **57**, 3497–3512.
- Gao, W., Zhao Y., Chen W., Zhuang J., Shang M., Sun D., and Xie A., 2023. From Plastic to Supercapacitor Electrode Materials: Preparation and Properties of Cobalt Oxide/Carbon Composites with Polyethylene Terephthalate as Carbon Source. *Ceramics International*, **49** (5), 7266–7273.
- Guo, D., Song X., Li F., Tan L., Ma H., Zhang L., and Zhao Y., 2018. Oriented Synthesis of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Core-Shell Microspheres for High-Performance Asymmetric Supercapacitor. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **546**, 1–8.
- Jadhav, S., Jadhav A., Mandlekar B., Sarawade P., and Anamika V., Kadam A., 2023. Influence of Deposition Current and Different Electrolytes on Charge Storage Performance of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Electrode Material. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **180**, 111422.
- Kebabsa, L., Kim J., Lee D, and Lee B., 2020. Highly Porous Cobalt Oxide-Decorated Carbon Nanofibers Fabricated from Starch as Free-Standing Electrodes for Supercapacitors. *Applied Surface Science*, **511**, 145313.
- Kim, B.H., Yang K.S., and Yang D.J., 2013. Electrochemical Behavior of Activated Carbon Nanofiber-Vanadium Pentoxide Composites for Double-Layer Capacitors. *Electrochimica Acta*, **109**, 859–865.
- Kurtan, U. 2022. Uniformly Decorated Nanocubes in Carbon Nanofibers for a Supercapacitor with Ultrahigh Cyclability and Stability. *Journal of Electronic Materials*, **51**, 5159–5168.
- Kurtan, U. and Aydın H., 2021. Introducing Organic Metallic Salts to Enhance Capacitive Energy Storage of Carbon Nanofibers. *Journal of Energy Storage*, **42**, 103016.
- Lee, S.W., Gallant B., Byon H.R, Hammond P.T, and Shao-Horn Y., 2011. Nanostructured Carbon-Based Electrodes: Bridging the Gap between Thin-Film Lithium-Ion Batteries and Electrochemical Capacitors. *Energy & Environmental Science*, **4**, 1972–1985.
- Liang, K., Tang X., and Hu W., 2012. High-Performance Three-Dimensional Nanoporous NiO Film as a Supercapacitor Electrode. *Journal of Materials Chemistry*, **22**, 11062–11067.
- Lima-Tenório M.K., Ferreira C.S., Rebelo QHF., Souza



- R.F.B., Passos R.R., Pineda E.A.G., and Pocrifka L.A., 2018. Pseudocapacitance Properties of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Nanoparticles Synthesized Using a Modified Sol-Gel Method. *Materials Research*, **21**, e20170521.
- Liu, F., Su H., Jin L., Zhang H., Chu X., and Yang W., 2017. Facile Synthesis of Ultrafine Cobalt Oxide Nanoparticles for High-Performance Supercapacitors. *Journal of Colloid and Interface Science*, **505**, 796–804.
- Liu, M.C., Kong L.B., Lu C., Li X. M., Luo Y.C., and Kang L., 2012. A Sol – Gel Process for Fabrication of  $\text{NiO}/\text{NiCo}_2\text{O}_4/\text{Co}_3\text{O}_4$  Composite with Improved Electrochemical Behavior for Electrochemical Capacitors. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **4**, 4631–4636.
- Ma, C., Wu L., Dirican M., Cheng H., Li J., Song Y., Shi J., and Zhang X., 2020. ZnO-Assisted Synthesis of Lignin-Based Ultra-Fine Microporous Carbon Nanofibers for Supercapacitors. *Journal of Colloid and Interface Science*, **586**, 412-422.
- Meher, S.K., Justin P., and Rao G.R., 2011. Microwave-Mediated Synthesis for Improved Morphology and Pseudocapacitance Performance of Nickel Oxide. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **3**, 2063–2073.
- Nashim, A., Pany S., and Parida K.M., 2021. Systematic Investigation on the Charge Storage Behavior of  $\text{GdCrO}_3$  in Aqueous Electrolyte. *Journal of Energy Storage*, **42**, 103145.
- Packiaraj, R., Devendran P., Venkatesh K.S., Bahadur S.A., Manikandan A., and Nallamuthu N., 2019. Electrochemical Investigations of Magnetic  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Nanoparticles as an Active Electrode for Supercapacitor Applications. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, **32**, 2427–2436.
- Pore, O. C., Fulari A. V, Kamble R. K., Shelake A. S., Velhal N. B., Fulari V. J., and Lohar G. M., 2021. Hydrothermally Synthesized  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Microflakes for Supercapacitor and Non-Enzymatic Glucose Sensor. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **32**, 20742–20754.
- Priyadharsini, C. I., Marimuthu G., Pazhanivel T., Anbarasan P. M., Aroulmoji V., Siva V., and Mohana L., 2020. Sol–Gel Synthesis of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Nanoparticles as an Electrode Material for Supercapacitor Applications. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **96**, 416–422.
- Tan, Y., Gao Q., Yang C., Yang K., Tian W., and Zhu L., 2015. One-Dimensional Porous Nanofibers of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  on the Carbon Matrix from Human Hair with Superior Lithium Ion Storage Performance. *Scientific Reports*, **5**, 12382.
- Tharasan, P., Somprasong M., Kenyota N., Kanjana N., Maiaugree W., Jareonboon W., and Laokul P., 2022. Preparation and Electrochemical Performance of Nanostructured  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Particles. *Journal of Nanoparticle Research*, **24**, 126.
- Tummala, R., Guduru R.K., and Mohanty P.S., 2012. Nanostructured  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Electrodes for Supercapacitor Applications from Plasma Spray Technique. *Journal of Power Sources*, **209**, 44–51.
- UmaSudharshini, A., Bououdina M., Venkateshwarlu M., Dhamodharan P., and Manoharan C., 2021. Solvothermal Synthesis of Cu-Doped  $\text{Co}_3\text{O}_4$  Nanosheets at Low Reaction Temperature for Potential Supercapacitor Applications. *Applied Physics A*, **127**, 353.
- Üstün, B., Aydın H., Koç S.N., and Kurtan Ü., 2023. Electrospun Amorphous  $\text{CoO}_x/\text{C}$  Composite Nanofibers Doped with Heteroatoms for Symmetric Supercapacitors. *Fuel*, **341**, 127735.
- Vidhyadharan, B., Zain N.K.M, Misnon I.I., Aziz R.A., Ismail J., Yusoff M.M., and Jose R., 2014. High Performance Supercapacitor Electrodes from Electrospun Nickel Oxide Nanowires. *Journal of Alloys and Compounds*, **610**, 143.
- Wang, D., Wang Q., and Wang T., 2011. Morphology-Controllable Synthesis of Cobalt Oxalates and Their Conversion to Mesoporous  $\text{C}/\text{Co}_3\text{O}_4$  Nanostructures for Application in Supercapacitors. *Inorganic Chemistry*, **50**, 6482–6492.
- Wang, H.Q., Li Z.S., Huang Y.H., Li Q.Y., and Wang X.Y., 2010. A Novel Hybrid Supercapacitor Based on Spherical Activated Carbon and Spherical  $\text{MnO}_2$  in a Non-Aqueous Electrolyte. *Journal of Materials Chemistry*, **20**, 3883–3889.
- Wang, L., Duan G., Zhu J., Chen S. M., Liu X., and Palanisamy S., 2016. Mesoporous Transition Metal

Oxides Quasi-Nanospheres with Enhanced Electrochemical Properties for Supercapacitor Applications. *Journal of Colloid and Interface Science*, **483**, 73–83.

Yang, W., Gao Z., Ma J., Wang J., Wang B., and Liu L., 2013. Effects of Solvent on the Morphology of Nanostructured  $\text{Co}_3\text{O}_4$  and Its Application for High-Performance Supercapacitors. *Electrochimica Acta*, **112**, 378–385.

Zhang, Z. J., Chen X.Y., Xie D.H., Cui P., and Liu J.W., 2014. Temperature-Dependent Structure and Electrochemical Performance of Highly Nanoporous Carbon from Potassium Biphthalate and Magnesium Powder via a Template Carbonization Process. *Journal of Materials Chemistry A*, **2**, 9675–9683.

## Investigation of The Effect of Radial Width and Axial Depth Parameters on Surface Quality in Milling of White Marbles

Erkan ÖZKAN<sup>1</sup>, Oğuzhan ÖZ<sup>1\*</sup>, Nazmiye TUĞRAL<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar.

Sorumlu yazar e-posta\* : oguzhanoz@aku.edu.tr

erkanozka@gmail.com

snazmiyetugral@hotmail.com

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-5126-9403>

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-8089-2920>

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-5611-0039>

Geliş Tarihi: 15.04.2023

Kabul Tarihi: 25.09.2023

### Abstract

In this study, surface quality and tangential cutting force and radial width ( $a_e$ ) and axial deep ( $a_p$ ) parameters were investigated in the processing of white marble, which is a natural building material. Five different white marbles were used in the experiments and the taguchi method was applied as the test method. Depending on the number and level of parameters, the L9 orthogonal array was chosen. Cutting forces and surface roughness data were collected for each marble. The optimal level and contribution percentage of each parameter was determined by applying the analysis of variance with the signal-to-noise (S/N) ratio. The Fr and Ra factors for all marbles were found to be  $a_e:1$  mm and  $a_p:1$  mm. Depending on the significance level, axial depth of cut ( $a_p$ ) was the primary effective parameter (65-86% for Fr; 42-78% for Ra), while radial depth of cut was the secondary effective parameter (3-24% for Fr; 16-35% for Ra). It can be said that the feed rate parameter was not an effective parameter in general. As a result of regression analysis, a significant relationship of 83% was observed between Ra surface roughness value and mineral grain size. Grain size has been the mineralogical-petrographic feature affecting the surface quality of marbles.

### Keywords

Marble; Taguchi method; Surface roughness; Varyans analizi; Axial depth of cut; Radial depth of cut

## Beyaz Mermerlerin Frezelemesinde Radyal Genişlik ve Eksenel Derinlik Parametrelerinin Yüzey Kalitesine Etkisinin Araştırılması

### Öz

Bu çalışmada, doğal bir yapı malzemesi olan beyaz mermerin işlenmesinde yüzey kalitesi ve teğetsel kesme kuvveti ile radyal genişlik ( $a_e$ ) ve eksenel derinlik ( $a_p$ ) parametreleri araştırılmıştır. Deneylerde beş farklı beyaz mermer kullanılmış ve test yöntemi olarak Taguchi yöntemi uygulanmıştır. Parametre sayısı ve seviyesine bağlı olarak L9 ortogonal dizisi seçilmiştir. Her bir mermer için kesme kuvvetleri ve yüzey pürüzlülüğü verileri toplanmıştır. Her bir parametrenin optimum seviyesi ve katkı yüzdesi, sinyal-gürültü (S/N) oranı ile varyans analizi uygulanarak belirlenmiştir. Tüm mermerler için Fr ve Ra faktörleri,  $a_e:1$  mm ve  $a_p:1$  mm olarak bulundu. Anlamlılık seviyesine bağlı olarak, eksenel kesme derinliği ( $a_p$ ) birincil etkin parametre (Fr için 65-86%; Ra için 42-78%), radyal kesme derinliği ikincil etkin parametre (3-24% for Fr; 16-35% for Ra) olmuştur. İlerleme hızı parametresinin ise genel olarak etkin bir parametre olmadı söylenebilir. Regresyon analizi sonucunda Ra yüzey pürüzlülüğü değeri ile mineral tane boyutu arasında %83 oranında anlamlı bir ilişki gözlenmiştir. Tane boyutu, mermerlerin yüzey kalitesini etkileyen mineralojik-petrografik özellik olmuştur.

### Anahtar kelimeler

Mermer; Taguchi yöntemi; Yüzey pürüzlülüğü; Varyans analizi; Eksenel kesme derinliği; Radyal kesme derinliği

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Introduction

Marbles have been used throughout history in art and architecture in terms of durability and aesthetics. The use of CNC machine is increasing in the marble industry as it is more precise, faster,

higher quality, and multidimensional than manual work. The most important difference of marbles from metal alloys is that they are produced directly from nature, and the natural structure content cannot be changed. The most important difference

of natural stones compared to composite materials and metals is that they are heterogeneous. Therefore, due to the processing of materials with the homogeneous characterization of CNC machines, tool technology, and machinery have developed rapidly compared to metal materials. In the milling of marbles, the processing parameters change according to the characterization of the rocks. The texture of the rocks and the mineral grain sizes affect the surface roughness in face milling operations (Altıntaş 1994, Özkan and Öz 2020, Özkan and Öz 2021).

In the processing of marbles in CNC machines, factors affecting product quality such as milling tools, machine parameters, and rock properties. These factors are especially important factors that directly affect product quality (Polini and Turchetta 2004, Sarıışık ve Özkan 2017, Sarıışık ve Özkan 2018). In milling operations, the relationship between process parameters and cutting factors can be solved by performing the least number of experiments compared to the full factorial experimental design of the Taguchi experimental design (Liu *et al.* 2020, Taguchi and Phadke 1984).

In the studies carried out on natural stones with different properties; Kenda and Kopač (2009) researched the type of diamond grains, the hardness of the matrix, the structure of the diamond tools, the wear principles of the diamond tools, the product quality and efficiency of the water cooling and machining process in the machining of granites with diamond inserts. Gálos and Gyurika (2014) a quantitative measurement method and the effective applicability of this measurement method were investigated to determine the average edge chipping rate of ground granite surfaces. Gyurika (2018) a quantitative measurement to define the average edge comminution rate of ground granite surfaces and the effective applicability of this measurement method were studied. Gyurika and Szalay (2019) analyzed the changes in surface roughness and average edge chip ratios during the milling of granite surfaces at different cutting speeds. Arunramnath *et al.* (2019) TOPSIS method with different cutting parameters was applied in the grinding of epoxy granite composites, cutting forces and surface roughness were investigated.

Polini and Turchetta (2004) analysed the relationship between the cutting force and energy parameters in stone forming with electroplated diamond milling. The relationship between cutting force and equivalent chip thickness (or MRR) is modeled with a power function for three different feed rates. Turchetta *et al.* (2009) tried to develop a model to describe the relationship between specific cutting energy and process parameters for machining five different stones using diamond milling cutters. Turchetta (2012), developed models for calculating cutting power and energy in studies on natural stones with a milling machine and diamond coated disc. Wang *et al.* (2020) investigated the effect of machining parameters on cutting forces and marble chips in high speed milling of marble with a carbide ball nose end mill. Özkan and Öz (2011) investigated the surface quality of the characterization of metamorphic marbles and sedimentary origin limestones depending on the optimum processing parameters.

The radial cutting force is related to the contact angle of the tool and is the force required of the tool against the workpiece. Since the radial cutting force is directly related to the radial cutting width, it affects the surface quality (Liu *et al.* 2020, Ma *et al.* 2020, Pham *et al.* 2020). The amount of radial cutting width changes the tool contact angle, which affects the size of the radial cutting force component. The radial cutting forces change due to the increase or decrease in the tool contact angle (Tien 2020).

Marbles can have different textural and mineral grain sizes due to their metamorphic origin. The interaction and bonding of minerals in tissues can differ in each marble. For this reason, unlike metal workpieces, the insert interacts with mineral grains of different sizes and tissue boundaries in the milling process. Carbide-coated inserts are commonly used for machining marbles, travertine, and many limestones. It has been observed that these carbide-coated tools are used more effectively and efficiently than other tools in metamorphic and sedimentary origin natural stones. Chip types in metal and marble workpieces are very different. While continuous or intermittent sawdust comes out in metal workpieces, different tools and

processing parameters are used according to metals since marbles come out as sawdust.

When suitable machining parameters cannot be determined, it causes problems such as poor surface quality, poor workpiece quality, low productivity, and vibration associated with the dynamic interaction between the cutting tool and the marble workpiece.

Determining the parameters by trial and error in the grinding of marbles is time consuming and costly. The Taguchi experimental design method enables obtaining high surface quality products in less time and cost with appropriate processing parameters. In this study, an experimental setup was designed according to Taguchi design for radial depth of cut, axial depth of cut and feed rate parameters, considering previous studies (Özkan and Öz 2020, Özkan and Öz 2021, Pham *et al.* 2020) in the milling of marble with CNC. After the process, the radial cutting force ( $F_r$ ) and  $R_a$  roughness values were measured, and the effectiveness of the parameters and their appropriate combinations were determined. No studies based on the effect of radial depth of cut, one of the machining parameters, were encountered in the processing of marbles. As a result of this study, it is recommended that the process parameters that provide the most suitable  $F_r$  force and surface roughness of the marbles processed in CNC should be used by the practitioners in the sector.

## **2. Taguchi Method**

For businesses working with CNC machines, choosing the appropriate parameters for each material to be processed is time-consuming and costly. Taguchi method is an experimental design method applied in product quality improvement by using a special array called an orthogonal array with the best combination among selected parameters. With the Taguchi experimental design, less number of experiments were applied, the most suitable operating parameters were determined, and high quality products were produced at low cost in the enterprises, thereby increasing the production

efficiency. Appropriate selection of processing factors is the most important step in experimental design. Because it is possible to obtain high quality products by minimizing the effect of uncontrollable factors (Taguchi 1984, Taguchi and Tsai 1995).

The signal/noise (S/N) ratio is a statistical method belonging to the Taguchi method, which is used to reduce the system's variation and bring the product closer to the desired values. Signal value (S) represents the actual value to be measured and given by the system, while the noise factor (N) represents the ratio of undesired factors to the measured value. In the study, calculations were made using the 'smaller-better' (equation 1) function of the S/N ratio analysis (Nagode and Fajdiga 1995, Taguchi and Chowdhury 2004).

$$\frac{S}{N} = -10 \log\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2\right) \quad (1)$$

In this study, S/N analysis was performed for each marble sample. The purpose of choosing this S/N method; It is to improve the surface quality of the materials by determining the appropriate processing parameter combination to obtain a low surface roughness value in CNC milling (Taguchi and Phadke 1984, Teruo 2011, Turchetta *et al.* 2009).

## **3. Test Process**


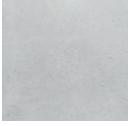

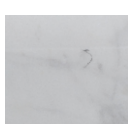
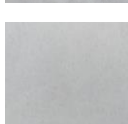
### **3.1 Marbles Used in The Experiment and Their Properties**

In the experimental studies, five different (Afyon White (WM1), Kemalpaşa White (WM2), Marmara White (WM3), Milas White (WM4) and Uşak White (WM5)) metamorphic origin white homogeneous real marbles) were used. The standards used in the experiments, mineralogical and petrographic descriptions, chemical analysis physical and mechanical properties (Table 1, 2, 3 and 4) and thin section images (Figure 2) of the samples are shown.

**Table 1.** Standards used in analysis physical and mechanical properties of marbles

Name:	Standard No:
Determination of knoop hardness	EN 14205:2003
Determination of real density and apparent density, and of total open porosity	EN 1936: 2006
Determination of uniaxial compressive strength	EN 1926: 2006
Determination of elemental composition by XRF	EN 15309:2007
Determination of water absorption at atmospheric pressure	EN 13755:2008
Determination of flexural strength under constant moment <sup>8</sup>	EN 13161: 2008
Determination of abrasion resistance	EN 14157 :2017

**Table 2.** Properties and petrographic descriptions of marbles

Natural rocks	Sample code	Photo	Texture	C/ Po /F (µm)	Minimum Particle Width (µm)	Maximum Particle Width (µm)	Average Particle Width (µm)
Afyon White Marble	WM1		Cristalline	-/-/-	38,0	839,3	287,3
Bursa Kemalpaşa White Marble	WM2		Granoblastic	-/-/-	49,8	1615,9	332,1
Marmara White Marble	WM3		Cristalline	-/-/-	7,0	186,9	60,9
Muğla White Marble	WM4		Granoblastic	-/-/-	212,9	1796,3	816,2
Uşak White Marble	WM5		Cristalline	-/-/-	37,0	1601,8	524,7

**Table 3** Chemical properties of marbles

Natural rock	Lol* (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	MgO (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	SO <sub>3</sub> (%)	Cl (%)	K <sub>2</sub> O (%)	CaO (%)	MnO (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	SrO (%)	F (%)
WM1	44,2	0,01	0,18	0,13	0,13	0,01	0,01	0,00	0,02	55,2	0,01	0,03	0,01	-
WM2	43,8	0,02	0,76	0,10	0,09	0,00	0,01	0,01	0,01	55,0	-	0,07	0,02	0,09
WM3	47,3	0,02	14,40	0,05	0,06	0,01	0,01	0,01	0,00	38,0	-	0,02	0,02	-
WM4	44,0	0,02	0,35	0,05	0,06	0,00	0,01	0,01	-	55,5	-	0,03	0,02	-
WM5	44,4	0,03	0,88	0,05	0,05	0,00	0,01	0,03	-	54,5	-	0,03	0,03	-

Lol\*: Loss on ignition

**Table 4.** Physical and mechanical properties of marbles

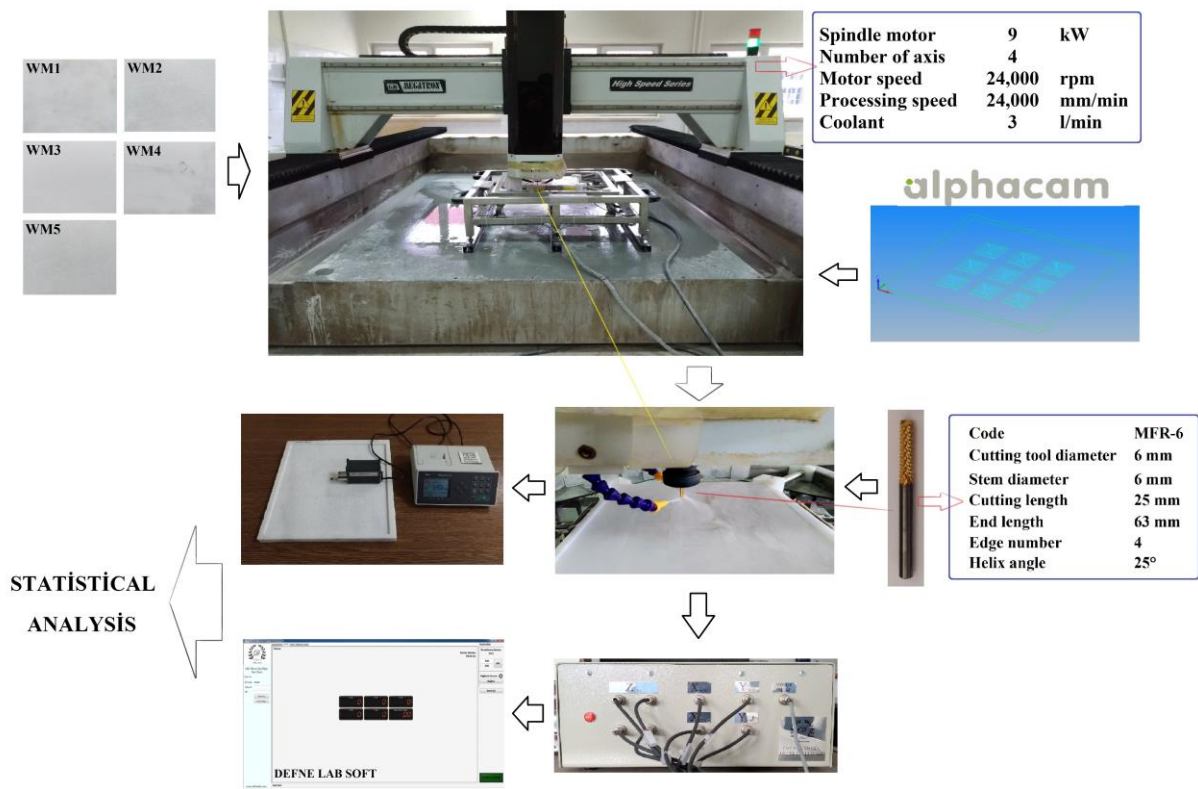
Natural rock	OP (%)	AD (kg/m <sup>3</sup> )	WA (%)	HS	HK	AR (cm <sup>3</sup> /50cm <sup>2</sup> )	FS (MPa)	UCS (MPa)
WM1	0.23	2685	0.11	48.7	141.17	25.40	14.80	68.78
WM2	0.21	2650	0.07	46.1	144.15	20.52	13.32	94.10
WM3	0.13	2670	0.11	49.5	157.31	29.55	10.90	69.06
WM4	0.32	2720	0.22	42.7	140.40	32.40	5.25	58.88
WM5	0.22	2665	0.08	50.1	145.30	14.75	21.35	76.21

OP: Open porosity, AD: Apparent density, WA: Water absorption, HS: Shore hardness, HK: Knoop hardness, AR: Abrasion strength. FS: Flexural strength, UCS: Uniaxial compressive strength.

**3.2 Milling Test Operations**

Milling experiments were carried out on Megastone 2030 4 Axis Multifunctional CNC natural stone vertical machining machine. The different feed rates

was emphasized by keeping the cutting speed constant. According to the selected parameters and levels, the L9 orthogonal model effectiveness of axial and radial cutting width at kept constant at 168 m/min (9000).



**Figure 1.** Test process

appearance and technical features of the CNC machine, the appearance of the carbide coated insert used in milling, and its technical features are shown in Figure 1.

Parameters and levels selected for the milling process; axial depth(mm) =1, 2, 3; radial width (mm)= 1, 1.5, 2; feed rate (mm/min)= 2000, 2500, 3000 are shown in Table 5. The cutting speed was In the study, the corresponding to the orthogonal



index used in the Taguchi design was used. The L9 experimental model is shown in Table 6. By using the Alpha CAM program, the processes and parameters to be made on natural stones were programmed. Three square designs of 40x40 mm were created and modeled on marble samples of 300x300x20 mm.

**Table 5.** Factors and levels used in experiments

Factor	Symbol	Unit	Code	Level		
				1	2	3
Radial depth of cut	$a_e$	mm	$a_e$	1	1,5	2
Axial depth of cut	$a_p$	mm	$a_p$	1	2	3
Feed rate	$f$	mm/ min	$f$	169	188	207

**Table 6.** Orthogonal array (L9)

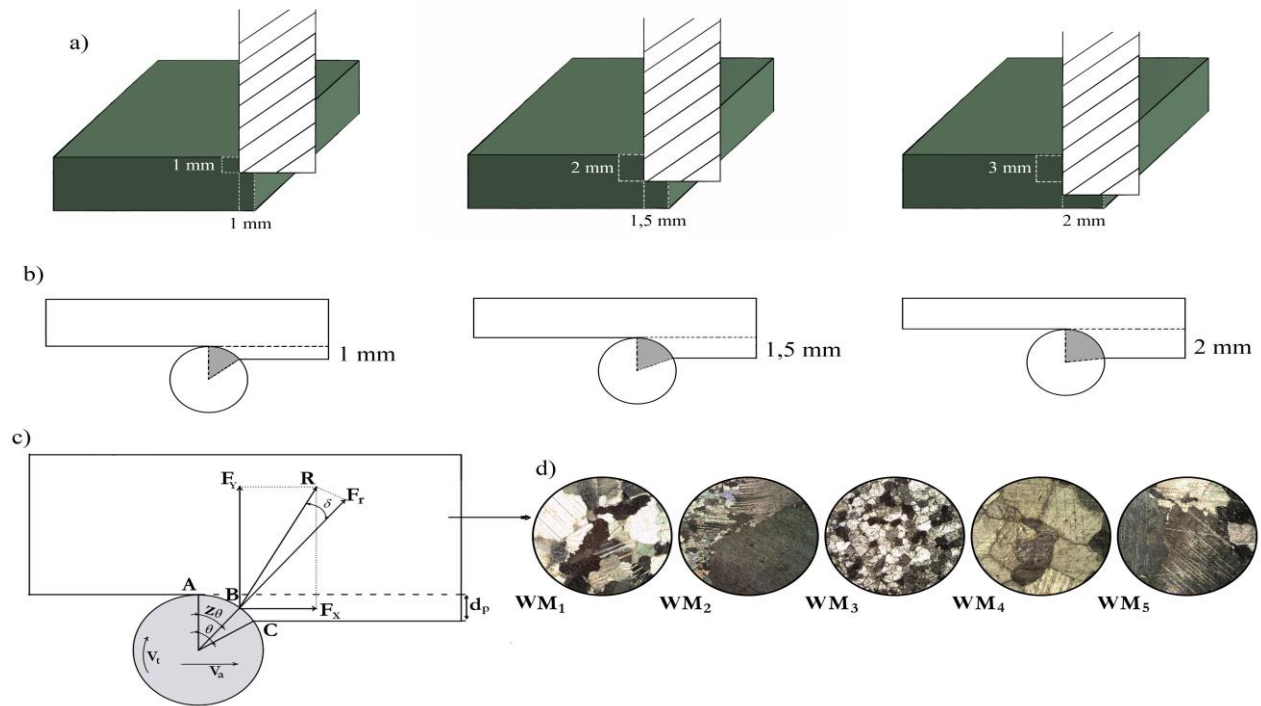
Experiment No:	Factor level			Assigned factor value		
	A	B	C	$f$	$a_e$	$a_p$
1	1	1	1	2000	1	1
2	1	2	2	2000	1,5	2
3	1	3	3	2000	2	3
4	2	2	1	2500	1	2
5	2	3	2	2500	1,5	3
6	2	1	3	2500	2	1
7	3	3	1	3000	1	3
8	3	1	2	3000	1,5	1
9	3	2	3	3000	2	2

The thickness differences that occur during the cutting process of the samples taken from the marble factories affect the surface quality. In this study, the thickness differences of the samples were eliminated by the milling process, and the surface qualities were brought to the same state. In order to prevent surface differences that may occur due to abrasion in the leveling process of marble samples, a separate carbide milling tool was used in each process. Machining direction inside-out lines are selected.

Finally, a straight surface was created in order to facilitate the measurement with the roughness device by leveling the places other than the processed square shapes.

During the milling process, force measurements were made with load measuring cells on three axes. Radial shear force ( $F_r$ ) (Figure 2) values were calculated with force data taken along three axes.

Surface roughness measurements were made with the Marh Perthometer M2 model surface roughness unit. From 9 different square surfaces created according to the L9 index of Taguchi design, each square was divided into four equal parts and 24 Ra roughness values were measured for each square. The steps of all these processes are shown step by step in Figure 1.



parameter combinations determined from the  $S/N$  ratio, and the results are compared. Conditions based on estimates as a result of confirmation experiments should be close to the results obtained. If the test results are close to the predicted values, it confirms the experimental conditions' validity and the control factors' applicability. This indicates that the predicted combinations of parameters are

f = factor number

The approval test results for marbles are shown in Table 10. When the validation test results were compared, it was concluded that the parameter values were well-estimated and sufficient. It has been shown that the Taguchi method is applicable under real operating conditions in the milling operations of marbles.

**Table 10.** Confirmation test results

<b>Samples (Fr)</b>	<b>WM1</b>	<b>WM2</b>	<b>WM3</b>	<b>WM4</b>	<b>WM5</b>
Appropriate levels	f3: a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1
Estimated Fr values	6,54	5,05	10,63	6,29	8,02
Validation experiments	6,37	7,9	14,24	7,91	10,02
<b>Samples (Ra)</b>	<b>WM1</b>	<b>WM2</b>	<b>WM3</b>	<b>WM4</b>	<b>WM5</b>
Appropriate levels	f2: a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f3: a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f3: a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1	f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1
Estimated Ra values	4,06	4,01	3,38	4,92	4,72
Validation experiments	4,22	4,34	3,46	4,75	4,6

## 5. Results

The effects of radial and axial depth of cut on surface roughness were investigated. In order to obtain the lowest surface roughness value, statistical analyses were performed to determine the effectiveness of radial and axial cutting depth parameters on roughness and the most appropriate parameter combinations.  $S/N$  ratio analysis and

variance analysis of the Taguchi method were used statistically.

With the "smaller-better" objective function in Equation 1, the parameter values and their effectiveness in affecting the surface quality were calculated according to the processing parameters with  $S/N$  ratios and variance analyses.

$S/N$  ratios calculated for each marble sample are given in Table 7. The optimum processing

parameters of marbles according to the effect degrees of the parameters according to the calculated S/N ratios are shown in Table 8. The parameter with the highest delta value has the greatest effect on the roughness value. The rank value indicates the order of the degree of influence. For example, for Afyon white marble with an M1 sample, the most influential parameter is the axial cutting depth, and the appropriate processing parameter combination is f2:a<sub>e</sub>1:a<sub>p</sub>1 (f2: 2500 mm/min feed rate, a<sub>e</sub>: 1 mm radial depth, a<sub>p</sub>: 1 mm

axial depth) was determined. For example, for Afyon white marble with an WM1 sample, the most influential parameter is the axial cutting depth, and the appropriate processing parameter combination is f2:a<sub>e</sub>1:a<sub>p</sub>1 (f2: 2500 mm/min feed rate, a<sub>e</sub>1: 1 mm radial cutting depth, a<sub>p</sub>1: 1 mm axial cutting depth) was parameters determined. Fr-S/N response graphs are shown in Figure 3, and Ra-S/N responses are shown in Figure 4. In the S/N graphs here, the highest slopes show the levels where the parameters are effective.

**Table 7.** Ra, Fr and S/N ratio values

f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	WM1				WM2				WM3			
m/min	mm	mm	Fr	S / N	Ra	S / N	Fr	S / N	Ra	S / N	Fr	S / N	Ra	S / N
2000	1	1	7,17	-17,11	5,28	-14,45	7,90	-17,95	4,58	-13,21	14,24	-23,07	3,46	-10,78
2000	1,5	2	10,05	-20,05	6,94	-16,82	30,02	-29,55	6,23	-15,88	35,42	-30,99	4,52	-13,10
2000	2	3	28,13	-28,98	7,47	-17,46	23,04	-27,25	7,38	-17,36	81,95	-38,27	5,18	-14,28
2500	1	2	9,56	-19,61	5,97	-15,51	26,52	-28,47	4,31	-12,68	27,41	-28,76	4,33	-12,72
2500	1,5	3	19,11	-25,63	7,21	-17,15	21,15	-26,50	8,34	-18,42	69,38	-36,82	5,22	-14,35
2500	2	1	7,60	-17,62	5,76	-15,20	14,36	-23,14	5,5	-14,80	22,21	-26,93	3,99	-12,01
3000	1	3	14,76	-23,38	6,7	-16,52	18,37	-25,28	6,61	-16,40	57,36	-35,17	4,94	-13,87
3000	1,5	1	6,56	-16,33	5,62	-14,99	12,32	-21,81	5,13	-14,20	19,41	-25,76	4,16	-12,38
3000	2	2	12,85	-22,18	7,14	-17,07	46,12	-33,28	4,96	-13,90	54,48	-34,72	5,29	-14,46
f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	WM4				WM5							
m/min	mm	mm	Fr	S / N	Ra	S / N	Fr	S / N	Ra	S / N				
2000	1	1	7,91	-17,96	4,81	-13,64	10,02	-19,56	4,6	-13,25				
2000	1,5	2	18,69	-25,43	7,9	-17,95	18,02	-23,17	5,7	-15,11				
2000	2	3	51,60	-34,25	7,55	-17,55	39,38	-29,07	6,93	-16,81				
2500	1	2	17,86	-25,04	6,75	-16,58	15,93	-22,07	5,49	-14,79				
2500	1,5	3	48,75	-33,76	7,82	-17,86	36,68	-27,53	6,88	-16,75				
2500	2	1	11,53	-21,24	5,9	-15,41	16,52	-19,43	6,34	-16,04				
3000	1	3	48,95	-33,79	6,42	-16,15	30,19	-26,03	6,77	-16,61				
3000	1,5	1	9,51	-19,56	5,44	-14,71	16,35	-19,69	6,09	-15,69				
3000	2	2	29,74	-29,47	6,79	-16,63	39,50	-23,56	6,74	-16,57				

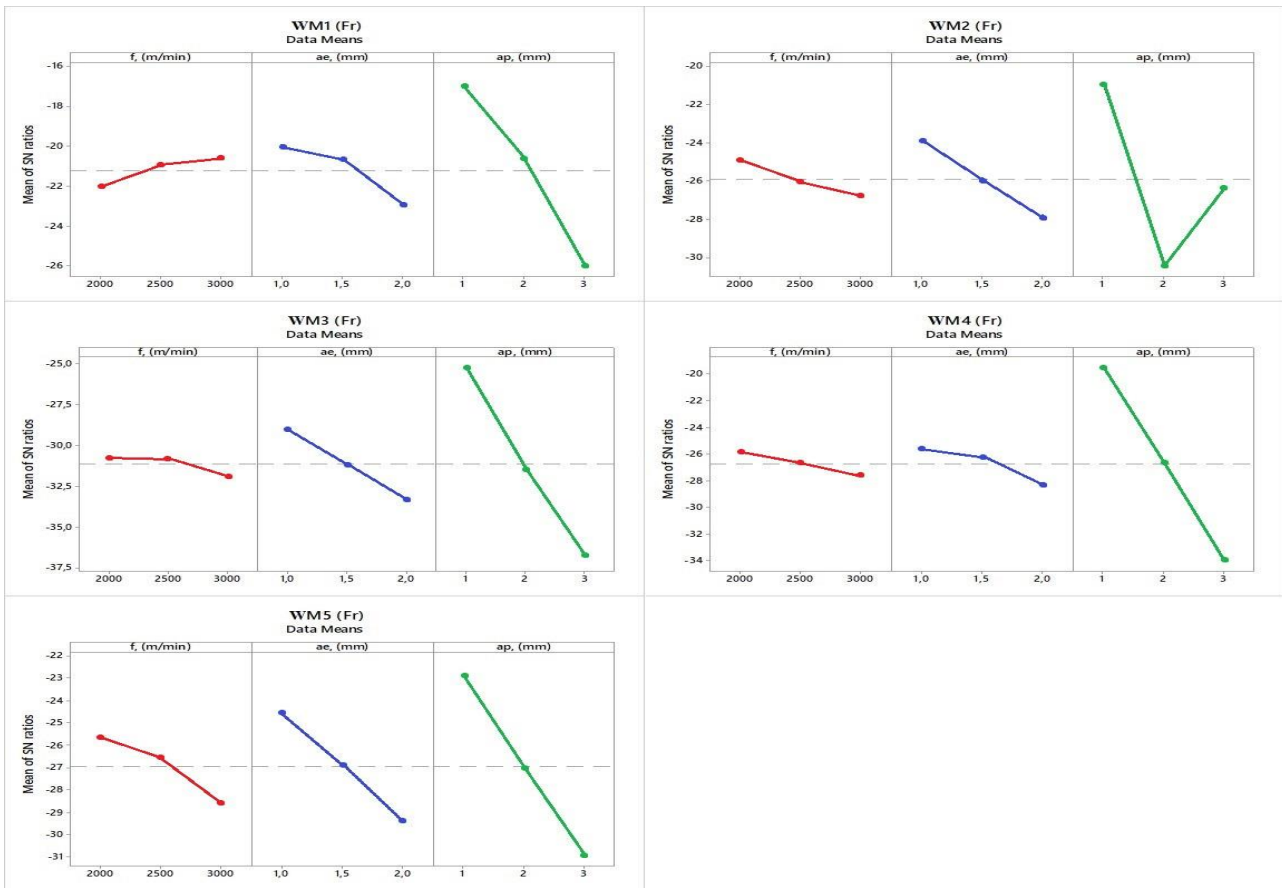


Figure 3. S/N ratio graph for Fr value

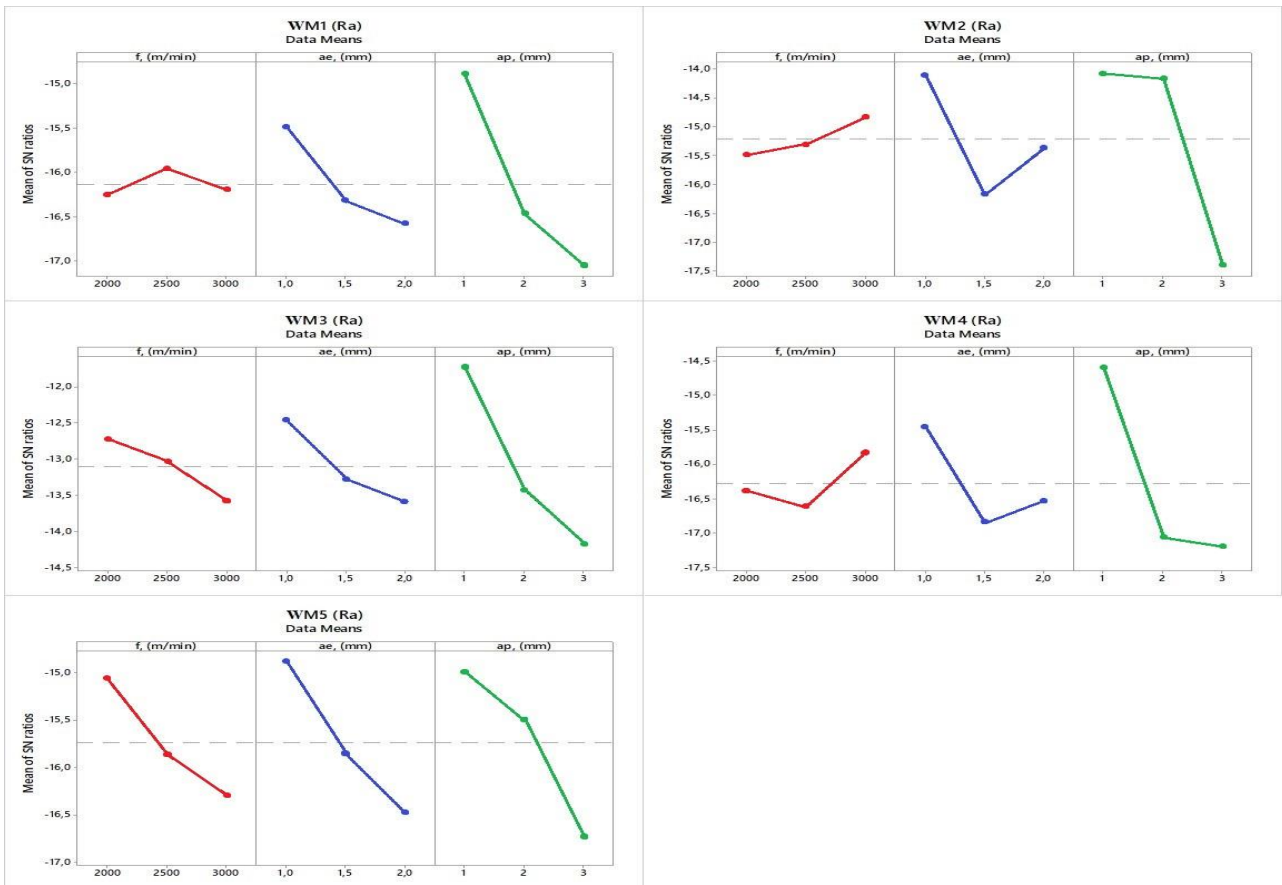


Fig. 4. S/N ratio graph for Ra value

**Table 8.** Response table for Fr and Ra factor

WM1 Level (Fr)			WM1 Level (Ra)			WM2 Level (Fr)			WM2 Level (Ra)						
f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>				
1	22,05	20,03	-17,02	1	16,25	15,50	14,89	1	24,92	23,90	-20,97	1	15,49	14,10	14,08
2	20,95	20,67	-20,61	2	15,96	16,33	16,47	2	26,04	25,95	-30,43	2	15,31	16,17	14,16
3	20,63	22,93	-26,00	3	16,20	16,58	17,05	3	26,79	27,89	-26,35	3	14,84	15,36	17,40
Delta	1,42	2,89	8,98	Delta	0,29	1,09	2,16	Delta	1,87	3,99	9,47	Delta	0,65	2,07	3,32
Rank	3	2	1	Rank	3	2	1	Rank	3	2	1	Rank	3	2	1
Appropriate parameter f3:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f2:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f3:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			
WM3 Level (Fr)			WM3 Level (Ra)			WM4 Level (Fr)			WM4 Level (Ra)						
f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>				
1	30,78	29,00	-25,25	1	12,72	12,46	11,73	1	25,88	25,60	-19,59	1	16,38	15,46	14,59
2	30,84	31,19	-31,49	2	13,03	13,28	13,43	2	26,68	26,25	-26,64	2	16,62	16,84	17,06
3	31,89	33,31	-36,76	3	13,58	13,59	14,17	3	27,61	28,32	-33,94	3	15,83	16,54	17,19
Delta	1,11	4,31	11,5	Delta	0,85	1,13	2,44	Delta	1,73	2,72	14,35	Delta	0,79	1,38	2,60
Rank	3	2	1	Rank	3	2	1	Rank	3	2	1	Rank	3	2	1
Appropriate parameter f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f3:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			
WM5 Level (Fr)			WM5 Level (Ra)												
f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>	f	a <sub>e</sub>	a <sub>p</sub>										
1	25,68	24,55	-22,88	1	15,06	14,89	15,00								
2	26,57	26,89	-27,03	2	15,86	15,85	15,49								
3	28,60	29,40	-30,93	3	16,29	16,48	16,73								
Delta	2,92	4,85	8,05	Delta	1,23	1,59	1,73								
Rank	3	2	1	Rank	3	2	1								
Appropriate parameter f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1			Appropriate parameter f1:a <sub>e</sub> 1:a <sub>p</sub> 1												

Analysis of variance was performed to determine the effectiveness ratios of machining parameters to surface roughness. Considering the P ratio value and the 95% confidence interval in the analysis of variance, it is concluded that the parameter is effective when P<0.05. The F value shows the effect value of each factor in the analysis according to the F hypothesis test. The degrees of freedom of the

parameters correspond to F<sub>0.05;2;8</sub>=4.46 according to the F hypothesis table. Parameters with F values greater than 4.46 effectively on radial cutting force and surface roughness. According to the F test results, the effects of the process parameters on the radial shear force (Fr) and Ra roughness value are shown in Table 9.

**Table 9.** Variance analysis results for Fr and Ra

Fr	WM1		WM2		WM3		WM4		WM5	
	Effect (%)	F	Effect (%)	F	Effect (%)	F	Effect (%)	F	Effect (%)	F
f	2,33	1,08	3,23	23,44	1,02	9,98	1,38	5,55	9,02	4,42
$a_e$	9,75	4,53	14,52	105,37	12,14	118,89	3,71	14,93	23,69	11,62
$a_p$	85,77	39,88	82,11	595,87	86,74	849,79	94,66	380,86	65,25	32,01
Error	2,15		0,14	23,44	0,10		0,25		2,04	
Total	100		100	105,37	100		100		100	

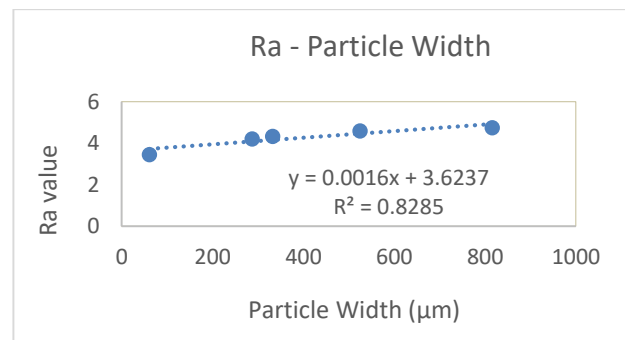
  

Ra	WM1		WM2		WM3		WM4		WM5	
	Effect (%)	F	% Effect	F	Effect (%)	F	Effect (%)	F	Effect (%)	F
f	1,49	0,97	2,24	0,49	9,01	20,62	5,68	3,10	20,92	10,68
ae	19,75	12,94	21,69	4,78	16,19	37,05	18,23	9,95	34,43	17,58
ap	77,23	50,59	71,53	15,76	74,36	170,13	74,26	40,56	42,69	21,81
Error	1,53		4,54		0,44		1,83		1,96	
Total	100		100		100		100		100	

The relationship between grain width and surface roughness in the processing of marbles with a CNC machine was investigated by regression analysis (Figure 5). The regression graph obtained between the surface roughness (Ra) values obtained after the surface treatment performed at the most appropriate cutting parameters determined in the Taguchi design for five White-colored marbles and the average grain width of the marbles is shown in Figure 4. The regression equation is given in equation 3. Accordingly, there is a significant 83% relationship between the average mineral grain size and the roughness. While the roughness values are lower in fine-grained marbles, surface roughness values are higher in coarse-grained marbles. Mineral grain size affects the quality of new surfaces formed as a result of surface treatment.

The interaction between the mineral and the cutter will increase as the cutting width increases, especially in the final milling process. While fine grains are easily cut, coarse grains will be more difficult to cut. Considering the blunting of the cutter for the duration the milling process, it will be difficult to cut the coarse grains and the mineral will continue to move forward by breaking the grains instead of cutting them. This will cause the milled surface to be rough.

$$y = 0,0016x + 3,6237 \quad R^2 = 0,8285 \quad (3)$$

**Fig. 5.** Relationship between Ra-Particle width

As a result of the experiments carried out with the Taguchi method, the most suitable combination of the radial cutting force and the process parameters for increasing the surface quality of the white marbles was determined.

## 6. Conclusions

In this study, the effects of axial depth of cut and radial cutting width parameters on surface roughness are emphasized. Belonging to the marbles used in the experiments, Using the Taguchi test method and analysis of variance, the effectiveness of axial depth of cut and radial cutting width parameters on Ra surface roughness values and appropriate machining values were determined. Some results have been obtained for five different white-colored marbles in accordance with the working conditions performed on the CNC milling machine:

1. Radial cutting forces, S/N based on the analysis, WM1, WM2, WM3, WM4 and WM5 samples determined optimal process parameters,

respectively f3:ae1:ap1, f1: ae1:ap1, f1: ae1:ap1, f1: ae1:ap1and f1: ae1:ap1 were found.

2. For surface roughness, based on S/N analysis, the optimal process parameters determined in the WM1, WM2, WM3, WM4 and WM5 samples are f2: ae1:ap1, f3: ae1:ap1, f1: ae1:ap1, f3: ae1:ap1and f1: ae1:ap1 respectively.
3. According to the F test analysis result, the most effective parameter in the formation of radial cutting force and surface roughness is the axial depth of cut. In terms of radial cutting force, the effective values of cutting depth of WM1, WM2, WM3, WM4 and WM5 samples are 85.77%, 82.11%, 86.74%, 94.66% and 65.25%, respectively. The effect values for surface roughness are 77.23%, 71.23%, 74.36%, 74.26%, and 42.69%, respectively.
4. The secondary effective parameter is the radial depth of cut, and the radial cutting force effect values are 9.75%, 14.52%, 12.14%, 3.71%, and 23.69%, respectively. The effect values for surface roughness are 19.75%, 21.69%, 16.19%, 18.23%, 34.43%, respectively.
5. With the Taguchi method, the processing performance of CNC machines has been improved and the quality of the products obtained has been improved.
6. According to the analysis of variance, the axial cutting depth was the most influential parameter in the processing of marbles. The radial cutting width was the secondary effective parameter in the formation of surface roughness.
7. As the radial depth of cut increases, the surface to which the cutting tip will touch will increase, so rupture occurs instead of cutting, which increases the surface roughness. Average particle size is effective in the formation of surface roughness. It was observed that the surface roughness increased as the grain size increased.
8. Low radial force and low surface roughness values are obtained when processing with low axial depth and low radial cutting width. The greater the depth of the axial cutting depth and the radial cutting width, the more advantageous it is to improve the processing performance and surface quality.

As a result of the confirmation test, it is concluded that it is well estimated in the optimal parameter combinations determined by the estimation and is applicable in real operating conditions.

## 7.References

- Altintas, Y., 1994. Direct adaptive control of end milling process. *Int. J Mach Tools Manuf.*, **34(4)**, 461–472. [https://doi.org/10.1016/0890-6955\(94\)90078-7](https://doi.org/10.1016/0890-6955(94)90078-7).
- Arunramnath, R., Thyla, P.R., Mahendrakumar, N., Ramesh, M., Siddeshwaran, A., 2019. Multi-attribute optimization of end milling epoxy granite composites using TOPSIS. *Mater Manuf Process*, **34(5)**, 530–543. <https://doi.org/10.1080/10426914.2019.1566960>.
- European Standards Institute (EN) 2003 Natural stone test methods determination of Knoop hardness, Standard No. EN 14205. 2003; English
- European Standards Institute (EN) 2006 Natural stone test methods determination of real density and apparent density, and of total and open porosity. Standard No. EN 1936. English
- European Standards Institute (EN) 2006 Natural stone test methods determination of uniaxial compressive strength. Standard No. EN 1926. English
- European Standards Institute (EN) 2007. Characterization of waste and soil-determination of elemental composition by X-ray fluorescence. Standard No. EN 15309. English
- European Standards Institute (EN) 2008 Natural stone test methods determination of water absorption at atmospheric pressure. Standard No. EN 13755. English
- European Standards Institute (EN) 2008 Natural stone test methods determination of flexural



- strength under constant moment. Standard No. EN 13161. English **2**, 1698. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03485-5>.
- European Standards Institute (EN) 2017 Natural stone test methods determination of the abrasion resistance. Standard No. EN 14157
- Gálos, M., Gyurika, I.G., 2014. Quality measuring numbers of milled edges of granite surfaces. *Period Polytech Civ Eng.*, **58(2)**, 121–129. <https://doi.org/10.3311/PPci.2158>.
- Gyurika, I.G., 2018. Researching the effects of feedrate and diamond grain size on edge chipping of milled granites. *Tehnicki Vjesnik-Technical Gazette.*, **25(1)**, 49–55. <https://doi.org/10.17559/tv-20160504130353>.
- Gyurika, I.G., Szalay, T., 2019. The examination of the effect of variable cutting speeds on the surface and edge qualities of milled granite materials. *Adv Mech Eng.*, **11(7)**, 1–12. <https://doi.org/10.1177/1687814019836319>.
- Kenda, J., Kopač, J., 2009. Diamond tools for machining of granite and their wear. *Journal of Mechanical Engineering.*, **12(55)**, 775–780.
- Liu, J., Cheng, K., Ding, H., Chen, S., 2020. An investigation of influence of cutting parameters on three-dimensional surface topography in micromilling SiCp/Al composites, *Proc IMechE Part B: J Engineering Manufacture*. <https://doi.org/10.1177/0954405420971098>.
- Ma, W., Wang, R., Zhou, X., Xie, X., 2020. The finite element analysis–based simulation and artificial neural network–based prediction for milling processes of aluminum alloy 7050. *Proc IMechE Part B: J Engineering Manufacture*. <https://doi.org/10.1177/0954405420932442>.
- Moayyedian, M., Mohajer, A., Kazemian, M.G., Mamedov, A., Derakhshandeh, J.F., 2020. Surface roughness analysis in milling machining using design of experiment. *SN Applied Sciences*, **2**, 1698. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03485-5>.
- Nagode, M., Fajdiga, M., 1995. Experiment Design for Structures Loading State Determination. *Strojniški vestnik- Journal of Mechanical Engineering*, **41**, 257-262.
- Othman, K., Ghani, J.A., Juri, A., Mohd, M.S.R., Kassim, S., Haron, C.H.C., 2020. Optimization of Tool Life and Surface Roughness for Hypereutectic Al – Si Alloys in Face Milling. *Journal of Mechanical Engineering*, **17(2)**, 27-44.
- Öktem, K., Erzurumlu, T., Çöl, M., 2006. A study of the Taguchi optimization method for surface roughness in finish milling of mold surfaces. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **28**, 694-700. <https://doi.org/10.1007/s00170-004-2435-6>.
- Özkan, E., Sarıışık, G., Ceylan, S., 2015. Application and productivity analysis of new channel opening method in natural stone quarries with diamond wire cutting machine. *Arabian Journal of Geosciences*, **8(2)**, 1089–1098. <https://doi.org/10.1007/s12517-013-1230-9>.
- Özkan, E., Öz, O., 2020. Determination of appropriate cutting parameters depending on surface roughness by Taguchi method in milling of marbles. *Arabian Journal of Geosciences*, **13**, 532. <https://doi.org/10.1007/s12517-020-05380-0>.
- Özkan E., Öz O., 2021. The effect of characterization of carbide end milled limestones on optimal parameters. *Arabian Journal of Geosciences*, **14**, 1181, <https://doi.org/10.1007/s12517-020-05380-0>.
- Pham, T.H., Nguyen, D.T., Banh, T.L., Tong, V.C., 2019. Experimental study on the chip morphology, tool–chip contact length, workpiece vibration, and surface roughness during high-speed face milling of A6061 aluminum alloy. *Proc IMechE Part B: J*



AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 055802 (1281-1292)

AKU J. Sci. Eng.23 (2023) 055802 (1281-1292)

DOI: 10.35414/akufemubid.1280546

## Araştırma Makalesi / Research Article

**Hacılar Ocağı Kireçtaşının Jeolojisi, Petrografik ve Jeokimyasal Özellikleri (Batı Toroslar, Burdur)**Oya CENGİZ<sup>1</sup>, Yeliz EĞİN KARACA<sup>2</sup>, Didem KIRAY<sup>3\*</sup><sup>1</sup>Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Isparta<sup>2</sup>İltaş Madencilik Sanayi Ticaret A.Ş., Burdur<sup>3\*</sup>Barbaros Mh. Hacı Mustafa Bey Cd. No:12, Çanakkale

oyacengiz@sdu.edu.tr

yelizeginjeo@gmail.com

Sorumlu yazar e-posta\*: dkiray17@gmail.com

ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-1363-4638>ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-5107-9802>,ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-4187-7285>

Geliş Tarihi: 10.04.2023

Kabul Tarihi: 01.09.2023

**Öz**

İnceleme alanı, Batı Toroslar'da Isparta Büklümünün batı kanadı üzerinde Hacılar Köyünde (Burdur) yer alır. Bu çalışmanın amacı, Hacılar Ocağı'ndaki Orta-Triyas-Liyas yaşlı kireçtaşının jeolojisini, mineralojik-petrografik ve jeokimyasal özelliklerini incelemektir. Kireçtaşı beyazımsı-açık-koyu gri ve bej renkli, yer yer koyu renge sahip dolomitli seviyeler ile açık kırmızı, pembe renkli silisli kireçtaşı düzeyleri kapsar. Genellikle masif görünümlü olan kireçtaşı Burdur fay zonu üzerinde yer aldığı için yoğun kırık ve çatlaklara sahiptir. Hacılar bej kireçtaşı mikritik doku, yer yer sparlaşmış, oolitik yapı gösterir. Ayrıca, kireçtaşı içerisindeki kırıkları ve erime boşluklarını dolduran kolloform ve ışınal yapıları aragonit-kalsit, tarak yapıları kuvars, breşik kalsit ve özşekilli dolomit kristallerine de rastlanır. Hacılar kireçtaşı petrografik sınıflamada, vaketaşı ya da yer yer pelmikritik dokulu dolomitik kireçtaşıdır. Kireçtaşı numunelerinin CaO ve MgO içerikleri sırasıyla % 37.36-55.74 ve % 0.43-15.45 arasındadır ve yüksek MgO değerleri dolomit mineralinden gelir. Na<sub>2</sub>O ve K<sub>2</sub>O değerlerinin Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranlarına ait ve MgO-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üçlü diyagramlara göre Hacılar kireçtaşı sedimanter kökenlidir. (Mg/Ca)-SiO<sub>2</sub> ve Sr-(Mg/Ca) karbonat ayırtman diyagramlarında numuneler çoğunlukla kireçtaşı, daha az dolomitik kayaç-kireçtaşı geçiş alanında gözlenir. Bunun yanında, Ca/Mg diyagramında tüm numuneler dolomitik kayaç-kireçtaşı geçiş zonuna düşerken, MgO/CaO ve SiO<sub>2</sub>+(Al,Fe)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diyagramında çoğunlukla kireçtaşı, daha az dolomitik kireçtaşı ve kalsitik kireçtaşı sınıfındadır. Rb-Sr-Ba üçlü ve Sr/Ba-Sr/Rb oranları diyagramları, Hacılar kireçtaşının kıta kenarları ortamında oluştuğunu gösterir.

**Anahtar kelimeler**Batı Toroslar; Burdur;  
Hacılar Ocağı; Kireçtaşı;  
Jeoloji; Petrografi;  
Jeokimya**Geology, Petrographic and Geochemical Signatures of Hacılar Quarry Limestone (Western Taurides, Burdur)****Abstract**

The investigated area is located in the near surroundings of Hacılar Village (Burdur) on the western flank of the Isparta Angle, the Western Taurides. The aim of this study is to investigate the geology, mineralogical-petrographical and geochemical signatures of the Middle Triassic-Liassic limestone in the Hacılar Quarry. The limestone has mainly beige and occasionally whitish-light-dark gray colors and includes dolomitic and siliceous limestone layers. The limestone, which is generally massive, has intense fractures and cracks due to upon the active Burdur fault zone. It shows micritic texture, occasionally sparred, and oolitic structure. Also, there are colloform and radial aragonite-calcite, combed quartz, filling the cracks and cavities in the limestone. The limestone contains the brecciated calcite and euhedral dolomite crystals. In the petrographic classification, it is wackestone or dolomitic limestone with pelmicritic texture. The CaO and MgO contents of limestone samples are between 37.36-55.74% and 0.43-15.45%, respectively, and the high MgO values come from the dolomite. According to the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ratios of Na<sub>2</sub>O and K<sub>2</sub>O values and MgO-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> triple diagrams, Hacılar limestone is of sedimentary origin. In the (Mg/Ca)-SiO<sub>2</sub> and Sr-(Mg/Ca) carbonate discrimination diagrams, the samples are mostly observed in limestone, less frequently in the dolomitic rock-limestone transition area. In addition, whereas all samples fall into the dolomitic rock-limestone transition zone in the Ca/Mg

**Keywords**Western Taurides;  
Burdur; Hacılar Quarry;  
Limestone; Geology;  
Petrography;  
Geochemistry

diagram, in the diagram MgO/CaO and SiO<sub>2</sub>+(Al,Fe)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> are mostly in limestone, lesser dolomitic limestone and calcite-limestone fields. Rb-Sr-Ba triple and Sr/Ba-Sr/Rb ratio diagrams show that Hacılar limestone were formed in the continental margin environment.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

## 1. Giriş

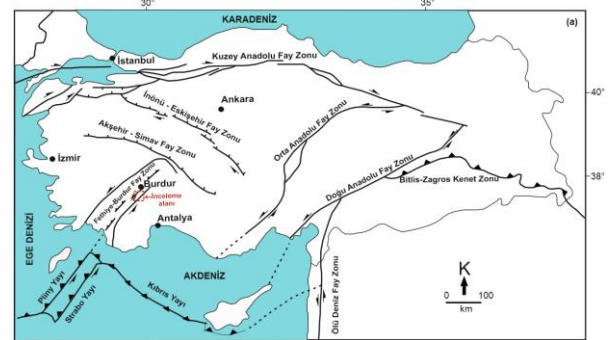
Batı Toroslarda Göller yöresinde yer alan Burdur, son yıllarda mermer sektöründe önemli gelişmeler göstererek ekonomiye önemli ölçüde katkı sağlamaktadır. Özellikle Burdur iline bağlı Karaçal, Kocapınar ve Yarışlı köylerinden çıkarılan kireçtaşı mermerleri dünyadaki pek çok ülkeye ihracat edilmektedir. Bu yörelerdeki kireçtaşı (Burdur beji ve latte tipi) yurt içi ve başta Çin Halk Cumhuriyeti olmak üzere Amerika Birleşik Devletleri, Kanada, Hollanda, Ortadoğu ülkeleri (İran, Birleşik Arap Emirlikleri, Suudi Arabistan vb.), Rusya ve Türk Cumhuriyetleri ile Kore'ye kadar dış pazar ihracatı yapılmaktadır (İnt. Kyn. 1). Bölgedeki kireçtaşları, özel şirketler tarafından mermer olarak işletilmekte ve üretimi yapılmaktadır.

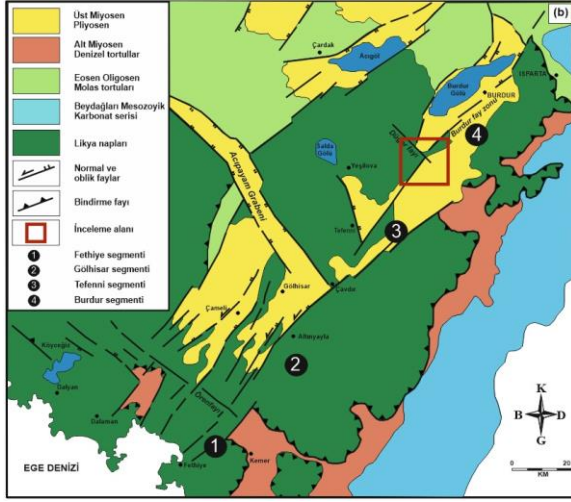
İnceleme alanı Alp-Himalaya Kuşağı üzerinde batı Toroslardaki Isparta Açısı üzerinde yer almaktadır. Bölgenin genel jeolojisi ve neotektonik özellikleri geçmiş yıllarda bazı araştırmacılar tarafından incelenmiştir (McKenzie 1978, Koçyiğit 1983, Karaman 1986, 1990, 1994, Taymaz and Price 1992, Barka et al. 1995, Yağmurlu 2000, Cengiz vd. 2003, Şentürk 2003, Bozcu vd. 2007, Demirtaş vd. 2008, Elitez et al. 2016, Hançer ve Kaya 2016, Coşkuner vd. 2019, Hançer vd. 2022). Bunun yanında, Türkiye'deki farklı lokasyonlarda mermer olarak işletilen kireçtaşlarının jeolojisi, petrografisi, jeokimyası, oluşum koşulları ve ekonomik faaliyetleri (üretim, ihracat, ithalat) ile ilgili araştırmalar son yıllarda başlamıştır (Hacimustafaoğlu ve Kun 1999, Özeğdemir ve Cengiz 2014, Hepdeniz and Cengiz 2014, Üstündağ vd. 2015, Cengiz and Özeğdemir 2016, Küçük ve Onargan 2018, Eğin Karaca 2019, Yılmaz ve Caran 2019, Türker 2021, Bağcı vd. 2022). Özellikle ocak lokasyonlarının yer seçimi, blok alımı, teknolojik özellikleri gibi önemli hususlar için mermerin jeolojik, petrografik ve jeokimyasal özelliklerinin incelenmesi son derece yararlıdır. Fethiye-Burdur

fay zonu üzerinde bulunan Hacılar köyünün güneydoğusundaki Hacılar kireçtaşı (mermer) ocağı ve çevresi ilk defa bu araştırma ile incelenmiştir. Bu çalışmanın amacı, 5 kademede açılan ve geçmiş yıllarda işletilen Orta Triyas-Liyas yaşlı Hacılar kireçtaşının (Hacılar Ocağı) jeolojik, petrografik ve jeokimyasal özelliklerini ve oluşum koşullarını belirlemektir. Bu kapsamda kireçtaşı mermeri oluşumlarının jeolojik-tektonik özellikleri, stratigrafik seri içerisindeki konumu, mineralojik bileşimi ve element içerikleri tespit edilmiştir.

### 1.1. Bölgesel jeoloji

İnceleme alanı, Alp-Himalaya Orojenik Kuşağı üzerinde bulunan Torosların batısındaki Antalya Körfezine paralel olarak ters "V" şeklini alan Isparta Açısı (Poisson 1977) üzerinde bulunur. Bölgede Türkiye'nin önemli neotektonik yapılarından biri olan Fethiye-Burdur Fay Zonu bulunmaktadır (Şekil 1a). Bölge genellikle Mesozoyik yaşlı karbonat kayalarından oluşur ve bunlar doğuda "Anamas-Akseki platformu" (KB-GD doğrultulu), batıda ise "Beydağları otoktonu" (KD-GB doğrultulu) olarak adlandırılır (Şekil 1b). Bu otokton üzerine "Likiya Napları (Lisiyen Napları)" (Brunn et al. 1971, Graciansky 1972, Dumont vd. 1979, Gutnic et al. 1979) Orta Miyosen sonunda batıda yerleşmiştir. Isparta Açısının batı kanadı "Fethiye-Burdur", doğusu "Akşehir-Simav" fay zonları ile sınırlıdır (Barka et al. 1995, Koçyiğit 2000).





**Şekil 1.** İnceleme sahasının a) Türkiye tektonik haritasındaki yeri (Barka et al. 1995, Yağmurlu 2000, Yaltrak et al. 2012’den değiştirilmiştir) ve b) bölgesel jeoloji haritası (Yağmurlu vd. 2005)

Çalışma sahası kuzeydoğu uzanımlı Fethiye-Burdur Fay Zonu üzerindeki sol oblik atımlı aktif bir fay olan Burdur Fayı segmenti üzerinde yer almaktadır (Şekil 1a-1b). Ayrıca, kuzeybatı-güneydoğu yönünde uzanan ve iki ana kol halinde devam eden Hacılar-Karaçal fayı da gözlenmektedir. Burdur bölgesinde en yaşlı allokton konumlu "İç Toros Napı" (Koçyiğit 1983) veya "Likya Napı" olarak tanımlanan Gökçebağ Karmaşığı, İç Toros Napı'nın yöredeki bölümünü temsil etmektedir.

### 1.2. İnceleme alanının jeolojisi

Isparta Açısının batı kanadında yer alan ve inceleme alanının temelini oluşturan Gökçebağ Karmaşığı, başlıca serpantin, serpantinleşmiş harzburjit, gabro, diyabaz, breşik yapılu spilitik bazalt, çört, radyolarit ile değişik boyutlu kumtaşı ve kireçtaşı bloklarından oluşur (Şekil 2). Birim adlamasını bölgede en tipik yayılım gösterdiği Gökçebağ köyünden almıştır (Sarıöz 1985). Bu Karmaşığı oluşturan birimler, inceleme alanında Hacılar güneyi ve doğusunda yüzeyleme göstermektedir (Şekil 3).

Gökçebağ Karmaşığının litolojileri kahverengi, kırmızı, mavi ve yeşilimsi renkleri içeren alacalı bir görünüme sahiptir. Birimde genellikle ofiyolit blokları egemen olup, bunlar tektonikler, diyabaz çakılları, gabro, okyanus tabanı malzemeleri, radyolarit, pelajik kireçtaşları, bazik volkanikler, pembemsi çamurtaşları ile Permiyen-Üst Kretase yaşlı çört ve kireçtaşı blokları mevcuttur (Poisson

1977). Gökçebağ Karmaşığı içerisindeki Hacılar Kireçtaşı blokları karmaşık içerisindeki birimler ile tektonik dokanaklıdır. Allokton konumlu Gökçebağ Karmaşığının oluşum yaşı Geç Kretase, yerleşim yaşı Erken Paleosen (Yalçınkaya vd. 1986)'dir.

SİSTEM	SERİ	FORMASYON	SİMGE	LİTOLOJİ	AÇIKLAMALAR
KUVATERNER	PLEİSTOSEN- GÜNCEL	ALÜVYON	Qal Qym		Gevşek tutturulmuş, çakıl, kum, kil, silt boyutlarındaki malzeme
NEOJEN	ÜST MİYOSEN PLİYOSEN	BURDUR FORMASYONU	Nmpb		Yeşilimsi kumtaşı, marn, killi kireçtaşı, kahverengi kumtaşı ve konglomera ardalınnmalı tuffit ara katkılı
PALEOJEN	OLİGOSEN	BAŞMAKÇI FORMASYONU	Pob		Sıkı karbonat çimentolu, kötü boylanmış, yuvarlaklaşmış, kum kil boyutunda ara madde destekli, polijenik konglomera
KRETASE	ÜST	GÖKÇEBAĞ KARMAŞIĞI	Kgk		Hacılar kireçtaşı (Trij): Orta Triyas - Liyas oluşum yaşı kısmen dolomitleşmiş, bej renkli, breşik yapılu, bol kırıklı ve çatlaklı allokton Serpantin, gabro, diyabaz, bazalt, çört, radyolarit, kumtaşı ve kireçtaşlarından oluşan allokton ofiyolit

**Şekil 2.** Çalışma sahasının tektono-stratigrafik sütun kesiti (Bozcu vd. 2007’den değiştirilmiştir)

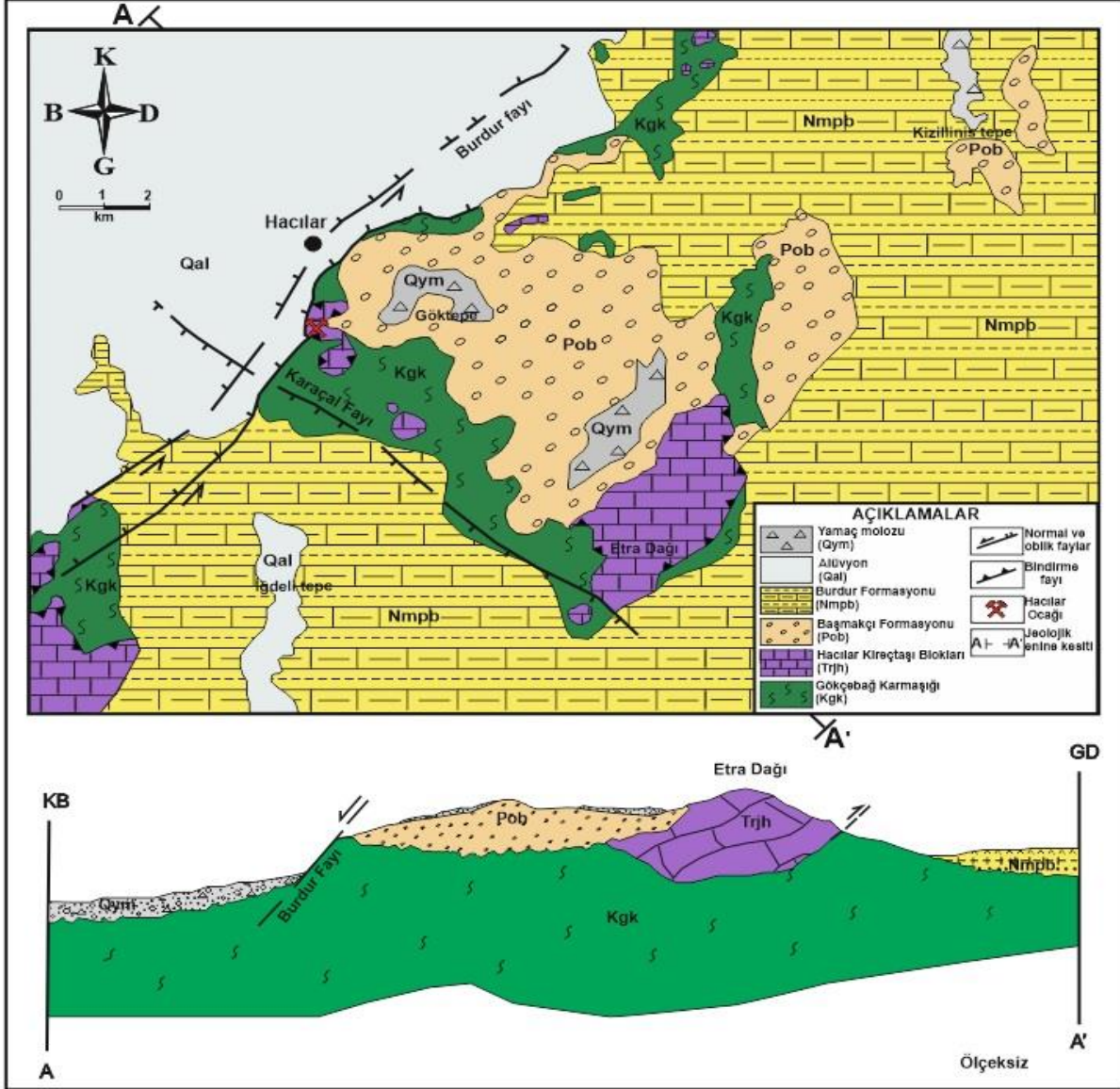
Hacılar kireçtaşı birimi; başlıca bej renkli mikritik, yer yer sparitik kireçtaşı, yer yer dolomitik ve fosilli seviyelerden oluşmaktadır. Birim adını tipik olarak yüzeylendiği Hacılar köyünden almış ve sahada Hacılar güneyi ve doğusunda, Yassıgüme, Ardıçlı, Etre ve Çatal Tepelerinde yayılım göstermektedir (Şekil 3). Bu kireçtaşları bölgede Ersoy (1989, 1990) tarafından Dutdere kireçtaşı olarak tanımlanmıştır. Birim oluşum yaşı Orta Triyas-Liyas (Şenel 1984), yerleşim yaşı da Eosen olup sığ karbonat şelf ortamında çökelmiştir. Hacılar Kireçtaşı ve Gökçebağ Karmaşığı üzerine uyumsuzlukla Oligosen (Gutnic et al. 1979) yaşlı otokton Başmakçı Formasyonu (Bozcu vd. 2007) gelir.

Çakıltaşlarından oluşan Başmakçı Formasyonu sahada Kızıllırtis ve Büyüktürkmen tepeleri boyunca KD-GB uzanımlı olarak yüzeylenmektedir (Şekil 3). Formasyon içerisinde yuvarlak-yarı yuvarlak, kötü boylanmış, sıkı karbonat çimentolu, orta-kalın tabakalı polijenik çakıltaşları mevcuttur. Çakıltaşları,



başlıca kum ve silt boyutundaki kırıntılı ara madde destekli bir doku özelliğine sahiptir. Ayrıca, Başmakçı Formasyonu yer yer kumlu kireçtaşından oluşan kireçtaşı-çakıltaşı ara düzeyleri, molas fasiyesinde çökelmiş yersel iyi pekleşmiş kaba taneli

kumtaşı ve çamurtaşı bileşenleri de içerir. Bu formasyonu, Hacılar kireçtaşı blokları ve Gökçebağ karmaşığına ait ofiyolit kayaları uyumsuz olarak örter. Üzerine de uyumsuz olarak Burdur Formasyonu gelir.



Şekil 3. Çalışma sahasının jeoloji haritası (Şenel vd. 1997' den değiştirilerek) ve jeolojik enine kesiti

İnceleme alanında Hacılar güneyi ve doğusunda geniş bir alanda yüzeleme vermektedir (Şekil 3). Başlıca beyazımsı-sarımsı-yeşilimsi, ince tabakalı kiltası, marn, killi kireçtaşı, kahverengi kumtaşları ile kalın katmanlı, kötü boylanmış, pekleşmesi zayıf, belirsiz katmanlı çakıltaşlarından meydana gelmektedir. Kumtaşlarında yer yer çapraz tabakalanma ve dalga izleri izlenir. Birimin üst seviyelerine doğru beyazımsı, sarımsı tüfit ara katkıları da gözlenmiştir. Formasyon Üst Miyosen-Pliyosen yaşlıdır (Yalçınkaya vd. 1986). Burdur

Formasyonu Kuvaterner yaşlı tutturulmamış gevşek yapılı tortullar ve akarsu, plaj ve birikinti konilerine ait alüvyon birimleri tarafından uyumsuz olarak örtülmüştür (Şekil 2). Bu çökeller Hacılar köyü batısı ve kuzeyinde geniş yayımlı olarak gözlenir (Şekil 3).

## 2. Materyal ve Metot

Hacılar kireçtaşı ocağının her kademesinden (Kademe1: H1; Kademe 2: H2, H8; Kademe 3: H3A, H3B, H5, H9; Kademe 4: H6A, H6B, H7A, H7B, Kademe 5: H10) 12 adet kireçtaşı numunesi alınmış

ve bu numunelerin ince kesitleri Pamukkale Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü İnce Kesit Laboratuvarında yapılmıştır. Bu ince kesit numuneleri Süleyman Demirel Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında polarizan mikroskopta (Olympos-DH2) incelenmiş ve numunelerin petrografik tanımlamaları yapılmıştır. Ayrıca, kireçtaşının diğer mikroskobik özellikleri belirlenerek mikro-görüntüleri de alınmıştır. İncelenen ocaktan derlenen kireçtaşı numunelerinin jeokimyasal özelliklerini belirlemek için numuneler laboratuvarında 80 mesh boyutunda öğütülmüştür. Bu numunelerin ana oksitleri ve bazı iz elementlerin (Ba, Sr, Rb) içerikleri Bureau Mineral Veritas ACME Laboratuvarında-Kanada, Endüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi (ICP-MS) tekniği ile analiz edilmiştir. Bu analiz verilerinden kireçtaşının oluşum ortamı ve sınıflandırmaları belirlenmiştir.

### 3. Bulgular

#### 3.1. Hacılar Ocağı kireçtaşının jeolojik özellikleri

İncelenen Hacılar Kireçtaşı Ocağı Burdur'un Hacılar köyünde bulunmakta olup geçmiş yıllarda özel bir firma tarafından mermer olarak işletilmiş ve terkedilmiştir. Üretilen Burdur beji mermerler, Üst Triyas-Liyas yaşlı Hacılar bej kireçtaşı mostrasından elde edilmiştir (Şekil 4).



Şekil 4. Hacılar kireçtaşının ocaktaki yüzeylemesi (Eğin Karaca 2019)

Megalodontlu ya da algli rekristalize kireçtaşları içeren Hacılar kireçtaşı biriminin üst seviyeleri beyazımsı-açık-koyu gri ile bej renklidir. Genellikle sahada masif görünüme ve yer yer ince-orta-kalın

katmanlanmaya sahiptir. Ocak içerisinde bej kireçtaşı koyu renkli dolomitli seviyeler ile açık kırmızı, pembe yer yer çörtlü-silisli, ammonitli yumrulu kireçtaşı düzeyleri de izlenmiştir. Hacılar Ocağı Fethiye-Burdur fay zonu üzerinde yer aldığı için aktif Burdur Fayının tektonik hareketliliğinden önemli ölçüde etkilenmiştir. Bu etkilenme, beş kademede açılan ocak içerisindeki aynaların ve mermer bloklarının kırıklı ve çatlaklı olması ile görülmektedir (Şekil 5). Ayrıca, iki yönde gelişen çatlakların içerisinde kil dolgusu, yer yer breşik ve karstik yapılar da gözlenmektedir (Şekil 6).



Şekil 5. Hacılar Kireçtaşı Ocağının kademeleri ve aynaların görünümü (Eğin Karaca 2019)

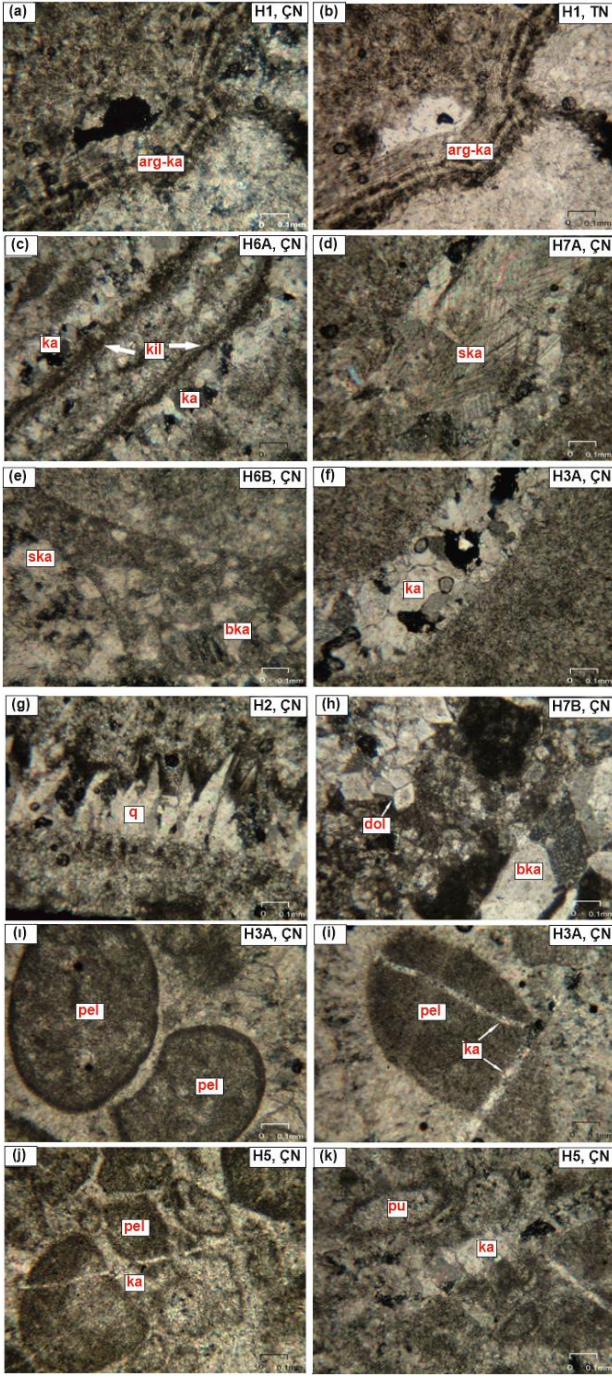


Şekil 6. Kademe 3'de gözlenen farklı yönlerde gelişen kil dolgulu çatlaklar, breşik yapıları kireçtaşları (Eğin Karaca 2019)

#### 3.2. Hacılar kireçtaşının petrografik özellikleri

İnceleme alanındaki kireçtaşı ocağının her kademesinden alınan 12 adet numunenin ince kesitlerinin petrografik özellikleri mikroskopta (çift ve tek nikolde) incelenerek H1, H6A, H7A, H6B, H2, H3A, H5 numunelerinin mikro-fotoğrafları Şekil 7'de verilmiştir.





**Şekil 7.** Hacilar kireçtaşına ait bazı numunelerin (H1, H6A, H7A, H6B, H2, H3A, H5) mikro-fotoğrafları **a-b)** Mikritik kireçtaşı içindeki kolloform yapıli aragonit-kalsit (arg-ka) damarı, **c)** Çatlak dolgulu spar kalsitler (ka) ve killer, **d-e)** Sparlaşmış ve breşik kalsitler, **f)** Açık boşluk dolgulu, tarak yapıli kuvars (q) damarı, **g)** Kireçtaşı içerisindeki sparkalsit damarı (ska), **h)** Breşik kalsitler (bka) ve özşekilli-yarı özşekilli-özşekilsiz dolomitler (dol), **i-j)** Mikritik kireçtaşı içerisinde pelletler (pel) ve ince çatlak dolgulu kalsitler (ka), **k)** Sparlaşmış kalsit (ka) damarları ve puding (pu) yapıları (Eğin Karaca 2019).

Hacilar kireçtaşının mineralojik-petrografik inceleme sonuçlarına göre kayadaki başlıca mineralleri kalsit ve dolomit, daha az olarak da aragonit, kuvars ve killer oluşturmaktadır. Mikroskopik incelemelerin sonucunda mikritik kireçtaşı numunesi (H1) içerisinde kolloform yapıli kalsit ve aragonit damarı ve damar boyunca da kil dolgusu izlenmiştir (Şekil 7a-b). H6A örneğinde de spar kalsitlerin arasında birbirine paralel gelişmiş çatlaklarda kil dolgusu gözlenmiştir (Şekil 7c) ve saha çalışmalarında da kil dolgularının varlığı tespit edilmiştir (Şekil 6). H6B ve H7A numunelerinde kalsit kristalleri arasında yer yer iri kristalli spar kalsitler ve breşik kalsitler mevcuttur (Şekil 7d-e). Bunun yanı sıra, H2 numunesinde açık boşluk dolgulu tarak yapıli gösteren kuvars damarına rastlanmıştır (Şekil 7f). H3A ve H7B numunelerinin petrografik incelemesinde mikritik dokulu kireçtaşı içerisindeki bir çatlağı dolduran spar kalsitler (Şekil 7g) ve H7B numunesinde, ayrıca özşekilli-yarı özşekilli dolomitlerde mevcuttur (Şekil 7h). H3A örneğin de pellet ve mikritik kalsitler ile ince çatlakları dolduran ve pelletin çevresinde spar kalsitler gözlenmiştir (Şekil 7i-j). H5 numunesinde bir dolgunun her iki tarafında yarı özşekilli ve puding yapıları tespit edilmiştir (Şekil 7k).

### 3.3. Hacilar kireçtaşının jeokimyasal özellikleri

Hacilar kireçtaşı açık ocak işletmesindeki kademelerdeki aynalardan derine doğru ve yanal olarak alınan 12 adet örneğin, anaoksit, minöroksit ve iz element içeriklerini belirlemek için jeokimyasal analizleri yapılmıştır. Elde edilen veriler Çizelge 1'de sunulmaktadır.

Kireçtaşı numunelerinin ana oksit bileşenlerini başlıca CaO ve daha az olarak da MgO oluşturmaktadır. Numunelerin CaO değerleri genellikle % 55.15-55.74 arasında olup bu numunelerin mineralojik bileşiminde var olan kalsit bakımından zengin olduğu gözlenmiştir. Bazı numunelerin (H1, H3A, H6A, H6B, H7B) CaO içerikleri % 37.36-54.81 arasında değişmekte, MgO değerleri çoğunlukla % 0,7'nin altında, sadece H1 ve H7B örnekleri daha yüksek değerlere (% 6.19 ve % 15.45) sahiptir. MgO'nin yüksek değerleri (H1, H7B) petrografik incelemelerin sonucuna göre mineralojik bileşiminde gözlenen dolomitin

varlığından kaynaklanmaktadır. Kireçtaşı numunelerinin SiO<sub>2</sub> içerikleri % 0.08-0.93 arasında değişmektedir. En yüksek değer (% 0.93) H2 numunesindedir ve bu değer mineralojik bileşimindeki kuvarsın varlığından olabilir. Diğer oksitler ise % 1'in altında değerlerde yada dedeksiyon limitlerinin altında kalmıştır.

Hacılar kireçtaşının anaoksit içeriklerine göre bazı numunelerdeki (H1, H7B) MgO'in yüksek değerlerde olması, bu numunelerin birim içerisindeki dolomitik seviyelerden alındığını gösterir. Ayrıca, kil içeren (H1, H6A ve H7B) numunelerinde demir, alüminyum ve mangan değerleri diğer örneklerle göre biraz yüksektir (Çizelge 1).

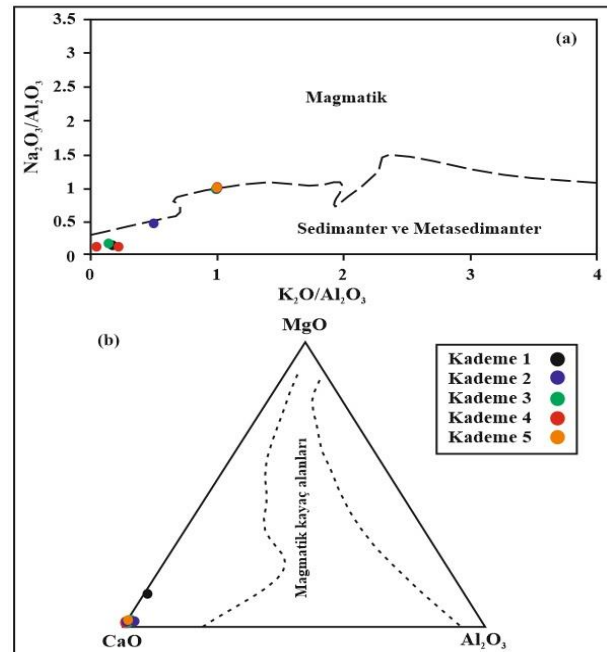
**Çizelge 1.** Hacılar Ocağı kireçtaşı numunelerinin anaoksit (%) ve iz element (ppm) içerikleri (Eğin Karaca 2019)

Elementler	Kademe 1		Kademe 2			Kademe 3			Kademe 4		Kademe 5	
	H1	H2	H8	H3A	H3B	H5	H9	H6A	H6B	H7A	H7B	H10
<b>Anaoksitler</b>												
SiO <sub>2</sub>	0.93	0.18	0.08	0.19	0.11	0.33	0.11	0.74	0.13	0.13	0.58	0.07
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.22	0.02	0.01	0.01	0.01	0.06	0.01	0.24	0.01	0.01	0.17	0.01
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.50	0.08	0.04	0.08	0.08	0.08	0.04	0.13	0.05	0.04	0.13	0.04
MgO	6.19	0.44	0.53	1.22	0.67	0.63	0.59	0.43	1.52	0.45	15.45	0.48
CaO	47.36	55.46	55.50	54.81	55.26	55.15	55.61	54.70	54.54	55.74	37.36	55.52
Na <sub>2</sub> O	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.03	0.01
K <sub>2</sub> O	0.03	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.01
TiO <sub>2</sub>	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.02	0.01	0.02	0.01	0.10	0.06	0.12	0.01	0.06	0.01	0.01	0.01
MnO	0.18	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Toplam/C	12.60	12.60	12.70	12.59	12.59	12.54	12.78	12.61	12.55	12.56	12.88	12.56
Ateş kaybı	44.00	43.7	43.8	43.6	43.8	43.6	43.6	43.6	43.6	43.6	45.9	43.8
Toplam	99.45	99.95	99.95	99.94	99.96	99.96	99.97	99.98	99.94	99.97	99.70	99.96
<b>İz Elementler</b>												
Ba	21	4	2	3	1	3	1	9	3	3	4	2
Rb	2.4	0.3	0.5	0.2	0.4	0.1	0.1	1.6	0.3	0.1	1.2	0.5
Sr	290.6	139.7	213.7	280	158.2	168.4	177.8	136.7	181.5	205.4	159.7	175.1

Kireçtaşı sınıflamalarına göre (Dunham 1962, Folk 1962), Hacılar kireçtaşına ait CaO ve MgO içerikleri göz önüne alındığında vaketaşı ve magnezyumlu kireçtaşları (yer yer oomikritik-intramikritik dokusal özellikli) içeren dolomitik kireçtaşı olarak tanımlanabilir (Eğin Karaca 2019).

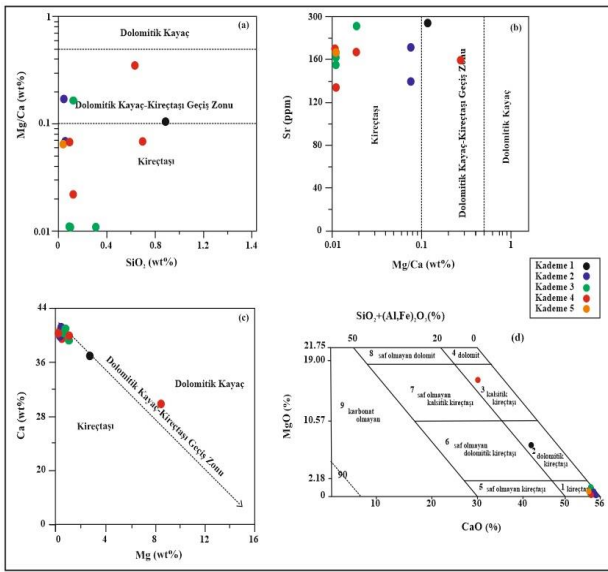
Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-K<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diyagramında (Garrels and Mackenzie 1971) Hacılar kireçtaşına ait numunelerin sedimanter ve metasedimanter kayaçlar alanına düştüğü tespit edilmiştir (Şekil 8a). Bunun yanında, MgO-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ayırım diyagramında (Leyreloup et al. 1977) numuneler magmatik bir kökeni tanımlayan alanın dışında kaldığından, tortul bir kökeni desteklemektedir (Şekil 8b).

İnceleme alanındaki kireçtaşı numunelerinin Ba, Sr, Rb iz element içerikleri sırasıyla 1-21 ppm, 136.7-290.6 ppm ve 0.1-2.4 ppm arasında değerler gösterir (Çizelge 1). Görüldüğü gibi kireçtaşı numuneleri iz elementler bakımından fakirdir.



**Şekil 8.** a) Hacılar kireçtaşlarının Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-K<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diyagramı (Garrels and Mackenzie 1971'den değiştirilerek), b) MgO-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ayırım diyagramındaki bileşimleri (Leyreloup et al. 1977'den değiştirilerek)

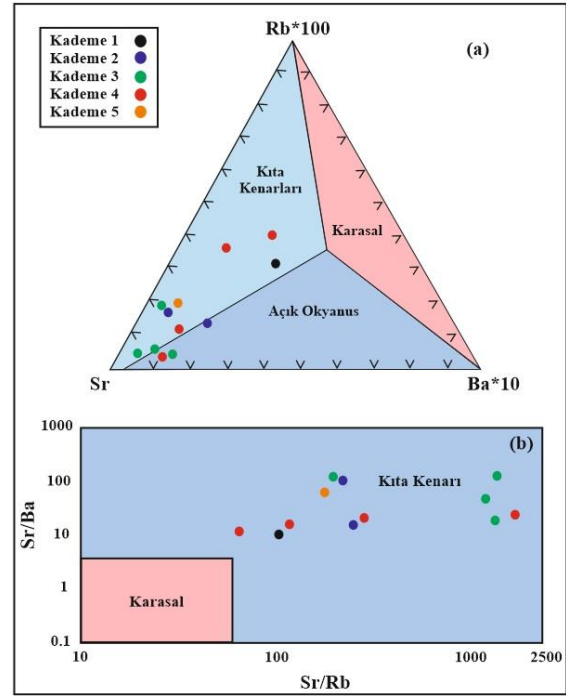
Mg/Ca)-SiO<sub>2</sub>, Sr-(Mg/Ca) ve Ca/Mg adlandırma ve ayırım diyagramlarında (Krumbein and Sloss 1963) inceleme alanındaki kireçtaşı numunelerinin çoğunlukla kireçtaşı, H1 ve H7B numunelerinin ise dolomitik kayaç-kireçtaşı geçiş zonunda yer aldığı gözlenmektedir (Şekil 9a,b,c). Bunun yanında, MgO/CaO ve SiO<sub>2</sub>+(Al,Fe)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> saflık diyagramında (Krumbein and Sloss 1963) Kademe 1 örneği (H1) dolomitik kireçtaşı, Kademe 4'e ait H7B numunesi kalsitik kireçtaşı, diğer numunelerin hepsi (H2, H3A, H3B, H5, H6A, H6B, H7A, H8, H9, H10) kireçtaşı sınıfına düşmektedir (Şekil 9d).



**Şekil 9.** Hacılar kireçtaşı numunelerinin ayırtman diyagramları **a)** (Mg/Ca)-SiO<sub>2</sub> diyagramı, **b)** Sr-(Mg/Ca) diyagramı, **c)** Mg/Ca diyagramı, **d)** MgO/CaO ve SiO<sub>2</sub>+(Al,Fe)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Saflık diyagramı (Krumbein and Sloss 1963'den değiştirilerek)

Hacılar kireçtaşlarının oluştuğu ortamları jeokimyasal analizler ile belirlemek için Zhang et al. (2017)'nin diyagramları kullanılmıştır. İncelenen kireçtaşı numuneleri; açık okyanus, karasal (iç tatlı su kütleleri) ve kıta kenarlarında biriken kireçtaşlarını ayırt etmek için kullanılan Rb-Sr-Ba üçlü diyagramı ve Sr/Ba ve Sr/Rb oranlarına dayalı ayırım diyagramına göre değerlendirilmiştir (Şekil 10). Kademelere ait numunelerin çoğu kıta kenarlarında oluşan denizel kireçtaşlarını, H2, H5 ve H7A numuneleri de açık okyanus kireçtaşı ortamını işaret etmektedir (Şekil 10a). Farklı Sr/Ba ve Sr/Rb oranlarına dayalı diyagramda ise karasal (iç tatlı su) kireçtaşlarından ayırt edilebilir. Bu diyagramda

Hacılar kireçtaşı numunelerinin tümünün kıta kenarı alanında yer aldığı gözlenmektedir (Şekil 10b).



**Şekil 10.** Hacılar Ocağı kireçtaşlarının ortam diyagramları **a)** Rb-Sr-Ba üçlü diyagramı, **b)** Sr/Ba ve Sr/Rb ayırım diyagramı (Zhang et al. 2017'den değiştirilmiştir)

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Likya Napları içerisindeki Triyas-Liyas yaşlı allokton Hacılar kireçtaşları, ticari mermer olarak "Burdur Beji" olarak isimlendirilmiştir. İnceleme alanındaki Hacılar Kireçtaşı Ocağı aktif Fethiye-Burdur Fay Zonu (KD-GB uzanımlı) üzerinde açıldığı için ocak içerisindeki kademelerin aynalarında ve ocaktan çıkarılan bloklarda tektonizmanın izleri açıkça gözlenmektedir. Hacılar kireçtaşı koyu renkli dolomitli seviyeler ile açık kırmızı, pembe renkli silisli kireçtaşı düzeylerini kapsar. Sahada beyazımsı-açık gri-koyu gri ile bej masif görümlü olan kireçtaşı tektonizmanın etkisi ile ocak içerisinde bol kırıklı, çatlaklı bir yapıdadır. Çatlakların arasını dolduran malzeme yer yer breşik yapıda, yer yer kolloform dokulu ve erime boşlukları içeren kil dolguludur. Ocak içerisindeki kademelerde çatlakların konumunun(KD-GB ve KB-GD) genellikle Burdur fayının uzanımı ile uyumlu olduğu gözlenmiştir. Yalçinkaya vd. (1986) Hacılar kireçtaşını, Dutdere mermerleri olarak adlandırmış, ofiyolit içerisinde gözlenen Triyas yaşlı süt beyaz renkli rekrystalize, yer yer breşik dokuda, bol kırıklı, sileks yumru ve



bantları içeren kireçtaşı blokları ile Jura - Kretase yaşlı krem renkli, bol kırık ve çatlaklı dolomitik kireçtaşlarından oluştuğunu belirtmiştir.

Çalışma sahasındaki kireçtaşı ile farklı lokasyonlardaki aynı yaşlı bazı kireçtaşlarının mineralojik-petrografik ve jeokimyasal özellikleri ile oluşum ortamı karşılaştırılmıştır. Hacılar kireçtaşlarının, mineralojik ve petrografik incelemelerine göre mikritik dokulu, yer yer sparlaşmış, oolitik yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, kireçtaşı içerisindeki kırıkları dolduran kolloform yapıli kalsit-aragonite, ikincil kalsitlerin yer aldığı kireçtaşı içerisinde sıklıkla breşik yapıli kalsitler ve dolomitelere de rastlandığı tespit edilmiştir. Türker (2021), çalışma alanına yakın Karamanlı-Burdur bölgesindeki Orta Triyas-Liyas yaşlı platform karbonatı olan Dutedere kireçtaşının yer yer masif kireçtaşı, yer yer algli kireçtaşı, dolomit içerdiğini, yer yer özellikle laminalı (stromatolitik) kireçtaşlarının % 82'ye kadar dolomitleşmeye uğradığını belirtmiştir. Bağcı vd. (2022) Orta Triyas yaşlı Yüreğil (Emirdağ-Afyonkarahisar) açık gri renkli kireçtaşlarının, genellikle mikritik dokulu, ikincil mineral olarak spari-kalsit kristalleri içerdiğini, koyu gri renkli olanlarında bantlı dolomit ve kalsit olduğunu belirtmişlerdir. Cengiz and Özeğdemir (2016) Kabulbaba- Söğütalan (MustafaKemalpaşa-Bursa)'daki Üst Jura-Alt Kretase yaşlı İnatlar kireçtaşının kalsit ve dolomit içerikli bej-sarı-grimsi orta katmanlı, yer yer karstik, kırıklı ve çatlaklı, midye kabuğu kırılmalı, fosilli, kumlu-killi, çört yumrulu, yer yer oolitik kireçtaşlarından oluştuğunu tespit etmişlerdir. Karamanlı-Burdur mermer ocaklarındaki Dutedere kireçtaşı, Yüreğil (Emirdağ) sahasındaki kireçtaşı ve MustafaKemalpaşa sahasındaki İnatlar kireçtaşı mineralojik-petrografik özellikleri bakımından Hacılar kireçtaşları ile benzerlik göstermektedir.

Yapılan jeokimyasal analiz sonuçlarına göre (Çizelge 1) Hacılar kireçtaşı, % 37.36-55.74 arasında CaO, % 0.43-15.45 arasında MgO içeriğine sahiptir. Kireçtaşının kimyasal bileşiminde gözlenen yüksek MgO değerlerinin (% 6.19 ve 15.45), bu numunelerin mineralojik bileşimindeki dolomitlerden kaynaklandığı tespit edilmiştir. Hacılar kireçtaşı numunelerinin CaO (% 37.36-55.74) değerleri

Yüreğil (Emirdağ) kireçtaşı numunelerinin CaO (% 31.70-36.14) değerlerine göre daha yüksek iken, Hacılar kireçtaşı numunelerinin MgO (% 6.19-15.45) değerleri Yüreğil (Emirdağ) kireçtaşı numunelerindeki MgO (% 16.32-20.80) değerlerine göre daha düşüktür. Buna karşılık, Hacılar kireçtaşı numunelerinin CaO (% 37.36-55.74) ve MgO (% 6.19-15.45) değerlerinin Cengiz ve Özeğdemir (2016) tarafından incelenen İnatlar kireçtaşının CaO (% 36.70-56.02) ve MgO (% 1.30-16.71) değerleri ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir.

Dunham (1962) sınıflamasına göre Hacılar kireçtaşındaki pelmikritik ve breşik kalsitlerin vaketaşı olduğu, içerisinde kırık-çatlaklar ile bu kırık, çatlakların dolgu malzemesi ve kısmen de kirlilikler içerdiği gözlenmiştir (Şekil 7).

Türker (2021), çalışma alanına yakın Karamanlı (Burdur) sahasında Çelikkol ve Sirmerson Ocaklarındaki Orta Triyas-Liyas yaşlı Dutedere kireçtaşının, kahverengi-yeşil çamurtaşı fasiyesi (fasiyes A), alg yaygılı gel-git arası laminalı kireçtaşı fasiyesi (fasiyes B) ve yer yer megalodontlu, biyotürbasyonlu gelgit altı kireçtaşı fasiyesinde (fasiyes C) oluştuğunu belirtmiştir.

Hacılar kireçtaşları sedimanter ve metasedimanter kökenlidir (Şekil 8). Kireçtaşı adlandırma grafiklerinde numunelerin çoğunluğu kireçtaşı ve H1, H7B numunelerinin de dolomit-kireçtaşı geçiş zonunda; kireçtaşlarının saflıklarına göre sınıflandırılma diyagramında da geçiş zonunda bulunan numunelerin dolomitik kireçtaşı ve kalsitik kireçtaşı alanında olduğu görülmüştür (Şekil 9). Bağcı vd. (2022) Yüreğil (Emirdağ) kireçtaşları üzerinde yaptığı jeokimyasal diyagramlara göre breşik kireçtaşlarının dolomit, bantlı kireçtaşlarının ise kireçtaşı-dolomit geçiş alanında yer aldığını tespit etmiştir.

Hacılar kireçtaşlarının oluşum ortamlarını belirlemek için kullanılan Rb-Sr-Ba üçlü diyagramında numunelerin çoğunun kıta kenarlarında, H2, H5 ve H7A numunelerinin açık okyanus ortamında; Sr/Ba ve Sr/Rb oranlarına dayalı diyagramda ise tüm numunelerin kıta kenarı

alanında oluştuğu şeklinde yorumlanmıştır (Şekil 10).

### Teşekkür

Bu çalışma ikinci yazarın yüksek lisans tezinin bir kısmını içermektedir. Bu araştırmanın petrografik incelemelerinde yardımcı olan Süleyman Demirel Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü Arş. Gör. Dr. Deniz DEDEOĞLU YILDIZ'a teşekkür ederiz. Ayrıca, araştırma sahasının yer seçiminde destek olan İlci Holding'den Naci İLÇİ'ye, Samer Madencilik firmasından Mehmet Sami TEMEL'e, İltaş Madencilik'ten Soral ERÇAKIR'a teşekkürlerimizi sunarız.

### 5. Kaynaklar

Bağcı, M., İsoğlu, S. S. ve Yıldız, A., 2022. Yüreğil (Emirdağ) kireçtaşlarının mineralojik-petrografik ve jeokimyasal özellikleri. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **22(2)**, 377-389.

Barka, A.A., Reilinger, R., Saroğlu, F. and Sengör, A.M.C., 1995. The Isparta angle: Its importance in the tectonics of the Eastern Mediterranean Region. *IESCA Proceedings*, **1**, 3–17.

Bozcu M., Yağmurlu, F. ve Şentürk, M., 2007. Fethiye-Burdur fay zonunun bazı neotektonik ve paleosismolojik özellikleri, GB-Türkiye. *Jeoloji Mühendisliği Dergisi*, **31 (I)**, 25-48.

Brunn, J.H., Dumont, J. F., Graciansky, P. C., Gutnic, M., Juteau, T., Marcoux, J., Monod, O. and Poisson, A., 1971. Outline of the geology of the Western Taurides. In *geology and history of Turkey*, Campbell As (ed). *Petroleum Exploration Society of Libya Tripoli*, 225-255.

Cengiz, O., Şener, E. ve Yağmurlu, F., 2003. Landsat TM görüntüsü ile jeolojik uygulamalar: Burdur çevresinin jeolojik haritasının çıkarılması ve çizgisellik analizi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, Jeoloji Müh. Bölümünün 20.Yıl Özel Sayısı, Aralık, Isparta, **7/2**, 445-453.

Cengiz, O. and Özeğdemir, E., 2016. Mineralogical and geochemical characteristics of marble: A case study from the MustafaKemalpaşa-Bursa area, northwest Turkey. 16th International Multidisciplinary Scientific Geo Conference SGEM, **1**, 397-404.

Coşkuner, B., Yaşar, E., Demircioğlu, R. ve Aksoy, R., 2019. Fethiye Burdur fay zonunun kuzeydoğu kesiminin (Burdur-güneybatı Anadolu) göreceli tektonik aktivitesinin jeomorfik indislerle incelenmesi. *Türkiye Jeoloji Bülteni*, **62(3)**, 221-246.

Demirtaş, R., Yağyemez, B., Penirci, O. ve Uğraş, M., 2008. Burdur fayının bölgesel tektonik içindeki konumu ve yüzey faylanması tehlike zonu (Tampon Bölge) açısından değerlendirme. *Erişim adresi: https://www.researchgate.net/publication/331741544*.

Dumont, J.F., Uysal, Ş., Şimşek, Ş., Karamanderesi, İ.H. ve Leteouzey, J., 1979. Güneybatı Anadolu'daki grabenlerin oluşumu. *Maden Tetkik Arama Dergisi*, **92**, 7-18.

Dunham, R.J., 1962. Classification of carbonate rocks: *A.A.P.G. memoir I*, 108-121.

Eğin Karaca, Y., 2019. Hacılar (Burdur) bölgesindeki kireçtaşlarının jeolojik, mineralojik ve jeokimyasal özellikleri ile mermer olarak kullanılabilirliğinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Isparta, 60.

Elitez, İ., Yaltırak, C. and Aktuğ, B., 2016. Extensional and compressional regime driven left-lateral shear in southwestern Anatolia (Eastern Mediterranean): The Burdur - Fethiye shear zone. *Tectonophysics*, **688**, 26-35.

Ersoy, Ş. 1989. Fethiye (Muğla) - Gölhisar (Burdur) arasında Güney Dağı ile Kelebek Dağ ve dolaylarının jeolojisi. Doktora tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 246. [Yayınlanmamış].

Ersoy, Ş., 1990. Dirmil (Burdur) ve güneydeki tektonik ve neotektonik birimlerin stratigrafisi ve dinarotoroslardaki yeri. *Türkiye Jeoloji Kurumu Bülteni*, **35(2)**, 39-50.

Folk, R.L., 1962. Spectral subdivision of limestone types. *Classification of Carbonate Rocks. A.A.P.G. memoir I*, 33-62.

Garrels, R.M. and Mackenzie, F.T., 1971. Evolution of sedimentary rocks. WW Worton and Co. Inc. New York, 394.

- Graciansky, P.C., 1972. Recherches géologiques dans le Taurus lycien occidental. These Doctorat d'Etat Université de Paris-Sud. Orsay-France, 571.
- Gutnic, M., Monod, O., Poisson, A. and Dumont, J. F., 1979. Géologie des Taurides occidentales (Turquie). Mem. Soc. Geol. Fr., N.S., 58, 112.
- Hacımustafaoğlu, R. ve Kun, N., 1999. Karaburun yarımadası mermerlerinin petrografik kimyasal fizikomekanik özellikleri ve stratigrafisi ile olan ilişkisi. I. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 14-15 Ekim 1999, İzmir.
- Hançer, M. ve Kaya, Ş., 2016. Burdur fayının Çendik-Yassıgüme segmenti üzerindeki paleosismoloji çalışması ilk sonuçları. *C.B.Ü. Soma MYO Tek. Bil. Dergisi*, **1(21)**, 12-26.
- Hançer, M., Kenanoğlu, N. ve Akyol, E., 2022. Güneybatı Anadolu'da Acıpayam-Serinhisar fay boyunca yeni jeolojik paleosismolojik gözlemler. *Doğal Tehlikeler*, 1-24.
- Hepdeniz, K. and Cengiz, O., 2014. Calculate the vegetation change in running marble quarries in Bucak and surrounding with satellite images. V. Global Stone Congress, Abstract Book, 22-25 October 2014, 220-Computer Applications in Stone Industry, Antalya, 30.
- Karaman, M.E., 1986. Burdur dolayının genel stratigrafisi. *Akdeniz Üniversitesi Isparta Müh. Fakültesi Dergisi*, **2**, 23-35.
- Karaman, M. E., 1990. Isparta güneyinin temel jeolojik özellikleri. *Türkiye Jeoloji Kurumu Bülteni*, **33**, 57-67.
- Karaman, M.E., 1994. Isparta-Burdur arasındaki jeolojisi ve tektonik özellikleri. *Türkiye Jeoloji Kurumu Bülteni*, **37(2)**, 119-134, Ankara.
- Koçyiğit, A., 1983. Hoyran gölü (Isparta bükümü) dolayının tektoniği. *Türkiye Jeoloji Kurumu Bülteni*, **26/1**, 1-10.
- Koçyiğit, A., 2000. Güneybatı Türkiye'nin depremselliği. *Batı Anadolu'nun Depremselliği Sempozyumu (BAD SEM2000)*, İzmir, Türkiye, 30-38.
- Krumbein, W. and Sloss, L. 1963. Stratigraphy and sedimentation. San Francisco: W. H. Freeman and Company, 660.
- Küçük, K. ve Onargan, T., 2018. Yer radarı (GPR) yöntemi ile Burdur bej mermer ocağında blok verimliliği değerlendirmesi. *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, **30(1)**, 51-59.
- Leyreloup, A., Dupuy, C. and Andriambololona, R., 1977. Chemical composition and consequences of the evolution of the French massif, Central Precambrian Crust. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **62**, 283-300.
- McKenzie, D. P., 1978. Active tectonics of the Alpine-Himalayan belt: The Aegean Sea and its surrounding regions, *Geophysical Journal International*, **55**, 217-254.
- Özeğdemir, E. ve Cengiz, O., 2014. Kabulpapa-Söğütalanı (Mustafa Kemalpaşa-Bursa) bölgesinde bulunan mermerlerin jeokimyasal özellikleri. *6. Uluslararası Katılımlı Jeokimya Sempozyumu*, Bildiri Özet Kitapçığı, Mersin Üniversitesi, 14-17 Mayıs 2014, Mersin, 194-195.
- Poisson, A., 1977. Recherches géologiques dans les Taurides occidentales (Turquie): Doctoral dissertation, Université de Paris-Sud (Centre D'orsay), 795.
- Sarız, K., 1985. Keçiborlu kükürt yataklarının oluşumu ve yörenin jeolojisi. Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi Yayını, **91**, Eskişehir, 110.
- Şenel, M. 1984. Discussion of the Antalya nappes. In Geology of the Taurus belt. International Symposium, 41-51.
- Şenel, M., 1997. 1/100.000 ölçekli Türkiye Jeoloji Haritaları, MTA, Ankara.
- Şentürk, M., 2003. Acıgöl ve Burdur Gölleri arasındaki bölgenin sismotektonik özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Isparta, 96.
- Taymaz, T. and Price, S. P., 1992. The 1971 May 12 Burdur earthquake sequence: A synthesis of seismological and geological observations. *Geophysical Journal International*, **108 (2)**, 589-603.

Türker, A., 2021. Orta Triyas-Liyas yaşlı Dutedere Kireçtaşı'nda (Karamanlı, Burdur) sedimantolojik ve jeokimyasal incelemeler ve blok üretimini etkileyen faktörler. Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli, 53.

Üstündağ, Y., Tulukçu, K. ve Cengiz, O., 2015. Karaçal (Burdur) sahasındaki Burdur beji mermer ocağı atıklarının beton üretiminde agrega olarak kullanımının incelenmesi. IBEEES 2015 International Burdur Earthquake and Environment Symposium Proceedings Bildiriler Kitabı, Uluslararası Burdur Deprem ve Çevre Sempozyumu, 7-9 Mayıs 2015, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Burdur, 96, 280-293.

Yağmurlu, F., 2000. Burdur fayının sismotektonik özellikleri. Batı Anadolu'nun Depremselliği Sempozyumu, Bildiriler, İzmir, 143-152.

Yağmurlu, F., Bozcu, M. ve Şentürk, M., 2005. Burdur-Fethiye arasındaki bölgede Burdur fayının sismotektonik özellikleri. TÜBİTAK, Proje No: 101Y027, 79.

Yalçınkaya, S., Ergin, A., Afşar, Ö. P., Taner, K. ve Dalkılıç, H., 1986. Batı Torosların jeolojisi, Isparta projesi raporu. Maden Tetkik Arama Genel Müdürlüğü raporları (yayınlanmamış), Ankara.

Yaltrak, C., İşler, E.B., Aksu, A.E. and Hiscott, R.N., 2012. Evolution of the Bababurnu Basin and shelf of the Biga Peninsula: western extension of the middle strand of the North Anatolian Fault Zone, Northeast Aegean Sea. *Turkey. Journal of Asian Earth Sciences*, **57**, 103–119.

Yılmaz, M. ve Caran, Ş., 2019. Yarışlı Gölü (Burdur) yakın çevresindeki mermer sahalarının jeolojik özelliklerinin ve çevresel etkilerinin araştırılması. *Sürdürülebilir Mühendislik Uygulamaları ve Teknolojik Gelişmeler Dergisi*, **2(1)**, 57-67.

Zhang, K. J., Li, Q. H., Yan, L. L., Zeng, L., Lu, L., Zhang, Y. X., Hui, J., Jin, X. and Tang, X. C., 2017. Geochemistry of limestone deposited in various plate tectonic settings. *Earth-Science Reviews*, **167**, 27-46.

#### İnternet Kaynakları

1- <https://www.burdur.gov.tr> (09.04.2023)



## Sivaslı (Uşak) Yöresi Mermerlerinin Mühendislik Özelliklerinin Araştırılması

Haluk ÇELİK<sup>1</sup>, Ayşe Nur ALPEREN<sup>1</sup>, Metin BAĞCI<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup> Uşak Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Uşak.

<sup>2</sup> Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar.

e-posta: haluk.celik@usak.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-9964-1566>

e-posta: ayse91nur@gmail.com ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-7604-1085>

Sorumlu yazar e-posta\*: mbagci@aku.edu.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-1056-2854>

Geliş Tarihi: 29.03.2023

Kabul Tarihi: 29.03.2023

### Öz

Uşak ve çevresinde yer alan Menderes Masifinde bulunan metamorfik birimlerde Karahallı, Ulubey ve Sivaslı ilçelerinde önemli mermer potansiyeli bulunmaktadır. Menderes Masifinde yer alan metamorfik birimler çekirdek ve örtü birimlerden oluşmaktadır. Gnayslar çekirdek birimleri, Şist ve mermerler ise örtü birimleri oluşturmaktadır. Masifin en yaşlı kayaların oluşturan gnayslar genellikle gözlü ve bantlı gnayslar şeklinde görülmektedirler. Şistler ise bölgede çok geniş bir alanda bulunmaktadır. Genellikle şist ve mermerler yer yer birbirleriyle geçişli seviyeler göstermektedir. Bu çalışmada; Sivaslı İlçesinde işletilmekte olan üç mermer ocağından alınan mermer numunelerinin fiziksel, mekanik, kimyasal, mineralojik ve petrografik analizleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin fiziksel özelliklerden olan birim hacim ağırlık değerlerinin 2.69 ile 2.80 gr/cm<sup>3</sup> arasında olduğu, ağırlıkça su emme oranlarının %0.17-0.32 arasında değiştiği, doluluk oranı değerlerinin ise %94.04-97.63 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Sivaslı (Uşak) mermerlerinin mekanik özelliklerden olan tek eksenli basınç dayanımı değerlerinin 919.9-1051.1 kg/cm<sup>2</sup> arasında, hacimce sürtünme ile aşınma dayanımı değerlerinin ise 3.90 ile 4.67 cm<sup>3</sup>/50cm<sup>2</sup> arasında olduğu görülmüştür. Mineralojik-petrografik incelemeler neticesinde Sivaslı mermerlerinin CaO oranlarının %50.6-53.7 arasında değişim gösterdiği numunelerin granoblastik doku gösteren kalsit mineralleri ve daha az oranda dolomit mineralleri içerdikleri ve tane boyut dağılımlarına göre kalsit kristallerinin 68.8 µm ile 963.1 µm arasında tane boyutlarının değiştiği tespit edilmiştir.

### Anahtar Kelimeler

Doğaltaşlar;  
Mermer;  
Fiziko-mekanik özellikler;  
Sivaslı;  
Basınç dayanımı.

## Investigation of Engineering Characteristics of Marble In Sivaslı (Uşak) Region

### Abstract

In the metamorphic units in the Menderes Massif located in and around Uşak, there is an important marble potential in the districts of Karahallı, Ulubey and Sivaslı. The metamorphic units in the Menderes Massif consist of core and cover units. Gneiss forms core units, schists and marbles form cover units. The gneisses, which form the oldest rocks of the massif, are generally seen as augen and banded gneisses. Schists are found in a very large area in the region. Generally, schists and marbles show some transitional levels with each other. In this study; Physical, mechanical, chemical, mineralogical and petrographic analyzes of marble samples taken from three marble quarries operating in Sivaslı District were carried out. It was determined that the unit volume weight values, which are among the physical properties of the samples, were between 2.69 and 2.80 gr/cm<sup>3</sup>, the water absorption ratios by weight ranged between 0.17-0.32%, and the filling ratio values varied between 94.04-97.63%. It has been observed that the uniaxial compressive strength values, which are among the mechanical properties of Sivaslı (Uşak) marbles, are between 919.9-1051.1 kg/cm<sup>2</sup>, and the friction and abrasion resistance values by volume are between 3.90 and 4.67 cm<sup>3</sup>/50cm<sup>2</sup>. As a result of mineralogical-petrographic examinations, it has been determined that the CaO ratios of Sivaslı marbles vary between 50.6 and 53.7, they contain calcite minerals with granoblastic texture and lesser dolomite minerals, and according to their grain size distribution of calcite crystals vary between 68.8 µm and 963.1 µm.

### Keywords

Natural stones;  
Marble;  
Physico-mechanical properties;  
Sivaslı;  
Compressive strength.

## 1. Giriş

Çevre ile uyumlu, kendinden desenli doğal bir malzeme olması, dayanıklı ve geri dönüşümlü bir ürün olması yanında değişik beğenilere hitap eden türlerinin bulunması vb. gibi nedenlerden dolayı Türkiye’de ve Dünya’da doğal taşlara olan talep sürekli olarak artmaktadır. Artan talebe paralel olarak Ülkemizin doğal taş üretim miktarı 2013-2021 yılları arasında yaklaşık %22 artışla 18.250.681 ton miktarına ulaşmıştır (İnt. Kyn. 1); Kalkınma Bakanlığı, 2018).

Ülkemizde genellikle kireçtaşı, mermer, traverten, oniks, kumtaşı, konglomera, breş, granit, siyenit, diyabaz, diyorit, serpantin, tuf, andezit ve bazalt olarak sıralanabilir. Ülkemizin mermer ve doğaltaş rezervi yaklaşık 5.1 milyar m<sup>3</sup> (13.9 milyar ton) düzeyinde olduğu belirtilmekte ve ülkemizin hemen hemen tüm coğrafi bölgelerinde mermer ve doğaltaş üretimi yapılmaktadır (Kalkınma Bakanlığı, 2018). Batı Anadolu’da Menderes Masifinde yer alan Uşak Karahallı, Sivaslı, Ulubey ve çevresinde mermer havzaları yer almaktadır. Uşak’ın toplam mermer potansiyelinin yaklaşık 1.600.000 m<sup>3</sup> olduğu tahmin edilmektedir (Zafer Kalkınma Ajansı, 2012). Mezozoyik yaşlı birimler içerisinde yer alan bölge mermerleri ticari anlamda Uşak Yeşil ve Uşak Gri olarak tanımlanmaktadır (Çelik ve Kırılıveren, 2012).

Rezerv olarak bölgedeki en önemli saha Sivaslı yöresidir. Sivaslı ilçe merkezinin yaklaşık olarak 7 km doğusunda yer alan mermer yatakları yaklaşık 140 km<sup>2</sup>’lik bir alanı kaplamaktadır. Bölgedeki farklı mermer ocaklarında yılda ortalama 10.000 m<sup>3</sup> blok mermer üretimi gerçekleştirilmektedir.

Sivaslı bölgesi mermerleri renk, kristal boyutu, blok boyutu ve diğer teknolojik özellikleri bakımından Afyon İli mermerleriyle benzerlik göstermektedir. Sivaslı mermer ocaklarının Afyon mermer sanayi bölgesine sadece 130 km uzaklıkta olması da yöre mermerlerinin değerini arttırmaktadır (Aysal ve Korkanç, 2002).

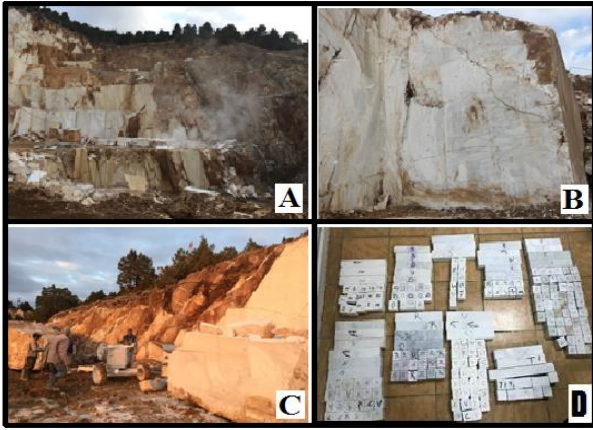
Mermerlerin mühendislik özelliklerinin belirlenmesine yönelik benzer çalışmalar bulunmaktadır. Slovenya’nın farklı bölgelerine asit mermerlerdeki yaygın kayaç oluşturan mineral ve mineral topluluklarının belirlemek için enerji dağılımlı spektroskopi (SEM/EDS) ile taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelemeler yapılmıştır (Miller vd. 2019).

Antik çağda kullanılan Göktepe'nin (Muğla, Türkiye) beyaz ve siyah mermerlerinin orijinlerinin belirlenmesine yönelik petrografi ve mineraloji çalışmaları yapılmıştır (Brili vd. 2018). Gahirat/Pakistan Mermer yataklarının petrolojik, jeokimyasal ve jeoteknik özelliklerini değerlendirmiştir (Bukhari vd. 2023). Çalışmada, Gahirat Mermeri örneklerinin jeoteknik özelliklerini ve mermer örneklerinin petrografik analizlerini ve jeokimyasal özelliklerinin değerlendirmesini yapılmıştır. İscehisar mermerlerinin mineralojik-petrografik ve jeokimyasal özellikleri detaylı olarak incelenmiştir. Mermerler renk ve dokusal özelliklerine göre seviyelerine ayrılmıştır (Bağcı, 2020). Aynı şekilde antik dönemlere ait heykellerin yeniden inşasına yardımcı olacak dağınık mermer parçalarının arkeometrik sınıflandırması amacıyla, mermer parçalarının petrografik, katodoluminesans ve kararlı izotop analiz sonuçlarını kullanarak arkeolojik mermerlerin kaynak araştırmaları hakkında çalışmalar yapılmıştır (Casas vd. 2022).

Bu araştırmada; Uşak İli Sivaslı İlçesinde mermer üretimi yapılmakta olan 3 farklı mermer ocağından sağlanan numuneler mermer kesim atölyesinde TSE standartlarına uygun biçimde hazırlandıktan sonra, mermer numuneleri üzerinde yapılan bir dizi fiziko-mekanik, kimyasal ve mineralojik testlerle yöre mermerlerinin karakteristik mühendislik özellikleri belirlenmiştir. Çalışma sonucunda ortaya konulan çıktıların bölgedeki mermer üreticilerine ve Sivaslı İlçesinde farklı lokasyonlarda mermer potansiyeli olan bölgelerde yeni yatırımların yapılması kaçınılmazdır. Bu aşamada yatırım yapacak ilgili firmalara faydalı olabilecek bilgiler sağlayacağı düşünülmektedir.

## 2. Materyal ve Metot

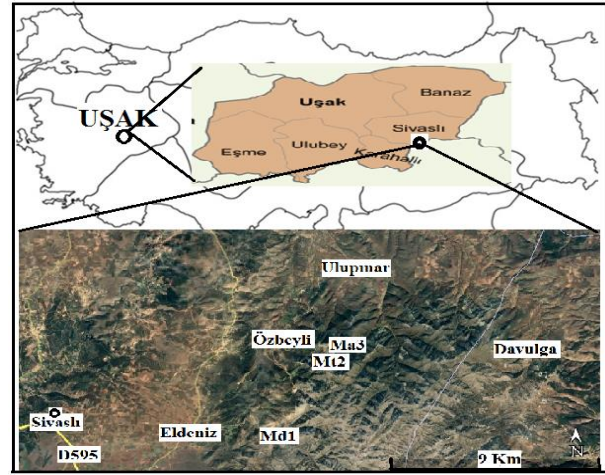
Bölgede halen üretim yapmakta olan 3 farklı mermer ocağından Md1, Mt2, Ma3 kodlu örnekler alınmıştır (Şekil 1). Bu mermer örneklerinden 1 m<sup>3</sup>'den küçük moloz parçaları şeklinde temin edilmiştir. Fiziksel ve mekanik testlerde kullanılabilir şekilde ve standartlara uygun olarak küp (50x50x50 mm) ve kare prizması (50x50x300 mm) şeklinde numuneler hazırlanmıştır (Şekil 1D). Şekil 2.'de ise mermer ocaklarının yer bulduru haritası verilmiştir.



Şekil 1. Sivaslı (Uşak) mermer örneklerinin alındığı üç farklı mermer ocağına ait genel görüntüler boyutlandırılmış mermer numuneleri.

Sivaslı mermerlerinin fiziko-mekanik özellikleri TS EN standartlarına uygun yapılmıştır. Deneyler ve kullanılan standartlar Tablo 1.'de verilmiştir. Fiziksel ve mekanik testler (Tablo 1) kapsamında fiziksel ve mekanik özelliklerin her biri için altı (6) adet örnek üzerinde deneyler yapılmış, elde edilen

verilerden hesaplanan ortalama değerler sonuçların değerlendirilmesinde kullanılmıştır. Fiziko-mekanik deneyler Uşak Üniversitesi Mühendislik Fakültesi laboratuvarlarında yapılmıştır. P-Dalga hızı ölçümlerinde Proceq PL-200PE (54 kHz) deney cihazı kullanılmıştır. Kimyasal analizler Çanakkale 18 Mart Üniversitesinde Spectrox Sort Handheld X-Ray Spektrometresi kullanılmıştır. Mineralojik incelemeler ise TS EN 12407 (2008) standardına uygun olarak AKU Jeoloji Mühendisliği Bölümünde Leica marka DM 2500P model (Çapraz Nikol (NX) 500 ve 1000 büyütme) mikroskop kullanılarak gerçekleştirilmiştir. XRD çekimleri Bruker Marka D8 Advance cihazı kullanılarak ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ) elde edilmiştir.



Şekil 2. Yer bulduru haritası ve mermer örneklerinin alındıkları lokasyonlar.

Tablo 1. Numuneler üzerinde gerçekleştirilen fiziko-mekanik testler ve kullanılan standartlar

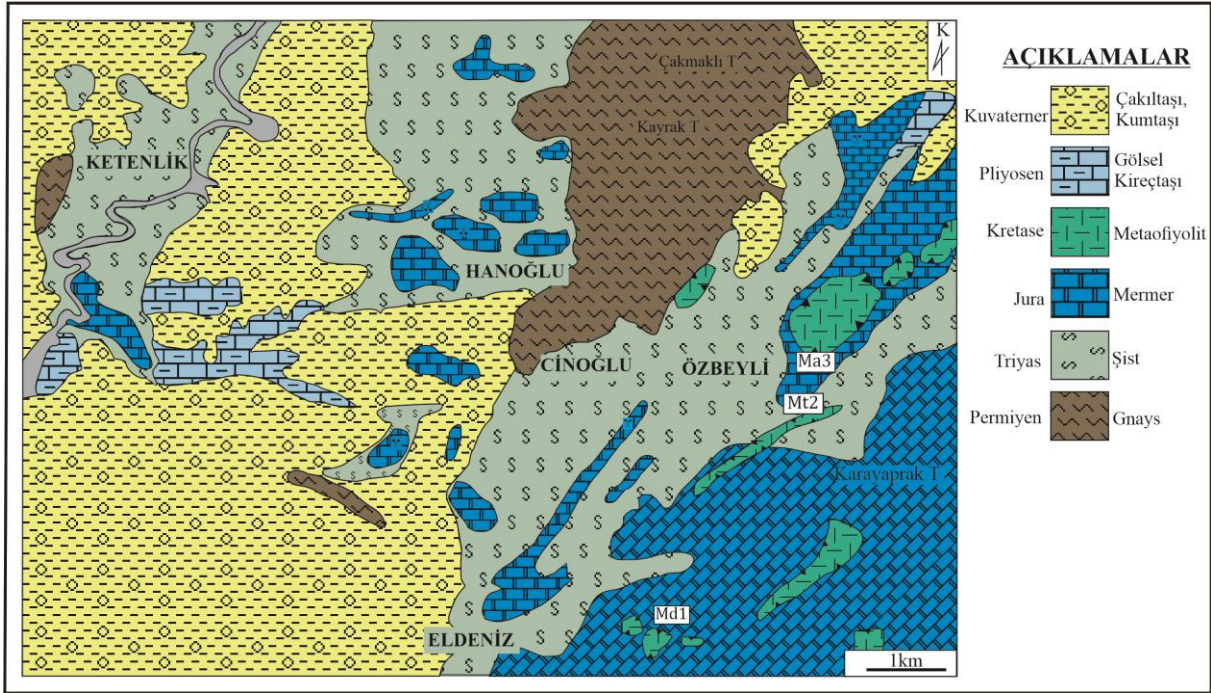
Fiziksel Testler		Mekanik Testler	
Birim hacim ağırlığı (gr/cm <sup>3</sup> )	TS EN 1936 (2010)	Tek eksenli basınç dayanımı (Mpa)	TS EN 1926 (2000)
Gerçek yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )		Eğilme dayanımı (Mpa)	TS EN 13161 (2009)
Görünür ve toplam porozite (%)		Darbe direnci (Mpa)	TS EN 14158 (2004)
Atmosfer basıncı altında su emme (%)	TS EN 13755 (2014)	Nokta yükleme dayanımı (Mpa)	ISMR, 1985
P-dalga hızı (km/sn)	TS EN 14579 (2006)	Schmidth sertlik	ISMR, 1981
		Böhme aşınma dayanımı (cm <sup>3</sup> /50cm <sup>2</sup> )	TS EN 14157 (2005)

### 3. Bulgular

#### 3.1 İnceleme Alanının Jeolojisi

Çalışma alanının temel kayaçlarını Menderes Masifinin çekirdek serisini oluşturan ince taneli gnayslar ile örtü serisini oluşturan şistler oluşturmaktadır. Mermerler bu birimlerin üzerinde yer alır. Masifin çekirdek serisi Paleozoyik yaşlı, örtü serisi ise Permiyen-Triyas yaşlıdır (Aysal ve Korkaç, 2002; Ketin, 1983). İnceleme alanında Jura yaşlı dolomitik kireçtaşları uyumsuz olarak örtü şistlerin üst seviyelerinde yer almaktadır. Tektonik dokanakla metaofiyolit birimler ise bu

formasyonların üzerine gelirler. Neojen ve karasal ortamlarda oluşan birimler inceleme alanının en genç stratigrafik birimlerini oluşturur. Sivaslı bölgesi mermerleri stratigrafik olarak aşağıda özellikleri verilen seviyelerinden oluşmaktadır. Eldeniz mermerleri; şist ve kuvarsitler içerisinde bant ve mercek formlarında bulunmaktadır. Mermerler kalın tabakalı ve oldukça masif görünümlüdür. Mermerler bölgede geniş alanlarda; Hanoğlu, Ketenlik ve Eldeniz çevresinde yayılım göstermektedir (Şekil 3; Şekil 4). Boduşdamı formasyonu içinde gözlenen mermerler gri, beyaz ve yeşil renklidir (Ayhan, 1973; Kibici vd. 1992).



Şekil 3. İnceleme alanının genelleştirilmiş jeoloji haritası (Aysal ve Korkaç, 2002'den değiştirilerek alınmıştır).

#### 3.2 Sivaslı Mermerlerinin Fiziksel Özellikleri

Akçakoca vd. (2003), mermerlerin birim hacim ağırlığı değerlerinin 2.2-3.2 gr/cm<sup>3</sup> arasında değiştiğini, gerçek mermerlerin ortalama 2.70 gr/cm<sup>3</sup> birim hacim ağırlığında olduğunu belirtmektedir. Tablo 2.'de görüleceği üzere Sivaslı mermerlerinin hacim hesaplama görüleceği üzere

Sivaslı mermerlerinin hacim hesaplama değerleri, nakliye işlemlerinde kullanılan ortalama birim hacim ağırlık değerleri olarak alınmakta ve bu değerler 2.69 gr/cm<sup>3</sup>-2.80 gr/cm<sup>3</sup> arasında değişim göstermektedir.



Zaman	Devir	Birim	Litoloji	Açıklamalar
SENEZOYİK	Kuvaterner	Alüvyon		Alüvyon, kum, çakıl
	Pliyosen- Holosen	Asartepeler Formasyonu		Blok ve çakıl parçaları olan çakıltaşı, üstte doğru lokal kireçtaşı mercekleri
		Ulubey Formasyonu		Kireçtaşı, kum, silt ve yer yer kil, kum, silt ve linyit seviyeleri, gözlenmektedir.
MESOZOYİK	Kretase	Özbeyleli Metaofiyoliti		Serpantinit, metagabro, metabazalt, tremolit-aktinolitist, epidot-amfibol şistlerden oluşur.
	Jura	Burgazdağ Formasyonu		Gri, mavimsi -beyaz renkli dolomitik mermer, kireçtaşı
	Permiyen-Triyas	Boduşdamı Formasyonu Kavacık şist- mermer		Kalkşist mermer araldanması)
Sivaslı Formasyonu Eldeniz Mermer Üyesi			Fillat, kuvarsit-muskavitşist, serizitist, üst seviyelerine doğru mermer mercekleri ve blokları içermektedir. Beyaz renkli iri kristalli mermer	
PALEOZOYİK	Permiyen Öncesi	Kayraktepe Formasyonu		İnce taneli, yeryer gözlü ve bantlı gnays

Şekil 4. İnceleme alanının genelleştirilmiş dikme kesiti (Aysal ve Korkanç, 2002'den değiştirilerek alınmıştır).

Tablo 2. Uşak-Sivaslı mermerlerinin fiziksel özellikleri

	Birim Hacim Ağırlığı (gr/cm <sup>3</sup> )	Gerçek Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	Su Emme (Ağırlıkça) (%)	Görünür Porozite (%)	Doluluk Oranı (%)	P-Dalga Hız (km/sn)
<b>Md1</b>	2.69	2.758	0.32	0.87	97.42	4.18
<b>Mt2</b>	2.80	2.824	0.17	0.48	97.63	4.19
<b>Ma3</b>	2.77	2.891	0.27	0.74	94.04	4.17

Numunelerin gerçek yoğunluk değerleri piknometre yöntemi ile belirlenmiş ve 2.758 gr/cm<sup>3</sup> -2.891 gr/cm<sup>3</sup> arasında değişim sunan bu değerler Sivaslı (Uşak) mermerlerinin gerçek yoğunluğunu temsil etmektedir. (Tablo 2). Doğal taşlarda su emme oranının yüksek olması porozite değerinin yüksek, gözenek ve çatlakların fazla, ayrışma miktarının fazla olduğuna işaret etmektedir. Ayrıca, su emme değeri düşük olan kayaların basınç direnci ve elastisite modülü gibi mekanik özellikleri daha büyük olmaktadır. Ayrıca, doğal taşların uygulamalarda yapıların dış cephe kaplama işlemlerinde kullanılabilmesi için su emme değerlerinin oldukça düşük seviyelerde olması istenmektedir. Sivaslı mermerlerinin ağırlıkça su emme oranları %0.17-0.32 arasında değişmektedir. Bilindiği gibi porozite oranı büyüdükçe doğal taşların ekonomik değeri (atmosferik etkilere karşı dayanım özelliğinin azalacağından dolayı) zıt olarak vektörel olarak azalmaktadır. Akçakoca vd. (2003), iyi kaliteli mermerlerin porozitelerinin %0,0002-0,5 arasında değiştiğini ifade etmektedirler. Sivaslı mermerlerinin % porozite oranı yükseldikçe su emme oranları vektörel anlamda paralel bir artış göstermektedir. Bu değerlendirmeler kapsamında görünür porozite değeri yüksek olarak belirlenen Md1 örneğinde su emme değeri de diğer iki örneğe göre en büyük değer olarak (%0.32) tespit edilmiştir (Tablo 2). Ayrıca, porozite oranı daha düşük olan Mt2 örneğinin (%0.17) tek eksenli basınç dayanımı değeri (1051.1kg/cm<sup>2</sup>; Tablo 5) diğer numunelere göre daha yüksektir. Moos ve Quervain (1948)'in Tablo 3.'de gösterilen mermer ve doğal taşların % porozite sonuçlarına göre Sivaslı mermerleri "Çok Kompakt" kayaç grubu sınıfında yer almaktadır.

**Tablo 3.** Doğaltaşların % porozite oranlarına göre sınıflandırılmaları (Moos ve Quervain, 1948).

Kayaç Sınıfı	Porozite Değeri (%)
Çok Kompakt	<1
Az Boşluklu	1-2.5
Orta Boşluklu	2.5-5
Oldukça Boşluklu	5-10
Çok Boşluklu	10-20
Çok Fazla Boşluklu	>20

Doğal taşlarda doluluk oranı, 105°C'de sabit değişmez kütleye kadar kurutulmuş taşın gözenekleri hariç dolu hacminin, boşlukları dahil tüm hacmine oranı şeklinde hesaplanmaktadır. Tablo 2. 'de görüldüğü gibi hesaplardan elde edilen Sivaslı mermerlerinin doluluk oranı %94.04-97.63 arasında değişim göstermektedir. % 0.48 düşük Porozite değeri veren Mt2 kodlu mermerin doluluk oranı ise %97.63 değeri ile oldukça yüksektir. Sivaslı mermerlerinin P-dalga hızı değerleri 4.17-4.19 Km/sn arasında değişmektedir. Bilindiği üzere kayalarda sonik dalga hızı geçişleri kayaçların gözeneklilik (boşluk) oranlarıyla ilişkilidir. Porozitesi düşük olan mermerlerin P-dalga hızı yüksek olmaktadır. Çalışmada porozite değeri en düşük olan Mt2 kodlu numunenin P-dalga hızının en büyük olduğu (4.19 Km/sn) tespit edilmiştir. Matula vd. (1979)'ne göre P-dalga hızı değerlendirme ölçütlerine göre (Tablo 4) Sivaslı mermerleri 4-5 km/sn arasında değişen P-dalga hızı verilerine göre "Yüksek Hız" grubunda yer almaktadır.

**Tablo 4.** Kayaçların P-Dalga hızı değerlerine göre sınıflandırılmaları (Matula vd., 1979).

Sınıf	P-Dalga Hızı Değeri	Tanımlama
1	<2.5	Çok düşük hız
2	2.5-3.5	Düşük hız
3	3.5-4	Orta hız
4	4-5	Yüksek hız
5	>5	Çok yüksek

Bir mineralin rengi ile yapı, doku ve kimyasal bileşim arasında çok yakın bir ilişki bulunmaktadır (Kibici ve diğ., 2001). Bu çalışmada, polarizan mikroskop incelemelerinde Mt2 kodlu mermerlerde koyu renkli epidot, hornblend gibi minerallerin varlığı tespit edilmiştir. Ma3 ve Md1 kodlu mermerlerde ise daha çok kalsit, az oranda dolomit gibi açık renkli mineraller belirlenmiştir. Koyu renkli minerallerin yoğun olduğu Mt2 kodlu mermerlerin Ma3 ve Md1 kodlu mermer örneklerine göre, birim hacim ağırlığı, doluluk oranı ve P-dalga hızı değerlerinin kısmen daha yüksek; görünür porozite ve su emme değerlerinin ise daha düşük olduğu gözlenmiştir.

### 3.3 Sivaslı Mermerlerinin Mekanik Özellikleri

Tek eksenli basınç dayanım değerlendirmeleri kayaların kırılmadan önce üzerine uygulanan basınca karşı dayanma yeteneğini yansıtmaktadır. Kayaların bu yeteneği kristal durumuna, poroziteye, CaCO<sub>3</sub> miktarına ve yabancı madde içeriğine göre farklılık göstermektedir (Aysal ve Korkanç, 2002). Porozitenin artması kayacın dayanım özelliğini azaltmaktadır. Tablo 5'te yer alan hesaplamalarda Sivaslı (Uşak) mermerlerinin

tek eksenli basınç dayanımı değeri 919.9-1051.1 kg/cm<sup>2</sup> arasında değişmektedir. Porozite (boşluk) değeri en düşük olan Mt2 örneğinin tek eksenli basınç dayanımı diğer iki numuneye göre daha büyük değerler vermiştir. Deere ve Miller (1966) doğal taşları tek eksenli basınç dayanımı değerlerine göre sınıflandırılmışlardır (Tablo 6). Bu sınıflandırma ölçütleri dikkate alındığında Sivaslı mermerlerinden Ma3 "Orta Dirençli" kayaç grubunda, Md1 ve Mt2 kodlu numuneler ise "Yüksek Dirençli" kayaç grubunda yer almaktadır.

**Tablo 5.** Uşak-Sivaslı mermerlerinin mekanik özellikleri

	<b>Tek Eksenli Basınç Dayanımı (kg/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Eğilme Dayanımı (kg/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Darbe Dayanımı (kg.cm/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Nokta Yük Dayanımı (Mpa)</b>	<b>Schmidt Sertliği</b>	<b>Böhme Aşınma Dayanımı (cm<sup>3</sup>/50 cm<sup>2</sup>)</b>
<b>Md1</b>	1014.7	225.13	28.0	3.33	27.25	4.37
<b>Mt2</b>	1051.1	239.59	18.8	2.78	27.60	4.67
<b>Ma3</b>	919.9	193.93	12.4	1.89	26.20	3.90

Bilindiği üzere mermerlerin kullanımı genellikle belirli boyutlarda ve kalınlıklarda kesilen plakalar şeklinde uygulanmaktadır. Mermerlerin plaka kalınlığının ve boyutunun, destek noktaları arasındaki mesafe hesabında mermerlerin eğilme dayanımı değerleri kullanıldığından eğilme dayanımı verileri önemli bir parametredir (Şentürk vd., 1996). Tablo 5'te yer alan Sivaslı mermerlerinin eğilmeye karşı dayanım değerleri 193.93-239.59 kg/cm<sup>2</sup> arasında değişmekte ve eğilme dayanımları arttıkça basınç dayanımları da doğrusal olarak artış göstermektedir.

**Tablo 6.** Doğaltaşların tek eksenli basınç dayanım değerlerine göre sınıflandırılmaları (Deere ve Miller, 1966).

<b>Tanım</b>	<b>Basınç Dayanımı Değeri (kg/cm<sup>2</sup>)</b>
Çok yüksek dirençli	>2000
Yüksek dirençli	2000-1000
Orta dirençli	1000-500
Düşük dirençli	500-250
Çok düşük dirençli	<250

Doğal taşların, darbe dayanımı değerlerinin yüksek olması, onların zemin döşeme işlemlerinde ve iç-dış kaplama uygulamalarında kullanılmalarına olanak sağlanmaktadır. Mermerlerinin darbe dayanımı değerleri 12.4-28.0 kg.cm/cm<sup>3</sup> arasındadır. Md1 kodlu mermerin diğer iki mermer türüne göre darbelere karşı dayanım yönünden avantajlı olduğu görülmektedir. Sivaslı mermerlerinin, doğal taşların nokta yük değerlerine göre gruplandırılması veya tek eksenli basınç dayanım değerlerinin tahmin edilmesi için yapılan nokta yük dayanımı değerlerinin ortalaması 1.89-3.33 MPa arasında değişmektedir (Tablo 5). Bieniawski (1975), doğal taşları nokta yük dayanımı değerlerine göre gruplandırmıştır. Buna göre Ma3 mermeri "Düşük Dirençli" kaya sınıfında yer alırken, Md1 ve Mt2 mermerleri "Orta Dirençli" kaya sınıfındadır (Tablo 7). Ma3 kodlu numunenin nokta yük dayanımı değeri tek eksenli basınç dayanımı değeriyle uyumlu olarak diğer iki yöre mermerlerine göre daha düşüktür.



**Tablo 7.** Doğaltaşların nokta yük dayanımı değerlerine göre sınıflandırılmaları (Bieniawski, 1975).

Kaya Sınıfı	Nokta Yük Dayanımı Değeri(MPa)
Çok Düşük Dirençli	<1
Düşük Dirençli	1–2
Orta Dirençli	2–4
Yüksek Dirençli	4–8
Çok Yüksek Dirençli	>8

Schmidt sertlik değerleri 26.20-27.60 arasında olup değerler birbirine yakındır. Mermerlerde SiO<sub>2</sub> miktarı arttıkça sertlik değerleri de yükselmektedir. Kimyasal analiz değerlendirme bölümü Tablo 9 verilerinde Sivaslı mermerlerinin SiO<sub>2</sub> içerikleri birbirine yakın ve %0.19-0.71 arasında değişim göstermektedir. SiO<sub>2</sub> içeriklerinin yakın olması Schmidt sertlik değerlerinin de (26.20-27.60) birbirine değerler göstermesine sebep olduğu düşünülmektedir. Tablo 8.'de verilen Uluslararası Kaya Mekaniği Derneği (ISRM, 1981) tarafınca ortaya konan değerlendirme ölçütlerine göre Sivaslı mermerleri "Yumuşak" kayaç sınıfında yer almaktadır.

**Tablo 8.** Doğaltaşların schmidt sertlik değerlerine göre sınıflandırılması (ISRM, 1981).

Kaya Sınıfı	Schmidt Yüzey Sertlik Değeri
Fevkalade	16-20
Çok Yumuşak	20-24
Yumuşak	24-30
Sert	30-45
Çok Sert	45-60
Fevkalade Sert	>60

**Tablo 9.** Sivaslı (Uşak) mermerlerinin kimyasal analiz sonuçları (%).

	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%K.K
<b>Md1</b>	53.7	2.06	0.16	0.71	0.063	0.026	0.015	0.14	0.047	43.02
<b>Mt2</b>	52.1	2.29	0.16	0.19	0.08	0.06	0.015	0.095	0.039	44.89
<b>Ma3</b>	50.6	1.76	0.13	0.49	0.11	0.04	0.015	0.14	0.038	46.67

Aşınma dayanımı, mermerlerin kalınlıklarında veya hacimlerinde aşındırıcı maddeler ile oluşturulmaya çalışılan kayba karşı gösterdiği direnci ifade etmektedir. Yaya trafiğinin fazla olduğu taban döşemelerinde ve merdiven basamaklarında kullanılacak mermer plakalarında oluşabilecek aşınma kayıplarının önceden belirlenmesi için uygun kayaç seçimi açısından oldukça önemlidir. Mermerlerin aşınma dayanım değeri düştükçe, ekonomik değerleri o derecede artmaktadır (Akçakoca vd., 2003). Tablo 5.'den görüleceği gibi Sivaslı (Uşak) mermerlerinin hacimsel aşınma dayanımı değerlerinin ortalaması 3.90-4.67 cm<sup>3</sup>/50cm<sup>2</sup> arasında olup bu değer göz önüne alındığında Ma3 kodlu mermerin taban döşeme uygulamalarında avantajlı olduğu görülmektedir.

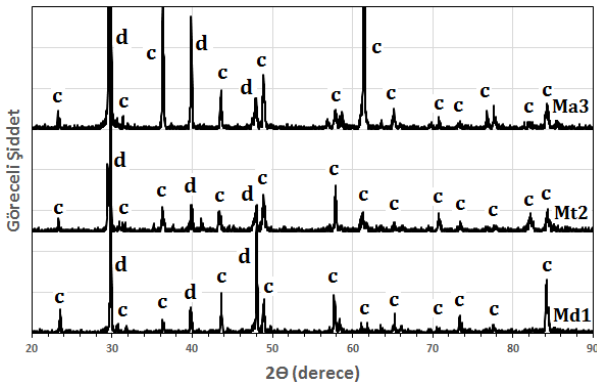
### 3.4 Sivaslı Mermerlerinin Kimyasal Özellikleri

Sivaslı mermerlerinin kimyasal oksit içerikleri % oksit cinsinden belirlenmiş ve bu değerler Tablo 9'da verilmiştir. Yöre mermerlerinin kimyasal analiz sonuçları incelendiğinde bariz bir bileşim farklılığının olmadığı görülmektedir. Numunelerin oksit içerikleri incelendiğinde en yüksek değerlerin CaO bileşimine ait olduğu görülmektedir. Mermerlerin CaO içeriklerinin %50.6-53.7 arasında değişim gösterdiği ve CaCO<sub>3</sub> bileşimlerinin de %90.31-95.84 arasında olduğu tespit edilmiştir.

### 3.5 Sivaslı Mermerlerinin Mineralojik ve Petrografik Özellikleri

#### 3.5.1 X-Işınları Difraktoğramı (XRD) Analizi

Sivaslı mermerlerinin XRD analiz sonuçları Şekil 5’de verilmiştir. XRD analiz sonuçlarına göre Sivaslı mermerlerinin esas mineral içeriği kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ), olmakla beraber daha az oranda dolomit ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) içerdikleri görülmektedir. XRD sonuçları ile kimyasal analiz sonuçları uyumludur. Kimyasal analiz sonuçlarında belirlenmiş olan %1.76-2.06 arasındaki MgO içeriği mermerlerin dolomit ihtiva etmesinin bir göstergesidir.



Şekil 5. Uşak-Sivaslı mermerlerinin xrd analizleri(c:Kalsit; d:Dolomit).

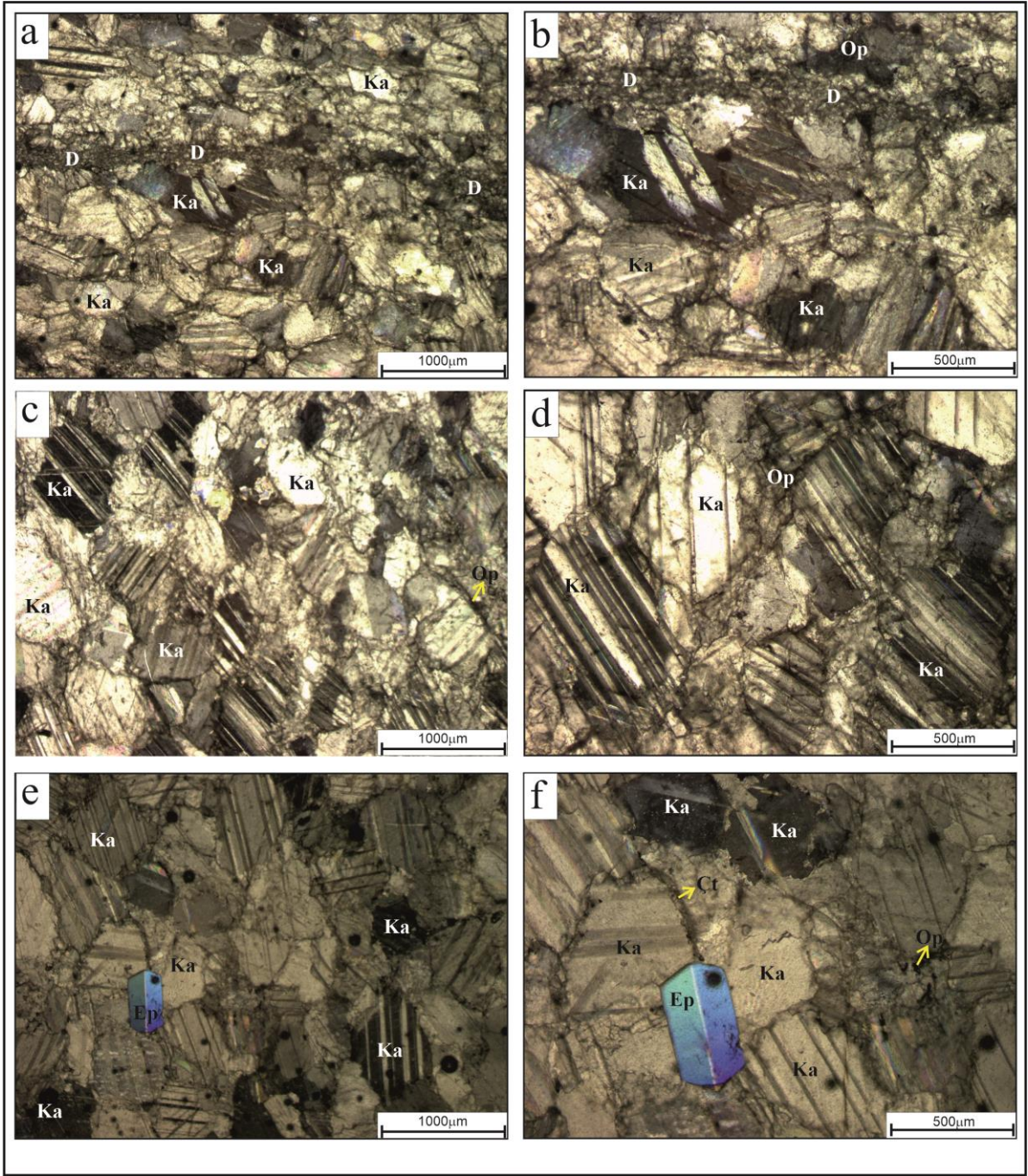
#### 3.5.2 Polarizan Mikroskop Analizi

Mermer numuneleri üzerinde gerçekleştirilen mineralojik-petrografik incelemelerle; Uşak-Sivaslı mermerlerinin ana mineral olarak granoblastik doku gösteren kalsit mineralleri yanında daha az oranda dolomit ve çok az oranda ise epidot mineralleri içerdiklerini görülmüştür. Polarizan mikroskop incelemeleri genel hatlarıyla XRD sonuçlarıyla uyumludur. Şekil 6a ve 6b’den görüleceği üzere Ma3 kodlu Sivaslı mermeri polisentetik ikizlenme gösteren kalsit minerallerinden oluşmaktadır. Ma3 mermerinde yer yer mikro kalınlıklara sahip ince tane boyutlu sekonder (ikincil) dolomit bantları gözlenmektedir. Kalsit tanelerinde çok düşük oranda alterasyon etkileri görülmekte olup ayrıca opak minerallerinin kılcal çatlaklara yerleştiği belirlenmiştir. Md1 kodlu Sivaslı mermerinin ana bileşen minerali

kalsittir. Kalsit kristalleri sınır hatlarının Ma3 örneğiyle kıyaslaması yapıldığında daha düzgün sınır hatlarına sahip olduğu görülmektedir. Bu durum Md1 kodlu mermerin alterasyon süreçlerinden fazla etkilenmediği anlamına gelmektedir (Şekil 6c ve 6d).

Ayrıca, Md1 kodlu mermerde polisentetik ikizlenmenin çok iyi gelişmiş olduğu belirlenmiştir. Md1 numunesinin bazı kesimlerinde belirlenen mikro ölçek boyutunda gözlenen çatlakları opak mineralleri doldurmaktadır. Polarizan mikroskop incelemeleri ile Mt2 kodlu Sivaslı mermerinin ana mineralin kalsit ve çok az oranda epidot kristallerinden oluştuğu görülmektedir. Kalsit kristallerinin tane sınır ilişkileri incelendiğinde Md1 mermerine benzer şekilde tane sınır hatlarının oldukça düzgün olduğu görülmektedir. Mt2 mermerinde granoblastik doku baskın olup polisentetik ikizlenme iyi derecede gelişmiştir (Şekil 6e ve 6f). Genel olarak, Sivaslı (Uşak) bölgesinden alınan mermer örneklerinde kalsit tanelerinin ana bileşeni oluşturduğu polisentetik ikizlenmenin Mt2 kodlu mermerde daha iyi geliştiği, Md1 ve Mt2 kodlu mermerlerinin ayrışmadan fazla etkilenmediği ve bu mermerlerde taneler arasındaki sınır ilişkilerinin düzgün ve tane sınırlarının belirgin olduğu saptanmıştır. Md1 ve Mt2 kodlu mermerlerinin alterasyondan fazla etkilenmemiş olmasına bağlı olarak bu iki mermerin tek eksenli basınç dayanımı değerleri diğer Ma3 mermerine nazaran daha yüksek değerler vermiştir.

Bilindiği gibi kutu grafiği yönteminde elde edilen veriler kullanılarak hesaplanan beş veri [ $X_{enk}$ (en küçük gözlem değeri),  $Q_1$ (birinci çeyrek),  $X_{med}=Q_2$ (medyan veya ikinci çeyrek),  $Q_3$ (üçüncü çeyrek),  $X_{enb}$ (en büyük gözlem değeri)] grafiksel olarak gösterilmektedir. Şekil 7.’de Uşak-Sivaslı mermerlerinde kalsit mineralinin tane büyüklüğü dağılımının kutu grafiği yöntemi ile gösterimi verilmiştir. Sivaslı mermerlerinin kutu grafiği çiziminde kullanılan 5 veri değerlerine göre hesaplanan kalsit tanelerinin aritmetik ortalaması ( $X_{A0}$ ) Tablo 10.’da görülmektedir.

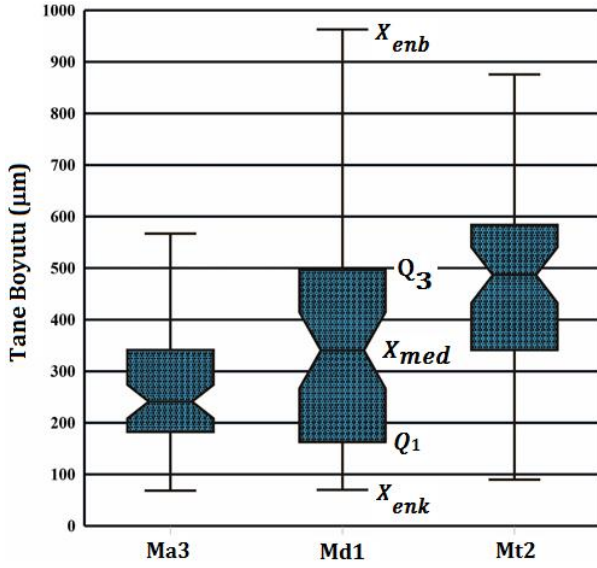


Şekil 6. Polarizan Mikroskop görüntüleri (a-b) ma3 kodlu mermer, (c-d) md1 kodlu mermer, (e-f) mt2 kodlu mermer (Ca:Kalsit, Çt:Çatlak, Op:Opak Mineral, D:Dolomit, Ep:Epidot).

Tablo 10. Kutu grafiği çizimi için gerekli 5 veri ve aritmetik ortalama değerleri.

	$X_{enk}(\mu\text{m})$	$Q_1(\mu\text{m})$	$X_{med}=Q_2(\mu\text{m})$	$Q_3(\mu\text{m})$	$X_{enb}(\mu\text{m})$	$X_{AO}(\mu\text{m})$
<b>Ma3</b>	68.8	182.9	241.3	339.2	567.0	262
<b>Md1</b>	70.1	163.1	340.6	495.1	963.1	357
<b>Mt2</b>	89.7	344.3	486.7	583.9	875.6	457





Şekil 7. Sivaslı mermerlerinin kalsit tane boyu dağılımlarının kutu grafiği diyagramı.

Numunelerde kalsit tanelerinin tane iriliklerinin en büyük gözlem değeri ( $X_{enb}$ ) ile en küçük gözlem değeri ( $X_{enk}$ ) arasındaki farkla hesaplanan ( $R=X_{enb}-X_{enk}$ ) açıklık değerleri yani dağılım aralığı Ma3 için  $498.2\mu\text{m}$ , Md1  $893\mu\text{m}$  ve Mt2 için ise  $785.9\mu\text{m}$ 'dir. Buradan Ma3 kodlu numunede kalsit tanelerinin tane iriliklerinin birbirine daha yakın olduğu anlaşılmaktadır. Kutu grafiklerinde kutunun uzunluğu ( $Q_3-Q_1$ ) ile hesaplanmaktadır. Kutu ne kadar uzun olursa veriler o kadar çok dağılmış demektir. Şekil 7'de görüldüğü ve Tablo 10'da yer alan değerlerden hesaplanabileceği üzere kutu uzunluk sıralaması Ma3 ( $156.3\mu\text{m}$ ) <Mt2 ( $239.6\mu\text{m}$ ) <Md1 ( $332\mu\text{m}$ ) şeklindedir. Kutu uzunluğundan da Ma3 mermerinin kalsit taneleri irilik dağılımlarının daha homojen olduğu tespit edilmektedir. Kalsit tanelerinin medyan yani ortanca değerleri ( $X_{med}$ ) Ma3, Md1 ve Mt2 kodlu numuneler için sırasıyla;  $241.3\mu\text{m}$ ,  $340.6\mu\text{m}$  ve  $486.7\mu\text{m}$ 'dir. Tanelerin aritmetik ortalaması ise ( $X_{AO}$ ) Ma3, Md1 ve Mt2 örneklerinde sırasıyla  $262\mu\text{m}$ ,  $357\mu\text{m}$  ve  $457\mu\text{m}$  şeklindedir. Bu değerlerden de anlaşılacağı gibi Ma3 kodlu numunenin daha ince kalsit tanelerine sahip olduğu görülmektedir. Kun (2000)'in kriterlerine göre Sivaslı mermerleri çok ince taneli ( $<100\mu\text{m}$ ) ve ince taneli ( $100-2000\mu\text{m}$  arasında) mermer sınıfında yer almaktadır. Kun (2000), çok ince taneli ( $<100\mu\text{m}$ ) mermerlere örnek olarak "Afyon Mermerlerini" ince taneli ( $100-2000\mu\text{m}$  arasında)

mermerlere ise "Muğla/Milas Mermerlerini (Avrupa Beyazı)" örnek vermiştir. Yapılan bu çalışmada ise Sivaslı bölgesi mermerlerinin tane boyutlarına göre Afyon ve Muğla/Milas mermerlerine benzerlik gösterdiği görülmüştür.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Sivaslı mermerlerinin hacim hesaplamalarında kullanılan ve önemli fiziksel özelliklerden biri olan birim hacim ağırlık değerleri  $2.69-2.80\text{ gr/cm}^3$  arasındadır. Mermerlerinin ekonomik değerinin göstergelerinden biri olan görünür porozite değeri  $\%0.48-0.87$  arasında olup uluslararası kullanılan sınıflandırma kriterlerine göre Sivaslı mermerleri "Çok Kompakt" kayaç grubunda yer almaktadır. Düşük poroziteli Sivaslı mermerlerinin doluluk oranı ise  $\%97$  değerine kadar ulaşmaktadır. Mt2 kodlu mermer örneklerinde yapılan polarizan mikroskop incelemelerinde özellikle kalsit kristal sınırları boyunca yer yer öz şekilli epidot kristallerinin varlığı gözlenmiştir (Şekil 5e-f). Buna bağlı olarak Mt2 mermerinin Sivaslı'da yer alan diğer iki mermer türüne göre birim hacim ağırlığı, doluluk oranı ve tek eksenli basınç dayanımı gibi önemli fiziko-mekanik değerlerinin daha büyük; görünür porozite ve buna bağlı olarak su emme değerlerinin ise daha düşük olduğu belirlenmiştir. Tek eksenli basınç dayanımı değeri Sivaslı (Uşak) mermerleri için  $919.9-1051.1\text{ kg/cm}^2$  arasında değişmektedir. Beklendiği üzere porozite değeri en düşük olan Mt2 kodlu numunenin basınç dayanımı diğer iki bölge mermerine göre daha yüksektir. Doğal taşların tek eksenli basınç dayanımı değerlerine göre sınıflandırılma kriterleri dikkate alındığında yöre mermerlerinden Ma3 kodlu mermer "Orta Dirençli", Md1 ve Mt2 kodlu mermerler ise "Yüksek Dirençli" kaya grubu sınıfında yer aldığı belirlenmiştir. Yapılan çalışmalarda, mermerlerin tane boyu değerleri ile tek eksenli basınç dayanım değerleri arasında genellikle, tane boyu ince olan mermerlerin tek eksenli basınç değerlerinin yüksek, tane boyutu iri olan mermerlerin ise tek eksenli basınç değerlerinin düşük olduğu belirtilmektedir (Gezen Z, 2013; Yavuz ve diğ.,

2002). Fakat mermerlerde gözlenen alterasyon etkisi ve mineralojik bileşimde gözlenen farklılıklarda tek eksenli basınç dayanım değerlerini düşürdüğü bilinmektedir. Sivaslı bölgesi mermerlerinde alterasyon etkisinin Ma3 kodlu mermer örneklerinde gözlenmiştir. Ayrıca Mt2 kodlu mermer örneklerinde ise kalsit minerallerinden başka kısmen epidot ve amfibol gibi minerallerin varlığı görülmüştür. Bu çalışmada, en düşük tane boyutuna sahip Ma3 (241.3µm) kodlu mermerlerin basınç dayanım değeri (919.9 kg/cm<sup>2</sup>) diğer mermer örneklerine göre (Mt2 (1051.1 kg/cm<sup>2</sup>, Md1 1014 kg/cm<sup>2</sup>) daha düşük olması alterasyon etkisinden kaynaklanmaktadır.

Sivaslı mermerlerinin kimyasal analiz sonuçlarına göre en yüksek oksit değerleri %50.6-%53.7 arasında CaO'de görülmüştür. CaO değerlerinin yüksek çıkmasının sebebi Sivaslı mermerlerinin ana mineral bileşeni kalsit minerali (CaCO<sub>3</sub>) oluşturmasına bağlıdır. Mermerlerin sertliklerini bileşimlerinde bulunan silikat bileşimindeki mineral içerikleri yakından etkilemektedir. Sivaslı mermerlerinde SiO<sub>2</sub> değerleri %0.19-%0.71 arasında değişmektedir. SiO<sub>2</sub> değerlerinin mermer örneklerinde çok yakın olduğu görülmüştür. Mermer örnekleri üzerinde Schmidt sertlik deneyi yapılmıştır. Schmidt sertlik deney sonuçları incelendiğinde sonuçların 26.20-27.60 arasında değiştiği belirlenmiştir. Benzer şekilde Schmidt sertlik değerleri de birbirine yakın çıkmıştır. Buna göre SiO<sub>2</sub> içerikleri Schmidt sertlik değerleri arasında doğrusal ir ilişkinin olduğunu göstermiştir. Sivaslı mermer örneklerinde özellikle Mt2 ve Md1 kodlu örneklerde kısmen dolomit varlığına işaret eden MgO içerikleri %1.76-%2.29 arasında değişmektedir. Ayrıca, mermerlerde % MgO oranı arttıkça % CaO oranında azalma olduğu gözlenmiştir. Uşak ilinin faklı bölgelerinde işletilen Ulubey-Uşak mermerlerinin ortalama tek eksenli basınç dayanımı değerlerini 873 kg/cm<sup>2</sup> Çelik vd. (2021) ve Karahallı-Uşak mermerlerinin ortalama tek eksenli basınç dayanımı değerleri ise 938 kg/cm<sup>2</sup> olarak Alperen vd. (2022) belirlemişlerdir. İnce taneli mermer sınıfında yer alan Sivaslı-Uşak mermerlerinin tek eksenli basınç dayanımı

değerleri (üç ocağın ortalaması 995 kg/cm<sup>2</sup>) diğer iki (Karahallı ve Ulubey) Uşak İli İlçeleri mermerlerine göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu çalışma ile Sivaslı (Uşak) İlçesi mermerlerinin fiziksel, mekanik, kimyasal, mineralojik ve petrografik özellikleri ortaya konulmuştur. Bu bilgilerin, Uşak ilinin mermer üretimi gerçekleştirilen önemli ilçelerinden olan Sivaslı'da gerek üretim yapmakta olan gerekse yeni yatırım yapabilecek firmalara faydalı olacağı açıktır.

## 5.Kaynaklar

- Ayhan, M., 1973. Gördes Migmatitleri, *MTA Dergisi*, **81**,132-135.
- Alperen, A.N., Çelik, H., ve Bağcı, M., 2022. Uşak-Karahallı Mermerlerinin Fiziko-Mekanik Özelliklerinin Mineralojik-Petrografik Özellikleri ile Birlikte Değerlendirilmesi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **22** (4), 911-924.
- Akçakoca, H., Uysal, Ö. ve Topal, İ., 2003. Mermerlerin Kalite Kontrol Süreci Açısından Tekno-Mekanik Özelliklerinin Önemi. Türkiye IV. Mermer Sempozyumu (Mersem 2003) Bildiriler Kitabı, 18-19.
- Aysal, N. ve Korkanç, M., 2002. Sivaslı (Uşak) Mermer Yataklarının Jeolojik Özellikleri ve Mühendislik Özellikleri. *İstanbul Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yerbilimleri Dergisi*, **15**, 1-10.
- Bağcı, M., 2020. Mineralogical, petrographic, and geochemical characterization of colored İsehisar marbles (Afyonkarahisar, W-Turkey). *Turkish Journal of Earth Sciences*, **29**, 946-975.
- Bieniawski, Z.T., 1975. The Point-Load Test in Geotechnical Practice. *Engineering Geology*, **9** (1), 1-11.
- Brilli, M., Lapuente Mercadal, M.P., Giustini, F., Royo Plumed, H., 2018. Petrography and mineralogy of the white marble and black stone of Göktepe (Muğla, Turkey) used in antiquity: New data for provenance determination. *J. Archaeol. Sci. Rep.*, **19**, 625-642.

- Bukhari, S.A.A., Basharat, M., Janjuhah, H.T., Mughal, M.S., Goher, A, Kontakiotis, G, vasilatos C., 2023. Petrography and Geochemistry of Gahirat Marble in Relation to Geotechnical Investigation: Implications for Dimension Stone, Chitral, Northwest Pakistan, *Appl. Sci.*, **13**, 1755.
- Casas, L, Difebo, R, Ruiz J.C, Brrili, M, Antonelli, F, Martin, J.D.M. 2022. Archaeometric classification of scattered marble fragments to help the reconstruction of statues, *Minerals*, **12**, 1614.
- Çelik, H., Alperen, A.N., ve Bağcı, M., 2021. Ulubey (Uşak) Beyaz Mermerlerinin Fiziko-Mekanik, Kimyasal ve Mineralojik-Petrografik Özelliklerinin Araştırılması. *Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, **23 (69)**, 857-866.
- Çelik, M.Y. ve Kırılıveren, S., 2012. Çamlıbel-Ulubey (Uşak) Beyaz Mermerinin Jeolojik Ve Fiziko-Mekanik Özelliklerinin Araştırılması. *Yapı Teknolojileri Elektronik Dergisi*, **8 (1)**, 44-53.
- Deere, D.U. ve Miller, R.P., 1966. Engineering Classification and Index Properties for Intact Rock. Air Force Weapons Laboratory, Technical Report, AFWLTR-65-116, University of Illinois.
- Gezen, Z., 2013. Kristal boyutunun mermerlerin malzeme özellikleri ile durabiliteleri üzerindeki etkisi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, yayınlanmamış, İzmir, 185.
- ISRM, 1981. Rock Characterization, Testing and Monitoring, International Society of Rock Mechanics Suggested Methods, Pergamon Press, Oxford.
- ISRM, 1985. Suggested Method For Determining Point Load Strength. International Journal of Rock Mechanics, mining Sciences and Geomechanical Abstracts, **22 (2)**, 51-60.
- Kalkınma Bakanlığı, 2018. Madencilik Politikaları Özel İhtisas Komisyonu Raporu. 11. Kalkınma Planı (2019-2023), Ankara.
- Ketin. İ., 1983. Türkiye Jeolojisine Genel Bir Bakış, İTÜ Yayınları. Sayı. 1259, İstanbul.
- Kibici, Y., Mutlutürk, M., Karagüzel, R. ve Bilgin, A., 1992. Karahallı (Uşak) yöresinin jeolojisi ve yöre mermerlerinin mühendislik özellikleri. *Türkiye Jeoloji Kurultayı Bülteni*, **7**, 165-178.
- Kibici, Y., Karagüzel, R., Mutlutürk, M., 2001. An Investigation on the Petrographical and Physico-Mechanical Properties of the Marbles from Karahallı, Uşak-Turkey, *4<sup>th</sup> International Symposium Eastern Mediterranean Geology, Isparta*, 359-369.
- Kun, N., 2000. Mermer Jeolojisi ve Teknolojisi, Tezer Matbaası, İzmir, 149.
- Matula, M., Dearman, W.R., Golodkovskaja, G.A., Pahi, A., Radbruch-Hall, and Dorothy H., 1979. Classification of Rocks and Soils For Engineering Geological Mapping. Part 1: Rock and Soil Materials. *Bulletin of The International Association of Engineering Geology*, **19**, 364-371.
- Miller, M, Masera, T, Zupancic, N, Jarc, S., 2019. Characteristics of minerals in Slovenian marbles, *Geologija* **62/2**: 175-187.
- Moos, A. Ve Quervain, F., 1948. Technische Gesteinskunde. Part of the Book Series: Lehrbücher und Monographien aus dem Gebiete der exakten Wissenschaften (LMW, V.15), Verlag Birkhauser, Basel.
- Şentürk A., Gündüz L., Tosun Y., İ. ve Sarıışık A., 1996. Mermer Teknolojisi, Süleyman Demirel Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Isparta.
- Zafer Kalkınma Ajansı, 2012. TR33 Bölgesi Mevcut Maden Kaynakları ve Stratejiler, Kütahya.
- TS EN 13755, 2014. Doğal Taşlar-Deney Yöntemleri: Atmosfer Basıncında Su Emme Tayini. TSE, Ankara, 10.
- TS EN 1936, 2010. Doğal Taşlar-Deney Yöntemleri: Gerçek Yoğunluk, Görünür Yoğunluk, Toplam ve Açık Gözeneklilik Tayini. TSE, Ankara, 10.
- TS EN 14579, 2006. Doğal Taşlar-Deney Yöntemleri: Ses Hızı İlerlemesinin Tayini. TSE, Ankara, 14.
- TS EN 1926, 2000. Doğal Taşlar-Deney Yöntemleri: Tek Eksenli Basınç Dayanımı Tayini. TSE, Ankara, 10.

TS EN 13161, 2009. Doğal Taşlar-Deney Yöntemleri:  
Sabit Moment Altında Eğilme Dayanımının Tayini.  
TSE, Ankara, 17.

TS EN 14157, 2005. Doğal Taş-Aşınma Direncinin Tayini.  
TSE, Ankara, 21.

TS EN 12407, 2008. Doğal Taşlar–Deney Yöntemleri:  
Petrografik İnceleme. TSE, Ankara, 20.

TS EN 14158, 2004. Doğal Taşlar-Deney Yöntemleri:  
Kopma Enerjisinin Tayini. TSE, Ankara.

Yavuz, A.B, Türk, N, Koca, M.Y., 2002. Muğla yöresi  
mermerlerinin, mineralojik, kimyasal, fiziksel ve  
mekanik özellikleri, *Jeoloji Mühendisliği Dergisi*, **26**,  
**(1)**,1-18.

#### ***İnternet kaynakları***

1-[https:// www .enerji.gov.tr/](https://www.enerji.gov.tr/) (28.01.2023).



AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 055901 (1307-1317)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 055901 (1307-1317)

DOI: 10.35414/akufemubid.1277913

## Araştırma Makalesi

**Al6061 Matrisli Hibrit Kompozitlerin Sertlik ve Çekme Dayanımına SiC Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Yumurta Kabuğu Tozu Takviyesinin Etkilerinin İncelenmesi**Akif TOK<sup>1</sup>, Serkan ATEŞ<sup>2\*</sup><sup>1</sup>T.C. MEB İnşaat ve Emlak Dairesi Başkanlığı, Ankara.<sup>2</sup>Burdur Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Burdur.\*Sorumlu Yazar e-posta: sates@mehmetakifersoy.edu.tr  
akiftok@gmail.comORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-5858-5190>  
ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0000-5092-2562>

Geliş Tarihi: 05.04.2023

Kabul Tarihi: 01.09.2023

**Öz**

Bu çalışmanın amacı kolayca bulunabilen atıklardan elde edilen takviye kullanarak çevre dostu ve uygun maliyetli alüminyum matrisli kompozit geliştirmektir. Tavuk yumurtası kabuğu, bertaraf edilmediği takdirde ciddi çevresel tehlikeye neden olan endüstriyel bir atık olduğundan bu çalışmada takviye malzemesi olarak kullanılabilirliğinin yanı sıra SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi geleneksel takviye malzemeleri ile uyumu da araştırılmıştır. Bu kapsamda hibrit kompozit üretimi için iki kademeli karıştırmalı döküm yöntemi kullanılarak, Al6061 matrisli, yumurta kabuğu tozu, SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli hibrit kompozitler üretilmiştir. Kompozitler ağırlıkça %1, 3, 5, ikili hibrit kompozitler ağırlıkça %4, 6, 8 ve üçlü hibrit kompozitler ise ağırlıkça %7, 9, 11 takviye-hacim oranlarında 22-59µm toz boyutuna sahip takviyeler kullanılarak üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin mikro yapıları taramalı elektron mikroskobu ile görüntülenerek takviyelerin varlığı tespit edilmiştir. Kompozitlerin sertlikleri Brinell sertlik ölçüm yöntemi kullanılarak, maksimum çekme gerilmeleri ve birim uzama miktarları ise çekme testi ile belirlenmiştir. Kompozit içerisinde ağırlıkça yumurta kabuğu tozunun artması ile sertlik ve maksimum çekme gerilmesi artarken, birim uzama miktarının azaldığı belirlenmiştir.

**Anahtar kelimeler**Kompozit;  
Karıştırmalı döküm;  
Yumurta kabuğu tozu;  
Mekanik Özellikler;**Investigation of the Effects of SiC Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Eggshell Powder Reinforcement on the Hardness and Tensile Strength of Al6061 Matrix Hybrid Composites****Abstract**

The aim of this study is to develop an environmentally friendly, and cost-effective aluminum matrix composite using reinforcement from readily available waste. Since chicken eggshell is an industrial waste that causes serious environmental hazards if not disposed of, this study investigated its compatibility with conventional reinforcement materials such as SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as well as its compatibility as a reinforcement material. In this concept, hybrid composites with Al6061 matrix, eggshell powder, SiC and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforcement were produced using two-stage stir casting method. The composites were produced using reinforcements with 22-59µm powder size at reinforcement-to-volume ratios of 1, 3, 5 wt%, 4, 6, 8 wt% for binary hybrid composites ve 7, 9, 11 wt% for triple hybrid composites. The microstructures of the composites were monitored by scanning electron microscopy to determine the presence of reinforcements. The hardness of the composites was examined by using Brinell hardness measurement method, while ultimate tensile stress and elongation were determined by tensile test. It was observed that the hardness, ultimate tensile stress increased and the elongation decreased with the increase of eggshell powder by weight in the composite.

**Keywords**Composite;  
Stir casting;  
Eggshell powder;  
Mechanical properties;

## 1. Giriş

Bilim ve teknoloji alanında akıl almaz bir hızla gerçekleşen gelişmeler, endüstrinin mükemmel mekanik ve fiziksel özelliklere sahip yeni malzemelere olan talepleri ileri mühendislik malzemelerinin geliştirilmesi için araştırmacıları ve uygulayıcıları bu alana odaklanmaya itmiştir. Geleneksel malzemeler ile karşılanamayan gereksinimler için yeni metal matrisli kompozit malzeme arayışı günden güne artmaktadır. Metal matrisli kompozitler (MMK) gereksinim duyulan özelliklere sahip, birbiri içerisinde çözünmeyen iki veya daha fazla fazın bir araya getirilmesi ile üretilen gelişmiş malzemelerdir. MMK'ler takviye elemanı ve takviyeyi bir arada tutan matristen oluşur (Şahin 2000). MMK üretiminin birincil amacı, mukavemet/yoğunluk oranı, yüzey sertliği, elastisite modülü yüksek, aşınma miktarı ve yoğunluğu düşük olan yeni malzemeler üretebilmek için metallerin ve seramiklerin mevcut özelliklerinin birleştirilerek sürekli faz olarak tanımlanan matris metali ile süreksiz faz olarak tanımlanan takviye arasında ara mekanik özelliklere sahip yeni bir malzeme üretmektir (Hashim vd. 1999, Kala vd. 2014).

En yaygın kullanılan matris malzemeleri berilyum, magnezyum, titanyum, demir, nikel ve alüminyum alaşımlarıdır. Bunlar içerisinde alüminyum alaşımları düşük yoğunluğu, iyi mekanik özellikleri ve korozyon dayanımı nedeniyle özellikle otomobil ve havacılık endüstrisinde en çok tercih edilen matris malzemelerinden biridir. (Chawla vd. 2012, Chelladurai vd. 2018, Hayat vd. 2019, Murthy vd. 2019, Shankar vd. 2016). Bu özelliklerinin yanı sıra orta gerilme dayanımına sahip 6 serisi alüminyum alaşımları kolayca işlenebildiğinden (Murthy ve Rao 2020) dolayı hibrit kompozit üretiminde Al6061 alaşımının matris malzemesi olarak bu çalışmada kullanılmasına karar verilmiştir. Alüminyum matrisli hibrit kompozit üretiminde takviye olarak genellikle kullanılan sert seramikler  $Al_2O_3$ ,  $TiB_2$ ,  $TiO_2$ , SiC, TiC,  $B_4C$ 'dür (Aribo vd. 2011, Daoud vd. 2004, Gündoğan vd. 2019, Marin vd. 2012, Prasad vd. 1991, Selvam vd. 2013). Al6061 alaşımı için en çok seçilen takviye elemanları  $Al_2O_3$  ve SiC olup, Naidich vd. (1998),

yaptıkları çalışmada Al matris ile  $Al_2O_3$  ve SiC arasında iyi bir ıslatma kabiliyeti ortaya koyduklarından bu çalışmada geleneksel takviye elemanları olarak  $Al_2O_3$  ve SiC seçilmiştir.

Otomotiv ve havacılık endüstrilerinin yanı sıra birçok farklı alanda kullanımı gittikçe artan Alüminyum Matrisli Kompozitlere (AMK) oluşan aşırı talep, üretilen ürünlerin sürdürülebilirliği, kararlılığı ve ekonomikliği gibi nedenlerle endişe uyandırmaktadır. Takviye elemanı olarak kullanılan sert seramikler genellikle karbürlerdir. Bunların üretimi yüksek teknoloji gerektirdiği ve dünya genelinde birkaç ülke ile sınırlı olduğundan birçok ülke ihracata yönelmiştir. İhracat takviye elemanlarının maliyetini arttırdığından, araştırmacılar endüstriyel ve tarımsal atıkların takviye elemanı olarak kullanıldığı yüksek performanslı, düşük maliyetli AMK geliştirme süreçlerine odaklanmışlardır (Alaneme ve Bamike 2017). Araştırmacılar AMK üretim maliyetini düşürme amacı ile uçucu kül, pirinç kabuğu külü, yumurta kabuğu, kil ve kırmızı çamur gibi alternatif atıkların kompozit üretiminde takviye elemanı olarak kullanılabilirlikleri üzerine çeşitli çalışmalar gerçekleştirdi (Josephand ve Babaremu 2019). TÜİK verilerine göre 2022 yılında Türkiye'de yaklaşık 20 milyar adet tavuk yumurtası üretilmiştir (TÜİK 2022). Her bir yumurta kabuğu yaklaşık 5gr olduğundan yılda 100000 ton yumurta kabuğu atığı ortaya çıkmaktadır. Söz konusu atıkların bertaraf edilmediği taktirde hem insan sağlığını hem de çevreyi tehdit edeceği aşikardır. Kompozit üretiminde geleneksel takviye elemanlarına kıyasla daha hafif olması, büyük miktarlarda bulunabilmesi ve ekonomik olması nedeni ile yumurta kabuğu birçok çalışmada takviye elemanı olarak kullanılmış ve üretilen kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini iyileştirdiği belirlenmiştir (Chaithanyasai vd. 2014, Elaheh vd. 2013, Ghabeer vd. 2013, Hassan vd. 2013). Bu nedenlerle çalışmada yumurta kabuğu, atık takviye elemanı olarak kullanılmıştır. Kompozitlerin üretiminde sıvı hal üretim yöntemlerinden iki kademeli karıştırmalı döküm yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntem yüksek

miktarlarda üretime olanak sağlar, düşük maliyetlidir ve içyapıda takviyenin homojen dağılımına olanak vererek izotropik özellikler gösteren kompozitler üretilebilir (Nieto vd. 2017, Saravanan vd. 2019).

Yapılan literatür araştırmasına göre; Dwivedi vd. (2016), yumurta kabuğu takviyesi ile %0.8 Mg içeren AA2014 alaşımını kullanarak başarıyla kompozit üretmişlerdir. Üretilen kompozitlerde yumurta kabuğu miktarının artması ile sertlik ve çekme dayanımının arttığını, sünekliğin azaldığını ve matris/takviye arasında iyi bir ara yüzey bağı oluştuğunu belirlemişlerdir. Diğer bir çalışmada Jannet vd. (2021), karıştırmalı döküm yöntemini kullanarak AA2024 alaşımına %7, 10 ve 13 oranlarında yumurta kabuğu tozu ilavesi ile kompozit üretmiş ve maksimum çekme gerilmesi miktarının %10 yumurta kabuğu takviyeli kompozit de meydana geldiğini takviyenin artan oranlarında maksimum çekme gerilmesinin düştüğünü bildirmiştir. Başka bir çalışmada ise Verma vd. (2018), karıştırmalı döküm tekniği kullanarak Al6061 alaşımına % 5 - 8 oranlarında karbonize olan ve olmayan yumurta kabuğu tozlarının yanında SiC de ilave ederek hibrit kompozit üretmişler ve sertlik, maksimum çekme gerilmesi ve akma gerilmesi değerlerinin Al6061 alaşımına kıyasla arttığını belirlemişlerdir.

Bu çalışmada literatürden farklı olarak yumurta kabuğu, SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> birlikte kullanılarak ikili ve üçlü hibrit kompozitler üretilerek bunlara ait sertlik, akma gerilmesi, maksimum çekme gerilmesi ve birim uzama miktarları da incelenmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada matris malzemesi olarak Al6061 alaşımı, geleneksel takviye elemanlarından SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramikleri ve atık takviye malzemesi olarak ise Bartın ilinde pasta imalatı yapan firmaların kullandıkları yumurtaların atık kabukları kullanılmıştır. SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramikleri 22-59µm tane boyutunda toz olarak piyasadan temin edilmiştir. Toplanan yumurta kabukları yıkanarak temizlendikten sonra 7 gün boyunca güneşte kurutulmuştur. Atık yumurta kabukları bilyalı değirmende toz haline getirilip 22-59µm tane boyutunda olanlar sarma cihazında elek analizi ile

toplanmıştır. Yumurta kabuğu tozları kompozit üretiminde kullanılmadan önce elektrikli fırında 103±2 °C sıcaklıkta 12 saat boyunca nem alma işlemine tabi tutularak nem oranı %1-3 seviyelerine düşürülmüştür. Al6061 alaşımının kimyasal kompozisyonu Çizelge 1’de, yumurta kabuğunun kimyasal kompozisyonu Çizelge 2’de, Al6061 ve takviye elemanlarının fiziksel, mekanik özellikleri ise Çizelge 3’de verilmiştir.

**Çizelge 1.** Çizelge 1. Al6061 kimyasal bileşimi (İnt. Kyn. 1)

Fe	Si	Cr	Mn	Mg	Zn	Cu	Ti	Al
0.5	0.6-1.0	0.1	0.2-0.8	0.8-1.2	0.25	0.6-1.1	0.1	Kalan

**Çizelge 2.** Yumurta kabuğunun kimyasal bileşimi (Bashir ve Manusamy2015)

Kimyasal Bileşim	Wt.%
C	21,13
Na <sub>2</sub> O	0,1
MgO	0,93
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,41
SO <sub>3</sub>	0,33
K <sub>2</sub> O	0,05
CaO	76,99
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01
SrO	0,04

**Çizelge 3.** Al6061, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC’ün fiziksel ve mekanik özellikleri (İnt. Kyn. 1)

Özellik	Al6061	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiC
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	2,7	3,9	3,2
Maksimum kullanım sıcaklığı (°C)	582	1700	1500
Eğme mukavemeti (MPa 20°C’de)	386	350	450
Basma mukavemeti (MPa 20°C’de)	607	2400	2650
Elastik modül (GPa)	68,9	395	425
Poisson oranı	0,33	0,25	0,27
Sertlik (HV)	107	1750	2200

Kompozitler sıvı hal üretim yöntemlerinden biri olan iki kademeli karıştırmalı döküm yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Bu yöntemde öncelikle Al6061 alaşımının sıcaklığı elektrikli ergitme fırınında 700°C’ye çıkartıldıktan sonra fırın içerisinde alaşımın sıcaklığı 600°C’ye kadar düşürülmüştür. Bu sıcaklıkta yarı katı halde olan alaşıma önceden 250°C sıcaklıkta ön ısıtma işlemine tabi tutulan takviye elemanları eklenerek elle karıştırılmıştır. Daha sonra alaşım süper ısıtmaya tabii tutularak sıcaklığı 800°C ye çıkarılmış ve bu sıcaklıkta mekanik bir karıştırıcı

kullanılarak 250dev/dk. hızında 10 dakika süre ile karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sırasında inert gaz olarak azot gazı kullanılmış ve bu sayede ortamdaki oksijenin uzaklaştırılması sağlanmıştır. Eriyik 300mm uzunluğunda ve 14mm çapındaki metal kalıplara döküm yapılarak oda sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır. Şekil 1'de karıştırmalı döküm ünitesi ve metal kalıp verilmiştir.

Şekil 1. Karıştırma Ünitesi ve Metal Kalıba Döküm



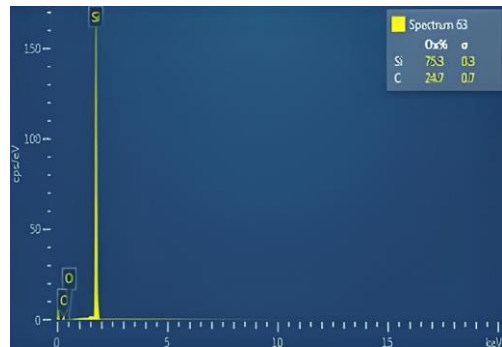
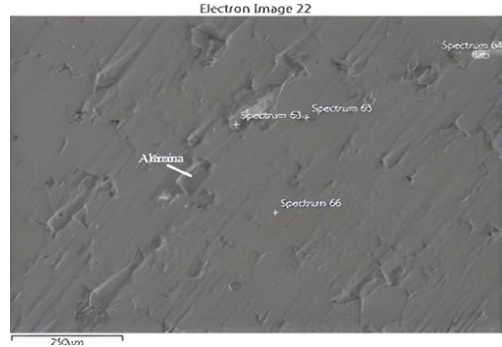
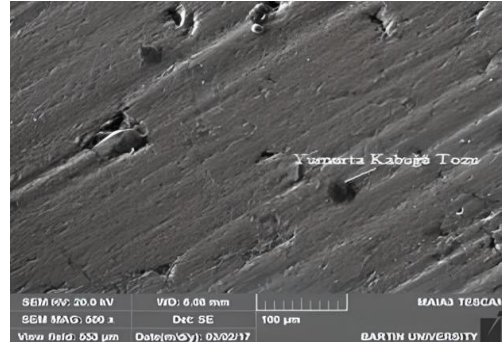
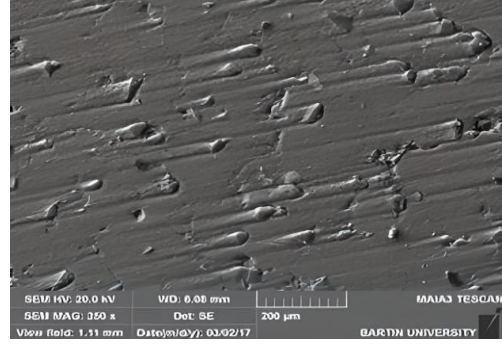
Kompozit üretiminde %1 , %3 ve %5 oranında takviye malzemeleri kullanılmıştır. %4 - %6 ve %8 takviye oranları kullanılarak ikili hibrit kompozitler ve %7 - %9 ve %11 takviye oranları ile üçlü hibrit kompozitlerin üretimi yapılmıştır. Kompozitlerin mikro yapıları görüntülemeleri için ise 6-1000000 x büyültme özelliğine sahip FEI Quanta FEG 450 marka elektron mikroskobu, sertlik ölçümlerinde ise Brinell sertlik ölçüm metodu kullanılmıştır. Kompozitlerin gerilme dayanımı ASTM E8M standartlarına oda sıcaklığında çekme testi ile Instron marka çekme cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Ayrıca sertlik ve gerilme ölçümlerinde meydana gelebilecek hataları bertaraf etmek için her bir numuneden 3 adet üretim yapılarak tüm ölçümler bu 3 numune için de aynı şartlarda tekrarlanmıştır.

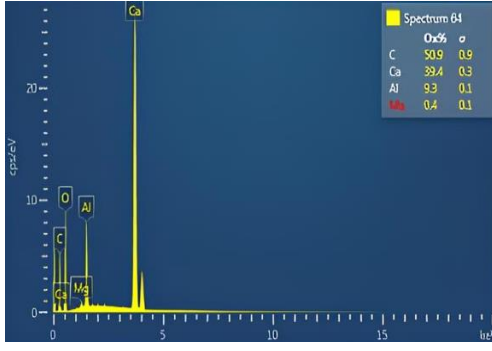
### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Mikro yapı

Hassas kesme cihazında kesilen kompozitler bakalite alındıktan sonra mikro yapı incelemeleri için otomatik yüzey parlatma ve numune hazırlama cihazında sırasıyla 400, 600, 800, 1000 ve 1200 mesh numarasına sahip zımparalar kullanılarak 400 d/d hızda 5 dakika süreyle zımparalanıp daha sonra keçe ile parlatılmıştır. Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) ile elde edilen mikro yapı resimleri ve EDS analizleri Şekil 2'de verilmiştir.

Şekil 2. Üretilen hibrit kompozitin SEM ve EDS resimleri



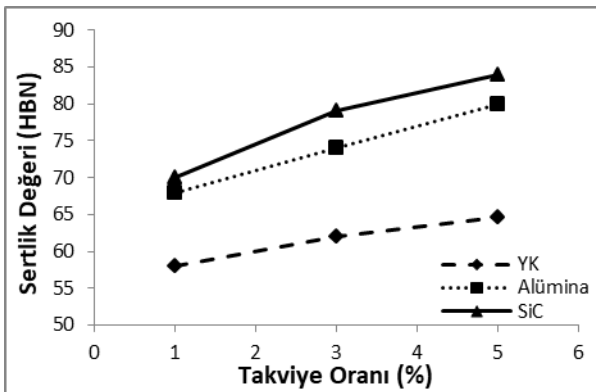


Üretilen hibrit kompozitlerin taramalı elektron mikroskopunda incelenen yüzeyleri için elde edilen mikro yapı resimleri ve EDS analizlerine göre iç yapıda yumurta kabuğu tozunun varlığından, takviye elemanlarının yüzeyde homojen dağıldıklarından ve takviye elemanı ile matris arasında iyi bir bağlanma gerçekleştiğinden söz edilebilir. Benzer bir durumu Chaithanyasai vd. (2014) ve Jannet vd. (2021), yaptıkları çalışmalarda bildirmişlerdir. Bunun nedeninin hibrit kompozit üretiminde takviye elemanlarının matrise eklenmeden önce 250°C sıcaklıkta ön ısıtmaya tabi tutulması olduğu söylenebilir.

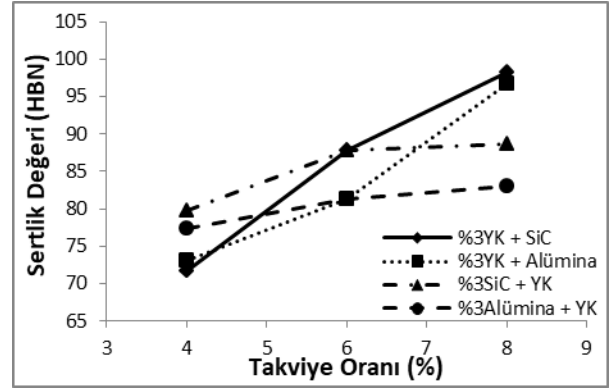
### 3.2. Sertlik

Kompozitlerin sertlik ölçümleri ASTM (American Society for Testing ve Materials) standartlarının E-10 versiyonuna göre Brinel sertlik ölçüm test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Sertlik ölçümü için her bir numune üzerinde 5 farklı noktada ölçümler yapılmış, en yüksek ve en düşük değerler çıkarılmış, kalan değerlerin aritmetik ortalamalarının alınması yöntemiyle sertlik değerleri belirlenmiştir. Grafik 1'de Al6061 alaşımına ilave edilen Yumurta Kabuğu Tozu (YKT), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiC'ün alaşımın sertliğine etkisi gösterilmiştir.

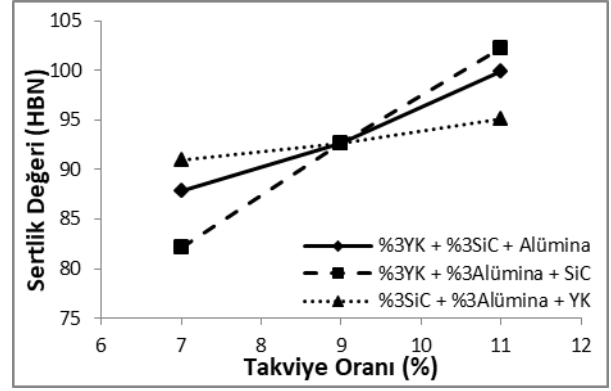
**Grafik 1.** Takviyenin kompozitin sertliğine etkisi



(a)



(b)



(c)

Al6061 alaşımı iki kademeli karıştırmalı döküm yöntemi ile tekrar üretilmiş ve sertliği 58HBN ölçülmüştür. Grafik 1 (a)'da YKT, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiC'ün %1, 3 ve 5 oranlarında Al6061 alaşımına ilave edilmesi ile üretilen kompozitlerin sertlik değişimi gösterilmiştir. YKT, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiC'ün artan oranlarında kompozitin sertliği artmaya devam etmiştir. %5 YKT takviyesi Al6061 alaşımının sertliğini %12.07, %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyesi %37.93 ve %5 SiC takviyesi ise %44.83 oranında arttırmıştır. %5 YKT ilavesi Al6061 alaşımının sertliğini 65HBN, %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi 80HBN ve %5 SiC ilavesi ise 84HBN değerine yükseltmiştir. Grafik 1 (b)'de % 3 oranında sabit tutulmuş 1. takviye ile birlikte, 2. takviyenin %1, 3 ve 5 oranlarında ilave edilmesi ile üretilen ikili hibrit kompozitin sertlik değişimi gösterilmiştir. 2. takviye elemanının artan oranlarında hibrit kompozitin sertliğinin arttığı belirlenmiştir. Sertliği 65HBN olan %3 YKT takviyeli Al6061 alaşımına %5 oranında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi sertliği %49.23, %5 oranında SiC ilavesi ise %50.77 oranında arttırmıştır. Sertliği 79HBN olan %3 SiC takviyeli Al6061 alaşımına %5 oranında YKT ilavesi sertliği %12.66 oranında artırırken, sertliği 74HBN olan %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli Al6061 alaşımına %5 oranında YKT ilavesi ise sertliği % 12.16 oranında arttırmıştır. İkili hibrit kompozitlerde en yüksek

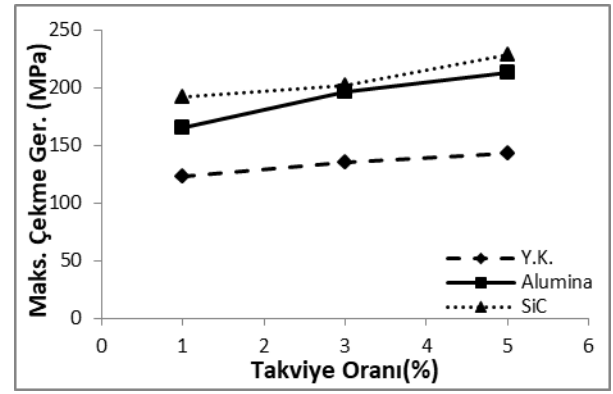
sertlik değeri %3 SiC + %5 YKT takviyeli numunede 95HBN olarak ölçülmüştür.

Grafik 1 (c)'de %3 oranında sabit tutulmuş 1. ve 2. takviye ile birlikte, 3. takviyenin %1, 3 ve 5 oranlarında ilave edilmesi ile üretilen üçlü hibrit kompozitin sertlik değişimi gösterilmiştir. Üçlü hibrit kompozitlerde en düşük sertlik değeri %3 YKT + %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1 SiC takviyeli numunede 96HBN olarak, en yüksek sertlik değeri ise %3 YKT + %3 SiC + %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli numunede 114HBN olarak belirlenmiştir.

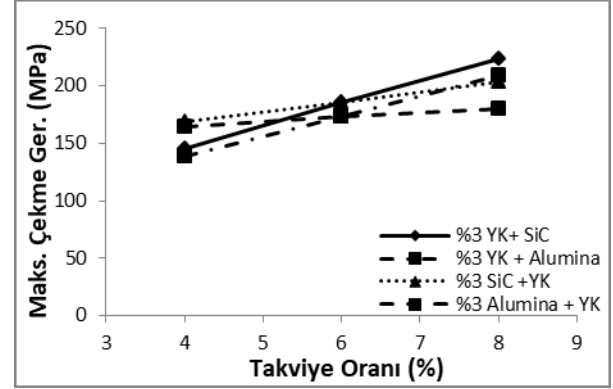
Literatür incelendiğinde elde edilen sonuçları destekleyen araştırmaların olduğu görülmektedir. Örneğin Aribio vd. (2011), karıştırılmalı döküm yöntemiyle Al6063 alaşımına ağırlıkça %15 oranında SiC ilave ederek ürettikleri kompozitlerde sertliğin arttığını ve 400°C'ye ısıtılarak brinell test yöntemi ile sertliği ölçülen numunede yaklaşık %80 oranında sertlik artışı meydana geldiğini bildirmişlerdir. Benzer şekilde Bhat vd. (2021), karıştırılmalı döküm yöntemiyle Al6061 alaşımına ağırlıkça %5 oranında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilave ederek ürettikleri kompozitlerde, sertliğin %29.63 oranında arttığını bildirmişlerdir. Jannet vd. (2021), ise karıştırılmalı döküm yöntemi ile Al6061 alaşımına %7,10 ve 13 oranlarında yumurta kabuğu tozu ilavesi ile kompozit üretmişler ve %7 ve 10 oranlarında yumurta kabuğu tozu ilavesinin sertliği arttırırken, ilave edilen yumurta kabuğu oranının %13 yükselmesiyle sertliğin azaldığını bildirmişlerdir. Başka bir çalışmada Verma vd. (2018), karıştırılmalı döküm yöntemi ile 2 farklı numune üretmişlerdir. Hibrit kompozitlerde ağırlıkça %5 oranında SiC'e ek olarak %5 ve 8 oranlarında karbonize yumurta kabuğu mevcuttur ve bunun artan oranlarında sertlikte artış ile birlikte karbonize olanın olmayana göre sertliği daha fazla arttırdığını bildirmişlerdir. Kompozitlerin yüzeyindeki yumurta kabuğu tozlarında bulunan CaCO<sub>3</sub>, yüzeyde plastik deformasyonuna direnen sert partiküller gibi davranarak sertlik değerlerini arttırdığı düşünülmektedir.

### 3.2. Gerilme ve birim uzama

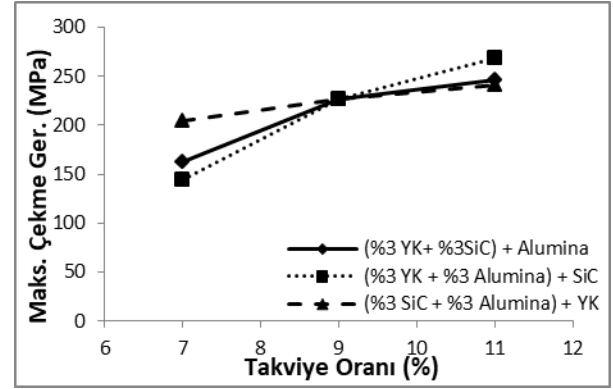
**Grafik 2.** Takviye elemanın kompozitin maksimum çekme gerilmesine etkisi



(a)



(b)



(c)

Grafik 2 genel olarak değerlendirildiğinde çekme testlerinde takviye elemanı miktarının artması ile kompozitin maksimum çekme gerilmesinin bir artış eğiliminde olduğu görülmektedir. Kompozitlerle aynı şartlarda üretilen Al6061 alaşımından da 3 adet çekme numunesi hazırlanmış ve bu üç ölçümün ortalamasında maksimum çekme gerilmesi 110MPa olarak belirlenmiştir.

Grafik 2 (a)'da kompozite %5 oranında YKT ilave edildiğinde maksimum çekme gerilmesinde %30 artış tespit edilmiş ve bu değer 143MPa olarak ölçülmüştür. Kompozite %5 oranında SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilave edildiğinde ise maksimum çekme gerilmesi değerleri sırasıyla 228.63MPa ve 212.97MPa olarak belirlenmiştir. %5 SiC ilavesi maksimum çekme

gerilmesi değerini %107.27 arttırırken aynı oranda Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi ise %93.61 kadar arttırmaktadır.

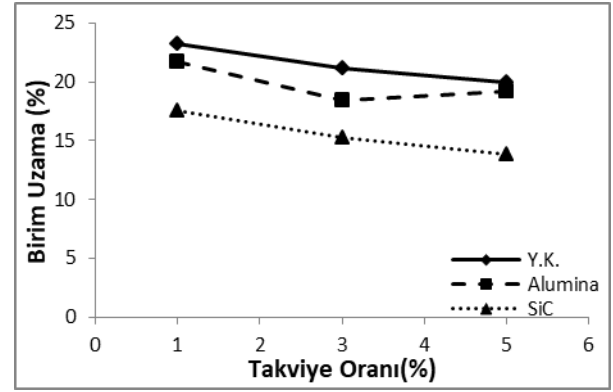
Grafik 2 (b)'de %3 YKT'na %5 SiC eklenmesi ikili hibrit kompozitin maksimum çekme gerilmesini %102.82 arttırırken %3 YKT'na %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eklenmesi ise %89.57 oranında arttırmıştır. %3 SiC'e %5 YKT eklenmesi maksimum çekme gerilmesini 202.95MPa, %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e %5 YKT eklenmesi ise 179.95MPa değerine yükseltmiştir.

Grafik 2 (c)'de Üçlü hibrit kompozitlerde ağırlıkça takviye miktarı en fazla %11 oranındadır ve bu değere kadar tüm numunelerde maksimum çekme gerilmesi değerinde artış gözlemlenmiştir. %3 YKT + %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e ek olarak %5 SiC ilavesi ile üretilen üçlü hibrit kompozitin maksimum çekme gerilmesi 268.02MPa iken %3 YKT + %3 SiC'e ek olarak %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesiyle üretilenin ki ise 246.53MPa olarak belirlenmiştir.

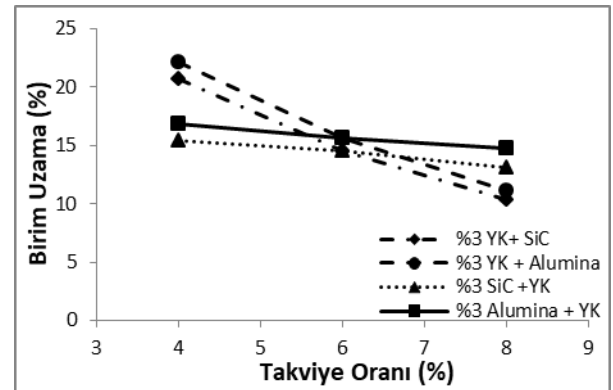
SiC takviyeli Al alaşımlı kompozitlerin mekanik özellikleri doğrudan ve dolaylı güçlendirme mekanizmalarıyla tahmin edilebilir. Doğrudan güçlendirme mekanizmasında temel olarak zayıf matristen ara yüzey tabakası boyunca daha yüksek rijitliğe sahip SiC'e aktarılan yükü dikkate alır (Wang vd. 2014). Dış yükün alüminyum matristen SiC parçacıklarına aktarılması, ara yüzey bağ kuvveti yeterince güçlü değilse daha az etkili olabilir. Bu, ara yüzey bağ kuvvetinin, yükü matristen takviyeye aktarmada önemli bir rol oynadığının ispatı niteliğindedir. Başka bir deyişle, SiC-Al6061 ara yüzey tabakasındaki ara yüzey bağ kuvveti, kompozitlerin çekme mukavemetini belirler (Trinh vd. 2018). Literatür incelendiğinde elde edilen sonuçlara ulaşan benzer araştırmaların olduğu görülmektedir. Örneğin Sachin vd. (2021), karıştırmalı döküm yöntemiyle Al6061 alaşımına %2.5 ve 5 oranlarında 400°C sıcaklıkta ön ısıtmaya tabi tuttıkları SiC ilavesiyle kompozitleri başarıyla üretmişler ve %2.5 SiC ilavesinin maksimum çekme gerilmesini 157MPa değerine yükselttiğini belirlemişlerdir. Balaraj vd. (2021), da karıştırmalı döküm yöntemiyle Al6061 alaşımına %5 oranında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesiyle ürettikleri kompozitin sertliğini 148.9MPa olarak bildirmişlerdir. Matris ile takviye arasındaki ara yüzey bağı, eksenel çekme yükünün matristen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> parçacıklarına aktarılmasına yardımcı olur (Kvepal ve Singh 2017). Bu sert Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

partikülünün, Al matrisinin plastik akışını önleyip Al6061 alaşımının yük taşıma kapasitesini arttırdığı düşünülmektedir. Hassan ve Aigbodion (2015), iki kademeli karıştırmalı döküm yöntemini kullanarak Al-Cu-Mg alaşımına %2 – 12 arasında değişen 6 farklı oranda yumurta kabuğu tozu ilavesiyle ürettikleri kompozitlerde %12 yumurta kabuğu tozu takviyesinin maksimum çekme gerilmesi değerini %14.28 oranında arttırdığını bildirmişlerdir. Gerçekleştirilen literatür araştırmasında SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve yumurta kabuğu tozunun birlikte kullanılarak üretilen üçlü hibrit kompozitlerin varlığına rastlanmadığından, bu çalışmanın araştırmacılar ve uygulayıcılar için önemli olacağı düşünülmektedir. Üretilen tekli, ikili ve üçlü hibrit kompozitlerin birim uzama miktarlarına matrise takviye elemanı ilavesinin etkileri Grafik 3'de verilmiştir.

**Grafik 3.** Takviye elemanının kompozitin birim uzama miktarına etkisi

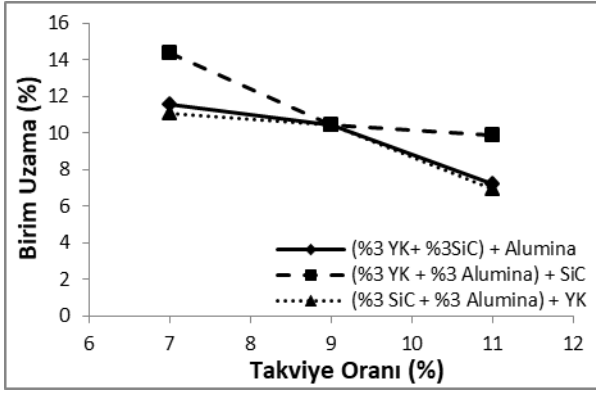


(a)



(b)





(c)

Grafik 3 genel olarak değerlendirildiğinde çekme testlerinde takviye elemanı miktarının artması ile kompozitin birim uzama miktarının azaldığı görülmektedir. Kompozitlerle aynı şartlarda üretilen Al6061 alaşımından da 3 adet çekme numunesi hazırlanmış ve bu üç ölçümün ortalamasında birim uzama miktarı %26 olarak belirlenmiştir.

Grafik 3 (a)'da kompozite %5 oranında YKT ilave edildiğinde birim uzama miktarı %20 olarak ölçülmüştür. Kompozite %5 oranında SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilave edildiğinde ise birim uzama miktarları sırasıyla %13.8 ve %19.2 olarak belirlenmiştir. YKT kompozitin sünekliğinin %23.07 oranında azalmasına neden olmasına rağmen diğer takviye elemanlarına göre süneklik üzerinde en az olumsuz etkiye sahiptir.

Grafik 3 (b)'de %3 YKT'na %5 SiC eklenmesi ikili hibrit kompozitin birim uzama miktarı %10.33 olurken %3 YKT'na %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eklendiğinde ise %11.06 olur. %3 SiC'e %5 YKT eklenmesi ile birim uzama miktarı %13.05, %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e %5 YKT eklenmesi ile %14.72 olarak belirlenmiştir. %3 YKT'na %5 SiC ilavesi ikili hibrit kompozitin sünekliğini Al6061 alaşımına göre %151.69 azaltırken %3 YKT'na %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi ise %135.08 oranında azalttığı tespit edilmiştir.

Grafik 3 (c)'de üretilen üçlü hibrit kompozitlerde en düşük birim uzama miktarı %6.96 ile %3 SiC + %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%5 YKT ilavesi ile üretilende olurken, en yüksek birim uzama miktarı ise %9.86 ile %3 YKT + %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%5 SiC ilavesi ile üretilende belirlenmiştir. Sünekliğin azalması, matrise eklenen takviye elemanı miktarının artmasıyla takviyenin bir stres yoğunlaştırıcı gibi davranarak boşluk çekirdeklenmesine yol açmasından ve takviye ile matris arasındaki katı ara yüzey mukavemetinin son derece yüksek olmasının daha fazla takviye yüküne

neden olmasından kaynaklanabilir (Balaraj vd. 2021). Böylece daha düşük birim uzama değerlerinde numune kopar. Literatür incelendiğinde elde edilen sonuçlara ulaşan benzer araştırmaların olduğu görülmektedir. Örneğin Bose vd. (2018), karıştırmalı döküm yöntemiyle Al alaşımına %2.5-15 arasında değişen 6 farklı oranda yumurta kabuğu tozu ilavesiyle ürettikleri kompozitin birim uzama miktarının %13'den %8'e azaldığını tespit ettiler. Benzer şekilde Bharat vd. (2014), karıştırmalı döküm tekniği ile Al6061 alaşımına %3, 6 ve 9 oranlarında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesiyle ürettikleri kompozitin birim uzama miktarının artan takviye oranı ile azaldığını ve %9 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinde birim uzama miktarının yaklaşık %10 değerine düştüğünü bildirdi. Kumar vd. (2018), ise karıştırmalı döküm yöntemi ile Al6061 matrise %2, 4 ve 6 oranlarında SiC ilavesi ile ürettikleri kompozitin birim uzama miktarının en yüksek takviye oranında %2.8 seviyesine düştüğünü belirledi.

Alüminyum alaşımlarına ilave edilen SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün kompozitin çekme gerilmesine etkisi ile ilgili çalışmalar literatürde yer almaktadır. Fakat yumurta kabuğu tozu ilavesinin hibrit kompozitlerin çekme gerilmesine etkisini belirlemeye yönelik bir araştırmaya rastlanmamıştır. Bu nedenle yapılan araştırma diğerlerinden ayrılmakta ve önem kazanmaktadır.

#### 4. Sonuç

Bu çalışmada Al6061 matrisli, yumurta kabuğu tozu, SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli kompozitler iki kademeli karıştırmalı döküm yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir. Takviye elemanlarının kompozitin sertliğine, maksimum çekme gerilmesine ve birim uzama miktarına etkisi incelenmiş elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

\* SEM görüntülemeleri sonucunda içyapıda yumurta kabuğu tozu takviyesi belirlenmiştir. Takviye elemanları 250°C sıcaklığında ön ısıtmaya tabi tutularak ısıtma kabiliyetleri artırılmış bu nedenle hem matrisle uygun bir ara yüzey bağı oluşturmuş hem de topaklanma gözlenmemiştir.

\* 58 HBN sertliğindeki Al6061 alaşımına eklenen %5 yumurta kabuğu tozu ilavesi sertliği 65HBN, %5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi 80HBN ve %5 SiC ilavesi ise 84HBN değerine yükseltmiştir.

\* Sertliği 65HBN olan %3 yumurta kabuğu tozu takviyeli Al6061 alaşımına %5 oranında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi sertliği 97HBN, %5 oranında SiC ilavesi ise 98HBN değerine yükseltmiştir. Sertliği 79HBN olan %3 SiC takviyeli Al6061 alaşımına %5 oranında yumurta kabuğu tozu ilavesi sertliği 89HBN değerine yükseltirken, sertliği 74HBN olan %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli Al6061 alaşımına %5 oranında yumurta kabuğu tozu ilavesi ise sertliği 83HBN değerine yükseltmiştir.

\* Üçlü hibrit kompozitlerde en düşük sertlik değeri %3 YKT + %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1 SiC takviyeli olanda 82HBN olarak, en yüksek sertlik değeri ise %3 YKT + %3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %5 SiC takviyeli olanda 102HBN olarak belirlenmiştir.

\* Al6061 alaşımına eklenen yumurta kabuğu tozu tüm oranlarda kompozitin maksimum çekme gerilmesi arttırmıştır. %5 yumurta kabuğu tozu takviyeli kompozitin maksimum çekme gerilmesi 143MPa olarak belirlenmiştir.

\* Yumurta kabuğu tozu ile SiC ün birlikte takviye malzemesi olarak kullanıldığı ikili hibrit kompozitin, maksimum çekme gerilmesini yumurta kabuğu tozu ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ün birlikte kullanıldığı kompozite göre %7 oranında daha fazla arttırdığı belirlenmiştir.

\* Yumurta kabuğu tozu, SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in birlikte takviye malzemesi olarak kullanıldığı üçlü hibrit kompozitin ise üretilen kompozitler arasında 268.02MPa ile en yüksek maksimum çekme gerilmesine sahip olduğu belirlenmiştir.

\* Tüm kompozitlerde matrise eklenen takviye miktarının artması ile kompozitlerin birim uzama miktarında azalma tespit edilmiştir.

## 5. Kaynaklar

Alaneme, K.K. and Bamike B.J., 2018. Characterization of mechanical and wear properties of aluminium based composites reinforced with quarry dust and silicon carbide. *Ain Shams Engineering Journal*, **9(4)**, 2815-2821.

Amal Bashir, S.M.A. and Manusamy, Y., 2015. Characterization of raw egg shell powder (ESP) as a good bio-filler. *Journal Of Engineering Research And Technology*. **2(1)**, 56-60.

Aribo, S., Omotoyinbo, J.A. and Folorunso, D.O., 2011. High temperature mechanical properties of silicon

carbide particulate reinforced cast aluminium alloy composite. *Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies*, **18**, 9-16.

Balaraj, V., Kori, N., Nagaral, M. and Auradi, V., 2021. Microstructural evolution and mechanical characterization of micro Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles reinforced Al6061 alloy metal composites. *Materials Today: Proceedings*, **47**, 5959-5965

Bharath, V., Nagaral, M., Auradi, V. and Koric, S.A., 2014. Preparation of 6061Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MMC's by stir casting and evaluation of mechanical and wear properties. *Procedia Materials Science*, **6**, 1658-1667.

Bhat, A., Kakandikar, G., Deshpande, A., Kulkarni, A. and Thakur, D., 2021. Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced Al 6061 metal matrix composite. *Material Science Engineering and Applications*, **1(1)**, 11-20.

Bose, S., Pandey, A. and Mondal, A., 2018. Comparative analysis on aluminum-silicon carbide hybrid green metal matrix composite materials using waste egg shells and snail shell ash as reinforcements. *Materials Today: Proceedings*, **5**, 27757-27766.

Chaithanyasai, A., Vakchore, P.R. and Umasankar, V., 2014. The micro structural and mechanical property study of effects of egg Shell particles on the aluminum 6061. *Procedia Engineering*, **1(97)**, 961-967.

Chawla, K.K., 2012. *Composite Materials: Science and Engineering*. Springer, 197-248.

Chelladurai, S.J.S., Arthanari, R., Krishnamoorthy, R., Selvaraj, K.S. and Govindan, P., 2018. Effect of copper coating and reinforcement orientation on mechanical properties of LM6 aluminium alloy composites reinforced with steel mesh by squeeze casting. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, **71(5)**, 1041-1048.

Daoud, A., Abou-Elkhair, M.T. and Rohatgi, P., 2004. Wear and friction behavior of near eutectic Al-Si+ZrO<sub>2</sub> or WC particle composites. *Composite Science and Technology*, **64(7-8)**, 1029-1040.

Dwivedi, S.P., Sharma, S. and Mishra, R.K., 2016. Characterization of waste eggshells and CaCO<sub>3</sub> reinforced AA2014 green metal matrix composites : A green approach in the synthesis of composites.

*International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, **17**, 1383-1393.

- Elaheh, M., Asadollah, H., Sadegh, P. and Dadkhoda, G., 2013. Ball mill-assisted preparation of nano-CaCO<sub>3</sub> as a novel and green catalyst-based eggshell waste a green approach in the synthesis of pyrano [4,3-b] pyrans. *International Journal of Green Nanotechnology*, **1**, 1-5.
- Ghabeer, T., Dweiri, R. And Al-Khateeb, S., 2013. Thermal and mechanical characterization of polypropylene/eggshell biocomposites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **32(6)**, 402-409.
- Gündoğan, K. ve Özşarı, A.R.B., 2019. Basınçlı infiltrasyon yöntemiyle üretilen AA2024 ve AA6061 matrisli, B<sub>4</sub>C ve SiC takviyeli kompozit malzemelerin mikro yapı, mekanik ve ısı iletkenlik özelliklerine basıncın etkisi. *Uluslararası Mühendislik Araştırma ve Geliştirme Dergisi*. **11(2)**, 657-669.
- Hashim, J., Looney, L. and Hashmi, M.S., 1999. Metal matrix composites: production by the stir casting method. *The Journal of Materials Processing Technology*, **30**, 1-7.
- Hassan, S.B. and Aigbodion, V.S., 2015. Effects of eggshell on the microstructures and properties of Al-Cu-Mg/eggshell particulate composites. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, **27**, 49-56.
- Hassan, T.A., Rangari, V.K., Rana, R.K. and Jeelani, S., 2013. Sonochemical effect on size reduction of CaCO<sub>3</sub> nanoparticles derived from waste eggshells. *Ultrasonics Sonochemistry*, **20(5)**, 1308-1315.
- Hayat, M.D., Singh, H., He, Z. and Cao, P., 2019. Titanium metal matrix composites: An overview. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **121**, 418-438.
- Jannet, S.R., Ruban, S.R., Khosla, S., Sasikumar, U., Sai, N.B. and Teja, P.M., 2021. Effect of egg shell powder on the mechanical and microstructure properties of AA 2024 metal matrix composite. *Materials Today: Proceedings*, **44(1)**, 135-140.
- Josephand, O.O. and Babaremu, K.O., 2019. Agricultural waste as a reinforcement particulate for aluminum metal matrix composite (AMMCs): A Review. *Fibers*, **7(4)**, 1-9.
- Kala, H., Mer, K.K. and Kumar, S., 2014. A review on mechanical and tribological behaviors of stir cast aluminum matrix composites. *Procedia Materials Science*, **6**, 1951-1960.
- Kandpal, B.C. and Singh, H., 2017. Fabrication and characterisation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/aluminium alloy 6061 composites fabricated by stir casting. *Materials Today: Proceedings*, **4(2)**, 2783-2792.
- Kumar, P., Kumar, B.P.V., Joshia, R., Manjunathaa, T.H. and Kumar R.S., 2018. Evaluation of Al7075 reinforced with sic for its mechanical properties and surface roughness by drilling. *Materials Today: Proceedings*, **5**, 25121-25129.
- Latha Shankar, B., Anil, K.C. and Patil, R., 2016. A study on 3-body abrasive wear behaviour of aluminium 8011/graphite metal matrix composite. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, **149**, 1-6
- Marin, E., Lekka, M., Andreatta, F., Fedrizzi, I., Itkos, G., Moutsatsou, A., Koukouzas, N. and Kouloumbi, N., 2012. Electrochemical study of aluminum fly ash composite obtained by powder metallurgy. *Materials Characterization*, **69**, 16-30.
- Murthy, P.S.R. and Rao, Y.S.R., 2019. Evaluation of mechanical properties of aluminum alloy-alumina-boron carbide metal matrix composites. *World Journal of Mechanical Engineering*, **4(1)**, 027-034.
- Murthy, P.S.R. and Rao, Y.S.R., 2020. Influence of reinforcement types on mechanical properties of hybrid aluminum alloy. *Annals of the Faculty of Engineering Hunedoara*, **18(4)**, 155-160.
- Naidich, Y.V., Zhuravlev, V. and Krasovskaya, N., 1998. The wettability of silicon carbide by Au-Si alloys. *Material Science and Engineering: A*, **245(2)**, 293-299.
- Nieto, A., Yang, H., Jiang, L. and Schoenung, J.M., 2017. Reinforcement size effects on the abrasive wear of boron carbide reinforced aluminum composites. *Wear*, **390-391**, 228-235.
- Prasad, V.V.B., Prasad, K.S., Kurovillla, A.K., Pandey, A.B., Bhat, B.V.R. and Mahajan, Y.R., 1991. Composite strengthening in 6061 and Al-4 Mg alloys. *Journal of Material Science*, **26**, 460-465.

Sachin, D., Uday, K.N., Rajamurugan, G. and Krishnasamy, P., 2021. Effect of SiC reinforcement on the mechanical and tribological behaviour of Al6061 metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*, **46**, 7082-7089.

Saravanan, S., Ravichandran, M., Balan A.V. and Senthilkumar. P., 2019. Synthesis and abrasive wear performance of stir cast AA6063-TiC composite materials. *SN Applied Sciences*, **1(12)**, 1-7.

Selvam, J.D.R., Smart, D.S.R. and Dinaharan, I., 2013. Microstructure and some mechanical properties of fly ash particulate reinforced AA aluminum alloy composites prepared by compocasting. *Material Design*, **49**, 28-34.

Şahin, Y., 2000. Kompozit Malzemelere Giriş. Gazi Kitabevi, 10-12.

Trinh, P.V., Lee, J., Minh, P.N., Phuong, D.D. and Hong, S.H., 2018. Effect of oxidation of SiC particles on mechanical properties and wear behavior of SiCp/Al6061 composites. *Journal of Alloys and Compounds*, **769**, 282-292.

TÜİK., 2022. Kümes hayvancılığı üretimi. *Haber Bülteni*.

Verma, V., Nishant and Gill, M., 2018. Effects of waste eggshells and silicon carbide addition in the synthesis of aluminium alloy 6061 hybrid green metal matrix composite. *International Research Journal of Engineering and Technology*, **5(6)**, 1413-1419.

Wang, Z., Tan, J., Sun, BA., Scudino, S., Prashanth, K.G., Zhang, W.W., Li, Y.Y. and Eckert, J., 2014. Fabrication and mechanical properties of Al-based metal matrix composites reinforced with Mg<sub>65</sub>Cu<sub>20</sub>Zn<sub>5</sub>Y<sub>10</sub> metallic glass particles. *Engineering: A*, **600(10)**, 53-58.

### **İnternet kaynakları**

1- <https://asm.matweb.com>, (03.04.2023)

AKÜ FEMÜBİD 23 (2023) 055902 (1318-1327)

AKU J. Sci. Eng. 23 (2023) 055902 (1318-1327)

DOI: 10.35414/akufemubid.1207488

Araştırma Makalesi / Research Article

# Nikel Partiküller ile Takviye Edilmiş Magnezyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu

Fevzi KELEN<sup>1</sup>,<sup>1</sup> Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van Meslek Yüksekokulu, Motorlu Araçlar ve Ulaştırma Teknolojileri Bölümü, Van, Türkiye.Sorumlu yazar e-posta: [fkelen@yyu.edu.tr](mailto:fkelen@yyu.edu.tr). ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-3900-4503>

Geliş Tarihi: 20.11.2022 Kabul Tarihi: 07.09.2023

## Öz

Metal matrisli kompozit malzemeler otomotiv endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Düşük ağırlığın son derece önemli olduğu bu alanda magnezyum esaslıların tüketim hacimleri her geçen gün artmaktadır. Fakat oda sıcaklığında gözlenen düşük süneklilikleri ve yetersiz dayanımları hem otomotiv sektöründe hem de endüstride demir, çelik ve alüminyuma göre kullanımlarını önemli oranda kısıtlamaktadır. Mevcut çalışmada, hacimce %0-%10 oranlarında, mükemmel süneklilik, iyi tokluk ve yüksek elastik modül gibi üstün özelliklere sahip nikel mikro partiküller ile takviye edilmiş magnezyum matrisli kompozit malzemeler toz metalürjisi yöntemlerinden tek eksenli sıcak presleme tekniği ile imal edilmiştir. Üretim parametrelerinin optimizasyonu sonucu tüm numunelerde yaklaşık olarak tam yoğunluğa ulaşılmış ve gözenek içermedikleri tespit edilmiştir. Mikroyapısal incelemelerde  $\alpha$  (Mg) ve Ni fazlarına ilaveten  $Mg_2Ni$  fazı da gözlenmiştir. Bu bileşik, ayrıca, XRD analizlerinde de belirlenmiştir. Güçlendirici ilavesi ile matris malzemesinin oda sıcaklığı akma ve basma dayanımlarında sırasıyla %37 ve %35 oranlarında iyileşmeler elde edilmiş ve tüm test sıcaklıklarında saf magnezyuma göre daha yüksek değerlere sahip olduğu görülmüştür. Kompozit malzemeler gerek mekanik özellikleri gerekse de düşük yoğunlukları ile otomotiv ve endüstride kullanılan geleneksel malzemelere önemli bir alternatif teşkil ettiği saptanmıştır.

## Anahtar kelimeler

Magnezyum;  
Nikel;  
Kompozitler;  
Otomotiv Malzemeleri;  
Mekanik Özellikler;  
Sıcak Presleme

## Processing and Characterization of Magnesium Matrix Composites Reinforced by Nickel Particles

### Abstract

Metal matrix composite materials are prevalently used in the automotive industry. In that of those applications in which lightness is a critical parameter, consumption volumes of magnesium-based materials are continuously increasing. However, their low ductility and insufficient strengths observed at room temperature significantly limit their use compared to iron, steel and aluminum both in the automotive and in industry. In the present study, composites reinforced with nickel microparticles, which have superior properties like excellent ductility, good toughness and high elastic modulus, at volumetric ratios of 0%-10% were successfully produced by the uniaxial hot pressing technique that is the powder metallurgy methods. As a result of the optimized production parameters, full density was almost reached in all samples and it was determined that they did porosity free. In addition to  $\alpha$  (Mg) and Ni phases,  $Mg_2Ni$  phase was also observed in microstructural analysis. This compound was also identified in XRD analysis. By the addition of reinforcement, 37% and 35% improvements were obtained in the room temperature yield and compressive strengths of the matrix material, respectively, and also, it was observed to have higher values than pure magnesium at all test temperatures. The composite materials, with their mechanical properties and low densities, have been established to constitute an important alternative to traditional materials used in the automotive and industry.

### Keywords

Magnesium;  
Nickel;  
Composites;  
Automotive Materials;  
Mechanical Properties;  
Hot Pressing

## 1. Giriş

Motorlu taşıt emisyonları insan sağlığı ve çevre atmosferi açısından ciddi sorunlar ihtiva etmektedir. Özellikle karbondioksit (CO<sub>2</sub>) salınımı sera gazı etkisine yol açarak küresel ısınma ve iklim değişikliği gibi önemli problemlere neden olmaktadır. Otomobillerde CO<sub>2</sub> yayılımı aerodinamik yapı, silindir hacmi, motor, dişli ve lastiklerdeki sürtünmeler gibi birçok faktör tarafından etkilenmesine karşın temel etken taşıt ağırlığıdır. Araçlarda kütle azaltımı ile hem CO<sub>2</sub> oluşumu hem de diğer kirletici unsunlar en aza indirgenebilir. Düşük yoğunluk, yüksek özgül mukavemet, kolay geri kazanım ve mükemmel sönümleme kapasitesi gibi karakteristikleri ile ön plana çıkan magnezyum otomobillerin temel sistem ve bileşenlerinde geleneksel malzemelerin yerine tercih edilerek ağırlıkta önemli kazanımlar sağlayabilir. Magnezyumun araçlarda konsol dayanağı, radyo kutusu, ayna braketleri ve torpido kapağı gibi uygulamaları bulunmasına rağmen oda sıcaklığı zayıf süneklik, düşük elastik modül, yetersiz sürünme direnci ve kötü korozyon dayanımı gibi dezavantajları demir, çelik ve alüminyuma göre kullanımını oldukça kısıtlamaktadır (Kelen 2014, 2021). Bu malzemelerin düşük mekanik özelliklerini iyileştirmek için partikül ya da tel biçiminde SiC, TiC, B<sub>4</sub>C, TiB<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CNT, Cu, TiNi ve Ni takviye elemanları çoğunlukla sarf edilmiştir. SiC, TiC, B<sub>4</sub>C, TiB<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CNT ve Cu ile güçlendirilmiş kompozitlerin elastisite modülü ve akma mukavemetleri yüksek olmasına rağmen süneklik değerlerinin son derece düşük olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca ara yüzeyde oluşan gevrek yapıdaki intermetalikler ve yetersiz ıslatılabilirlikten dolayı zayıf bağ teşekkülü mikroyapıda gözenek oluşumuna yol açarak sünekliğin yanı sıra diğer mekanik özellikleri de olumsuz etkilediği saptanmıştır (Chawla 2012, Ceschini *et al.* 2017, Nguyen and Gupta 2010, Meher *et al.* 2022, Yang *et al.* 2022). TiNi kullanımında sünekliğin iyileştiği, artan takviye oranlarında ise azaldığı belirtilmiştir. Bu takviye materyalinin bilhassa, yüksek sıcaklık mekanik özellikleri üzerinde, kelen (2018), kelen vd. (2018) olumlu etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir.

Fakat yüksek maliyeti nedeni ile pek fazla tercih edilmemektedir (Yan and Li 2005, Esen 2011, 2012, Aydoğmuş 2015). Mükemmel süneklik, yüksek tokluk, kolay şekillendirebilirlik, iyi korozyon direnci ve yüksek elastik modül gibi üstün özelliklerinden dolayı otomotiv endüstrisinde yaygın olarak kullanılan nikel ile yapılan takviyelerde ise az miktarda ilave edilmesi durumunda sünekliğin iyileştiği, artan güçlendirici oranlarında süneklikteki düşüşün az olduğu belirtilmiştir. Bu kompozitlerin kırılmadan önce plastik deformasyon davranışı sergilediği, kırılma yüzeylerinin mat ve pürüzlü olduğu saptanmıştır. Bunların yanı sıra çatlak husulünün sadece iri tanelerde gözlemlendiği, ara yüzeyde iyi bir bağın meydana geldiği ve yüksek gerilme değerlerinde yükün matristen güçlendiriciye etkin biçimde aktarıldığı belirtilmiştir. Diğer taraftan elastik modül, akma mukavemeti, çekme dayanımı ve sertlik gibi diğer mekanik özelliklerde de önemli iyileşmeler olduğu vurgulanmıştır (Hassan and Gupta 2002a, 2002b, Hwang *et al.* 2008, Scharf *et al.* 2009, Singh *et al.* 2010, Gopagoni *et al.* 2011, Anand 2012, Hassan *et al.* 2015, Olalekan *et al.* 2021, Kelen 2023a, 2023b).

Mevcut çalışmada saf magnezyum tozlar, nikel partiküller ile farklı hacimsel oranlarda takviye edilerek tek eksenli sıcak presleme tekniği ile üretilmiştir. Toz metalürjisi yöntemlerinden biri olan sıcak presleme gerek sıcak izostatik presleme gerekse de kıvılcımlı sinterlemeye göre ilk kurulum ve işletme giderleri açısından daha verimli bir imalat tekniğidir. Ayrıca eş zamanlı olarak ısıtma ve pres tatbikine imkan tanıdığından klasik sinterlemeye nazaran çok daha ekonomik bir proses olup, malzemelerin porozitesiz olarak daha düşük sıcaklıklarda, daha kısa sürelerde ve daha az enerji tüketerek imal edilmesine olanak sağlamaktadır (Zhou and Sun 2000, Wang *et al.* 2002). Kompozit malzemelerin mikroyapıları ve akma mukavemeti, basma dayanımı ve süneklik gibi mekanik özellikleri karakterize edilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

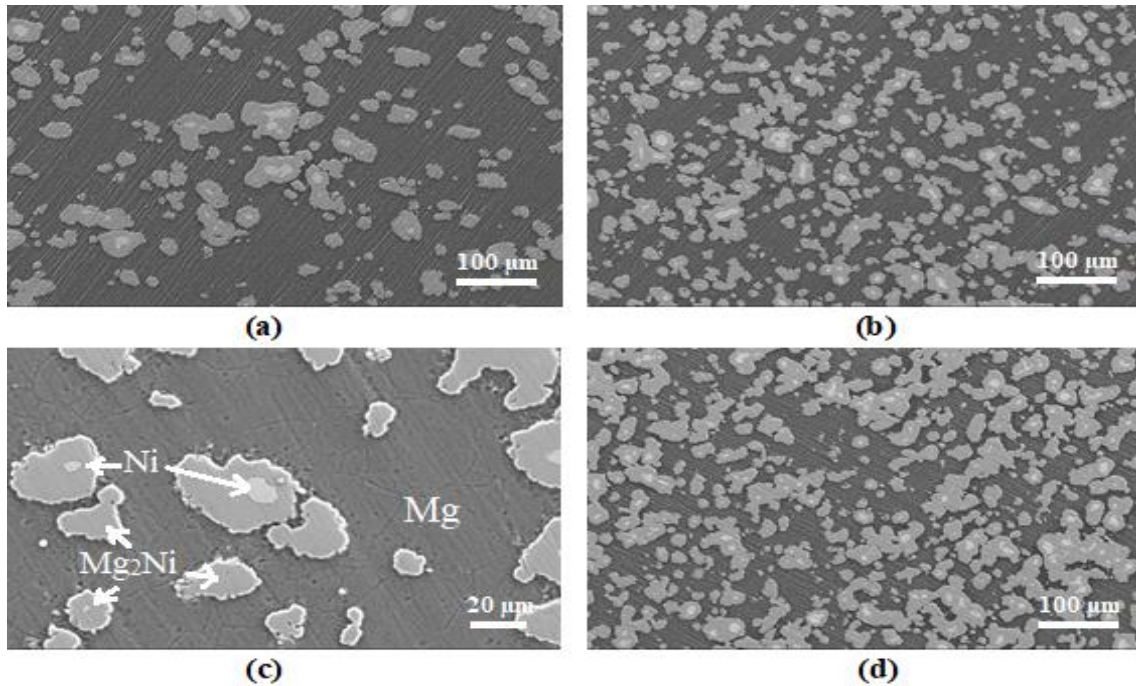
Toz metalürjisi yöntemlerinden tek eksenli sıcak presleme metodu ile magnezyum matrisli kompozit malzemeler nikel mikro partiküller ile hacimsel

olarak %0, %5, %7,5 ve %10 oranlarında takviye edilerek başarılı bir şekilde üretilmiştir. Matris ve takviye tozlar Nanografi A.Ş.'den (Türkiye) satın alınmıştır. Metalik partiküllerin saflıkları, tedarikçi şirket tarafından en az %99 olarak belirtilmiştir. Magnezyum ve nikel mikro partiküller ifade edilen oranlarda seramik bir kap içerisinde manuel olarak 10 dk karıştırıldıktan sonra silindirik grafit kalıplarda inert atmosferde 500°C sıcaklıkta, 50 MPa basınç altında 1 saat süre ile sinterlenmiştir. Mikroyapısal analizler ve mekanik testlerde kullanılmak üzere referans ve kompozit malzemelerden tel erozyon yöntemi ile 5X5X10 mm<sup>3</sup> boyutlarında numuneler elde edilmiştir. Metalografik hazırlamadan sonra numuneler etil alkol içerisinde 5 dakika ultrasonik temizleme işlemine tabi tutulmuştur. Referans ve kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri Arşimet metodu ile ölçülmüş, bunun için, hassas analitik terazi ve yoğunluk kitinden faydalanılmıştır. Başlangıç tozlarında ve imal edilen tüm malzemelerde bulunan fazları saptamak için X-ışını kırınım (XRD) analizleri PANalytical marka Empyrean model Cu-K $\alpha$  ışınımlı difraktometre cihazda yapılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri Zeiss Sigma 300 model cihaz ile hem parlattılmış hem de dağlanmış numunelerde gerçekleştirilmiştir.

%5 nital solüsyonu dağlama için kullanılmış, dağlama süre, 2 dakika olarak uygulanmıştır. Mekanik basma deneyleri, 30 kN sığalı, 750 Watt kapasiteli ve dakikada 0.2 mm test hızına sahip cihaz ile yapılmıştır.

### 3. Bulgular ve Tartışma

Nikel mikro partiküller ile takviye edilmiş magnezyum matrisli kompozit malzemelerin teorik yoğunlukları karışım kuralından hesaplanmıştır. Üretilen tüm numunelerde yaklaşık olarak tam yoğunluğa ulaşılmış ve gözenek içermedikleri tespit edilmiştir. Şekil 1'de verilen SEM analizleri bu durumu doğrular niteliktedir. Saf magnezyum numune sadece  $\alpha$ -Mg tanelerinden meydana gelmekte ve taneler uygulanan yüke dik bir doğrultuda yönelime sahiptir. Kompozit malzemelerde ise nikel mikro partiküllerin yapı içerisinde homojen bir dağılım sergilediği ve matris fazın tane sınırlarında yer aldığı gözlenmiştir. Takviye tozların çok iyi sinterlendikleri, aralarındaki birkaç mikron boyuttaki çok küçük boşlukların dahi magnezyum tozları ile dolduğu ve ana faz ile porozitesiz bir ara yüzey meydana getirdiği saptanmıştır (Şekil 1c).

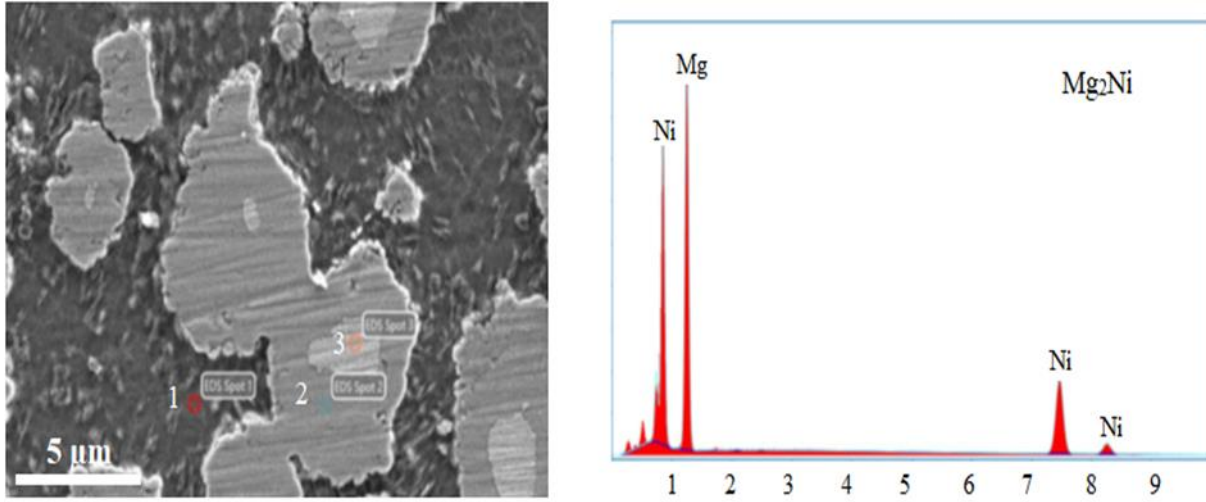


Şekil 1. Kompozit malzemelerin SEM görüntüleri, (a) Mg-%5Ni, (b-c) Mg-%7.5Ni ve (d) Mg-%10Ni



Şekil 2’de maksimum oranda takviye içeren kompozit malzemeye ait noktasal EDS analizi görülmektedir. Bu analizlerde farklı bölgelerde gerçekleştirilen incelemelerde matris ve takviye fazlarına ilaveten  $Mg_2Ni$  fazı da (2 nolu nokta) gözlenmiştir. Kompozit malzemeler tamamen katı fazda sinterlendiği için intermetalik bileşiğin oluşumu beklenmemektedir. Fakat Mg-Ni ikili faz diyagramı detaylı olarak tetkik edildiğinde  $Mg_2Ni$  fazının meydana gelme nedeni anlaşılmaktadır. Denge diyagramında da görülebileceği üzere üretim sıcaklığı ( $500^\circ C$ ), ötektik reaksiyon

sıcaklığına ( $506^\circ C$ ) oldukça yakındır. Bu sebeple  $Mg_2Ni$  bileşiğin teşekkülü son derece olağan olarak değerlendirilmektedir. Literatürde intermetalik fazın ötektik noktanın altındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilen katı faz üretimlerinde meydana geldiği rapor edilmektedir (Shao et al. 2003a, Shao et al. 2003b, Ueda et al. 2005, Iturbe-García et al. 2010, Shao et al. 2013, Wen et al. 2020, Kelen 2023a). Bu fazın varlığı XRD analizleriyle de doğrulanmıştır. 1 (koyu gri renkli) ve 3 (açık gri renkli) nolu noktalar ise sırası ile matris ve takviye fazlarından oluşmaktadır.

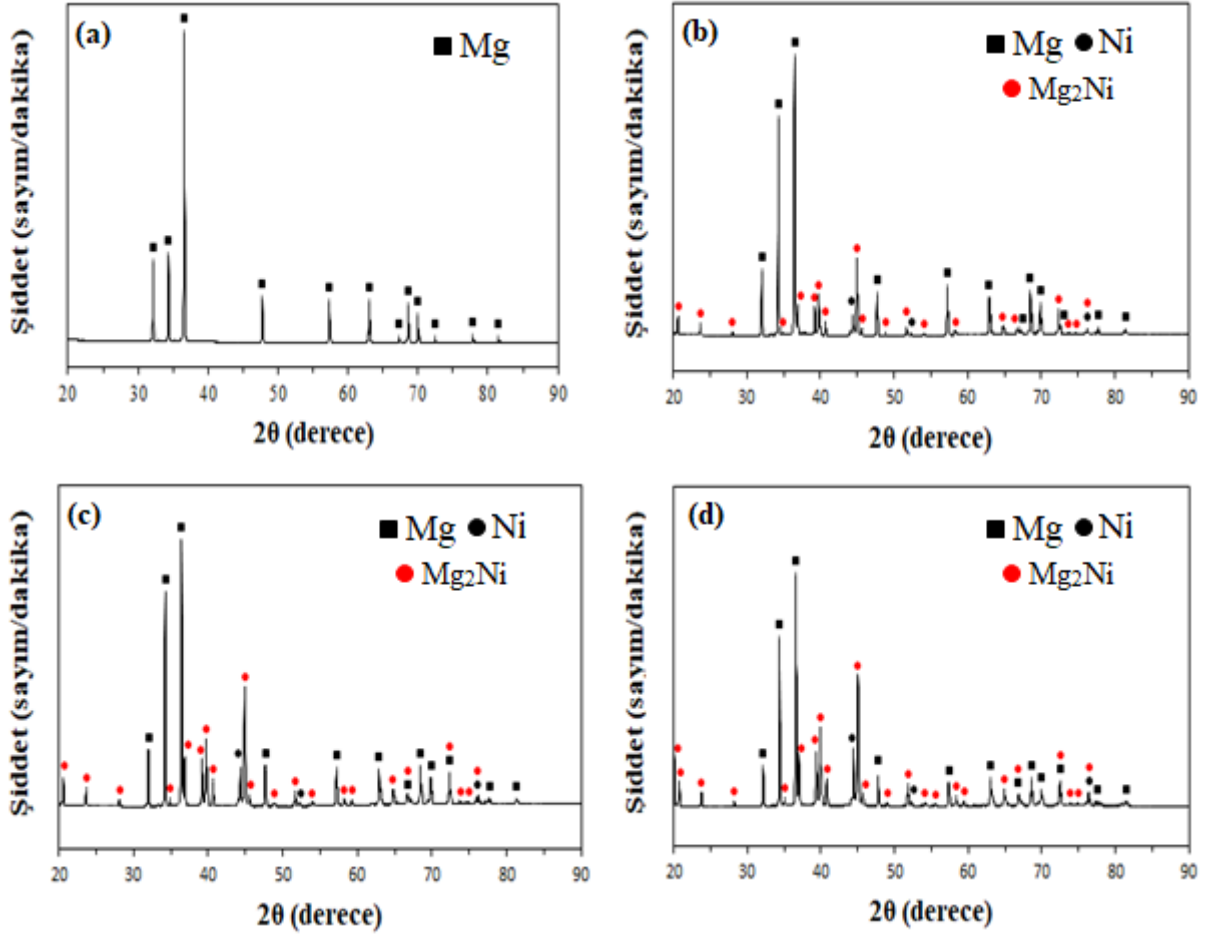


Element	1		2		3	
	Ağırlık (%)	Atomik (%)	Ağırlık (%)	Atomik (%)	Ağırlık (%)	Atomik (%)
Mg	97.95	99.14	39.64	61.33	1.73	4.07
Ni	2.05	0.86	60.36	38.67	98.27	95.93

Şekil 2. Maksimum oranda takviye içeren kompozit malzemeye ait noktasal EDS analizi

Şekil 3’te üretilen tüm numunelerin XRD desenleri verilmiştir. Referans numune başlangıç tozu ile aynı fazı içerirken kompozit malzemeler Mg, Ni ve  $Mg_2Ni$  fazlarından oluşmaktadır. Takviye fazına ait (111), (200) ve (220) ana pikler tüm kompozitlerde gözlenmiş, şiddetleri artan güçlendirici miktarı ile birlikte artmıştır.  $Mg_2Ni$  intermetalik piklerin ise çalışılan tüm oranlarda standart pikler (JCPDS Kart No:75–1250) ile birebir örtüştüğü tespit edilmiştir. Bu faza ait  $2\theta:32,108$ ,  $2\theta:63,096$ ,  $2\theta:67,035$ ,  $2\theta:68,558$ ,  $2\theta:69,871$  derecelerdeki pikler

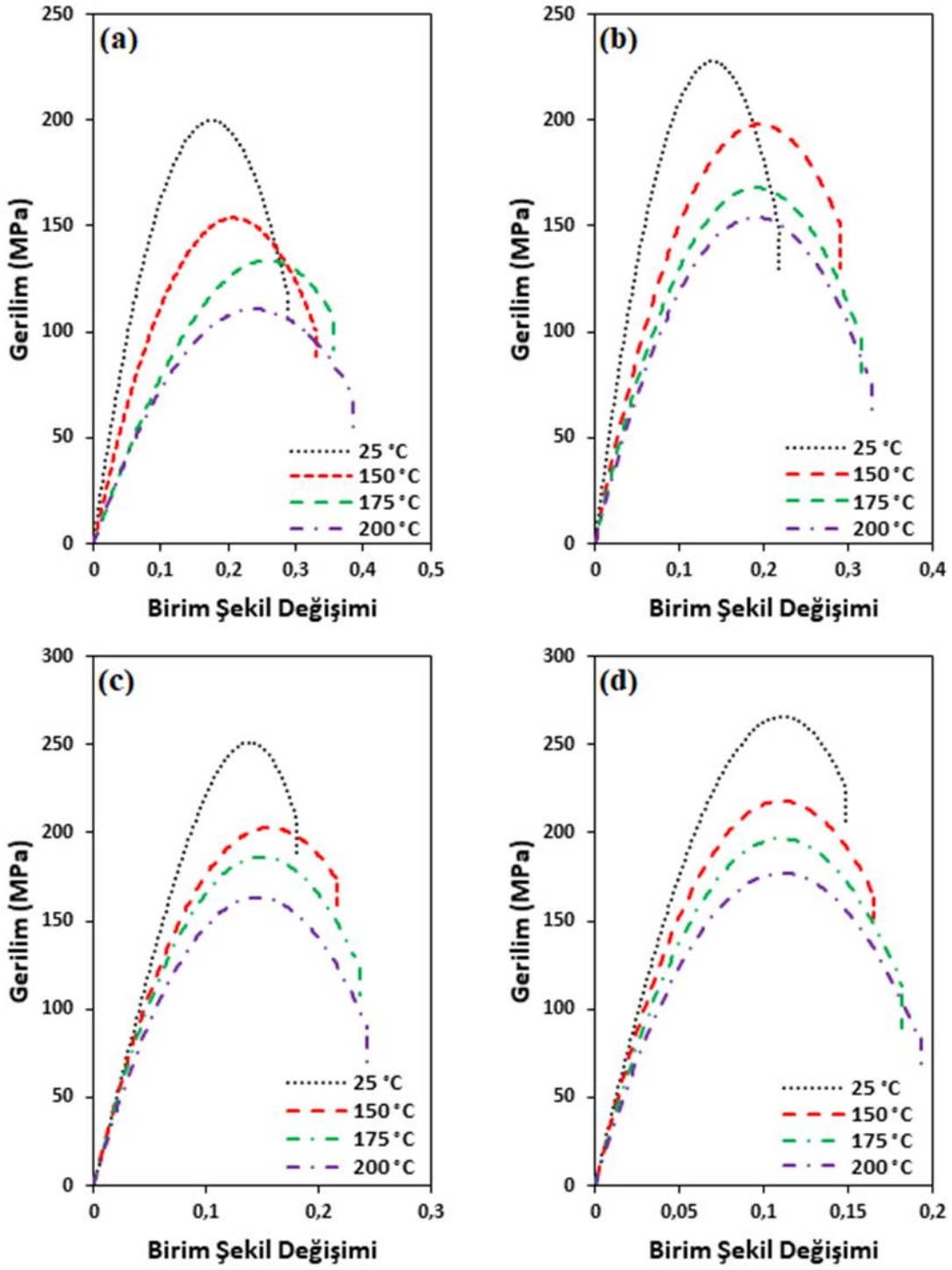
magnezyumun  $2\theta:32,161$ ,  $2\theta:63,174$ ,  $2\theta:67,113$ ,  $2\theta:68,584$ ,  $2\theta:69,976$  derecedeki pikleri tarafından perdelenmektedir.  $2\theta:52,200$  ve  $2\theta:76,383$  derecedeki pikleri ise nikelin  $2\theta:51,847$  ve  $2\theta:76,3$  derecedeki pikleri ile çakışmaktadır. Diğer taraftan  $2\theta:72,707$  derecedeki piki magnezyumun  $2\theta:72,523$  derecedeki pikini  $2\theta:45,160$  derecedeki piki ise nikelin  $2\theta:44,566$  derecedeki pikini perdelemiştir. Dolayısıyla bu piklerin matris/takviye ve intermetalik bileşik fazlarına ait olduğu açık bir şekilde anlaşılmaktadır.



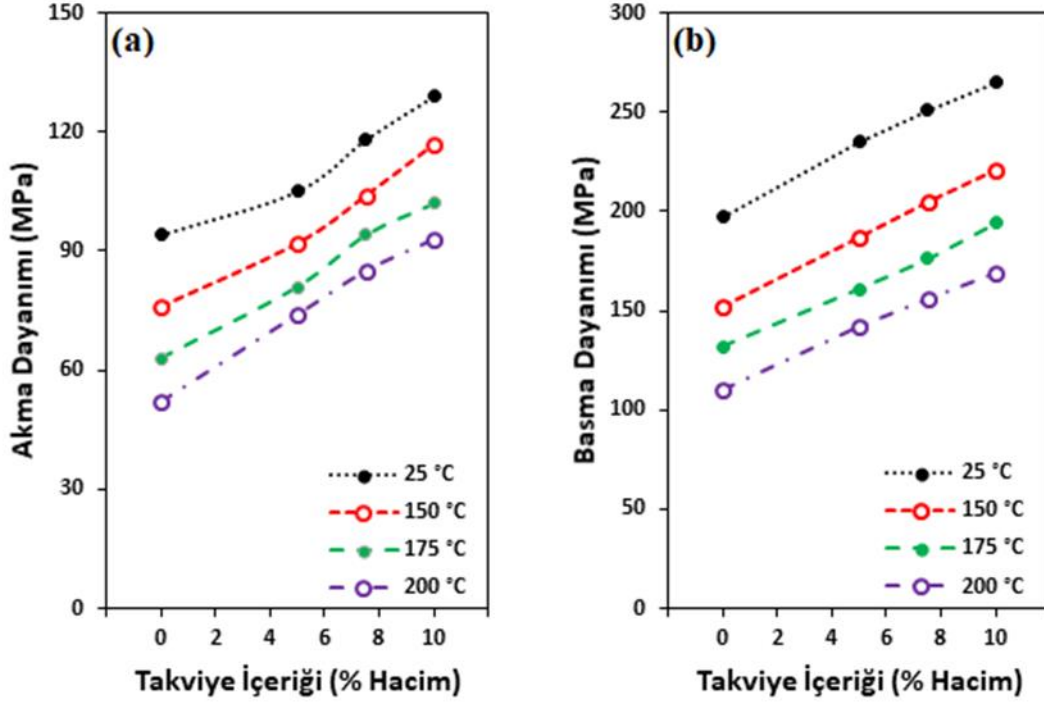
Şekil 3. Matris malzemesi ve kompozitlere ait XRD analizleri (a) Saf Mg, (b) Mg-%5Ni, (c) Mg-%7.5Ni, (d) Mg-%10Ni

Şekil 4'te referans ve kompozit malzemelerin oda sıcaklığında ve 150°C, 175°C ve 200°C sıcaklıklarda gerçekleştirilen mekanik basma deneylerin gerilim - birim şekil değişimi eğrileri verilmiştir. Üretilen tüm numunelerde akma ve basma dayanımlarının artan sıcaklıkla birlikte azaldığı tespit edilmiştir. Diğer taraftan süneklik değerlerinin ise sıcaklıkla arttığı saptanmıştır. Yüksek sıcaklıklarda da benzer durum gözlenmiş ve gerinim değerlerinin birbirine oldukça yakın olduğu belirlenmiştir. Saf magnezyuma nikel ilavesinin akma dayanımı, basma mukavemeti ve süneklik gibi mekanik özellikler üzerindeki etkisi Şekil 5'te ve Çizelge 1'de verilmiştir. Matris malzemesinin oda sıcaklığı akma ve basma dayanımları sırası ile 94 MPa ve 197 MPa iken %5Ni ilave edilmesi durumunda 105 MPa ve 235 MPa değerlerine %10Ni eklenmesi halinde ise 129 MPa ve 265 MPa seviyelerine çıktığı görülmüştür. Nikel ilavesi saf magnezyumun akma ve basma dayanımlarında sırasıyla ortalama %37 ve %35 düzeylerinde iyileşme sağlamıştır. 150°C'de akma

mukavemetinin 76 MPa'dan 117 MPa değerine, 175°C'de 63 MPa'dan 102 MPa seviyesine ve 200°C'de ise 52 MPa'dan 93 MPa düzeyine çıktığı görülmüştür. Bu sıcaklıklardaki akma dayanımı değerlerinde sırası ile %54, %62 ve %79 oranında artışlar gözlenmiştir. Basma mukavemetinde ise aynı sıcaklıklarda sırası ile %45, %47 ve %54 miktarında iyileşmeler saptanmıştır. Süneklik değerlerinde matris malzemesine maksimum takviye ilave edilmesi durumunda %28,70'ten %14,96'a düştüğü tespit edilmiştir. Saf magnezyum numunede artan sıcaklıkla birlikte süneklik değerlerinde ciddi artışlar gözlenirken kompozit malzemede artışların sınırlı olduğu belirlenmiştir. Örneğin %7,5Ni ihtiva eden kompozit numunelerin ~25°C, 150°C, 175°C ve 200°C'deki süneklik değerleri sırası ile %18,93, %20,97, %23,29 ve %24,92 olarak ölçülmüştür. Takviye materyali saf magnezyumun sünekliğinde ciddi bir düşüşe neden olmaz iken akma ve basma mukavemetlerinde önemli iyileşmeler sağlamıştır.



Şekil 4. Matris malzemesi ve kompozitlerin güçlendirici içeriğine bağlı farklı sıcaklıklardaki gerilim-birim şekil değişimleri (a) Saf Mg, (b) Mg-%5Ni, (c) Mg-%7.5Ni, (d) Mg-%10Ni



Şekil 5. Takviye materyalinin kompozitlerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisi

(a) Akma mukavemeti, (b) Basma dayanımı

Çizelge 1. Referans ve kompozit malzemelerin oda ve yüksek sıcaklıklardaki mekanik özellikleri

Sıcaklık (°C)	Takviye oranı (% hacim)	Akma dayanımı (MPa)	Basma dayanımı (MPa)	Süneklik (%)
25 °C	0	94	197	28.70
	5	105	235	23.65
	7.5	118	251	18.93
	10	129	265	14.96
150 °C	0	76	152	32.94
	5	92	187	29.21
	7.5	104	205	20.97
	10	117	221	17.14
175 °C	0	63	132	35.11
	5	81	161	31.55
	7.5	94	176	23.29
	10	102	194	18.44
200 °C	0	52	110	38.71
	5	74	142	33.22
	7.5	85	156	24.92
	10	93	169	19.67

Mekanik basma testlerinde tüm kompozitlerin referans malzeme, saf magnezyuma, kıyasla daha yüksek dayanım değerlerine sahip olduğu görülmüştür. İmal edilen numuneler akma

mukavemeti, basma dayanımı ve süneklik gibi mekanik özellikleri ile otomobillerin iç donanım, karoseri, şasi, güç aktarma organları ve araç ön alanı gibi ana sistem ve aksamalarında yüksek sıcaklık ve

gerilmelere maruz kalmayan çelik ve alüminyum gibi konvansiyonel malzemelerin yerine tercih edilebilir. Kompozitlerin geleneksel malzemelerin yerine kullanılması ile araç ağırlığında meydana gelecek hafifleme yakıt sarfiyatı ve emisyon kontrolünde önemli iyileşmeler sağlayabilir. Zira üretilen numunelerin minimum ve maksimum takviye oranında sırasıyla 2,10 g/cm<sup>3</sup>- 2,47 g/cm<sup>3</sup> sahip oldukları düşük yoğunluk değerleri çelik ( $\rho=7,86$  g/cm<sup>3</sup>) ve alüminyuma ( $\rho=2,71$  g/cm<sup>3</sup>) kıyasla önemli bir avantaj teşkil etmektedir. Böylece otomobillerde hafif malzeme içeriği artırılarak yakıt sarfiyatı ve yanma sonu açığa çıkan egzoz emisyonlarının minimize edilmesinin yanı sıra ivmelenme, frenleme ve manevra kabiliyetleri de geliştirilebilir.

#### 4. Sonuç

Magnezyum matrisli kompozit malzemeler toz metalürjisi metotlarından tek eksenli sıcak presleme tekniği kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir. Otomobillerde hafif malzeme içeriğini artırmak amacıyla geliştirilen kompozitlerin mikroyapı ve mekanik özelliklerinin karakterizasyonu neticesi aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Kompozitlerde üretim parametrelerinin optimizasyonu ile tüm numunelerde hemen hemen tam yoğunluğa ulaşılmış ve gözenek içermedikleri belirlenmiştir.
- Morfolojik incelemelerde güçlendirici materyalinin içyapıda homojen dağıldığı ve ana faz ile porozitesiz bir ara yüzey meydana getirdiği saptanmıştır.
- Mikroyapısal incelemelerde matris ve takviye fazlarına ilaveten Mg<sub>2</sub>Ni fazı da tespit edilmiştir. Bu faz, ayrıca, XRD analizlerinde de gözlenmiştir.
- Takviye materyali saf magnezyumun akma mukavemeti ve basma dayanımında sırası ile %37 ve %35 oranında iyileşmeler sağladığı görülmüş, süneklik değerlerinde ise ciddi bir azalmaya neden olmamıştır.
- Mekanik testlerde kompozit numunelerin referans malzeme, saf magnezyuma, kıyasla daha yüksek dayanım değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir.

- Kompozit numunelerin mekanik özellikleri ve düşük yoğunlukları ile otomotiv ve endüstride kullanılan alışlagelmiş malzemelere önemli bir alternatif teşkil ettiği görülmüştür.

#### Teşekkür

Bu çalışma Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından FHD-2022-10019 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

#### 5. Kaynaklar

- Anand, T.J.S., 2012. Nickel as an alternative automotive body material. *J. Mech. Eng*, **2**, 187-197.
- Aydogmus, T., 2015. Processing of interpenetrating Mg-TiNi composites by spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering: A*, **624**, 261-270.
- Borkar, T., Mohseni, H., Hwang, J., Scharf, T. W., Tiley, J. S., Hong, S. H., Banerjee, R., 2015. Excellent strength-ductility combination in nickel-graphite nanoplatelet (GNP/Ni) nanocomposites. *Journal of Alloys and Compounds*, **646**, 135-144.
- Chawla, K.K., 2012. Composite materials: science and engineering, Springer Science & Business Media, 3-250.
- Ceschini, L., Dahle, A., Gupta, M., Jarfors, A.E.W., Jayalakshmi, S., Morri, A., Singh, R.A. 2017. Aluminum and magnesium metal matrix nanocomposites, Springer, 1-151.
- Esen, Z., 2012. The effect of processing routes on the structure and properties of magnesium-TiNi composites. *Materials Science and Engineering: A*, **558**, 632-640.
- Gopagoni, S., Hwang, J. Y., Singh, A. R. P., Mensah, B. A., Bunce, N., Tiley, J., Banerjee, R., 2011. Microstructural evolution in laser deposited nickel-titanium-carbon in situ metal matrix composites. *Journal of Alloys and Compounds*, **509(4)**, 1255-1260.
- Hassan, S.F., Gupta, M., 2002a. Development of a novel magnesium/nickel composite with improved mechanical properties. *Journal of alloys and compounds*, **335(1-2)**, L10-L15.

- Hassan, S.F., Gupta, M., 2002b. Development of high strength magnesium based composites using elemental nickel particulates as reinforcement. *Journal of Materials Science*, **37(12)**, 2467-2474.
- Hassan, S.F., Nasirudeen, O.O., Al-Aqeeli, N., Saheb, N., Patel, F., Baig, M.M.A., 2015. Magnesium–nickel composite: Preparation, microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, **646**, 333-338.
- Iturbe-García, J. L., García-Núñez, M.R., López-Muño, B.E., 2010. Synthesis of the Mg<sub>2</sub>Ni alloy prepared by mechanical alloying using a high energy ball mill. *Journal of the Mexican Chemical Society*, **54(1)**, 46-50.
- Kelen, F., 2014. Motorlu taşıt emisyonlarının insan sağlığı ve çevre üzerine etkileri. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **19(1-2)**, 80-87.
- Kelen, F., 2018. TiNi ile takviye edilmiş Mg/AZ91 matrisli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 197.
- Kelen, F., 2023a. Novel Magnesium Matrix Hybrid Composites Manufactured Through Powder Metallurgy Technique. *Materials Today Communications*, 106348.
- Kelen, F., 2023b. Fabrication, microstructure and mechanical properties of novel titanium and nickel micro-particulates reinforced AZ91D magnesium alloy metal matrix hybrid composites, *Journal of Alloys and Compounds*, 171999.
- Kelen, F., Gavgali, M., Aydogmus, T., 2018. Microstructure and mechanical properties of a novel TiNi particulate reinforced AZ91 metal matrix composite. *Materials Letters*, **233**, 12-15.
- Kelen, F., 2021. Magnezyum ve alaşımlarının otomotiv endüstrisindeki önemi ve uygulamaları. *Journal of the Institute of Science and Technology*, **11(1)**, 548-562.
- Meher, A., Mahapatra, M.M., Samal, P., Vundavilli, P.R. 2022. A review on manufacturability of magnesium matrix composites: Processing, tribology, joining, and machining, *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, **39**, 134-158.
- Nguyen, Q.B., Gupta, M., 2010. Enhancing mechanical response of AZ31B using Cu+ nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition, *Materials Science and Engineering, A*, **527(6)**, 1411-1416.
- Olalekan, O.N., Abdul Samad, M., Hassan, S.F., Elhady, M.M.I., 2021. Tribological evaluations of spark plasma sintered Mg–Ni composite. *Tribology-Materials, Surfaces & Interfaces*, 1-9.
- Scharf, T.W., Neira, A., Hwang, J.Y., Tiley, J., Banerjee, R., 2009. Self-lubricating carbon nanotube reinforced nickel matrix composites. *Journal of applied physics*, **106(1)**, 013508.
- Shao, H., Liu, T., Li, X., Zhang, L., 2003a. Preparation of Mg<sub>2</sub>Ni intermetallic compound from nanoparticles. *Scripta Materialia*, **49(6)**, 595-599.
- Shao, H., Liu, T., Li, X., 2003b. Preparation of the Mg<sub>2</sub>Ni compound from ultrafine particles and its hydrogen storage properties. *Nanotechnology*, **14(3)**, L1.
- Shao, H., Xin, G., Li, X., Akiba, E., 2013. Thermodynamic property study of nanostructured mg-H, mg-Ni-H, and mg-cu-H systems by high pressure DSC method. *Journal of Nanomaterials*, 2013.
- Singh, A.R.P., Hwang, J.Y., Scharf, T.W., Tiley, J., Banerjee, R. 2010. Bulk nickel–carbon nanotube nanocomposites by laser deposition. *Materials Science and Technology*, **26(11)**, 1393-1400.
- Trojanová, Z., Gärtnerová, V., Jäger, A., Námešný, A., Chalupová, M., Palček, P., Lukáč, P., 2009. Mechanical and fracture properties of an AZ91 Magnesium alloy reinforced by Si and SiC particles, *Composites Science and technology*, **69(13)**, 2256-2264.
- Ueda, T.T., Tsukahara, M., Kamiya, Y., Kikuchi, S. 2005. Preparation and hydrogen storage properties of Mg–Ni–Mg<sub>2</sub>Ni laminate composites. *Journal of Alloys and Compounds*, **386(1-2)**, 253-257.
- Yan, B., Li, G., 2005. Mg alloy matrix composite reinforced with TiNi continuous fiber prepared by ball-milling/hot-pressing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **36(11)**, 1590-1594.

- Yang, H., Chen, X., Huang, G., Song, J., She, J., Tan, J., Pan, F., 2022. Microstructures and mechanical properties of titanium-reinforced magnesium matrix composites: Review and perspective, *Journal of Magnesium and Alloys*, **10**, 2311-2323.
- Zhou, Y., Sun, Z., 2000. Temperature fluctuation/hot pressing synthesis of  $Ti_3SiC_2$ . *Journal of Materials Science*, **35(17)**, 4343-4346.
- Wang, W., Fu, Z., Wang, H., Yuan, R., 2002. Influence of hot pressing sintering temperature and time on microstructure and mechanical properties of  $TiB_2$  ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, **22(7)**, 1045-1049.
- Wen, J., de Rango, P., Allain, N., Laversenne, L., Grosdidier, T., 2020. Improving hydrogen storage performance of Mg-based alloy through microstructure optimization. *Journal of Power Sources*, **480**, 228823.



# Jenerik Katı Bir Füze Kanat Geometrisinin Doğal Frekans Değerlerinin Çok Amaçlı Geometrik Optimizasyonu

Ceyhun TOLA<sup>1\*</sup>, Ukte AKSEN<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Aselsan A.Ş, Mikroelektronik Güdüm ve Elektro-Optik Sektör Başkanlığı, Ankara.

<sup>2</sup>İstanbul Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Uçak ve Uzay Mühendisliği Doktora Programı, İstanbul

Sorumlu yazar e-posta: ctola@aselsan.com.tr\* ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-9056-0543>

uaksen@aselsan.com.tr ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0002-6202-9816>

Geliş Tarihi: 25.11.2022

Kabul Tarihi: 18.09.2023

## Öz

Havadan karaya füze sistemlerini uzak mesafeden hedefe göndermek, taarruz eden hava platformunun düşman unsurlarına mümkün olduğunca daha uzak kalmasını sağlamak açısından kritik öneme sahiptir. Bu bağlamda, hâlihazırda kullanımda olan kanatsız mühimmatlar için kanat kitlerinin geliştirilmesi önem kazanmıştır. Geliştirilen kanat kitleri, aerodinamik performans bakımından tatmin edici sonuçlar sunmalı, uçuş sırasında karşılaşılabilecek en kritik yüklerle dayanmalı ve kanadın en düşük doğal frekans değeri kuyruk kontrolcüsünün manevra ve denge sağlama amacıyla uyguladığı müdahale frekansından daha yüksek olmalıdır. Çalışma kapsamında, içi dolu metalik bir jenerik füze kanadının çok amaçlı geometrik optimizasyonu parçacık sürü optimizasyonu yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sonlu elemanlar analizleri, Abaqus yazılımında parametrik model oluşturmak ve çözüm gerçekleştirmek amacıyla hazırlanan Python kodu yardımıyla gerçekleştirilmiş; optimizasyon akışı ve çözümleri ise ModeFrontier yazılımında yürütülmüştür. Kanat açıklığı boyunca kanadın kök, ara ve uç kesitinde kullanılan kanat profilleri, kanat profil değişiminin gerçekleştiği ara kesitin köke olan mesafesi, uç ve ara kesitteki veter uzunlukları, kökten ara kesite ve ara kesitten kanat ucuna olan ok açıları optimizasyon değişkenleri olarak belirlenmiştir. Optimizasyon kapsamında, kanat alanının ve doğal titreşim analizleri sonucunda elde edilen birinci moda ait doğal frekans değerinin maksimize edilmesi, kanat kütlelerinin ise minimize edilmesi hedeflenmiştir. Kanadın yeterli taşıma kuvvetini oluşturabilmesi için gerekli minimum kanat alanı kısıt olarak tanımlanmıştır. Ayrıca kökten uca doğru kanat profillerinin sabit kalması ya da doğrusal olarak incilmesi ve sivrilmesini sağlayacak kısıtlar tanımlanmıştır. Optimizasyon sonucunda 1897 adet uygulanabilir, 1107 adet kısıtları ihlal eden ve dolayısıyla uygulanamayan çözüm elde edilmiştir. Son olarak, girdi parametrelerinin kanadın birinci titreşim modunun doğal frekans değeri üzerindeki etkileri hassasiyet analizi sonucunda belirlenmiştir.

## Anahtar kelimeler

Çok Amaçlı Kanat Optimizasyonu;  
Parçacık Sürü Optimizasyonu;  
Modal Analiz;  
Sonlu Elemanlar Yöntemi

## Multi-Objective Geometric Optimization of a Generic Solid Missile Wing Based on Modal Analysis

### Abstract

Launching air to surface missiles from an air platform to a target as far distance as possible is critical to keeping the air platform as far away from the enemies as possible. In this context, the development of wing kits for wingless munitions which are currently in use has gained importance. The developed wing kits should provide satisfactory results in terms of aerodynamic performance, should withstand the most critical flight loads, and the lowest natural frequency value of the wing should be higher than the excitation frequency applied by the controller for maneuvering and providing the stability. Within the content of this work, multi-objective geometric optimization of a generic metallic solid missile wing is performed using Particle Swarm Optimization Method. Finite element analyzes are carried out in Abaqus software with the assistance of a Python script prepared to parametrize and to solve the models. Optimization workflow is prepared and solved in ModeFrontier software. The airfoil profiles used in the root, the intermediate and the tip sections of the wing along the wing span, the distance in the spanwise direction between the root and the intermediate section, chord lengths of the root, the intermediate and the tip sections, the sweep angles from the root to the intermediate section and from

### Keywords

Multi-Objective Wing Optimization;  
Particle Swarm Optimization;  
Modal Analysis;  
Finite Element Method

the intermediate section to the wing tip are determined as optimization variables. Within the scope of the optimization process, it is aimed to maximize the natural frequency value of the first mode obtained as a result of the modal analysis, to maximize the wing area, and to minimize the wing mass. The minimum wing area needed to generate a sufficient amount of lift is defined as an optimization constraint. Furthermore, additional optimization constraints which provide either the airfoil profiles taper and get thinner or remain constant through the spanwise direction are defined. As a result of the optimization process, 1897 feasible and 1107 unfeasible designs which violate optimization constraints are obtained. Finally, the effects of the input parameters on the natural frequency value of the first vibration mode of the wing are obtained as a result of sensitivity analysis.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

## 1. Giriş

Günümüzde, gelişmiş hava savunma sistemleri, hava operasyonu gerçekleştiren insanlı ya da insansız hava araçlarının uçuş yapabileceği hava sahasını oldukça sınırlandırmaktadır. Hava operasyonu sırasında taarruz eden hava araçlarının havadan karaya göndermiş oldukları güdümsüz bombaları düşman unsurlarına mümkün olduğunca uzak mesafeden ve güdümlü olarak sevk etmelerini sağlamak amacıyla kanatsız mühimmatlar için düşük maliyetli kanat ve güdüm kitlerinin geliştirilmesi önem kazanmıştır. Şekil 1'de sunulan JDAM (Müşterek Doğrudan Taarruz Mühimmatı, İng. Joint Direct Attack Munition), bahsedilen türde kanatlı güdüm kitine sahip mühimmatlara örnektir (<https://newaltas.com>). Üretim ve montaj maliyetlerini düşürerek kanadın yapısal dayanımını arttırmak amacıyla genellikle bu tür kanat kitlerinde kullanılan metalik kanat geometrilerinin içi doludur.



Şekil 1. JDAM mühimmatı (<https://newaltas.com>)

Tasarlanan kanatların aerodinamik açıdan hedeflenen performansı sağlaması ve yapısal açıdan uçuş yüklerine dayanması gerekmektedir. Buna ek olarak, kanadın doğal titreşim frekansının kuyruk kontrolcüsünün manevra ve denge sağlama

amacıyla uyguladığı müdahale frekansından daha yüksek olması gerekmektedir. Birden fazla tasarım isterinin bulunduğu bu tür problemlerde optimizasyon sürecinin yürütülmesi kritik öneme sahiptir.

Literatürde kanat tasarımı üzerine farklı disiplinlerde çeşitli optimizasyon çalışmaları yürütülmüştür. Ding vd. (2018), suda kullanılan kompozit bir kanatçığın akış kaynaklı titreşimlerden kaynaklı rezonansa uğramasını önlemek amacıyla modal analiz tabanlı bir optimizasyon çalışması yürütmüşlerdir. Hu vd. (2020), kanat yapısındaki elemanların yapısal dayanım ve kütle açısından en uygun özelliklere sahip olmasını sağlamak amacıyla parametrik bir optimizasyon çalışması yapmışlardır. Hanif vd. (2020), cevap yüzeyi yönteminden faydalanarak ticari bir yolcu uçağı kanadının yapısal optimizasyonunu kısa süre içerisinde gerçekleştirmişlerdir. Sarojini ve Mavris, (2021) Varyasyonel Asimptotik Yöntem (İng. Variational Asymptotic Method) kullanarak hibrit-elektrik itki sistemine sahip bir uçağın 3 boyutlu kanat kutusunu 1 boyutlu giriş modeli oluşturarak yapısal açıdan optimize etmişlerdir. Poole vd. (2022), bir kanadın aeroelastik tasarım optimizasyonunu gerçekleştirmişlerdir.

Ancak bu çalışmaların hiçbirinde içi dolu metalik bir güdümlü füze kanadının doğal titreşim frekanslarını maksimize etme ihtiyacı ön planda bulundurulmamıştır. Kanat ön tasarım aşamasındaki çalışmalar göstermiştir ki kanatlı güdüm kitlerinde kullanıma uygun içi dolu metalik kanat geometrilerinde genellikle yapısal dayanım açısından bir sorun yaşanmamakta öte yandan kanat doğal titreşim frekanslarının kuyruk kontrolcüsünün manevra ve denge sağlama

amacıyla uyguladığı müdahale frekansı ile çakışması durumunda istenmeyen titreşimler gözlenmektedir. Bu çalışma kapsamında, Çok Amaçlı Parçacık Sürü Optimizasyonu (İng. Multi-Objective Particle Swarm Optimization, MOPSO) kullanılarak, Al 7075 T6 alaşımından tasarlanan içi dolu çift sivrileme (İng. double taper) ve çift ok açısına (İng. double sweep) sahip jenerik kanat geometrisinin kanat alanının ve doğal titreşim analizleri sonucunda elde edilen birinci moda ait doğal frekans değerinin maksimize edilmesi, kanat kütlelerinin ise minimize edilmesi hedeflenmiştir. Geometrik optimizasyon sürecine dahil edilen 8 optimizasyon değişkeni sırasıyla, kanat açıklığı boyunca kanadın kök, ara ve uç kesitinde kullanılan kanat profilleri, kanat profil değişiminin gerçekleştiği ara kesitin köke olan mesafesi, uç ve ara kesitteki veter uzunlukları, kökten ara kesite ve ara kesitten kanat ucuna olan ok açılarıdır. Ayrıca, kanat kökünden kanat ucuna doğru kanat profillerinin sabit kalmasını ya da doğrusal olarak incelmeleri ve sivrilmesini sağlayacak kısıtlar tanımlanmıştır. Çalışma kapsamında, girdi parametrelerinin kanadın birinci titreşim modunun doğal frekans değeri üzerindeki etkileri hassasiyet analizi sonucunda elde edilmiştir.

Optimizasyon döngüsü ModeFrontier yazılımında, sonlu elemanlar modellerinin hazırlığı ve çözümü ise Abaqus ticari sonlu elemanlar yazılımında yürütülmüştür. Sonlu elemanlar modelini oluşturma ve çözümü adımını parametrik hale getirmek amacıyla bu çalışma kapsamında, Abaqus üzerinde çalıştırılabilen bir Python kodu hazırlanmıştır.

Çalışmanın sonraki bölümlerinde sırasıyla parametrik sonlu elemanlar modeli, optimizasyon döngüsü, optimizasyon sonuçları ve hassasiyet analizinden bahsedilerek genel değerlendirme yapılmıştır.

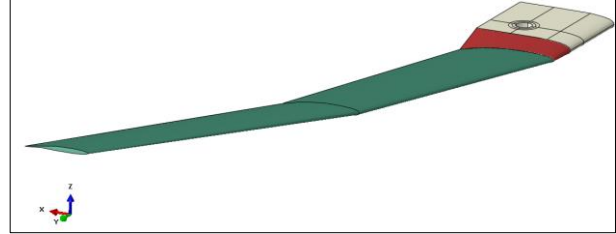
## 2. Parametrik Sonlu Elemanlar Modeli

Parametrik sonlu elemanlar modeli Abaqus ticari yazılımı üzerinde çalışabilen bir Python kodu yazılarak hazırlanmıştır. Bu kod yardımıyla geometri çizilmekte, malzeme özellikleri ve kesitler tanımlanarak ilgili kesitlerin geometriye atanması, kanat ve kulp geometrilerinin montajı, kanat ve kulp geometrileri arasında etkileşimlerin tanımlanması,

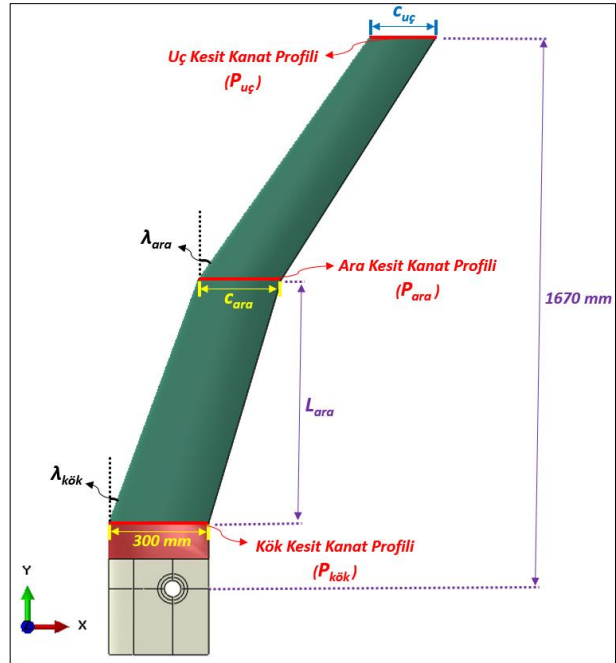
sınır koşullarının atanması, çözüm ağının oluşturulması ve çözüm yapılması adımları otomatik olarak gerçekleştirilmektedir.

### 2.1 Geometri

Optimizasyonu gerçekleştirilecek içi dolu kanat geometrisinin izometrik görünümü Şekil 2'de, üstten görünümü Şekil 3'te gösterilmiştir.



Şekil 2. Kanadın izometrik görünümü

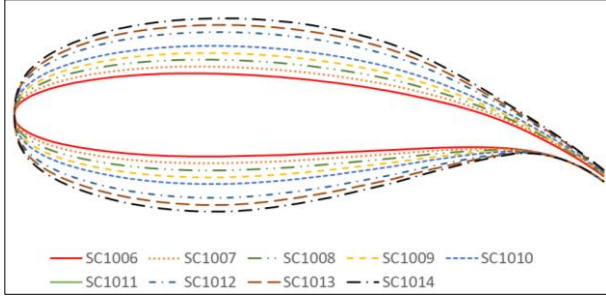


Şekil 3. Kanadın üstten görünümü ve optimizasyon değişkenleri

Kanat geometrisi 3 ana bölümden oluşmaktadır. Bunlardan ilki taşıma kuvvetinin elde edilmesini sağlayan koyu yeşil renk ile gösterilen kanat bölümü, ikincisi kanadın gövde üzerine sabitlenmesini sağlayan ve bej renk ile gösterilen kulp bölümü, sonuncusu ise kanat ile kulp arasındaki geçişi sağlayan ve kırmızı renk ile gösterilen kulp geçiş parçasıdır.

Şekil 3'ten görüleceği üzere kanadın kök kesitinde ( $P_{kök}$ ), ara kesitinde ( $P_{ara}$ ) ve uç kesitinde ( $P_{uç}$ ) farklı kanat profilleri kullanılabilir. Kanat kesitinde

kullanılabilecek kanat profilleri inceden kalına doğru sırasıyla SC1006, SC1007, SC1008, SC1009, SC1010, SC1011, SC1012, SC1013 ve SC1014 olup bunlar Şekil 4'te gösterilmiştir.



Şekil 4. Optimizasyon sürecine dâhil edilen kanat profilleri

Optimizasyon sürecinde optimizasyon algoritması kök, uç ve ara kanat kesitlerinde bu kanat profilleri içerisinde seçim yapmaktadır. Ayrıca ara kesitin kanat üzerindeki konumu kök kesitine olan mesafe ile belirlenmiş olup Şekil 3'te  $L_{ara}$  ile sembolize edilen bu parametre de optimizasyon değişkeni olarak hesaba katılmıştır.

Kanat kök veter uzunluğu 300 mm ve tek kanat açıklığı da 1670 mm olarak sabit alınmış olup orta kesitteki veter uzunluğu ( $c_{ara}$ ) ile uç kesitteki veter uzunluğu ( $c_{uç}$ ) da optimizasyon değişkeni olarak hesaba katılmıştır. Son olarak, kanat kökündeki ok açısı ( $\lambda_{kök}$ ) ve ara kesitteki ok açısı ( $\lambda_{ara}$ ) parametreleri de optimizasyon değişkeni olarak tanımlanmıştır.

Optimizasyon sürecinden önce tasarlanan ve Şekil 3'te gösterilen başlangıç kanat geometrisine ait tasarım değişkenleri ve bu geometri ile gerçekleştirilen doğal frekans analizleri sonucunda elde edilen ilk titreşim moduna ait doğal frekans değeri Çizelge 1'de sunulmuştur.

## 2.2 Malzeme Özellikleri

Çalışma kapsamında tasarlanan kanat, mekanik özellikleri Çizelge 2'de sunulan Al 7075 T6 alaşımından üretilmektedir.

Çizelge 1. Optimizasyon sürecinden önceki tasarım

Parametre	Değer	Birim
$c_{ara}$	250	mm
$c_{uç}$	200	mm
$L_{ara}$	735	mm
$\lambda_{kök}$	35	°
$\lambda_{ara}$	20	°
Kök Kesit Kanat Profili	SC1012	-
Ara Kesit Kanat Profili	SC1010	-

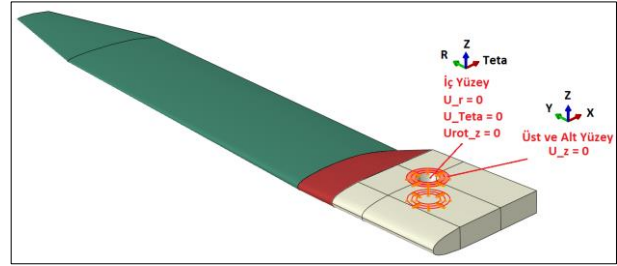
Uç Kesit Kanat Profili	SC1008	-
$S_w$	428250	mm <sup>2</sup>
$f_1$	10.964	Hz
$m_w$	32.864	kg

Çizelge 2. Al 7075 T6 malzemesine ait mekanik özellikler (<https://www.matweb.com>)

Özellik	Değer	Birim
Elastisite Modülü	71.8	GPa
Poisson Oranı	0.33	-
Yoğunluk	2810	kg/m <sup>3</sup>
Akma Dayanımı (24°C'de)	503	MPa

## 2.3 Sınır Koşulları

Kanat, etrafında döneceği mil yuvasının içerisinde, tanımlanan silindirik koordinat sistemine göre radyal, teğetsel yönlerde ötelemeye karşı ve milin dönme eksenini etrafında dönmesini önleyecek şekilde sabitlenmiştir. Ayrıca mil yuvasının üzerinde ve altında rulmanlar tarafından desteklenen yüzeylerden düşey yönünde (z yönünde) sabitlenmiştir. Kanat üzerinde uygulanan sınır koşulları Şekil 5'te gösterilmiştir.



Şekil 5. Kanat üzerine uygulanan sınır koşulları

Şekil 5'te,  $u_z$  z,  $u_r$  radyal,  $u_\theta$  teğetsel yöndeki ötelemeyi;  $u_{rot_z}$  z eksenini etrafındaki dönmeyi temsil etmektedir.

## 2.4 Çözüm Ağı

Katı geometriye ait çözüm ağı ortalama 7 mm kenar boyutuna sahip doğrusal kübik elemanlardan oluşturulmuştur (C3D8I). Örnek çözüm ağı geometrisi Şekil 6'da gösterilmiştir.



Şekil 6. Örnek çözüm ağı geometrisi

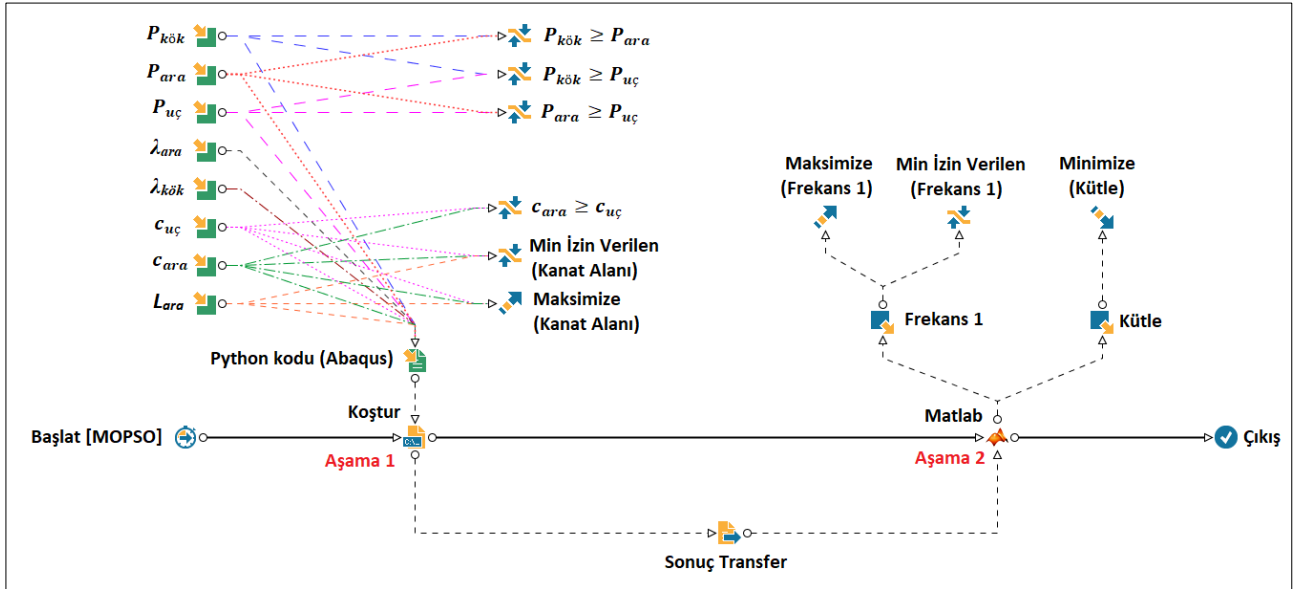
### 3. Optimizasyon Döngüsü

Optimizasyon döngüsü ModeFrontier ticari yazılımında Şekil 7’de gösterildiği gibi kurgulanmıştır.

Döngü, 2 aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamada, 8 adet optimizasyon girdisine ait değerler parametrik Python kodu içerisine yazılarak hazırlanan girdi dosyası komut istemi üzerinden Abaqus ticari yazılımında koşturulmakta; ikinci aşamada ise ilk aşamada elde edilen analiz sonuç dosyaları, çalışma kapsamında hazırlanan Matlab kodu yardımıyla okunarak kanada ait kütle ve ilk moda ait doğal frekans değerleri elde edilmektedir. Çok amaçlı optimizasyon çözümünde lokal minimum noktasına takılmadan yüksek doğrulukta optimum sonuç bulmadaki başarısı sebebiyle Çok Amaçlı Parçacık Sürü Optimizasyonu Algoritması tercih edilmiştir. Bu yöntem, Genetik Algoritma Yöntemi’ne benzerlik göstermekle birlikte genetik değişim (İng. crossover) ve mutasyon parametrelerine sahip olmadığı için hesaplama maliyeti ve karmaşıklığı daha düşük ve buna karşın geniş bir kulvarda yüksek doğrulukta çözümler sağladığı için verimli bir yöntemdir (Montrone vd., 2016).

Çok Amaçlı Parçacık Sürü Optimizasyonu Algoritması Dr. Eberhart and Dr. Kennedy tarafından 1995 yılında kuş sürülerinin veya balık sürülerinin sosyal davranışlarından esinlenerek geliştirilmiş popülasyon tabanlı bir optimizasyon tekniğidir (Kennedy vd., 1995). Bu algoritma kapsamında her bir birey parçacık olarak adlandırılır. Parçacıklardan oluşan popülasyona da sürü adı verilir. Her parçacık optimize edilmiş problemin birer aday çözümünü temsil etmektedir. Hedef, tek amaçlı optimizasyon probleminde sürüdeki en iyi parçacığın; çok amaçlı optimizasyon probleminde sürüdeki en iyi parçacık kümesinin konumlarını belirlemektir.

Çok Amaçlı Parçacık Sürü Optimizasyonu algoritması, parçacık konumlarını bireysel ve global en iyi konumlar temelinde güncelleyerek arama alanında keşif yapar. Parçacıklar bir sonraki konumu geçmiş tecrübelerine ve sürüdeki en iyi bireye dayanarak iyileştirmeye çalışırlar. Ardışık iterasyonlarla, algoritma çelişen hedefler arasında en iyi denge çözümlerini temsil eden bir dizi çözüm olan Pareto-optimal önüne yakınsar ve karar vericilerin tercihlerine göre seçilebilecek bir çözüm kümesi sunar. ModeFrontier kapsamında kullanılan bu algoritma aşağıdaki adımları takip etmektedir (Montrone vd., 2016):



Şekil 7. ModeFrontier ortamında hazırlanan optimizasyon akış şeması

1. Sürü Başlangıç Değerlerini Belirleme: Optimizasyon girdilerinin tanımlanan üst ve alt limitleri dahilinde parçacıklar rastgele bir şekilde

- ya da belirli bir deney tasarım algoritmasına göre (örn: Sobol algoritması) oluşturulur. Her bir parçacığın bir konumu ve hızı vardır.
2. Uygunluk Değerlendirmesi: Her bir parçacığın çok amaçlı hedef fonksiyonlarına dayalı olarak



uygunluğu değerlendirilir. Bu aşama, her bir hedef fonksiyonunun ayrı ayrı değerlendirilmesini içerir.

3. Bireysel En İyinin Güncellenmesi: Parçacıkların, şu ana kadar buldukları en iyi konum ve uygunlukları güncellenir.
4. Global En İyinin Güncellenmesi: Tüm parçacıkların bireysel en iyi konumları dikkate alınarak, global en iyi konum ve uygunluk değeri güncellenir.
5. Hız ve Konum Bilgilerinin Güncellenmesi: Her bir parçacığın hızı ve konumu, bireysel en iyi ve global en iyi konumları kullanılarak güncellenir. Hız, atalet ağırlığı (İng. inertia weight), bilişsel bileşen (İng. cognitive component) ve sosyal bileşen (İng. social component) tarafından hesaplanır.

Çalışma kapsamında kurgulanan optimizasyonun 3 amacı bulunmaktadır. Bunlar, kanat alanının ( $S_w$ ) ve doğal titreşim analizleri sonucunda elde edilen birinci moda ait doğal frekans değerinin ( $f_1$ ) maksimize, kanat kütlelerinin ( $m_w$ ) ise minimize edilmesidir. Optimizasyon amaçları matematiksel olarak (1) numaralı eşitlikte ifade edilmiştir.

$$\max_{s \in S} (S_w) \ \& \ \max_{s \in S} (f_1) \ \& \ \min_{s \in S} (m_w) \quad (1)$$

Çok Amaçlı Parçacık Sürü Optimizasyonu algoritmasında her bir amaç için ayrı amaç fonksiyonları tanımlanır ve bu fonksiyonlar eş zamanlı olarak optimize edilir. Bu nedenle çözümler, baskınlık tanımına (İng. dominance definition) ve dışlama mesafesi stratejilerine (İng. crowding distance strategies) dayanan Pareto baskınlık kriterlerine göre seçilir. Bu konunun detayları (Deb vd., 2002) ve (Marler ve Aurora, 2004) referanslarda sunulmuştur.

Kanadın ilk moduna ait doğal frekans değerinin 17.5 Hz'in üzerinde olması bir gereksinimdir. Bu değerden daha düşük doğal frekans değerine sahip olan kanat tasarımları daha hafif ya da daha büyük kanat alanına sahip olsalar dahi kullanılamazlar. Benzer şekilde, mühimmatın uçabilmesi için gerekli aerodinamik taşıma kuvvetini sağlaması amacıyla bir minimum kanat alanı ( $367500 \text{ mm}^2$ ) belirlenmiş olup bu alanın altındaki tasarımların kullanılması mümkün değildir. Literatürde bu durumun örnekleri mevcuttur: Nikbay ve Acar (2011) tarafından

modeFrontier yazılımı kullanılarak yürütülmüş olan çok amaçlı optimizasyon çalışmasında, bir uçak kanadına ait aeroelastik karasızlık durumu optimize edilmiştir. Bu kapsamda, kanatçık tersliği (İng. control reversal), çırpıntı (İng. flutter) ve diverjans (İng. divergence) hızları hem amaç hem de kısıt olarak kullanılmıştır. Benzer şekilde, Nikbay vd. (2009) tarafından NASA'nın deneysel ARW-2 kanadına ait aeroelastik çok amaçlı çok disiplinli optimizasyon çalışması modeFrontier yazılımı üzerinde modellenerek yürütülmüş olup söz konusu çalışmada da ağırlık ve taşıma gibi bazı optimizasyon çıktıları hem kısıt hem de amaç olarak kullanılmıştır. Pratik uygulamalarda kullanımına rastlanan bu yöntem üzerine literatürde teorik çalışmalar da bulunmaktadır. Vieira vd. (2004) çok amaçlı optimizasyon problemlerinde kısıtları amaç olarak ele almak için bir yöntem olan Niched Pareto Genetic Algorithm (NPGA) Yöntemi'ni tanıtmışlardır. Optimizasyon süreci çeşitli kısıtlar altında yürütülmektedir. Bunlardan ilki kanadın sahip olması gereken minimum alan ile ilgili olup (2) numaralı eşitlikte ifade edilmiştir.

$$g_1(s) = 1 - \frac{S_w}{367500 \text{ mm}^2} \leq 0 \quad g_1(s) \in \mathbb{R} \quad (2)$$

Bir diğer kısıt ise doğal titreşim analizleri sonucunda elde edilen birinci moda ait doğal frekans değerinin sahip olması gereken alt limit ile ilgili olup (3) numaralı eşitlikte ifade edilmiştir.

$$g_2(s) = 1 - \frac{f_1}{17.5 \text{ Hz}} \leq 0 \quad g_2(s) \in \mathbb{R} \quad (3)$$

Kanadın en kalın ve geniş bölgesi kök; en ince ve dar bölgesi uç kısmı olmalıdır. Bunu sağlamak için (4), (5), (6) ve (7) numaralı eşitliklerde ifade edilen kısıtlar uygulanmıştır.

$$g_3(s) = \frac{c_{ara}}{c_{kök=300 \text{ mm}}} - 1 \leq 0 \quad g_3(s) \in \mathbb{R} \quad (4)$$

$$g_4(s) = \frac{c_{uç}}{c_{ara}} - 1 \leq 0 \quad g_4(s) \in \mathbb{R} \quad (5)$$

$$g_5(s) = \frac{P_{ara}}{P_{kök}} - 1 \leq 0 \quad g_5(s) \in \mathbb{R} \quad (6)$$

$$g_6(s) = \frac{P_{uç}}{P_{ara}} - 1 \leq 0 \quad g_6(s) \in \mathbb{R} \quad (7)$$

Daha önce geometri alt başlığı altında açıklandığı üzere çalışma kapsamında kullanılan 8 optimizasyon

değişkeni ve bu değişkenlere ait alt ve üst sınırlar Çizelge 3'te listelenmiştir.

**Çizelge 3.** Optimizasyon değişkenleri ve sınırları

Parametre	$s_L$	$s_U$	Birim
$C_{ara}$	100	300	mm
$C_{uç}$	100	300	mm
$L_{ara}$	350	1100	mm
$\lambda_{kök}$	0	30	°
$\lambda_{ara}$	0	30	°
Kök Kesit Kanat Profili	SC1006	SC1014	-
Ara Kesit Kanat Profili	SC1006	SC1014	-
Uç Kesit Kanat Profili	SC1006	SC1014	-

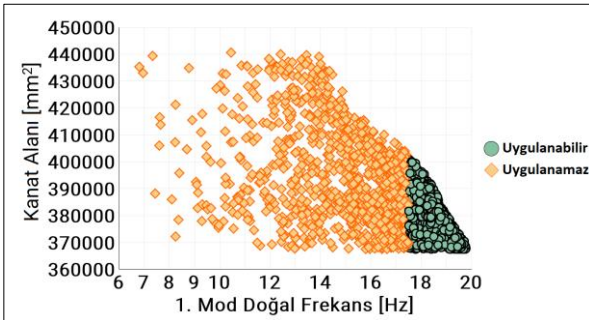
Optimizasyon değişkenleri kanat üretim toleransları göz önüne alınarak ayrık (İng. discrete) olarak seçilmiştir. Bu duruma örnek vermek gerekirse,  $C_{ara}$  ve  $C_{uç}$  değişkenleri 1 mm;  $L_{ara}$  değişkeni 5 mm ve  $\lambda_{ara}$  ve  $\lambda_{uç}$  değişkenleri ise 1 derece hassasiyet ile değiştirilebilmektedir. Bu durumun matematiksel ifadesi (8) ve (9) numaralı eşitliklerde gösterilmiştir.

$$S = \{s_1 \in \mathbb{Z} \mid s_L \leq s_1 \leq s_U\} \quad (8)$$

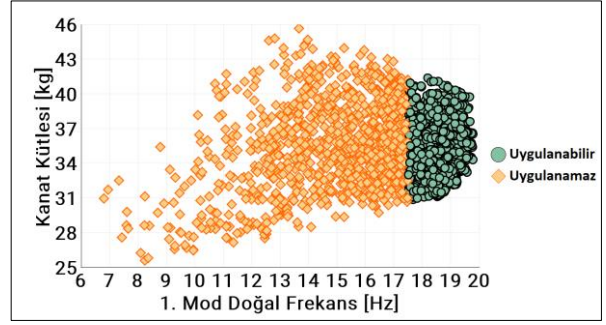
$$s_1 = \{C_{ara}, C_{uç}, L_{ara}, \lambda_{kök}, \lambda_{ara}, P_{kök}, P_{ara}, P_{uç}\} \quad (9)$$

#### 4. Optimizasyon Sonuçları

Optimizasyon çözümü sırasında Intel® Xeon® Silver 4216 2.10 GHz 64 çekirdekli işlemciye ve 128 GB belleğe sahip bir iş istasyonu kullanılmıştır. Aynı anda 20'şer paralel model oluşturulmuş ve çözülmüştür. 96 saat boyunca 3138 adet modelleme ve çözüm gerçekleştirilmiştir. İncelenen tasarımların 1897 kadarı uygulanabilir tasarımlar (İng. feasible results) olup 1107 kadarı kısıtlardan en az birini ihlal ettiği için uygulanamaz çözüm (İng. unfeasible results) olarak sınıflandırılmıştır. Geri kalan çözümler geometrik sivrilme kısıtını ihlal eden hatalı tasarımlardır. Şekil 8 ve 9'da uygulanabilir çözümler yeşil, uygulanamaz çözümler sarı renk ile gösterilmiştir.

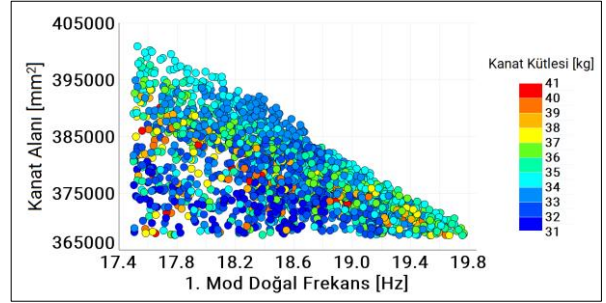


**Şekil 8.** Bütün optimizasyon çözümlerinin frekans – kanat alanı grafiği üzerinde dağılımı

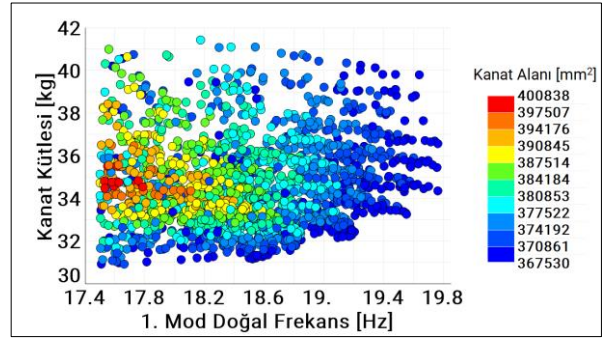


**Şekil 9.** Bütün optimizasyon çözümlerinin frekans – kanat kütlesi grafiği üzerinde dağılımı

Şekil 10 ve Şekil 11'de sunulan 3 boyutlu grafikler sadece uygulanabilir çözümleri içermektedir. Grafiklerdeki üçüncü boyut renk kodu ile gösterilmiştir.



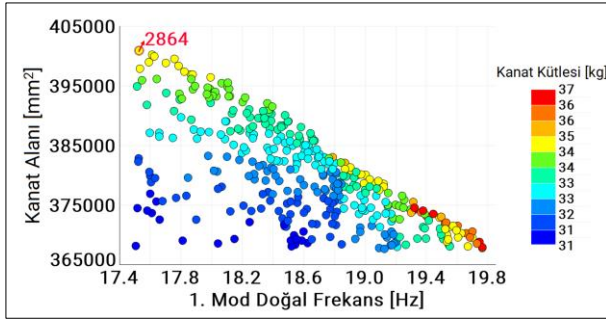
**Şekil 10.** Uygulanabilir optimizasyon çözümlerinin frekans – kanat alanı grafiği üzerinde dağılımı



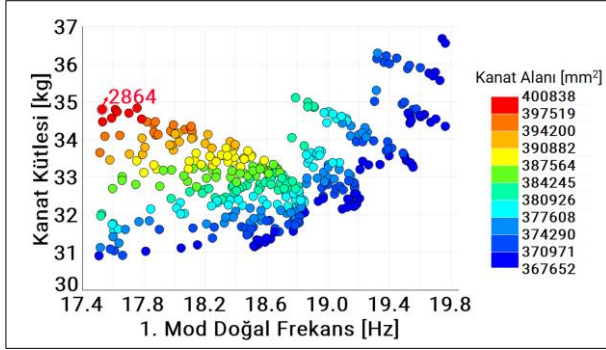
**Şekil 11.** Uygulanabilir optimizasyon çözümlerinin frekans – kanat kütlesi grafiği üzerinde dağılımı

Birden fazla amaca sahip optimizasyon çalışmalarında tek bir optimum çözümden bahsetmekten öte optimum çözüm alternatiflerini içeren bir pareto-optimal çözüm kümesi bulunur. Şekil 12 ve 13'te çalışma kapsamında elde edilen pareto-optimal çözüm kümeleri sunulmuştur.





Şekil 12. Pareto-optimal çözüm kümesinin frekans – kanat alanı grafiği üzerinde dağılımı



Şekil 13. Pareto-optimal çözüm kümesinin frekans – kanat kütlesi grafiği üzerinde dağılımı

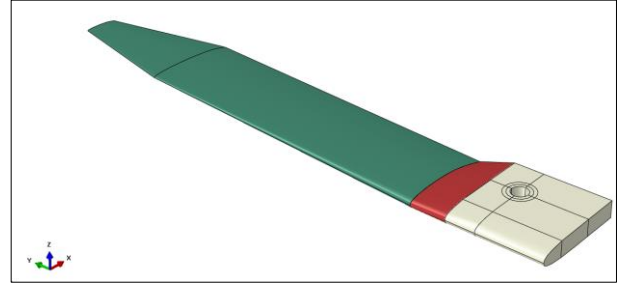
Kanat alanı, kanadın ürettiği taşıma değerini doğrudan etkileyen bir parametre olduğu için bu çalışmada, pareto-optimal çözüm kümesi üzerinde seçim yaparken öncelikli kriter kanat alanı olarak belirlenmiştir. Bu sebeple, pareto-optimal küme içerisinde bulunan en büyük kanat alanına sahip tasarım olan ID2864 optimum tasarım alternatifleri arasından seçilmiştir. 2864 numaralı tasarıma ait optimizasyon değişkenleri Çizelge 4’te sunulmuş olup elde edilen kanat geometrisi Şekil 14’de gösterilmiştir.

Doğal frekans değeri, kanat alanı ve kanat kütlesi parametreleri göz önünde bulundurularak yürütülen bu optimizasyon çalışmasında elde edilen sonuçların yapısal dayanım açısından da incelenmesi önem arz etmektedir. Kanat üzerinde kökten uca doğru eliptik yük fonksiyonuna sahip bir taşıma dağılımı olduğu bilinmektedir. Ancak kanat kökünde eliptik dağılıma göre daha yüksek gerilmeye ve kanat ucunda da daha yüksek düşey yer değiştirmeye yol açacağı bilindiği ve eliptik taşıma dağılımına göre daha hızlı modellendiği için; kanat üzerindeki taşıma dağılımının eşdeğer olarak kanat yüzeyine yayıldığı varsayılmış ve bu sayede daha

kötümser bir senaryoda yapısal analiz gerçekleştirilmiştir.

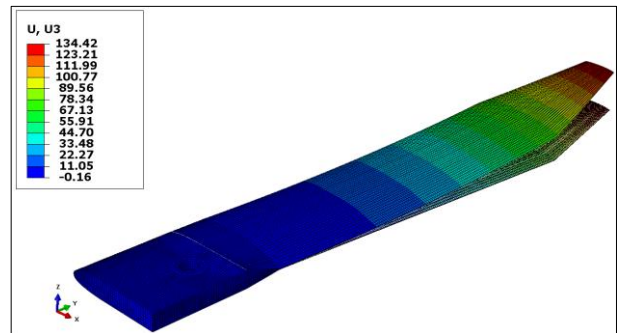
Çizelge 4. Çalışma kapsamında seçilen optimum tasarıma ait özellikler (ID2864)

Parametre	Değer	Birim
$C_{ara}$	300	mm
$C_{uç}$	111	mm
$L_{ara}$	1045	mm
$\lambda_{kök}$	4	°
$\lambda_{ara}$	12	°
Kök Kesit Kanat Profili	SC1014	-
Ara Kesit Kanat Profili	SC1006	-
Uç Kesit Kanat Profili	SC1006	-
$S_w$	400840	mm <sup>2</sup>
$f_1$	17.529	Hz
$m_w$	34.797	kg

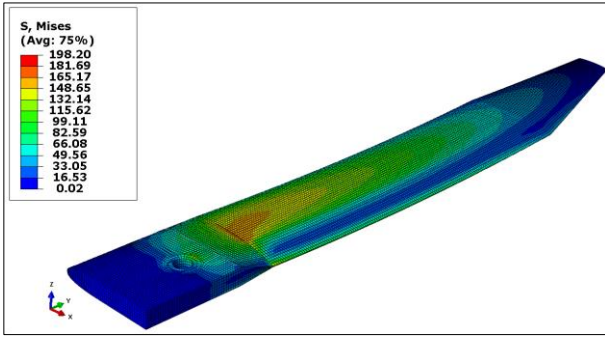


Şekil 14. Çalışma kapsamında seçilen optimum kanat geometrisi (ID2864)

Kanadın dayanması gereken en yüksek yük olan 9810 N (1000 kg) kanat üst yüzeyine eşdeğer basınç yükü olarak dağıtılmış, kanat üzerinde oluşan yer değiştirme ve von Mises gerilmesi dağılımları sırasıyla Şekil 15 ve 16’da gösterildiği şekilde elde edilmiştir.



Şekil 15. Kritik uçuş koşulunda optimum kanat geometrisi (ID2864) üzerindeki yer değiştirme dağılımı [mm]



**Şekil 16.** Kritik uçuş koşulunda optimum kanat geometrisi (ID2864) üzerindeki von Mises gerilmesi dağılımı [MPa]

Analiz sonuçları incelendiğinde, en kötümser senaryoda bile kanat ucunda oluşabilecek maksimum düşey yer değiştirme değerinin 134.4 mm'yi, kanat kökünde oluşabilecek maksimum von Mises gerilmesi değerinin de 198.2 MPa'ı geçmeyeceği öngörülmüştür. Kanat malzemesine ait akma dayanımının oda sıcaklığında 503 MPa olduğu göz önüne alınarak emniyet faktörünü 2.53 olarak hesaplanmış ve kanadın kritik yükleme koşulunda yapısal açıdan yeterli dayanıma sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

Çizelge 5'te başlangıçtaki kanat tasarımı ve optimum kanat tasarımı değişkenleri sunulmuştur. Çizelge 6'da başlangıçtaki ve optimum kanat tasarımları arasında karşılaştırma yapılmıştır.

**Çizelge 5.** Başlangıç tasarımı ile optimum tasarıma ait tasarım değişkenleri

Parametre	Başlangıç	Optimum
$C_{ara}$	250 mm	300 mm
$C_{uç}$	200 mm	111 mm
$L_{ara}$	735 mm	1045 mm
$\lambda_{kök}$	35°	4°
$\lambda_{ara}$	20°	12°
Kök Kesit Kanat Profili	SC1012	SC1014
Ara Kesit Kanat Profili	SC1010	SC1006
Uç Kesit Kanat Profili	SC1008	SC1006

Çizelge 6'da başlangıçtaki ve optimum kanat tasarımları arasında karşılaştırma yapılmıştır.

**Çizelge 6.** Başlangıç tasarımı ile optimum tasarımın sonuçlarının karşılaştırılması

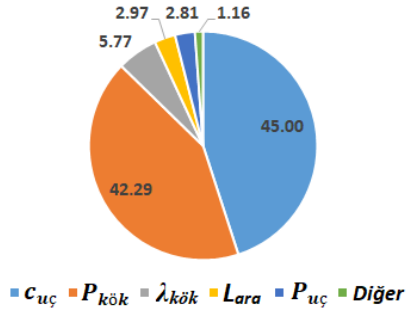
Parametre	Başlangıç	Optimum	% Fark
$S_w$	428250 mm <sup>2</sup>	400840 mm <sup>2</sup>	-6.40
$f_1$	10.964 Hz	17.529 Hz	59.88
$m_w$	32.864 kg	34.797 kg	5.88

Başlangıç tasarımındaki kanadın ilk moduna ait doğal frekans değeri 10.964 Hz olup bu değer 17.5 Hz olan minimum izin verilen frekans kısıtını ihlal etmektedir. Dolayısıyla başlangıç tasarımının

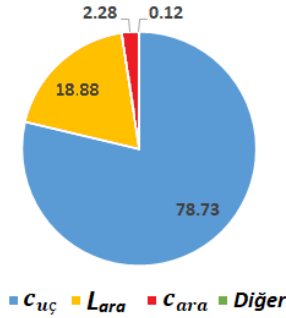
kullanımı hem daha hafif hem de daha büyük kanat alanına sahip olduğu halde doğal frekans gereksinimlerini karşılamadığı için mümkün değildir. Optimizasyon çalışmasında, optimizasyon kısıtları ile tanımlanmış olan bütün tasarım gereksinimlerini karşılayan mümkün olduğunca büyük kanat alanına sahip, mümkün olduğunca hafif ve mümkün olduğunca yüksek ilk mod doğal frekans değerine sahip bir kanadın tasarlanması hedeflenmiştir. Bütün amaç ve kısıtlar doğrultusunda gerçekleştirilen optimizasyon çözümü sonucunda kanadın doğal frekans değeri başlangıç tasarımına göre yaklaşık %60 oranında arttırılarak 17.5 Hz seviyesinin hemen üzerine çıkartılmış, bunu gerçekleştirirken kanadın kök bölgesindeki rijitlik artışını sağlamak amacıyla kanat %6 civarında ağırlaşmış, kanat alanı da %6 civarında azalmıştır. Optimizasyon sürecinde incelenen çözüm sayısının (bu çalışmada 3138 adet çözüm yapılmıştır) yeterince fazla olması durumunda, farklı başlangıç değerleri ile optimizasyona başlanması çözüm sonucunda elde edilen optimum geometriye ait değerlerde sadece ihmal edilebilir boyutta bir değişime yol açar.

## 5. Hassasiyet Analizi

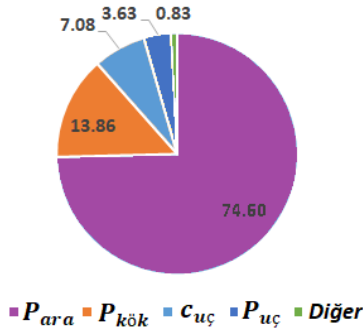
Hassasiyet analizleri tasarım girdilerinin tasarım çıktıları üzerine olan etkilerinin hangi boyutta olduğunu göz önüne sermek amacıyla kullanılır. Bu sayede, değiştirilmek istenen çıktı parametresi üzerinde hangi değişkenin en etkili olduğu bilgisi elde edilerek yapılması gereken değişiklikler ağırlıklı olarak bu değişken üzerinden yürütülebilir. Çalışma kapsamında, optimizasyon girdi parametrelerinin kanadın birinci titreşim modunun doğal frekans değeri, kanat alanı ve kanat kütlesi üzerindeki etkileri hassasiyet analizi sonucunda sırasıyla Şekil 17, 18 ve 19'da gösterildiği gibi elde edilmiştir. Şekil 17 incelendiğinde uç veter uzunluğunun ve kökte kullanılan kanat profilinin kanadın birinci titreşim modunun doğal frekans değerini belirleyen temel parametreler olduğu; Şekil 18 incelendiğinde uç veter uzunluğunun kanat yüzey alanını belirleyen en etkili parametre olduğu; Şekil 19 incelendiğinde ara kesitte kullanılan kanat profilinin kanat kütlesini belirleyen en etkili parametre olduğu gözlenmiştir.



Şekil 17. Optimizasyon girdilerinin  $f_1$  üzerine yüzdelik etkisi



Şekil 18. Optimizasyon girdilerinin kanat alanı üzerine yüzdelik etkisi



Şekil 19. Optimizasyon girdilerinin kanat kütlesi üzerine yüzdelik etkisi

## 6. Tartışma ve Sonuç

Çalışma kapsamında, güdümlü kanat kitlerinde kullanılabilir, çift sivrilme oranı ve değişken kanat profiline sahip içi dolu metalik bir jenerik kanat geometrisinin çok amaçlı geometrik optimizasyonu modal analiz sonuçları göz önünde bulundurularak gerçekleştirilmiştir. Çizelge 3'te listelenen 8 farklı parametre optimizasyon değişkeni olarak belirlenmiş ve çok amaçlı parçacık sürü optimizasyonu yöntemi kullanılarak kanat kütlesi minimize, kanat alanı ve kanadın birinci moduna ait doğal frekans değeri maksimize edilmeye çalışılmıştır. Optimizasyon girdilerine, kanadın kökten uca doğru sivrilmesine ve incelmeye veya

sabit kalmasına olanak sağlayacak kısıtlar uygulanmıştır. Ayrıca, kanadın ilk moduna ait doğal frekans değerinin kuyruk kontrolcüsünün manevra ve denge sağlama amacıyla uyguladığı müdahale frekansından daha yüksek olmasını garanti altına almak amacıyla; izin verilen minimum doğal frekans değeri belirlenerek optimizasyon döngüsüne kısıt olarak tanımlanmıştır.

Optimizasyonun çözümü sonunda elde edilen pareto-optimal çözüm kümesi içerisinde, en büyük kanat alanına sahip olan tasarım seçilmiştir. Bu tasarım üzerinde kritik uçuş koşuluna ait yük senaryosu için gerçekleştirilen statik analiz sonucunda kanadın yapısal dayanım açısından herhangi bir problem ile karşılaşmayacağı sonucuna varılmıştır. Optimizasyon işlemi sonucunda kanadın ilk moduna ait doğal frekans değeri %59.88 oranında arttırılmıştır. Buna karşın, kanat alanı %6.40 oranında azalmış ve kanat %5.88 oranında ağırlaşmıştır. Doğal frekans değerindeki artışın sağlanabilmesi amacıyla optimizasyon algoritması tarafından yürütülen iyileştirmeler sonucunda kanadın kök kısmındaki rijitliğin artırıldığı gözlenmiştir. Kök kısmında rijitliği arttırabilmek amacıyla algoritma, kökteki kanat profilini en kalın alternatif olan SC1014 olarak belirlemiş ve ara kesit veter uzunluğunu da en büyük değer olan kök veter uzunluğuna eşit olarak almıştır. Kanadın uç kısmını hafifleterek eğilme moduna ait doğal frekans değerini arttırabilmek amacıyla optimizasyon algoritması, kanadın ara ve uç kesitinde tercih edilen kanat profillerini en ince alternatif olan SC1006 olarak seçmiştir. Yine kanadın uç kısmını mümkün olduğunca hafifletebilmek amacıyla uç veter uzunluğu mümkün olduğunca düşürülmüştür. Tüm bu değişiklikler kanadın uç bölgesini hafifletmiş, kök kısmını ağırlaştırmış, kök rijitliğini arttırmış ancak kanat alanını da bir miktar azaltmıştır. Sonuç olarak, doğal frekans değerinde %60'a yakın iyileştirme yapıldığı için bunun karşılığında kanat alanında meydana gelen azalma ve kanattaki kütle artışı kabul edilebilir bir mertebede tutulmuştur.

Çalışmadaki optimizasyon sürecinde, optimizasyon değişkenlerinin optimizasyon çıktıları üzerindeki etkilerini gözlemlemek amacıyla hassasiyet analizi yürütülmüştür. Analiz sonuçlarına göre, uç veter uzunluğunun ve kökte kullanılan kanat profilinin

kanadın birinci titreşim modunun doğal frekans değerini belirleyen temel parametreler olduğu; uç veter uzunluğunun kanat yüzey alanını belirleyen etkili parametre olduğu; ara kesitte kullanılan kanat profilinin kanat kütlesini belirleyen etkili parametre olduğu sonuçlarına ulaşılmıştır.

## 5. Kaynaklar

Deb, K., Pratap, A., Agarwal, S. and Meyerivan, T., 2002. A fast and elitist multi-objective genetic algorithm: NSGA-II. *IEEE Transactions on Evolutionary Computation*, **6**, 2, 182-197.

Ding, Y., Song, B., Wang, P. and Wu, X., 2018. Modal analysis and frequency based structure optimization of a 3D flexible wing working in uniform flow. OCEANS'18 MTS/IEEE Kobe/Techno-Ocean 2018 (OTO'18), at Kobe, Japan.

Hanif, A.A.G., Li, H., Kamran, G. and Abdullah, M., 2020. Structural analysis and response surface optimization of transport aircraft wing. *Structural and Multidisciplinary Optimization*, **6**, 1, 1-10.

Hu, Z., Qui, J. and Zhang, F., 2020. Fully parametric optimization designs of wing components. *International Journal of Aerospace Engineering*, **2020**, 1-11.

Kennedy, J. and Eberhart, R., 1995. Particle swarm optimization. IEEE International Conference on Neural Networks, at Perth, Australia.

Marler, R. and Aurora J., 2004. Survey of multi-objective optimization methods for engineering. *Structural and Multidisciplinary Optimization*, **26**, 6, 369-395.

Montrone, T., Costanzo, S. and Engel, M., 2016, MOPSO Algorithm: General Description, modeFrontier Technical Report.

Nikbay, M. and Acar, P., 2011. Integrating Analytical Aeroelastic Instability Analysis into Design Optimization of Aircraft Wing Structures. *TWMS Journal of Applied and Engineering Mathematics*, **1**, 2, 237-253.

Nikbay, M., Öncü, L. and Aysan, A., 2009. Multidisciplinary Code Coupling for Analysis and Optimization of Aeroelastic Systems. *Journal of Aircraft*, **46**, 6, 1938-1943.

Poole, D.J., Allen, C.B. and Rendall, T.C.S., 2022. Efficient aeroelastic wing optimization through a compact aerofoil decomposition approach. *Structural and Multidisciplinary Optimization*, **65**, 3, 1-19.

Sarojini, D. and Mavris, D. 2021. Structural analysis and optimization of wings subjected to dynamic loads using beam models. *AIAA Journal*, **60**, 2, 1013-1023.

Vieira, D. A. G., Adriano, R. L. S., Vasconcelos, J. A. and Krähenbühl, L. 2004. Treating Constraints as Objectives in Multiobjective Optimization Problems Using Niche Pareto Genetic Algorithm. *IEEE Transactions on Magnetics*, **40**, 2, 1188-1191.

### İnternet kaynakları

1-<http://newatlas.com>, (09.09.2022).

2-<http://www.matweb.com>, (30.08.2022).