



YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ

Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

YUZUNCU YIL UNIVERSITY

Journal of the Institute of Natural & Applied Sciences

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

ISSN: 1300 - 5413 / e-ISSN: 2667-467X

Yıl / Year : 2023

Cilt / Volume : 28

Sayı / Issue : 3

**YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ DERGİSİ /
YUZUNCU YIL UNIVERSITY JOURNAL OF THE INSTITUTE OF NATURAL AND
APPLIED SCIENCES**

SAHİBİ / OWNER

Prof. Dr. Hamdullah ŞEVLİ
Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Rektörü / Rector of Van Yuzuncu Yil University

EDİTÖR / EDITOR-IN-CHIEF

Prof. Dr. Harun AKKUŞ
Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü / Director of Van Yuzuncu Yil
University the Institute of Natural and Applied Sciences

YARDIMCI EDİTÖRLER / ASSOCIATE EDITORS

Doç. Dr. Dilara ÖZTÜRK
Doç. Dr. Ferda KARAKUŞ
Dr. Öğr. Üyesi Ömer Faruk ÖZDEMİR

YAYIN KURULU / EDITORIAL BOARD

Prof. Dr. Burak DİKİCİ, Atatürk Üniversitesi
Prof. Dr. Burak ORDİN, Ege Üniversitesi
Prof. Dr. Cemil TUNÇ, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Prof. Dr. Csaba SZABO, Debrecen University
Prof. Dr. Çağdaş Hakan ALADAĞ, Hacettepe Üniversitesi
Prof. Dr. Emre ÇOMAK, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi
Prof. Dr. Feyyaz DURAP, Dicle Üniversitesi
Prof. Dr. Hasan BULUT, Fırat Üniversitesi
Prof. Dr. Hüseyin KARAKUŞ, Dumlupınar Üniversitesi
Prof. Dr. Hüseyin MERDAN, TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi
Prof. Dr. Hüsnü KOÇ, Siirt Üniversitesi
Prof. Dr. İsmail KASAP, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi
Prof. Dr. Kenan SÖĞÜT, Mersin Üniversitesi
Prof. Dr. Mehmet Ali KIRPIK, Kafkas Üniversitesi
Prof. Dr. Mehmet Emin MERAL, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Prof. Dr. Mehmet Sait TAYLAN, Hakkari Üniversitesi
Prof. Dr. Mubariz KARAEV, King Saud University
Prof. Dr. Naci GENÇ, Yalova Üniversitesi
Prof. Dr. Özdemir ADIZEL, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Prof. Dr. Özlem SELÇUK ZORER, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Prof. Dr. Rıdvan SARAÇOĞLU, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Prof. Dr. Sabri GÜL, Mustafa Kemal Üniversitesi
Prof. Dr. Sedat YAYLA, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Prof. Dr. Semra DEMİR, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Alper HAMZADAYI, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Baran YOĞURTÇUOĞLU, Hacettepe Üniversitesi
Doç. Dr. Barış ERDİL, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Çeknas ERDİNÇ, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Duygu YAŞAR ŞİRİN, Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi
Doç. Dr. Ekrem MUTLU, Kastamonu Üniversitesi

Doç. Dr. Emel ÖZ, Atatürk Üniversitesi
Doç. Dr. Erdal AĞLAR, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Ferhat KIZILGEÇİ, Mardin Artuklu Üniversitesi
Doç. Dr. Harun AYDIN, Hacettepe Üniversitesi
Doç. Dr. Mohammed J. K. BASHİR, University of Tunku Abdul Rahman
Doç. Dr. Memduh KARALAR, Bülent Ecevit Üniversitesi
Doç. Dr. Nergiz YILDIZ YORGUN, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Onur ŞATIR, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Doç. Dr. Özal YILDIRIM, Fırat Üniversitesi
Doç. Dr. Reza ABDİ-GHALEH, University of Bonab
Dr. Öğr. Üyesi Altuğ KARABEY, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Dr. Öğr. Üyesi Atabak ELMİ, Deakin University
Dr. Öğr. Üyesi Zehra Funda AKBULUT, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Dr. Danielle RODRIGUES MAGALHAES, Zaragoza University
Dr. Madhumita MUKHOPADHYAY, Maulana Abul Kalam Azad University of Technology
Dr. Müge ÜNAL ÇİLEK, Fırat Üniversitesi

İSTATİSTİK EDİTÖRÜ / STATISTICS EDITOR

Prof. Dr. Abdullah YEŞİLOVA

DİL EDİTÖRLERİ / LANGUAGE EDITORS

Doç. Dr. Selçuk TOPAL
Dr. Öğr. Üyesi Gül ŞEN
Arş. Gör. Murat TURAN

MİZANPAJ EDİTÖRÜ / LAYOUT EDITOR

Dr. Öğr. Üyesi Fikriye Şeyma KAYA

SEKRETER / SECRETARY

Dr. Öğr. Üyesi Ogün Ozan VAROL

YAZI İŞLERİ / EDITORIAL AFFAIRS

Arş. Gör. Ayşenur KALMER
Arş. Gör. Bahar KALKAN
Arş. Gör. Burak ÖZDEMİR
Arş. Gör. Fadime KARADAŞ
Arş. Gör. Murat TURAN
Arş. Gör. Muhammed Coşkun IRMAK
Mehmet ERZEN
Zilan ŞİRP

YAZIŞMA ADRESİ / CORRESPONDENCE ADDRESS

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 65080 Tuşba/VAN
Van Yuzuncu Yil University the Institute of Natural and Applied Sciences, 65080
Tuşba/VAN

Telefon / Telephone: +90 432 225 10 97

Belgegeçer / Fax: +90 432 225 11 23

E-posta / E-mail: fbedergi@yyu.edu.tr

Cilt / Volume: 28

Sayı / Issue: 3

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

Basım Yeri ve Tarih / Published in: Van, 2023

DERGİ BİLGİLERİ / INFORMATION

Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

Yuzuncu Yil University Journal of the Institute of Natural and Applied Sciences

ISSN 1300-5413 | e-ISSN 2667-467X | Yayın Aralığı Yılda 3 Sayı / 3 Issues Per Year

İçindekiler / Contents

Fen Bilimleri ve Matematik / Natural Sciences and Mathematics

- ◆ Mollusc Diversity of Hard Substrate Habitats of Gökçeada Island 803-817
Zeynep TEKELİ, Herdem ASLAN, Ayşegül BALI
- ◆ Kedikulağı (*Ophrys sphegodes* subsp. *mammosa*, Orchidaceae) 818-829
Yumrularındaki Fenollerin Tespiti
Mehmet AYBEKE
- ◆ Van Topraklarından İzole Edilen *Colpoda* (Ciliophora, Colpodea) Türleri 830-842
Üzerinde Morfolojik ve Moleküler Filogenetik Araştırmalar
Pelin ERİŞEN, İsmail YILDIZ
- ◆ Co-60 Gama Işınlamasının Fluxgate Sensör Nüveleri Üzerine Etkisi 843-847
Hava CAN
- ◆ Physical Properties of Piezoelectric Zr₃GeO₈ Crystal 848-856
Mehmet ERZEN
- ◆ Extraction and Characterization of Linden Tree Seed Oil Grown in Malatya 857-870
with Different Solvents
Yunus ÖNAL, Tuğçe Begüm MUMCU, Tuğba UTKU
- ◆ Mekanik Alaşımlama ile Sentezlenen Eş-molar Fe-Si-Cu/Nb (at.%) 871-882
Nanokristallerinin Yapısal, Morfolojik ve Manyetik Özelliklerinin
Araştırılması
Seval Hale GÜLER, Tuncay ŞİMŞEK
- ◆ Crambe Orientalis Bitkisinin Metal Destekli MCM-41 Katalizörü Varlığında 883-897
Pirrolizi: Sıvı Ürün Bileşimine Katalizör Oranının Etkisi
Salih GENEL, Halil DURAK
- ◆ Türkiye’de Meydana Gelen Trafik Kazalarının Yıllara ve Kazaya Sebebiyet 898-907
Veren Kusurlara Göre Analizi
Serpil AKTAŞ ALTUNAY

- LMI Approach for Asymptotical Stability of Riemann–Liouville Nonlinear
♦ Fractional Neutral Systems with Time-Varying Delays 908-918
Erdal KORKMAZ, Abdulhamit ÖZDEMİR

Mühendislik ve Mimarlık / Engineering and Architecture

- 3D RNA Graph Representation Methods for Classification of RNA
♦ Molecules Using Graph Kernel and Graph Neural Network Methods 919-934
Enes ALGUL
- Prediction of Financial Time Series with Deep Learning Algorithms
♦ *Dilara Elize PAMUKÇU, Yeşim AYGÜL, Onur UĞURLU* 935-946
- Uyuşmazlık Mahkemesi Kararlarının Makine Öğrenmesi Yöntemleri ile
♦ Sınıflandırılması 947-961
Muhammed Burak GÖRENTAŞ, Taner UÇKAN, Nuran BAYRAM ARLI
- Su Altı Görüntülerinin CVC Yöntemi Kullanılarak İyileştirilmesi
♦ *Arda ÜSTÜBİOĞLU, Beste ÜSTÜBİOĞLU* 962-972
- Hidrolik Türbin Performans Testlerinin Yapılmasında Boya Seyreltme
♦ Metodunun Kullanılması-Saha Çalışması 973-992
Gökhan ÖZBEK, Sabir RÜSTEMLİ
- A Clustering-based Approach for Maintenance Prioritization of Medical
♦ Devices in a New Hospital 993-1001
Hülya GÜÇDEMİR, Mehmet Ali ILGIN
- Bazı Fermente Ürünlerde Gastrointestinal Sindirim Koşulları Öncesi ve
♦ Sonrası Laktik Asit Bakteri Miktarının Belirlenmesi 1002-1011
Aslıhan ALAV, Raciye MERAL
- Homogeneity and Change Point Detection Analysis of Seasonal and Annual
♦ Precipitation and Temperature Series Van, Türkiye 1012-1028
Islam YASA, Mehmet Ishak YUCE, Musa ESIT

- Setting Time, Compressive Strength, and Photon Attenuation Properties of
◆ Cement Mortars Produced with Nano-SiO₂ 1029-1042
Namık YALTAY
- Van İli Kanalizasyon Boru Hatlarının Deprem Performansının Coğrafi Bilgi
◆ Sistemleri Kullanılarak Değerlendirilmesi 1043-1058
*Ülker Cem KAPLAN, Osman Seyit ÖZDAMAR, Gamze ERKALAY,
Ali ÖZVAN, Mücip TAPAN, Levent SELÇUK*
- Green Synthesis and Characterization of Fe₂O₃ Nanoparticles
◆ *Başak DOĞRU MERT* 1059-1067
- Alkali Göllerden Elde Edilen Trona Madeninden Soda Külü Üretimi: Van
◆ ve Arin Gölü Örnekleri, Van Gölü Havzası, Türkiye 1068-1080
Vural OYAN
- Farklı Nanoakışkanlar Kullanılan Isı Borularında Termal Verimi Etkileyen
◆ Parametrelerin Taguchi Yöntemi ile Optimizasyonu 1081-1090
Ahmet ÖZTÜRK, Fatin SÖNMEZ, Abdüssamed KABAKUŞ
- Uçak Kanadı Tasarımı, Analizi ve Yapı Elemanlarının Topoloji
◆ Optimizasyonu 1091-1106
Hasan KORKUT, Meryem ALTAY, Hakan AYDIN
- Al 2024 Alaşımı Üzerine Mikro Ark Oksidasyon Yöntemiyle B₄C İlaveli
◆ Kompozit Kaplamaların Büyütülmesi 1107-1117
Süleyman ŞÜKÜROĞLU
- AZ91 Mg Alaşımı Üzerine Soğuk Sprey Kaplama Yöntemi ile Al
◆ Kaplamaların Büyütülmesi 1118-1126
Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU
- HAD Simülasyonlarında Ağ Yakınsama İndeksi ve Richardson
◆ Ekstrapolasyonunun Uygulaması: DrivAer 1127-1138
Oğuz BAŞ, Mustafa Atakan AKAR, Coşkun ÖZALP
- Antropojenik Etkiler ve İklim Değişikliği Baskısı Altında Sulak Alanlar:
◆ Van Kalesi ve Çevresi Doğal Sit Alanı Örneği 1139-1154
Emel AYDIN, Serkan KEMEÇ

Zirai Bilimler / Agriculture

- ◆ Adult Population Dynamics of the European Grapevine Moth [*Lobesia botrana* Denis & Schiffermüller (Lepidoptera: Tortricidae)] in Midyat Vineyards 1155-1163
Fuat ARGIŞ, Mehmet Ramazan RIŞVANLI, Remzi ATLIHAN
- ◆ Sirken (*Chenopodium album* L.) Bitkisini Silolamanın Silaj Kalitesi, *In vitro* Sindirilebilirlik ve Enerji İçerikleri ile Nispi Yem Değerine Etkisi 1164-1173
Serhat YILDIZ
- ◆ Şırnak İli Silopi İlçesi Tarım Topraklarının Bazı Özellikleri ve Besin Elementi Düzeylerinin Belirlenmesi 1174-1186
Bedriye BİLİR, Seyyid IRMAK, Mikail DOĞAN
- ◆ Influences on to Nutrient Uptake of Lead, Chromium and Cadmium Toxicity in Switchgrass (*Panicum virgatum* L.) Plant and Linear Regression Analyses 1187-1199
Şeyda ZORER ÇELEBİ, Özlem SELÇUK ZORER, Abdullah YEŞİLOVA
- ◆ Mardin İlinde Yaygın Olarak Yetiştirilen Ekmeklik Buğday Çeşitlerinin Kuru Şartlarda Mikro ve Makro Element İçeriklerinin Belirlenmesi 1200-1209
Serap DOĞAN, Yusuf DOĞAN
- ◆ İzmir Körfezi (Ege Denizi)'nde Dağılım Gösteren Hamsi *Engraulis encrasicolus* (Linnaeus, 1758) Populasyonunun Boy-Ağırlık ve Boy-Boy İlişkisi 1210-1217
Bahar BAYHAN, Burcu TAYLAN
-

Derleme / Review

- ◆ BCL-2 Protein Ailesi ve Kanser 1218-1232
Derya OKUYAN
-



Research Article

Mollusc Diversity of Hard Substrate Habitats of Gökçeada Island

Zeynep TEKELİ¹, Herdem ASLAN*², Ayşegül BALI³

¹ Çanakkale Onsekiz Mart University, School of Graduate Studies, Department of Biology, 17000, Çanakkale, Türkiye

² Çanakkale Onsekiz Mart University, Faculty of Science, Department of Biology, 17000, Çanakkale, Türkiye

³ Çanakkale Onsekiz Mart University, Faculty of Science, Department of Molecular Biology, 17000, Çanakkale, Türkiye

Zeynep TEKELİ, ORCID No: 0000-0002-3539-6805, Herdem ASLAN, ORCID No: 0000-0002-0872-2919, Ayşegül BALI, ORCID No: 0000-0002-6656-6096

*Corresponding author e-mail: asherdem@comu.edu.tr

Article Info

Received: 07.11.2022

Accepted: 26.04.2023

Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1199833](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1199833)

Keywords

Gokceada Island,
Hard substrate,
Infralittoral zone,
Mollusc,
Mucilage

Abstract: In the present study, molluscs diversity between 0-0.5 m depths of the hard substrate habitats of Gökçeada coasts was investigated qualitatively and quantitatively, seasonally, and monthly in 2010 and 2011. In addition, in summer months of 2021, samples were taken to investigate the mucilage impact on the mollusc fauna, which occurred in the Marmara Sea in 2021 and affected Gökçeada coasts due to the currents. A total of 76 mollusc species were identified and 27 of the determined species are new records for Gökçeada. Among the found species, while *Cardita calyculata* (Linnaeus, 1758) was the most dominant species at the Yıldız Koy station sampled monthly, *Musculus costulatus* (Risso, 1826) was the dominant one at all other sampling stations. The Tepeköy station was found to has the highest number of species and individuals. As the main reason for this can be indicate the limited human access to the region and the presence of various habitats. Mollusc species diversity, which was detected in 2010 due to the pouring of sand for tourists by the municipality at Yıldız Koy station, was found to be increased greatly in 2021 after this practice was abandoned. It was also detected that the mollusc species distributed on the coasts of Gökçeada were not acutely affected by the mucilage event occurred in 2021. However, more detailed studies need to be monitoring and report the negative effects that may occur the mucilage event on the species diversity of the region in the coming years.

Gökçeada'nın Sert Substratum Habitatlarının Mollusk Çeşitliliği

Makale Bilgileri

Geliş: 07.11.2022

Kabul: 26.04.2023

Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1199833](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1199833)

Anahtar Kelimeler

Gökçeada,
Infralittoral bölge,
Mollusc,
Müsilaj
Sert substrat

Bu çalışmada, Gökçeada kıyılarının sert substratum habitatlarının 0-0.5 m arası derinliklerinde bulunan mollusc tür çeşitliliği nitel ve nicel olarak araştırılmış olup, araştırma 2010 ve 2011 yıllarında mevsimsel ve aylık olarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, 2021 yılında Marmara Denizi'nde oluşan ve akıntılar nedeniyle Gökçeada'nın da etkisinde kaldığı müsilaj olayının mollusk faunasını nasıl etkilediği 2021 yılının yaz aylarında araştırılmıştır. Toplam 76 mollusk türünün tespit edildiği bu çalışmada 27 tür Gökçeada için yeni kayıttır. Aylık örneklenen Yıldız Koy istasyonunda en baskın tür *Cardita calyculata* (Linnaeus, 1758) iken, diğer tüm örnekleme istasyonlarında en baskın tür *Musculus costulatus* (Risso, 1826)'tur. Tepeköy istasyonu en fazla tür ve birey sayısına sahip istasyon olarak bulunmuştur. Bu durumun nedenleri arasında bölgeye insan ulaşımının sınırlı olması ve farklı habitat tiplerinin yer alması gösterilebilir. Yıldız Koy istasyonuna belediye tarafından turistler için kıyıya kum dökülmesi

sonucu, 2010 yılında tespit edilmiş yumuşakça tür çeşitliliğinde, bu uygulamadan vazgeçilmesi ile 2021 yılında büyük bir artışın gerçekleştiği ortaya çıkarılmıştır. Diğer taraftan, Gökçeada kıyılarında yaşayan mollusk türlerinin 2021 yılındaki müsilağdan akut olarak etkilenmediği saptanmıştır. Ancak gelecek yıllarda meydana gelebilecek olumsuz etkileri tespit etmek ve bu bölgedeki tür çeşitliliğini korumak için, bu bölgenin izlenmesi ve raporlanması için daha detaylı çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

1. Introduction

The islands, which are important in terms of biological and cultural diversity (Kueffer & Kinney, 2017), can host endemic species and cover 5.3% of the earth (Tershy et al., 2015), are the regions most affected by the changes (Kueffer & Kinney, 2017). Gökçeada which is the largest island in Türkiye, located in the northeast of the Aegean Sea, is found at a distance of 51 km to the nearest mainland (Kocaman, 2020) with a 95 km coastline and a total surface area of 290 km² (Aslan et al., 2021a). Gökçeada Island's coast and surrounding area are important in terms of hosting many invertebrates, vertebrates, plants, algae, and planktonic species (Gönülal & Güreşen, 2014; Gönülal & Güreşen, 2017; Aslan et al., 2018; Aslan & İşmen, 2019; Aslan et al., 2021a and 2021b).

Coastal habitats are important as nesting sites for the shelter of many marine invertebrates (Seitz et al., 2014), as well as creating many productive areas (Andrade-Tubino et al., 2019) and acting as a gateway to connect terrestrial and aquatic environments (Niemelä et al., 2015). Mollusc representatives can live in coastal habitats and both terrestrial and freshwater habitats. These organisms can be used in biological monitoring studies (Oehlmann & Schulte-Oehlmann, 2003), can act as ecosystem engineers (Fortunato, 2015) and can take part in the functions of ecosystems (Carnegie et al., 2016). However, the productive habitats covering these classes are under the influence of man-made factors, such as the opening of coastal areas to settlement (Von Storch et al., 2015), pollution (Bloch & Klingbeil, 2015), climate change (Burden et al., 2020), mucilage (Tüfekçi et al., 2010; Savun-Hekimoğlu & Gazioglu, 2021; Aslan et al., 2021b). Among these factors, mucilage formation was observed in the Sea of Marmara in 2020 and reached the Çanakale Strait and also Gökçeada by the effect of currents and winds. Aslan et al. (2021b) determined that in Gökçeada the mucilage formation had negative effects on peracarid crustaceans. Also, human-made waste materials in coastal areas can cause adverse effects on marine organisms and the region where they are located (Weideman et al., 2020). For these reasons, it is of great importance to protect and monitor, especially these coastal areas with hard bottoms.

In the present study were studied the molluscs belonging to the classes Gastropoda, Bivalvia and Polyplacophora. The gastropods regulate the structure of their communities living in the tidal zone (Lumeran, 2019). On the other hand, bivalves organize nutrient circulation, change the density values of metal and oxygen (Coen & Bishop, 2015) and create habitats and avert coastal erosion (Ramón & Galimany, 2022), whereas the polyplacophores are significant grazers that can check the development and dispersion of algae by feeding on algae communities (Mendonça et al., 2014). Regarding these mollusc classes, we detected both live and dead species in our study. Species attributed as dead are single-shelled or hollow molluscs but are taxonomically identifiable organisms that have lived in an area for a short or long period (Kidwell, 2013). The mollusc fauna of Gökçeada was examined in different studies by various authors such as Albayrak (2002), Öztürk et al. (2008), Öztürk (2011), Öztürk et al. (2011 and 2013), Gönülal & Güreşen (2014), Gönülal & Güreşen (2017), Aslan et al. (2018) and Barraud & Öztürk (2022).

The aim of this study; (i) to create mollusc species lists of the coastal areas with the rocky habitats of Gökçeada Island in the years 2010, 2011 and 2021; (ii) to compare the lists according to the years; (iii) to make monthly observations of mollusc species diversity in the studied area for the first time; (iv): to test the effect of mucilage on the benthic mollusc fauna in Gökçeada.

2. Material and Methods

This study was carried out seasonally at 13 stations in the hard bottom areas in the upper infralittoral zone of Gökçeada Island in 2010 and 2011 (Map 1, Table 1). One of the stations located in Yıldız Koy was sampled monthly. In addition, in five stations the samples were taken in the summer

only in the year 2021. As sampling gear, a quadrat frame of 20 x 20 cm was used and the area within the quadrat was scraped by the help of a spatula from depths between 0-0.5 m as 3 replicates. The samples were taken into jars containing 4% formaldehyde, labeled, and brought to the laboratory.



Map 1. Sampling stations along Gökçeada Island (Source: Google Earth).

Table 1. Code of the stations, locality, coordinates and sampling dates

Stations		Coordinates		Sampling Date
Code	Locality	Latitude	Longitude	
YZ	Yıldız Koy	40° 14' 04.57" - 25° 54' 11.16"		05.04.2010, 11.05.2010, 08.06.2010, 07.07.2010, 10.08.2010, 10.09.2010, 10.10.2010, 09.11.2010, 09.12.2010, 06.01.2011, 09.02.2011, 11.03.2011, 27.06.2021
TP	Tepeköy	40° 12' 40.39" - 25° 50' 23.60"		04.04.2010, 07.07.2010, 26.10.2010, 23.12.2010
MS	Marmaros	40° 11' 41.99" - 25° 45' 17.86"		27.03.2010, 20.06.2010, 12.10.2010, 24.12.2010
GL	Gizli Liman	40° 07' 26.02" - 25° 40' 25.49"		27.03.2010, 07.07.2010, 12.10.2010, 06.01.2011
GM	Gizli Liman 2	40° 07' 26.80" - 25° 40' 02.14"		27.03.2010, 07.07.2010, 17.10.2010, 06.01.2011
AK	Adalet Kampı	40° 05' 45.31" - 25° 45' 23.71"		27.03.2010, 20.06.2010, 12.10.2010, 06.01.2011, 28.06.2021
KR	Karakol	40° 06' 07.44" - 25° 49' 09.08"		24.03.2010, 16.06.2010, 10.10.2010, 06.01.2011
SL	Şapel	40° 06' 04.69" - 25° 50' 8.46"		24.03.2010, 16.06.2010, 10.10.2010, 06.01.2011, 28.06.2021
SK	Şen Kamping	40° 07' 40.79" - 25° 56' 20.28"		24.03.2010, 16.06.2010, 10.10.2010, 06.01.2011, 30.06.2021
TK	Kefaloz	40° 07' 34.94" - 25° 55' 51.98"		24.03.2010, 20.06.2010, 10.10.2010, 06.01.2011
DK	Aydıncık Koyu	40° 09' 41.85" - 25° 57' 56.38"		01.04.2010, 20.06.2010, 10.10.2010, 24.12.2010
BD	Bozdere	40° 11' 56.48" - 25° 58' 27.24"		01.04.2010, 16.06.2010, 10.10.2010, 24.12.2010
KL	Kuzu Limanı	40° 14' 05.27" - 25° 56' 53.38"		01.04.2010, 17.06.2010, 10.10.2010, 24.12.2010, 26.06.2021

Afterwards, the sampled material was sieved through a system with mesh size of 2 mm, 1 mm and 0.5 mm in the laboratory. In the sortage and identification of mollusc material was used a stereo-

microscope Olympus SZX-16 and then was putted in 40 cc jars containing 70% ethyl alcohol. Parenzan (1970), Parenzan (1974), Poppe & Goto (1993), and numerous specific articles concerning single species have been used for mollusc species identification. All identified mollusc specimens were counted as dead and live. The systematic of the identified species was given according to WoRMS (2022).

Physico-chemical parameters in the infralittoral water column (temperature, salinity, dissolved oxygen, and TDS) were measured with the YSI probe system for YZ, AK, KZ, SL, and SK stations (Figure 1).

Statistical analyzes were carried out to reveal the diversity and abundance of mollusc species. Therefore, frequency values ($F > 50\%$ continuous, $25\% < F < 50\%$ common and $F < 25\%$ rare) (Soyer, 1970), quantitative dominance, Margalef Richness (Margalef, 1958) (d), Pielou Evenness (Pielou, 1975) (J') and Shannon-Wiener Diversity indices (Shannon & Weaver, 1949) (based on \log_2) (H') were calculated. For the abundances of the identified species, n-MDS (Non-Metric Multidimensional Scaling) analyzes were calculated using PRIMER (ver. 7). All analyzes were conducted with live mollusc specimens also dead specimens (only shell) were counted and added to the tables.

3. Results

3.1. Biological data

Seasonal data

Totally 7142 individuals m^{-2} belonging to 35 mollusc species were identified seasonally in 2010 and 2011 (Table 2).

Table 2. Average abundance ind/m² and standard deviation results (±) of live mollusc species in different stations according to seasons. In parantheses mean dead mollusc individuals.m⁻². *: New records for the island

	TP	MS	GL	GM	AK	KR	SL	SK	TK	DK	BD	KL
GASTROPODA												
Gastropoda (sp.)	(2)											
<i>Alvania cimex</i> (Linnaeus, 1758)	(2)											
<i>Alvania geryonia</i> (Nardo, 1847)*	17±33, (2)											
<i>Alvania lactea</i> (Michaud, 1830)*										2±4		
<i>Alvania punctura</i> (Montagu, 1803)*	(2)											
<i>Alvania</i> sp.	(8)		(6)					(4)	(2)			(2)
<i>Bittium reticulatum</i> (da Costa, 1778)	63±114, (29)	173±346, (4)	(10)		(8)			29±58	(2)			
<i>Bittium latreillii</i> (Payraudeau, 1826)	8±17, (4)											
<i>Bittium</i> sp.			(4)									
<i>Cerithium vulgatum</i> Bruguière, 1792	4±8, (4)	2±4	4±8									
<i>Cerithium</i> sp.	(2)											
<i>Columbella rustica</i> (Linnaeus, 1758)	(4)						4±8					
<i>Conus ventricosus</i> Gmelin, 1791	15±20, (27)		(2)		(4)	4±8		4±8		15±24		
<i>Fossarus ambiguus</i> (Linnaeus, 1758)*	(2)											
<i>Gibbula</i> sp.	(2)											
<i>Haminoea</i> sp. *	19±32	2±4	2±4									
<i>Manzonia crassa</i> (Kanmacher, 1798)			(2)									
<i>Melarhaphe neritoides</i> (Linnaeus, 1758)	(2)											
<i>Odostomella doliolum</i> (Philippi, 1844)*	2±4											
<i>Odostomia</i> sp.		(2)										
<i>Parvioris ibizenca</i> (F. Nordsieck, 1968)*	2±4											
<i>Patella</i> sp.										2±4	2±4	
<i>Patella caerulea</i> Linnaeus, 1758	(2)	2±4		6±13						6±13		
<i>Philine</i> sp. *					2±4							
<i>Philine aperta</i> (Linnaeus, 1767)*						6±13			2±4			
<i>Pisania striata</i> (Gmelin, 1791)	2±4											
<i>Pusia granum</i> (Forbes, 1844)*	(8)											
<i>Pusia tricolor</i> (Gmelin, 1791)*	(2)											
<i>Pusillina radiata</i> (Philippi, 1836)*	(4)							(19)				
<i>Pusillina</i> sp.									(19)			

Table 2. Average abundance ind/m² and standard deviation results (±) of live mollusc species in different stations according to seasons. In parantheses mean dead mollusc individuals.m⁻². *: New records for the island (continued)

	TP	MS	GL	GM	AK	KR	SL	SK	TK	DK	BD	KL
<i>Retusa</i> sp.*	13±25, (6)				(2)	(4)	(4)					
<i>Retusa variabilis</i> (Milaschewitsch, 1912)*						2±4						
<i>Rissoa lia</i> (Monterosato, 1884)*						8±17						
<i>Rissoa scurra</i> (Monterosato, 1917)*					(2)							
<i>Rissoa similis</i> Scacchi, 1836	(6)				(10)				(2)	33±67		
<i>Rissoa</i> sp.			(4)	(6)	(4)	(2)	(6)		(71)			
<i>Rissoa splendida</i> Eichwald, 1830*	(2)								(4)	6±13, (6)		
<i>Tritia incrassata</i> (Ström, 1768)	6±13, (4)		4±8									
<i>Tritia</i> sp.	6±13, (6)											
<i>Trophonopsis muricata</i> (Montagu, 1803)*	(2)	2±4			(2)							
<i>Vexillum</i> sp.	(2)											
BIVALVIA												
Bivalvia (sp.)				(2)								
<i>Cardita calyculata</i> (Linnaeus, 1758)	23±21	2±4			2±4						2±4	15±29
<i>Hiatella arctica</i> (Linnaeus, 1767)			17±33							2±4		
<i>Irus irus</i> (Linnaeus, 1758)	21±42		17±33	4±5	27±33	10±21		25±50	2±4			
<i>Modiolula phaseolina</i> (Philippi, 1844)	6±13		6±8	2±4			2±4		4±5			
<i>Musculus costulatus</i> (Risso, 1826)	225±406	42±49	73±140	38±60	29±43		13±25	4±8	58±56	42±63		4±5
<i>Musculus discors</i> (Linnaeus, 1767)							2±4					
<i>Musculus subpictus</i> (Cantraine, 1835)	2±4											
<i>Mytilaster minimus</i> (Poli, 1795)	4±8	21±25	110±189	190±379	13±25					19±22		2±4
<i>Mytilus galloprovincialis</i> Lamarck, 1819		4±5	79±153	127±147								
<i>Parvicardium scriptum</i> (Bucquoy, Dautzenberg & Dollfus, 1892)					2±4							
<i>Venerupis corrugata</i> (Gmelin, 1791)*					4±8							
POLYPLACOPHORA												
<i>Acanthochitona crinita</i> (Pennant, 1777)*	2±4						2±4					

The highest number of individuals (1558 ind.m⁻²) and species (16) at the TP station was recorded in July (Figure 1).

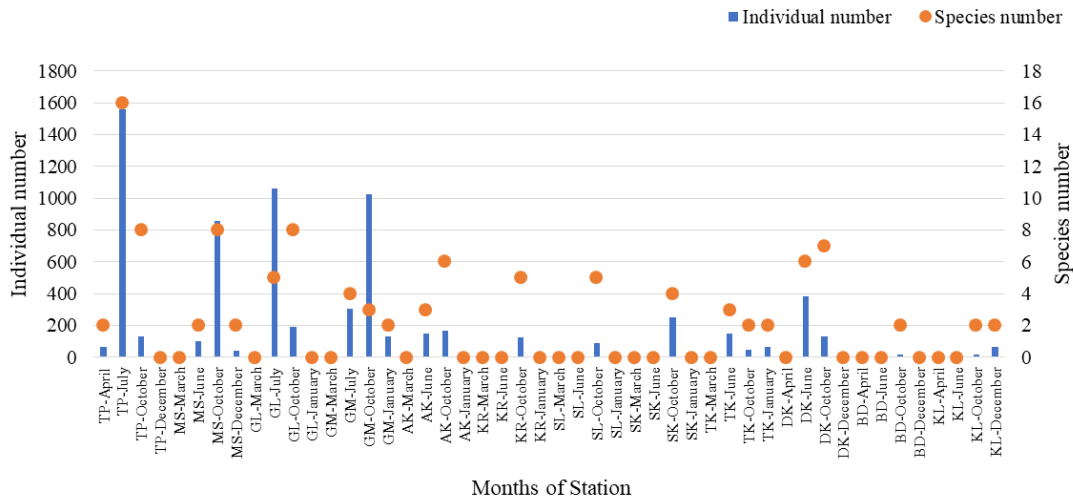


Figure 1. The number of species and individuals in seasonal data (ind/m²).

In seasonal data, *Musculus costulatus* was the common mollusc species and the other 34 were the rare species while *Musculus costulatus* (30 %), *Mytilaster minimus* (20 %), *Bittium reticulatum* (15 %) and *Mytilus galloprovincialis* (12 %) were the most dominant mollusc species. In fall, TP has the highest Margalef and Shannon-Wiener indices and both BD and KL have the highest Pielou indexes, in winter MS has the highest Margalef, Shannon-Wiener and Pielou indices, in spring TP station has the highest Margalef, Shannon-Wiener and Pielou indices, in summer TP has the highest Margalef and Shannon-Wiener indices and both AK and DK station have the highest Pielou index (Table 3).

Table 3. Margalef Richness (d), Pielou Evenness (J') and Shannon-Wiener Diversity (H') index values obtained in different stations according to seasonal abundance

Indices	Seasons of Stations											
	TP				MS				GL			
	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter
d	0.24	2.04	1.43	*	*	0.22	1.04	0.27	*	0.57	1.33	*
J'	0.95	0.63	0.97	*	*	0.41	0.37	0.72	*	0.80	0.85	*
H'	0.95	2.51	2.91	0	0	0.41	1.12	0.72	0	1.86	2.55	0.00
Indices	GM				AK				KR			
	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter
d	*	0.52	0.29	0.20	*	0.40	0.98	*	*	*	0.83	*
J'	*	0.38	0.60	0.34	*	0.82	0.82	*	*	*	0.93	*
H'	0	0.76	0.94	0.34	0	1.30	2.11	0	0	0	2.15	0
Indices	SL				SK				TK			
	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter
d	*	*	0.89	*	*	*	0.54	*	*	0.40	0.026	0.24
J'	*	*	0.80	*	*	*	0.78	*	*	0.39	0.65	0.54
H'	0	0	1.87	0	0	0	1.56	0	0	0.61	0.65	0.54
Indices	DK				BD				KL			
	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter	Spring	Summer	Fall	Winter
d	*	0.84	1.23	*	*	*	0.36	*	*	*	0.36	0.24
J'	*	0.82	0.88	*	*	*	1	*	*	*	1	0.54
H'	0	2.13	2.48	0	0	0	1	0	0	0	1	0.54

Monthly data

In total 2292 individuals.m⁻² belonging to 25 mollusc species were identified monthly at the station of YZ in the years 2010 and 2011 (Table 4).

Table 4. Average abundance and standard deviation (\pm) results of live mollusc species in the stations according to seasons and average abundance results of dead molluscs (ind/m²) in the YZ station. *: New records for the island

	April	May	June	July	August	September	October	November	December	January	February	March
GASTROPODA												
Gastropoda (sp.)					(8)	(8)						
<i>Alvania cimex</i> (Linnaeus, 1758)					(8)	(8)						
<i>Alvania</i> sp.							(8)					
<i>Aplus scacchianus</i> (Philippi, 1844)							17±29					
<i>Bittium latreillii</i> (Payraudeau, 1826)						25±43	(8)					
<i>Bittium reticulatum</i> (da Costa, 1778)				(33)	(17)			17±29, (8)				
<i>Cerithium vulgatum</i> Bruguière, 1792											17±29, (17)	
<i>Chrysallida</i> sp.								(8)				
<i>Columbella rustica</i> (Linnaeus, 1758)				(33)			(17)	(8)				(8)
<i>Conus ventricosus</i> Gmelin, 1791				(25)	(25)	17±29, (8)	(33)	8±14			17±29	
<i>Diodora graeca</i> (Linnaeus, 1758)*						25±25	8±14					
<i>Manzonia crassa</i> (Kanmacher, 1798)								(17)				
<i>Melarhaphes neritoides</i> (Linnaeus, 1758)								(8)				
<i>Pisania striata</i> (Gmelin, 1791)							(8)				(8)	
<i>Pusia granum</i> (Forbes, 1844)*								(8)			8±14	
<i>Pusillina radiata</i> (Philippi, 1836)*											42±72	
<i>Raphitoma</i> sp.						(8)						
<i>Retusa</i> sp.*						(8)						
<i>Rissoa splendida</i> Eichwald, 1830*				(8)	8±14		(8)					
<i>Tritia incrassata</i> (Ström, 1768)						25±43	(17)	8±14			8±14	
<i>Tritia</i> sp.							(17)			(8)		
<i>Tritia varicosa</i> (W. Turton, 1825)*								8±14				
<i>Trophonopsis muricata</i> (Montagu, 1803)*		19±29					25±43	(8)				
<i>Trophon</i> sp.*				(8)		(8)						
BIVALVIA												
<i>Cardita calyculata</i> (Linnaeus, 1758)		58±80	8±14	8±14		25±43	250±130	325±563	75±75	125±139	108±188	33±29
<i>Ctena decussata</i> (O. G. Costa, 1829)								8±14			92±159	
<i>Hiatella arctica</i> (Linnaeus, 1767)								8±14				
<i>Irus irus</i> (Linnaeus, 1758)								50±87				
<i>Limaria tuberculata</i> (Oliv, 1792)											8±14	8±14
<i>Modiolula phaseolina</i> (Philippi, 1844)			8±14							8±14		
<i>Musculus costulatus</i> (Risso, 1826)		333±290	17±29	17±29			83±38	42±72		17±29	8±14	25±25
<i>Mytilaster minimus</i> (Poli, 1795)		33±29		8±14	25±43	8±14	8±14	25±43	25±25	50±66		
<i>Mytilus galloprovincialis</i> Lamarck, 1819												8±14
<i>Parvicardium scriptum</i> (Bucquoy, Dautzenberg & Dollfus, 1892)								8±14				
<i>Venerupis corrugata</i> (Gmelin, 1791) *											17±29	
POLYLACOPHORA												
<i>Acanthochitona crinita</i> (Pennant, 1777)*								8±14			8±14	
<i>Rhyssoptax olivacea</i> (Spengler, 1797)								8±14				

YZ station has the highest individual number (508 ind.m⁻²) in November and species numbers (11) in November and February (Figure 2).

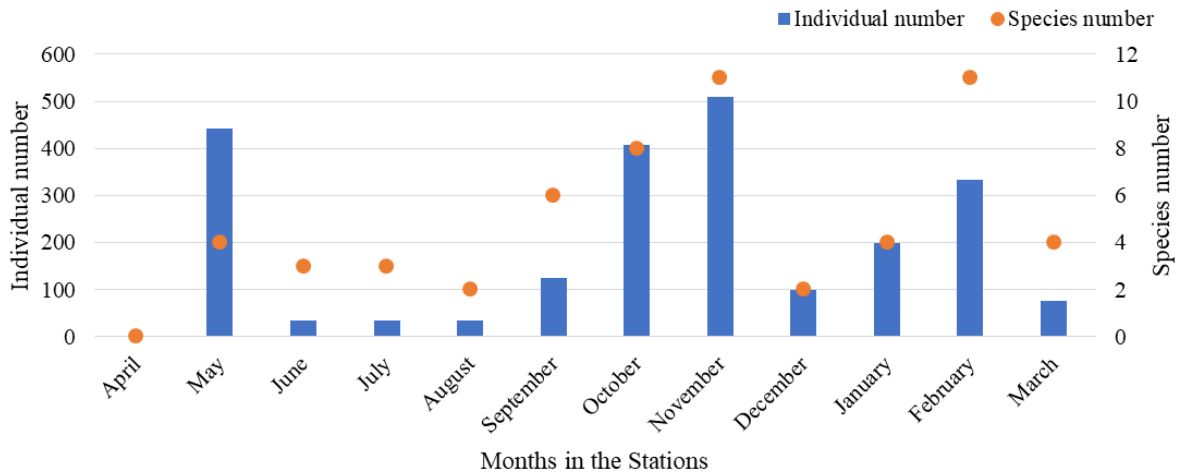


Figure 2. The number of species and individuals/m² in YZ station according to months.

According to the monthly obtained data, *Cardita calyculata*, *Musculus costulatus* and *Mytilaster minimus* were the species with continuous distribution, *Conus ventricosus*, *Tritia incrassata* were with common distribution and the other 20 ones were rarely distributed. *Cardita calyculata* (44 %) and *Musculus costulatus* (24 %) were the most dominant species. In the February was calculated the highest Margalef and Shannon-Wiener index and in the September the highest Pielou index value (Table 5).

Table 5. Margalef Richness (d), Pielou Evenness (J') and Shannon-Wiener Diversity (H') index values according to monthly data in YZ Station

Indices	April	May	June	July	August	September	October	November	December	January	February	March
d	*	0.49	0.57	0.57	0.29	1.04	1.16	1.61	0.22	0.57	1.72	0.69
J'	*	0.58	0.95	0.95	0.81	0.97	0.60	0.58	0.81	0.71	0.79	0.88
H'	0	1.15	1.50	1.50	0.81	2.51	1.80	2.00	0.81	1.41	2.73	1.75

Comparison between the summers of the years 2010 and 2021

In Gökçeada Island, five mollusc species including 183 individuals.m⁻² in the summer of 2010 and 26 mollusc species with 4183 individuals.m⁻² in the summer of 2021 were identified (Table 6). YZ was the highest individual (3267 ind.m⁻²) and species numbers (23) in 2021 (Figure 3).

Table 6. The mean, standard deviation results (\pm) of live mollusc species in different stations according to seasons and the mean results of dead molluscs in the summers of 2010 and 2021 (ind.m⁻²) in the brackets. *: New records for the island

	YZ		AK		KL		SL		SK	
	2010	2021	2010	2021	2010	2021	2010	2021	2010	2021
GASTROPODA										
<i>Alvania cimex</i> (Linnaeus, 1758)		(67)								
<i>Alvania</i> sp.		8±14								
<i>Bittium reticulatum</i> (da Costa, 1778)	(33)	725±458, (358)		192±176, (42)		167±95				(17)
<i>Caecum trachea</i> (Montagu, 1803)								25±43		
<i>Caecum</i> sp.						(8)				
<i>Caecum subannulatum</i> de Folin, 1870*								8±14		
<i>Cerithium vulgatum</i> Bruguière, 1792		717±413								(8)
<i>Columbella rustica</i> (Linnaeus, 1758)	(33)									
<i>Conus ventricosus</i> Gmelin, 1791	(25)	75±66, (33)								(8)
<i>Mangelia vauquelini</i> (Payraudeau, 1826)*		17±29								
<i>Mangelia</i> sp.		(8)								
<i>Odostomia</i> sp.		8±14								
<i>Phorcus turbinatus</i> (Born, 1778)										(8)
<i>Pusia granum</i> (Forbes, 1844)*		8±14, (17)								
<i>Pusillina radiata</i> (Philippi, 1836)*		(17)								
<i>Retusa</i> sp.*		(17)	(8)							
<i>Rissoa</i> sp.		25±43, (33)	(8)	(8)						
<i>Rissoa similis</i> Scacchi, 1836		8±14								
<i>Rissoa splendida</i> Eichwald, 1830*	(8)									
<i>Tritia</i> sp.		67±58, (17)		8±14						
<i>Tritia varicosa</i> (W. Turton, 1825)*		25±25								
<i>Trophonopsis muricata</i> (Montagu, 1803)*		(17)								
<i>Trophon</i> sp.*	(8)									
<i>Spiralinella incerta</i> (Milaschewitsch, 1916)*						(8)				
<i>Steromphala varia</i> (Linnaeus, 1758)		17±14								
BIVALVIA										
<i>Bivalvia</i> (sp1.)		42±72								
<i>Bivalvia</i> (sp2.)		25±43								
<i>Bivalvia</i> (sp3.)		8±14								
<i>Cardita calyculata</i> (Linnaeus, 1758)	8±14	125±175								
<i>Hiatella arctica</i> (Linnaeus, 1767)		17±14								
<i>Irus irus</i> (Linnaeus, 1758)		17±14	42±72	25±25						
<i>Modiolula phaseolina</i> (Philippi, 1844)		8±14		8±14						
<i>Modiolus barbatus</i> (Linnaeus, 1758)		75±66								42±38
<i>Mytilus galloprovincialis</i> Lamarck, 1819		42±52		108±166						150±238
<i>Mytilaster minimus</i> (Poli, 1795)	8±14									
<i>Musculus costulatus</i> (Risso, 1826)	17±29	1142±600	92±159	25±25				17±14		133±38
<i>Parvicardium scriptum</i> (Bucquoy, Dautzenberg & Dollfus, 1892)		67±115								
<i>Sphenia binghami</i> W. Turton, 1822				8±14						
<i>Venerupis corrugata</i> (Gmelin, 1791)*			17±29							

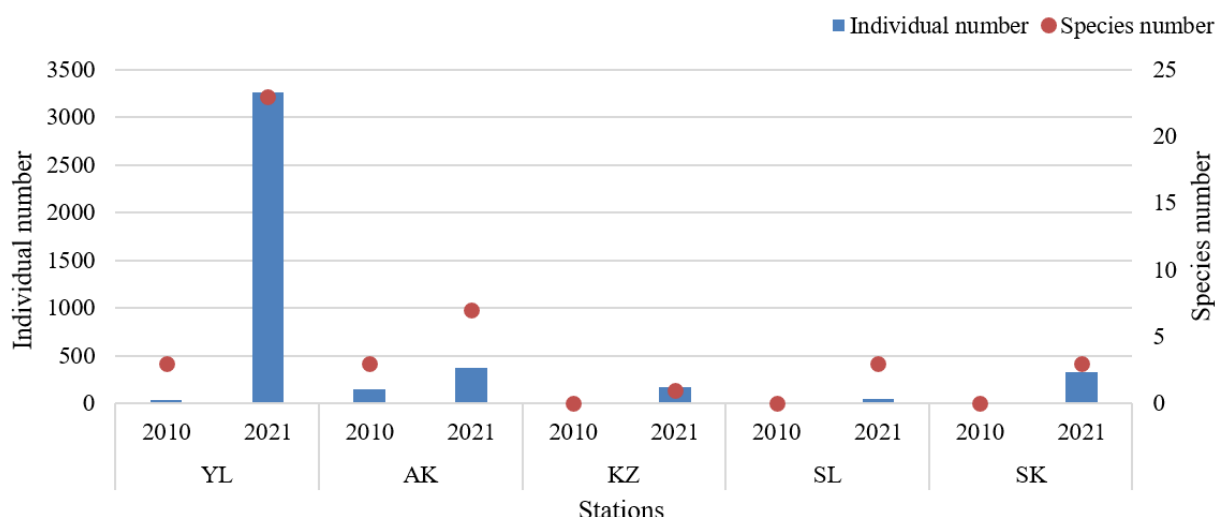


Figure 3. Comparison of individual and species numbers according to stations in the summer seasons of 2010 and 2021 (ind/m²).

In 2010, *Musculus costulatus* was the species with common distribution, the other four species were rarely distributed and *M. costulatus* (59 %), and *Irus irus* (23 %) were the dominant species. In 2021, *M. costulatus*, *Bittium reticulatum* and *Mytilus galloprovincialis* were the species with continuous distribution, *Irus irus*, *Modiolula phaseolina*, *Modiolus barbatus*, *Tritia* sp. were with common distribution, and the other 20 species were rarely distributed. *Musculus costulatus* (31 %), *Bittium reticulatum* (26 %) and *Cerithium vulgatum* (17 %) were the dominant species. YZ and AK stations' Pielou index values decreased in 2021 compared to 2010. The result calculated for KL station in summer 2021 was not statistically significant and no indices values were calculated for the stations KL, SL and SK stations in 2010 since any species was detected (Table 7).

Table 7. Margalef Richness (d), Pielou Evenness (J') and Shannon-Wiener Diversity (H') index values according to stations in the summer periods of 2010 and 2021

Indices	YZ		AK		KL		SL		SK	
	2010	2021	2010	2021	2010	2021	2010	2021	2010	2021
d	0.57	2.72	0.40	1.01	*	0	*	0.51	*	0.35
J'	0.95	0.61	0.82	0.68	*	*	*	0.92	*	0.90
H'	1.50	2.76	1.30	1.90	0	0	0	1.46	0	1.42

3.2. Environmental data

In 2010, the physicochemical parameters measured at YZ, AK, KL, SL, and SK stations were as follow: temperature between 26.09 °C and 29.01 °C, salinity between 31.88 ‰ and 33.7 ‰, dissolved oxygen between 7.61 mg L⁻¹ and 9.48 mg L⁻¹, and TDS between 31.82 mg L⁻¹ and 33.41 mg L⁻¹. Similarly, for these five stations in 2021, the temperature was between 26.79 °C and 28.31 °C, the salinity was between 31.77 ‰ and 33.08 ‰, the dissolved oxygen between 7.91 mg L⁻¹ and 10.51 mg L⁻¹ and the TDS was between 31.68 mg L⁻¹ and 32.87 mg L⁻¹ (Figure 4).

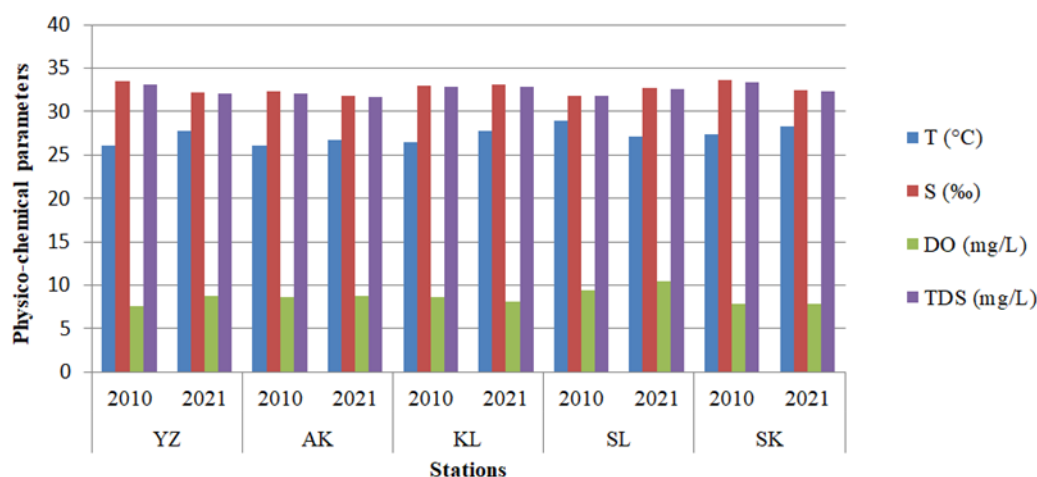


Figure 4. Physicochemical parameters measured at the stations YZ, AK, KL, SL, SK stations in 2010 and 2021 (T: Temperature, S: Salinity, DO: Dissolved oxygen, TDS: Total Dissolved Solids).

4. Discussion and Conclusion

After the check-list by Gönülal & Güreşen (2014), in which a total of 113 bivalves, 84 gastropods and 8 chitons of Gökçeada mollusc fauna were reported, Aslan et al., (2018) listed 62 species and later Barraud & Öztürk (2022) reported 13 species from the same area. In this study, totally 76 mollusc species were identified from which 27 species are new records from the Gökçeada Island.

Among the seasonal samplings, TP Station was with the highest number of individuals and species, probably due to the limited human access and existence of freshwater inflow in the region. Sorgente et al., (2020) mentioned that the freshwater input may change the nutrient amount in an area and make more efficient for organisms' development, which fact supports our findings. In our study, both in seasonal and summer samplings of 2010 and 2021, *Musculus costulatus* was the most dominant species. This species was also reported from Bozcaada Island by Aslan Cihangir & Mutlu (2006), and from the Çanakkale Strait by Aslan-Cihangir & Ovalis (2013) and Tekeli and Aslan (2020). Among the monthly samplings, YZ Station was with the highest number of individuals in November and the highest species number in November and February. In the winter period, YZ station was with higher individual and species numbers compared to other periods. A similar result was obtained by Aslan-Cihangir & Ovalis (2013) in a study carried out in Çanakkale Strait, in which study was found a decrease in the abundance of mollusc species from summer to autumn, and the abundance rate was on its maximum in the winter period. Rueda & Salas (2008) found that the abundance of molluscs was higher in autumn and summer. Urra et al., (2013) stated that the richness and abundance indices for molluscs are higher in the summer period, while the evenness and diversity indices are higher in the spring period.

In our study which is based on monthly data, *Cardita calyculata* is the most dominant species in terms of the number of individuals. This species is known from Lesvos (Bogdanos et al., 2002) and Bozcaada (Aslan Cihangir & Mutlu, 2006), localities close to Gökçeada. On the other hand, when the summer months of 2010 and 2021 are compared, the number of species and individuals in the summer of 2021 was found higher than in 2010. In the summer of 2010, to attract tourists to the region, sand was dumped on the Yıldız Koy shore having a hard bottom structure and this activity resulted with the extinction of some organisms from the environment. Peterson & Bishop (2005) also stated that this situation may disrupt the habitat structures in a region and adversely affect the invertebrate organisms settled in the area.

The mucilage effects on mollusc species were firstly studied in Adriatic Sea in 1729 (Savun-Hekimoğlu & Gazioğlu, 2021). Later, its effects were investigated in different regions of the Mediterranean and as well as in Türkiye. Mucilage formation was found to have negative effects on macrozoobenthic organisms (Schiaparelli et al., 2007; Piazzini et al., 2018; Aslan et al., 2021b; Karadurmuş & Sari, 2022). Devescovi & Iveša (2007) detected that a significant amount of *Arca noae* died due to the mucilage event and stated that the species is sensitive. In the study conducted by Aslan et al. (2021b), in Gökçeada, comparing the summer months of 2010 and 2021, it was determined that

there was a decrease in the number of peracarid crustacean species and individuals in 2021 at all stations, except for the YZ Station and the authors stated that the decrease in those stations was caused by the formation of mucilage in the studied localities. However, mucilage was also detected in AK, SL and SK stations, but was found that it had not a negative effect on mollusc species distribution or survival rates.

Gökçeada, rich in biological diversity and important due to its location in the Aegean Sea, is adversely affected by the human activities nowadays and, as it seems, will continue to be affected in the coming years. To prevent the area becoming irreversible due to many different activities such as mucilage formation, long-term monitoring studies are needed to evaluate the faunistic and floristic features of marine habitats along Gökçeada coasts.

Acknowledgements

We would like to thank Pınar İşmen, Ayşe Karpuzoğlu, Özge Bacak, İrem Yılmaz and Ahmet Becan for sorting mollusc materials. We also thanks to Ergun Baylan for the English corrections. The present study was funded by Çanakkale Onsekiz Mart University, ÇOMÜ-BAP projects (FHD-2010-84; FHD-2011-64). The authors declare that there is no conflict of interest.

References

- Albayrak, S. (2002). Bivalvia fauna of the Imbros Island (Ne Aegean Sea). *The Journal of Biology*, 65, 1-24.
- Andrade-Tubino, M. F., Azevedo, M. C. C., Franco, T. P., & Araújo, F. G. (2019). How are fish assemblages and feeding guilds organized in different tropical coastal systems? Comparisons among oceanic beaches, bays and coastal lagoons. *Hydrobiologia*, 847(2), 403-419. doi:10.1007/s10750-019-04101-3
- Aslan-Cihangir, H., & Mutlu, E. (2006, November). *The marine malacofauna of Bozcaada Island (NE Aegean Sea)*. International Seminar on Coastal Water Management & Sustainable Use of Marine Resources, Dakar, Senegal.
- Aslan-Cihangir, H., & Ovalis, P. (2013). Seasonal variations and structure of the molluscan assemblage in the Canakkale Strait (Turkey). *Acta Zoologica Bulgarica*, 65(2), 233-250.
- Aslan, H., Gonulal, O., Can-Yilmaz, E., Elipek, B., Baytut, O., Tosunoglu, M., Karabacak, E., & Kurt, Y. (2018). Species diversity in lentic, lotic, marine and terrestrial biotopes of Gokceada Salt Lake Wetland (Canakkale, Turkey). *Fresenius Environmental Bulletin*, 27(5), 2853-2866.
- Aslan, H., & İşmen, P. (2019). Peracarid crustaceans species from upper infralittoral rocky shores of Gokceada Island (Aegean Sea). *COMU Journal of Marine Science and Fisheries*, 2(1), 109-119.
- Aslan, H., Elipek, B., Gönülal, O., Baytut, Ö., Kurt, Y., & İnanmaz, Ö. E. (2021a). Gökçeada Salt Lake: A case study of seasonal dynamics of wetland ecological communities in the context of anthropogenic pressure and nature conservation. *Wetlands*, 41(23), doi:10.1007/s13157-021-01401-0
- Aslan, H., Tekeli, Z., & Bacak, Ö. (2021b). Effects of mucilage on the benthic crustacean in the North Aegean Sea. *Journal of the Black Sea / Mediterranean Environment*, 27(2), 214-231.
- Barraud, T., & Öztürk, B. (2022). Macroinfaunal invertebrates associated to *Cladocora caespitosa* (Cnidaria: Anthozoa) in Gökçeada (Northern Aegean Sea). *Journal of Black Sea / Mediterranean Environment*, 28(1), 17-62.
- Bloch, C. P., & Klingbeil, B. T. (2015). Anthropogenic factors and habitat complexity influence biodiversity but wave exposure drives species turnover of a subtropical rocky inter-tidal metacommunity. *Marine Ecology*, 37(1), 64-76. doi:10.1111/maec.12250
- Bogdanos, C., Simboura, N., & Zenetos, A. (2002). The benthic fauna of Geras Gulf (Lesvos Isl., Greece): Inventory, distribution and some zoogeographical considerations. *Hellenic Zoological Archives*, 6, 1-22.
- Burden, A., Smeaton, C., Angus, S., Garbutt, A., Jones, L., Lewis, H. D., & Rees, S. M. (2020). Impacts of climate change on coastal habitats, relevant to the coastal and marine environment around the UK. *MCCIP Science Review*, 228-255. doi:10.14465/2020.arc11.chb

- Carnegie, R. B., Arzul, I., & Bushek, D. (2016). Managing marine mollusc diseases in the context of regional and international commerce: policy issues and emerging concerns. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 371, 20150215. doi:10.1098/rstb.2015.0215
- Coen, L. D., & Bishop, M. J. (2015). The ecology, evolution, impacts, and management of host–parasite interactions of marine molluscs. *Journal of Invertebrate Pathology*, 131, 177-211. doi:10.1016/j.jip.2015.08.005
- Devescovi, M., & Iveša, L. (2007). Short term impact of planktonic mucilage aggregates on macrobenthos along the Istrian rocky coast (Northern Adriatic, Croatia). *Marine Pollution Bulletin*, 54, 887–893. doi:10.1016/j.marpolbul.2007.03.009
- Fortunato, H. (2015). Molluscs: Tools in environmental and climate research. *American Malacological Bulletin*, 33(2), 1-15. doi:10.4003/006.033.0208
- Gönülal, O., & Güreşen, S. O. (2014). A list of macrofauna on the continental shelf of Gökçeada Island (northern Aegean Sea) with a new record (*Gryphus vitreus* Born, 1778) (Brachiopoda, Rhynchonellata) for the Turkish seas. *Journal of the Black Sea/Mediterranean Environment*, 20(3), 228-252.
- Gönülal, O., & Güreşen, S. O. (2017). A catalogue of the marine species: Gökçeada Marine Museum. *Turkish Journal of Bioscience and Collections*, 1(1), 1-15.
- Karadurmuş, U., & Sarı, M. (2022). Marine mucilage in the Sea of Marmara and its effects on the marine ecosystem: mass deaths. *Turkish Journal of Zoology*, 49, 93-102. doi:10.3906/zoo-2108-14
- Kidwell, S. (2013). Time-Averaging and fidelity of modern death assemblages: Building a taphonomic foundation for conservation palaeobiology. *Palaeontology*, 56(3), 487–522. doi:10.1111/pala.12042
- Kocaman, E. G. (2020). Akıllı ve sakin şehirler için enerji çözümleri. *Istanbul Sabahattin Zaim University Journal of Institute of Science and Technology*, 2(2), 40-47.
- Kueffer, C., & Kinney, K. (2017). What is the importance of islands to environmental conservation?. *Environmental Conservation*, 44(4), 311–322. doi:10.1017/S0376892917000479
- Lumeran, B. T. (2019). Assemblage of Gastropods in the Rocky Intertidal Zone of Asry Beach, Kingdom of Bahrain. In S. Ray, G. Diarte-Plata, & R. Escamilla-Montes (Eds.), *Invertebrates - Ecophysiology and Management* (pp. 165-178). London, UK: IntechOpen. doi:10.5772/intechopen.87772
- Margalef, R. (1958). Information theory in ecology. *General Systems*, 3, 36-71.
- Mendonça, V., Vinagre, C., Cabral, H., & Silva, A. C. F. (2014). Habitat use of inter-tidal chitons - role of colour polymorphism. *Marine Ecology*, 36(4), 1098–1106. doi:10.1111/maec.12205
- Niemelä, P., Tolvanen, H., Rönkä, M., Kellomäki, S., Krug, J., Schurgers, G., Lehikoinen, E., & Kalliola, R. (2015). Environmental Impacts - Coastal Ecosystems, Birds and Forests. In B. Hans-Jürgen., M. Menenti, & S. I. Rasool (Eds.), *Second Assessment of Climate Change for the Baltic Sea Basin* (pp. 290-306). Springer. doi:10.1007/978-3-319-16006-1_16
- Oehlmann, J., & Schulte-Oehlmann, U. (2003). Molluscs as Bioindicators. In B. A. Markert, A. M. Breure, & Zechmeister, H. G. (Eds.), *Bioindicators and Biomonitors* (pp. 577-635). Elsevier Science. doi:10.1016/S0927-5215(03)80147-9
- Öztürk, B., Doğan, A., Bitlis, B., & Önen, M. (2008). Ptenoglossa species (Mollusca: Gastropoda) distributed along the Turkish Coast of the Aegean Sea. *Turkish Journal of Zoology*, 32, 201-211.
- Öztürk, B. (2011). Scaphopod species (Mollusca) of the Turkish Levantine and Aegean seas. *Turkish Journal of Zoology*, 35(2), 199-211. doi:10.3906/zoo-0904-23
- Öztürk, B., Bitlis, B., & Filiz, M. E. (2011). The genus *Chrysallida* Carpenter, 1856 on the Turkish coasts. *Zoology in the Middle East*, 54(1), 53-78. doi:10.1080/09397140.2011.10648880
- Öztürk, B., Bitlis, B., & Micali, P. (2013). *Heterostropha* species of the Turkish Coasts: *Odostomiinae* Pelsener, 1928 (Gastropoda, Heterobranchia, Pyramidellidae). *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 13, 139-157. doi:10.4194/1303-2712-v13_1_18
- Parenzan, P. (1970). *Carta d'identita delle conchiglie del Mediterraneo. Vol. I, Gastreropodi*. Taranto: Bios Taras.
- Parenzan, P. (1974). *Carta d'identita delle conchiglie del Mediterraneo, Vol. II Bivalvi*. Taranto: Bios Taras.

- Peterson, C. H., & Bishop, M. J. (2005). Assessing the environmental impacts of Beach Nourishment. *BioScience*, 55(10), 887-896. doi:10.1641/0006-3568(2005)055[0887:ATEIOB]2.0.CO;2
- Piazzì, L., Atzori, F., Cadoni, N., Cinti, M. F., Frau, F., & Ceccherelli, G. (2018). Benthic mucilage blooms threaten coralligenous reefs. *Marine Environmental Research*, 140, 145-151 doi:10.1016/j.marenvres.2018.06.011
- Pielou, E. C. (1975). *Ecological Diversity*. New York, USA: John Wiley & Sons.
- Poppe, G. T., & Goto, Y. (1993). *European Seashells, Vol. II (Scaphopoda, Bivalvia, Cephalopoda)*. Wiesbaden: Verlag Christa Hemmen.
- Ramón, M., & Galimany, E. (2022). The Contribution of Bivalves to Coastal Ecosystem Services. In J. L. Pelegrí, J. M. Gili, & M.V. Martínez de Albéniz (Eds.), *The Ocean We Want: Inclusive and Transformative Ocean Science* (pp. 111-113). Barcelona, Spain: Institut de Ciències del Mar, CSIC. doi:10.20350/2FdigitalCSIC%2F14081
- Rueda J. L., & Salas, C. (2008). Molluscs associated with a subtidal *Zostera marina* L. bed in southern Spain: Linking seasonal changes of fauna and environmental variables. *Estuarine, Coastal and Shelf Science*, 79(1), 157–167. doi:10.1016/j.ecss.2008.03.018
- Savun-Hekimoğlu, B., & Gazioglu, C. (2021). Mucilage problem in the semi-enclosed seas: Recent outburst in the Sea of Marmara. *International Journal of Environment and Geoinformatics*, 8(4), 402-413. doi:10.30897/ijgeo.955739
- Schiaparelli, S., Castellano, M., Povero, P., Sartoni, G., & Cattaneo-Vietti, R. (2007). A benthic mucilage event in North-Western Mediterranean Sea and its possible relationships with the summer 2003 European heatwave: Short term effects on littoral rocky assemblages. *Marine Ecology*, 28, 341-353. doi:10.1111/j.1439-0485.2007.00155.x
- Seitz, R. D., Wennhage, H., Bergström, U., Lipcius, R. N., & Ysebaert, T. (2014). Ecological value of coastal habitats for commercially and ecologically important species. *ICES Journal of Marine Science*, 71(3), 648–665. doi:10.1093/icesjms/fst152
- Shannon, C. E., & Weaver, W. (1949). *The Mathematical Theory of Communication*. Urbana, IL: The University of Illinois Press.
- Sorgente, R., Di Maio, A., Pessini, F., Ribotti, A., Bonomo, S., Perilli, A., Alberico, I., Lirer, F., Cascella, A., & Ferraro, L. (2020). Impact of freshwater inflow from the Volturno River on coastal circulation. *Frontiers in Marine Science*, 7, 293. doi:10.3389/fmars.2020.00293
- Soyer, J. (1970). Bionomie benthique du plateau continental de la cote catalan Française. III. Les Peuplements de Copepodes Harpacticoides (Crustacea). *Vie Milieu*, 21, 377-511.
- Tekeli, Z. & Aslan, H. (2020). Bivalvia (Mollusca) fauna of the Çanakale Strait (Dardanelles) coast. *Acta Biologica Turcica*, 33, 244-251.
- Tershy, B. R., Shen, K.-W., Newton, K. M., Holmes, N. D., & Croll, D. A. (2015). The importance of islands for the protection of biological and linguistic diversity. *BioScience*, 65(6), 592–597. doi:10.1093/biosci/biv031
- Tüfekçi, V., Balkis, N., Polat Beken, Ç., Ediger, D., & Mantıkçı, M. (2010). Phytoplankton composition and environmental conditions of a mucilage event in the Sea of Marmara. *Turkish Journal of Biology*, 34, 199-210. doi:10.3906/biy-0812-1
- Urra, J., Ramírez, Á. M., Marina, P., Salas, C., Gofas, S., & Rueda, J. L. (2013). Highly diverse molluscan assemblages of *Posidonia oceanica* meadows in northwestern Alboran Sea (W Mediterranean): Seasonal dynamics and environmental drivers. *Estuarine, Coastal and Shelf Science*, 117, 136e147. doi:10.1016/j.ecss.2012.11.005
- Von Storch, H., Omstedt, A., Pawlak, J., & Reckermann, M. (2015). Introduction and Summary. In B. Hans-Jürgen., M. Messori, & S. I. Rasool, (Eds.), *Second Assessment of Climate Change for the Baltic Sea Basin* (pp. 1-22). Springer. doi:10.1007/978-3-319-16006-1_1
- Weideman, E. A., Perold, V., Ouardien, A., Smyth, L. K., Ryan, P. G. (2020). Quantifying temporal trends in anthropogenic litter in a rocky intertidal habitat. *Marine Pollution Bulletin*, 160, 111543. doi:10.1016/j.marpolbul.2020.111543
- WoRMS. (2022). World Register of Marine Species. <https://www.marinespecies.org/> Date of access: 19.07.2022.



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Kedikulağı (*Ophrys sphegodes* subsp. *mammosa*, Orchidaceae) Yumrularındaki Fenollerin Tespiti

Mehmet AYBEKE

Trakya Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyoloji Bölümü, Balkan Yerleşkesi, 22100, Merkez, Edirne, Türkiye

ORCID No: 0000-0001-9512-5313

Sorumlu yazar e-posta: mehmetaybeke@trakya.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 05.01.2023
Kabul: 27.04.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1230023

Anahtar Kelimeler

Fenol,
Ophrys
Orkide,
Yumru

Öz: Fenolik bileşiklerin birçok antioksidan, antimikrobiyal, antienflamatuar, antioksidan, antitümör, kardiyoprotektif, nöroprotektif ve antidiyabetik aktiviteleri vardır. Orkidelerde fenoliklerle ilgili bilgiler çok azdır ve orkide yumruları önemli droglardan biridir. Bu nedenle çalışmada; hazır materyal olarak elimizde bulunan Orchidaceae familyasından *Ophrys sphegodes* Mill. subsp. *mammosa* (Desf.) Soó ex E. Nelson (Kedikulağı) taksonuna ait yumrulara fenolik bileşiklerin tespiti amaçlanmıştır. Bunun için çiçeklenme aşamasında bitkilerden yumrular alınmış, bu yumrular LC-MS/MS ile fenolik bileşik analizi yapılmıştır. Yumru örneklerinde 27 değişik fenol taranmış ve 12 fenole rastlanmıştır. Yapılan analiz sonucunda *O. sphegodes* subsp. *mammosa* yumrularında Gallik Asit, Protokatekuik Asit, 2,5-Dihidroksibenzoik Asit, Klorojenik Asit, *P*-kumarik asit, Rutin, Trans Ferrulik Asit, Propil Gallate, Kersetin, Lutolein, Kamferol, Izorammetin tespit edilmiştir. En fazla fenol 901.6510 ng/gr ile Kamferol olurken, en az fenol ise 1,0168 ng/gr ile Propil Gallat'dır. Nicelik olarak ikinci sırada en fazla olan fenol 392.7265 ng/gr ile *P*-kumarik asit, üçüncü sırada 375.0809 ng/gr ile Trans Ferrulik Asit, dördüncü sırada 69.4946 ng/gr ile Rutin'dir. Diğer kalan fenollerin miktarları 20 ng/gr'ın altındadır. Sonuçlar, yakın ve uzak taksonlarla yapılan güncel çalışmalarla karşılaştırılmış ve incelenen taksonun olası güçlü antioksidan ve antibakteriyel etkileri ile ilaç endüstrisi ve sürdürülebilir orkide tarımsal üretim için iyi bir potansiyele sahip olduğu vurgulanmıştır.

Detection of Phenols in Tubers of *Ophrys sphegodes* subsp. *mammosa* (Orchidaceae)

Article Info

Received: 05.01.2023
Accepted: 27.04.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1230023

Keywords

Ophrys,
Orchid,
Phenol,
Tuber

Abstract: Phenolic compounds have many antioxidant, antimicrobial, anti-inflammatory, antioxidant, antitumor, cardioprotective, neuroprotective and antidiabetic activities. There is very little information about phenolics in orchids and orchid tubers are one of the important drugs. Therefore, in the study; It was aimed to detect phenolic compounds in tubers of *Ophrys sphegodes* Mill. subsp. *mammosa* (Desf.) Soó ex E. Nelson (Kitten ear) from the Orchidaceae family, which we have as ready-made material. For this, tubers were taken from the plants at the flowering stage, and phenolic compounds were analyzed by LC-MS/MS from these tubers. 27 different phenols were screened in tuber samples and 12 phenols were found. As a result of the analysis, *O. sphegodes* subsp. *mammosa* Gallic Acid, Protocatechuic Acid, 2,5-Dihydroxybenzoic Acid, Chlorogenic Acid, *P*-coumaric acid, Rutin, Trans Ferulic Acid, Propyl Gallate, Quercetin, Luteolin, Kaempferol, Isorammetin were detected in tubers. The highest phenol is Kampferol with 901.6510 ng/gr, while the least phenol is Propyl Gallate with 1.0168 ng/gr. *P*-coumaric acid with 392.7265 ng/gr is the second highest in

quantity, Trans Ferrulic Acid is at the third place with 375.0809 ng/gr, and Rutin is at the fourth place with 69.4946 ng/gr. The amounts of other remaining phenols are below 20 ng/gr. The results were compared with the most recent similar studies with close and distant taxa, and it was emphasized that the examined taxon has a good potential for the pharmaceutical industry and sustainable orchid agricultural production with its possible strong antioxidant and antibacterial effects.

1. Giriş

Orchidaceae familyası, karasal veya ağaçlar üzerinde epifitler olmak üzere ototrof, saprofitik veya parazitik çok değişik yelpazede bitki formlarını içermektedir (Leake, 2005). Bitkilerin en büyük ailesi olarak kabul edilen Orchidaceae, 25.000–35.000 türlerden oluşur (Attri ve ark., 2020). Türkiye’de orkidelerin büyük bir bölümünü, Orchidoideae subfamilyası Orchideae tribusuna ait karasal orkideler oluşturmaktadır. Türkiye’de Orchidaceae familyası 24 cins ve toplamda 229 taksonla temsil edilmekte olup, bu sayı her geçen gün yeni orkidelerin keşfi ile gittikçe artmaktadır (Güner ve ark., 2012). Güncel verilere göre Türkiye Orchidaceae üyeleri içerisinde takson sayısı bakımından en geniş cinslerden birisi olan *Ophrys* L. (Arısalebi) ülkemizde Sezik’e (2012) göre 77 tür ile, Güner ve ark. (2012)’na göre 109 takson ile temsil edilmektedir. Bu dikkate değer güzellikte bitkiler, çiçek varyasyonları ve değişik tozlaşma yöntemleri ile birçok araştırmacının ilgi odağı olmuştur (Cozzolino & Widmer, 2005).

Fenoller, çeşitli faydalı biyoaktivitelere sahip en az 10.000 farklı bileşiğe sahip en bol molekül gruplarından biridir (Rasouli ve ark., 2017). Bitkilerde polifenoller, diğer biyotik ve abiyotik faktörlerin yanı sıra UV radyasyonu, patojenler ve oksidatif strese karşı koruma sağlar (Di Ferdinando ve ark., 2014). İnsan vücudunda polifenoller antioksidan görevi görür ve antidiyabetik, antikanser, antiinflamatuvar, nöroprotektif, hepatoprotektif, antifungal, antibakteriyel ve antiaging gibi çeşitli biyolojik özelliklere sahiptir (Ganesan & Xu, 2017; Gutiérrez-Sánchez ve ark., 2020).

Günümüzde tıbbi bitkiler, birçok insan ve hayvan hastalığının tedavisinde büyük ölçüde kullanılmaktadır (Sharifi-Rad ve ark., 2015). Orkidelerle ilgili çok çeşitli biyoaktif fitokimyasal ve tıbbi özellik tanımlanmıştır. Bu nedenle, özellikle Hindistan’da orkideler, Ayurveda, Siddha ve Unani gibi geleneksel ilaçlarda çeşitli terapötik kullanımlar için reçete edilmektedir. Örneğin; *Acampe praemorsa* (Roxb.) Hook.f, epifitik bir orkide olup, romatizma tedavisinde kullanılır. *Habenaria* Willd.’nın birçok taksonunda yumrular, bilinç kaybını tedavi etmek için ve vermisit ve kan temizleyici olarak kullanılmaktadır. *Bauhinia variegata* L., yoğun fenolik bileşikleri nedeniyle çok çeşitli şikayetleri tedavi etmek için geleneksel tıpta yaygın olarak kullanılmaktadır. *Satyrium nepalense* D. Don, 2000-2400m rakımlı Uttarkand’ın (Hindistan) yerel sakinleri tarafından enerji verici bir tonik olarak ve farklı ateş türlerini tedavi etmek için önemli bir ilaç olarak kullanılmaktadır. Bu bitkinin yumrularının, köklerinin ve gövdelerinin kaynatılması, eski zamanlardan beri temel olarak ishal, dizanteri, ateş, sıtma gibi çeşitli rahatsızlıkların tedavisinde ve besin takviyesi olarak kullanılmaktadır (Babbar & Singh, 2016; Mishra ve ark., 2018).

Çin’deki *Dendrobium* türlerinin taze veya kuru sapları, binlerce yıldır kronik atrofik gastrit, cilt yaşlanması, ateş, kanser ve kardiyovasküler hastalık gibi çeşitli hastalıkların tedavisinde hem geleneksel Çin ilaçları hem de halk ilaçları olarak kullanılmaktadır (Zhang ve ark., 1994).

Orkidelerin bitkisel tıpta kullanımı çok uzun bir geçmişe sahiptir (Bulpitt ve ark., 2007). Orkideler çağlardan beri ağrılar, iltihaplar ve bulaşıcı hastalıklar gibi çeşitli hastalıkların tedavisinde bitkisel ilaç olarak kullanılmaktadır (Hossain, 2011). Orkidelerin tıbbi ilaçlar olarak kullanımı hakkında şimdiye kadar çok sayıda makale yayınlanmıştır. Örnek olarak, *Bletilla striata* (Thunb.) Rehb.f. tüberküloz, ülser, kanama ve yaraları tedavi etmek için kullanılır. Çin, Moğolistan ve Japonya’daki diğer kullanımlar, anksiyete, solunum bozuklukları, cilt bozuklukları, meme kanseri ve kan temizleyici tedavisi ile ilgilidir. Yumrular ayrıca mide-bağırsak bozuklukları, ateş, şarbon, sıtma ve saçkıran tedavisinde de kullanılmıştır. Güney Afrika’da, bulaşıcı hastalıkların (Louw ve ark., 2002) ve kısırlığın (Steenkamp, 2003) tedavisi için bazı orkideler kullanılmaktadır. Hindistan’da, çoğunlukla yara iyileştirici ajanlar olarak kullanılırlar (Kumar ve ark., 2007). Himalaya’da orkide yumruları böbrek ve idrar rahatsızlıklarını tedavi etmek için kullanılır (Ballabh ve ark., 2008; Sut ve ark., 2017).

Dalar ve ark. (2015), ilaç endüstrisi tarafından kullanılan *Dactylorhiza chuhensis* Renz & Taub. yumrusun da en düşük toplam fenolik içeriğine ve düşük antioksidan özelliğine atıfta bulunmuştur. Bu

çalışmada bitkinin yumrusunda Gallik asid, klorogenik asit ve Rutin bileşenleri tespit edilmiştir. Farklı bir çalışmada (Gutiérrez-Sánchez ve ark., 2020) ise *Rhynchosstele rossii* (Lindl.) Soto Arenas & Salazar türü bir orkidenin köklerinde kumarin (skopoletin), sinnamik asid (koumarik asit, ferulik asit ve trans-sinamik asit), benzoik asid (vanillik asit, vanillin ve 4-hidroksibenzoik asit) tespit edilmiştir. Yine Himalayalarda yetişen bir yüksek rakımlı *Satyrium nepalense* türünün yumrularında gallik asit ve quersetin fenolleri bulunmuş ve ayrıca çalışmada bu fenollere bağlı olarak antioksidan ve antibakteriyel aktiviteleri test edilmiştir (Mishra ve ark., 2018). Başka bir çalışmada, *Dendrobium aphyllum* gövdelerinden 5 yeni fenol türeği (fenantren, afillon A (1) ve dört yeni bibenzil türeği, afillon B (2) ve afillon C–D) tespit edilmiştir (Dan ve ark., 2015). Anadolu'dan toplanan *Dactylorhiza romana* (Sebast.) Soó subsp. *georgica* (Klinge) Soó ex Renz & Taubenheim yumrularında kimyasal içerik ve biyolojik aktivitesi araştırılmış ve en fazla benzoik asit olmak üzere 9 farklı fenol tespit edilmiştir (Kotiloğlu ve ark., 2020).

Orkide yumrularından salep adı verilen içecek, Türkiye, Orta Doğu ülkeleri ve Güneydoğu Avrupa'da sevilerek tüketilen bir içecektir. Salebin en önemli bileşeni glukomannan olup, bileşiminin %16-55'ini oluşturmaktadır (Sezik, 1984). Yukarıda geniş yelpazede verilen fitokimyasal ve fitoterapi ağırlıklı çalışmalara rağmen yumrularında en önemli sekonder metabolitlerden biri olan fenollerin karasal orkide yumrularında yeterince çalışılmadığı literatür taraması sırasında dikkat çekmiştir. Çünkü orkide yumrusu, ekonomik ve tıbbi ilaç olarak oldukça önemlidir (T. C. Orman ve Su İşleri Bakanlığı Orman Genel Müdürlüğü, 2014) ve Türkiye'de son yıllarda bu yönü itibarıyla tarla tarımında *Orchis italica* Poiret ve *Serapias vomeracea* Briq *Barlia robertiana* (Loisel.) Greuter gibi taksonların yetiştirilmeye başlanmıştır (Oğuz ve ark., 2005). Dolayısıyla çalışmanın amacı orkide yumrularındaki fenollerin nitelik ve nicelik olarak tespit edilmesidir. Bunun için çalışmada yaygın bir takson olan ve yeterince fenolik bileşikler araştırılmayan *Ophrys sphegodes* Mill. subsp. *mammosa* (Kedikulağı) seçilmiş ve yumrularında fenolik bileşiklerin incelenmesi amaçlanmıştır.

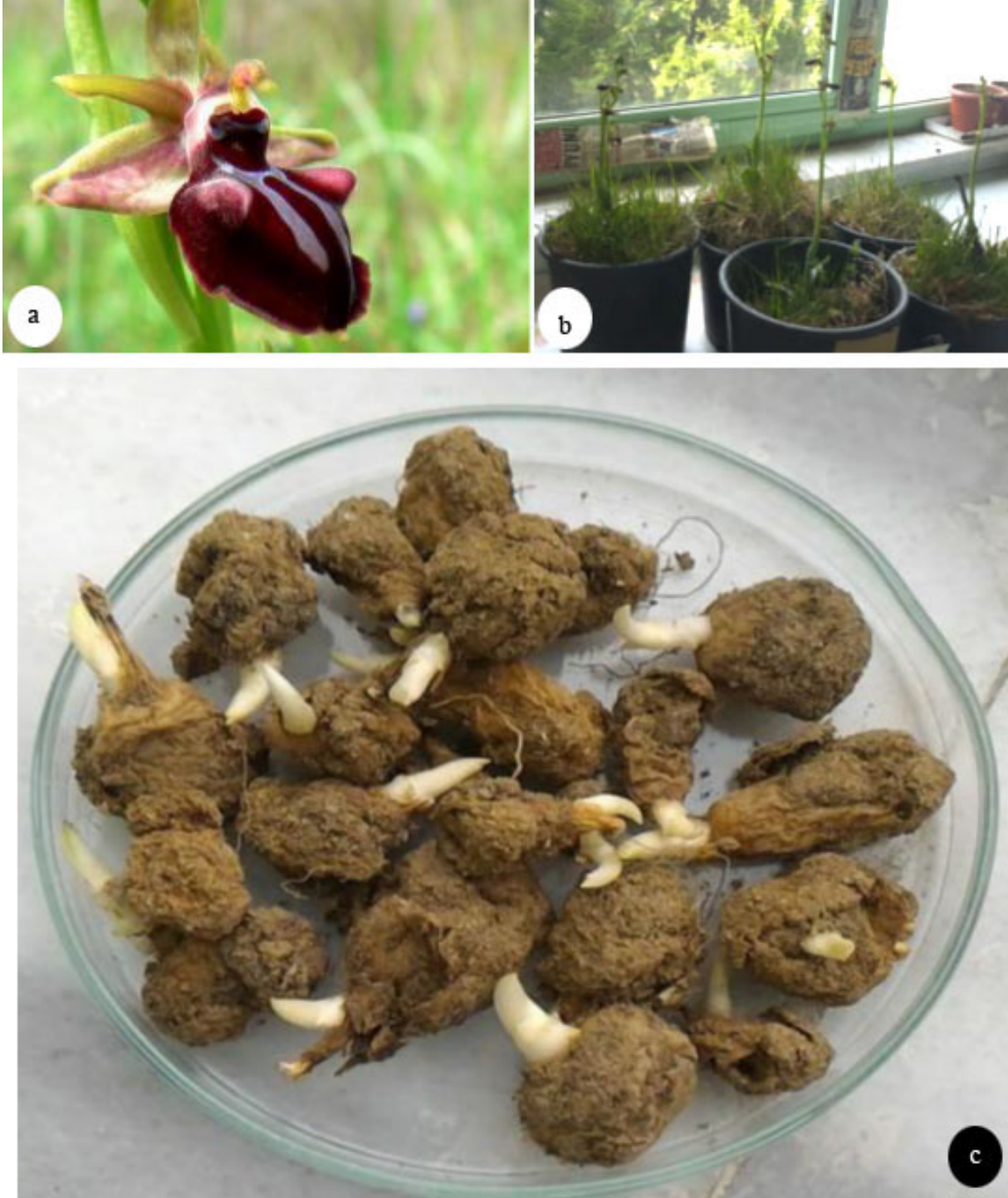
2. Materyal ve Yöntem

Çalışmada kullanılan bitki örnekleri, Edirne ilinde yapılan arazi çalışmalarında toplanmış olup, Renz ve Taubenheim (1984), Deniz (2022) ve Euro Med PlantBase veritabanlarına (2011) yöntemine göre *Ophrys sphegodes* Mill. subsp. *mammosa* Soó ex E. Nelson (Kedikulağı) (Syn. *O.mammosa*, Orchidaceae) olarak teşhis edilmiştir (Şekil 1). Toplanan örneklerin bir kısmı, EDTU 8206 numara ile herbaryuma (Trakya Üniversitesi Herbaryumu) dâhil edilmiştir.

Çalışmada ekstraksiyon işlemleri için Bayram ve ark. (2020) yöntemi modifiye edilerek uygulanmıştır. Ekstraksiyon solventi için %80 su, %19 metanol ve %1 formik asit karışımından oluşan solvent hazırlanmıştır. 100µl numune 900µl ekstraksiyon solüsyonu olacak şekilde örnekler tartılmıştır. Daha sonra kesit alınan orkide yumruları bu solvente konularak iri kalan yumrular parçalanmıştır. 30 saniye vorteks sonrası solüsyon sonikatör kullanılarak homojenize edilmiştir. Ultrasonik banyoda (Wiseclean) 10 dakika 40-45 °C'de bekletilen örnekler, daha sonra 5 dakikada 9000 rpm de santrifüje edilmiştir. Berrak süpernatant sıvı kromatografi-tandem man spektrometrisi (LC-MS/MS) ile kantitatif analiz için kullanılmıştır.

2.1. Kimyasallar, standartlar ve reaktifler

Formik asit (%98-100), metanol (Hypergrade LC MS), izopropil alkol (2-propanol) ve DMSO, Merck, Darmstadt, Almanya. Amonyum format (HPLC derecesi) Sigma–Aldrich, Almanya. Referans standartları olarak; gallik asit, kateşin, 2-5 dihidroksibenzoik asit, trans-kafeik asit, siringik asit, trans-sinamik asit, trans-p-kumarik asit, trans-ferulik asit, resveratrol Fluka'dan ve protokateşik asit ise HWI Analytik GmbH, Almanya'dan sağlanmıştır. MTT (3(4,5-dimetiltiazol-2-il)-2.5-difeniltetrazo-lium-bromür) Biomatik Cambridge, Ontario'dan sağlanmıştır. Fosfat tamponlu tuzlu su (PBS) ve moleküler biyoloji dereceli su, Gibco, Invitrogen, Carlsbad, CA, ABD orijinlidir. Enstrümantal analiz için kullanılan ultra damıtılmış suyun direnci 18.2 ΩX'dur.



Şekil 1. a. Çiçek genel görünüşü, b. Araziden toplanan ve saksıda korunan örnekler, c. Çalışmada kullanılan yumrular (Foto: M. Aybeke).

2.2. HPLC-MS koşulları

Fenol analizleri, Jet Stream Elektrosprey iyonizasyon kaynağı (Agilent Technologies, Palo Alto, CA, ABD) ile donatılmış Agilent 6460 Triple Quadrupole MS/MS System ile kombinasyon halinde bir Agilent 1200 infinity LC üzerinde gerçekleştirilmiştir. Analitik kolon Agilent Poroshell 120 EC-C18 (4.6 9 50 mm, 2.7 µm partikül boyutu) olup, sıcaklığı 25°C'ye ayarlanmıştır. Mobil faz A, UPW, %0.2 amonyum format (h/h), %0.2 formik asitten (h/v) oluşturulmuştur. Mobil faz B, metanol, %0.2 amonyum format (h/h) ve %0.2 formik asitten (h/v) oluşturulmuştur. Akış hızı, ortam sıcaklığında 0.3 ml/dak olarak düzenlenmiştir. Enjeksiyon hacmi 1 µl ve LC gradyan olacak şekilde şöyle ayarlanmıştır:

0–1 dakika, %70 A, %30 B; 3–7 dk. %30 A, %70 B; 9-10 dk. %50A, %50 B; 11-12 dakika; %70 A, %30 B. Çalışma süresi 12 dakikaya ayarlanmıştır. Optimize edilmiş MS analiz parametreleri şu şekilde ayarlanmıştır: gaz sıcaklığı 325 °C'ye, nebulizatör gaz basıncı 45 psi'ye ayarlanmıştır. Meme voltajı 500 V'a, kılcal damar 3000 V'a, kılıf gazı sıcaklığı 12 L/dk'da kılıf gazı akışı olacak şekilde 400 °C'ye ayarlanmıştır. Pozitif ve negatif iyon modunda çoklu reaksiyon izleme (MRM) gerçekleştirilmiştir. Veri toplama Mass Hunter (versiyon B.06.01) yazılımı ile gerçekleştirilmiştir. 1.12 mTorr'da çarpışma gazı olarak nitrojen (N₂) kullanılmıştır. Kalibrasyon standart karışımları, 1-200 ng/ml kalibrasyon konsantrasyonlarında %50 UPW, %25 metanol ve %25 izopropanol içinde hazırlanmıştır. Analizi yapılan fenolik bileşikler gallik asit, protokatekuik asit, 2,5-dihidroksibenzoik asit, kafeik asit, şınga asidi (siringik), klorojenik asit, kateşin, epikateşin, 2-hidroksitranssinnamik asit, *p*-kumarik asit, verbascosid, rutin, sinapik asit, naringin, trans ferrulik asit, etil galat, florizin, oleuropein, mirisetin, resveratrol, propil galat, kuersetin, absisik asit, lütolein, kamferol, izoramnetin, apigenin ve ellagik asittir. Çalışma 3 tekerrürlü olacak şekilde yapılmış ve sonuçların ortalamaları tablo halinde sunulmuştur.

3. Bulgular ve Tartışma

Çalışmada elde edilen analiz sonuçlarına göre Kedikulağı yumrularında bulunan fenoller, Gallik Asit, Protokatekuik Asit, 2,5-Dihidroksibenzoik Asit, Klorojenik Asit, *P*-kumarik asit, Rutin, Trans Ferrulik Asit, Propil Gallat, Kuersetin, Lutolein, Kamferol, Izoramnetin olarak tespit edilmiştir. Analizlerde 27 farklı fenol taraması yapılmış olup bunlardan yumrularda 12 adedi bulunmuş, kalan 15 tanesine ait hiçbir varlık tespit edilememiştir (Çizelge 1, Şekil 2).

En fazla fenol 901.6510 ng/gr ile Kamferol olurken, en az fenol ise 1.0168 ng/gr ile Propil Gallat'dır (Şekil 2A,C). Nicelik olarak ikinci sırada en fazla olan fenol 392.7265 ng/gr ile *P*-kumarik asit, üçüncü sırada 375.0809 ng/gr ile Trans Ferrulik Asit, dördüncü sırada 69.4946 ng/gr ile Rutin'dir (Şekil 2A,B). Diğer kalan fenollerin miktarları 20 ng/gr'ın altındadır (Çizelge 1, Şekil 2C). Analizlerde hiç bulunmayan fenoller ise Kafeik Asit, Siringik Asit, Kateşin, Epikateşin, 2-Hidroksitranssinnamik Asit, Verbascosid, Sinapik Asit, Naringin, Etil Gallat, Florizin, Oleuropein, Myrisetin, Resveratrol, Apigenin ve Ellagik Asit'tir.

Çizelge 1. *O. sphegodes* subsp. *mammosa* yumrularındaki fenolik bileşiklerin listesi

Bileşik	Konsantrasyon (ng/gr)
Gallik Asit	32,8383
Protokatekuik Asit	10,1617
2,5-Dihidroksibenzoik Asit	9,6073
Klorojenik Asit	11,6620
<i>P</i> -kumarik asit	392,7265
Rutin	69,4946
Trans Ferrulik Asit	375,0809
Propil Gallat	1,0168
Quersetin	11,6379
Lutolein	15,3624
Kamferol	901,6510
Izoramnetin	5,5336

Bu çalışmada bulunan fenolik bileşiklerin fitoterapötik etkileri aşağıda verilmiştir:

Kamferol, aralarında antimikrobiyal, antiinflamatuvar, antioksidan, antitümör, kardiyoprotektif, nöroprotektif ve antidiyabetik aktiviteler bulunan çeşitli farmakolojik özellikler göstermekte ve kanser

kemoterapisinde uygulanmaktadır. Spesifik olarak, kamferol açısından zengin yiyecekler, cilt, karaciğer ve kolon dahil olmak üzere bazı kanser türlerini geliştirme riskinde azalma ile bağlantılıdır (Imran ve ark., 2019). Kamferolün normal hücre canlılığını koruma kapasitesinin yanı sıra anjiyogenezin inhibisyonu da rapor edilmiştir (Kim ve ark., 2017). Kanser önleme, çoğunlukla apoptozu artırarak kanser hücrelerinin çoğalmasını engelleyerek elde edilir (Yi ve ark., 2016). Anti-kanser rolü özofagus kanseri, meme kanseri, rahim ağzı kanseri, hepatoselüler karsinom (HCC), yumurtalık kanseri, mide kanseri (GC), küçük hücreli olmayan akciğer kanseri (NSCLC), lösemi, kolanjiokarsinom (CCA), pankreas kanseri, mesane kanseri ve osteosarkomun yanı sıra iyi huylu durumlar, örneğin rahim fibroidlerinde bile etkili olduğu belirtilmiştir (Ren ve ark., 2019).

Luteolin açısından zengin bitkiler, geleneksel Çin tıbbında hipertansiyon, inflamatuvar bozukluklar ve kanser gibi çeşitli hastalıkların tedavisinde kullanılmıştır. Anti-inflamatuvar, anti-alerji ve antikanser gibi birçok biyolojik etkiye sahip olan luteolin, biyokimyasal olarak hem antioksidan hem de pro-oksidan olarak işlevinin olduğu bilinmektedir. Örneğin, anti-enflamatuvar aktivite, antikanser özelliği ile bağlantılıdır (Ali ve ark., 2019).

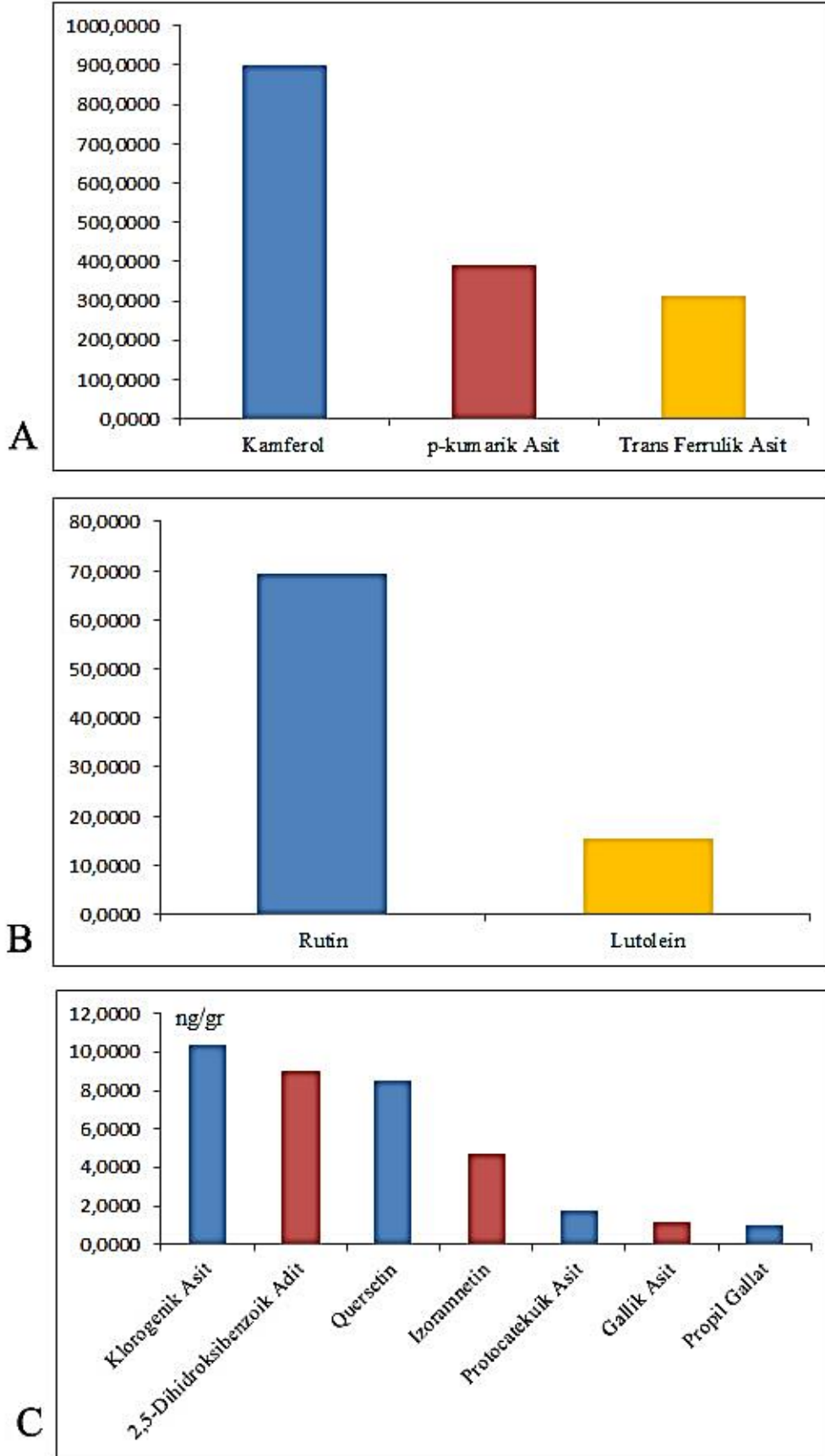
Trans-ferulik asit= FA'in, özellikle antioksidan ve sitoprotektif özelliklere sahip olduğu bildirilmiştir (Kanski ve ark., 2002; Barone ve ark., 2009). Kimyasal yapısı nedeniyle FA'nın hem reaktif oksijen türlerini hem de reaktif nitrojen türlerini süpürdüğü gösterilmiştir (Kanski ve ark., 2002; Barone ve ark., 2009). Ek olarak, FA'nın, hem oksijenaz/biliverdin redüktaz yolu gibi hücre stres yanıtının anahtar güçlendiricilerini yukarı regüle ederek hem oksidatif hem de nitrozatif stresi önlediği gösterilmiştir (Kanski ve ark., 2002; Barone ve ark., 2009).

Baskın bir polifenol olan gallik asidin, hayvan modellerinde ve in vitro kanserli hücre dizilerinde karsinogenezi inhibe ettiği gösterilmiştir. Gallik asidin kanser hücresi büyümesi üzerindeki inhibitör etkisine, hücre döngüsü, metastaz, anjiyogenez ve apoptoz için kodlayan genlerin modülasyonu aracılık eder. Gallik asit ayrıca çeşitli tümör hücrelerine karşı seçici olarak sitotoksik olması bu açıdan önemlidir. Birkaç farmakolojik ve biyokimyasal yolu etkilediği bilinen gallik asit, güçlü antioksidan, anti-inflamatuvar, antimutajenik ve antikanser özelliklere sahip olduğu bildirilmiştir. Gallik asidin pro-oksidan özelliği, kanser hücre dizilerinde apoptoz indükleyicisi olarak kabul edilmiştir. Çalışmalar ayrıca kimyasal kaynaklı karsinogenezi de gallik asidin koruyucu etkisini doğrulamıştır (Verma ve ark., 2013). Protokatekuik Asit'in güçlü bir antioksidan etkiye sahip olduğu vurgulanmıştır (Li ve ark., 2011). 2,5-Dihidroksibenzoik Asit'in güçlü antiviral etkisi çalışmalarla tasdik edilmiştir (Lisov ve ark., 2015). Klorogenik asit, antioksidan aktivite, antibakteriyel, hepatoprotektif, kardiyoprotektif, anti-inflamatuvar, antipiretik, nöro-koruyucu, anti-obezite, antiviral, anti-mikrobiyal, anti-hipertansiyon gibi birçok önemli terapötik rolleri olduğu, ayrıca radikal temizleyici ve merkezi sinir sistemi uyarıcısı olarak görevli olduğu bildirilmiştir (Naveed ve ark., 2018).

Rutin'in Antimikrobial, Anti-artritik, Anti-alerjik, Antioksidan, antikanser, Antiinflamatuvar, Anti-diabetik, yara iyileştirici etkileri gösterilmiştir (Negahdari ve ark., 2021).

Propil Gallat antioksidan özelliği nedeniyle gıda sektöründe katkı maddesi olarak kullanılmaktadır (Garrido ve ark., 2012).

Qersetin'in antioksidan ve antikanser etkilere sahip olduğu bildirilmiştir (Baghel ve ark., 2012). İzoramnetin, kardiyovasküler ve serebrovasküler koruma, anti-tümör, anti-inflamatuvar, anti-oksidasyon, organ koruma, obezitenin önlenmesi gibi faydaları vardır. Gong ve ark., (2020) tarafından yapılan çalışmalarda izoramnetinin kardiyovasküler hastalıklar ve çeşitli tümörler üzerinde çok çeşitli farmakolojik etkileri olduğunu ve Alzheimer hastalığı gibi nörodejeneratif hastalıkları önleme potansiyeline sahip olduğu, ayrıca hiperürisemiye ve pulmoner fibrozise karşı farmakodinamik etkilerinin olduğu gösterilmiştir.



Şekil 2. Tespit edilen fenollerin miktarlarına bağlı olarak 3 grafikte kategorize edilmesi; A. 100-1000 ng/gr miktarında çıkan fenoller, B. 10-70 ng/gr miktarında çıkan fenoller, C. 2-12 ng/gr miktarında çıkan fenoller.

p-kumarik asit, antibakteriyel, antikanser, antienflamatuar, antidiyabetik, antibiyofilm, antioksidan gibi aktivitelere sahip olduğu bildirilmiştir (Celińska-Janowicz ve ark., 2018).

Benzer taksonlarla yapılan fenolik çalışmalardan Hürkan ve ark. (2019), *Anacamptis morio* (L.) R.M.Bateman, Pridgeon & M.W.Chase, *Anacamptis pyramidalis* (L.) Rich., *Neotinea tridentata* (Scop.) R.M.Bateman, Pridgeon & M.W.Chase, *Ophrys mammosa* Desf., *Ophrys lutea* Cav. ve *Ophrys speculum* Link salep orkidelerinin sekonder metabolitlerini, toplam fenolik ve flavonoid bileşiklerini, antioksidan ve antimikrobiyal aktivitelerini ölçmüşlerdir. Fitokimyasal taramada kumarinler, flavanoidler, flavanonlar, kardiyak glikozitler, proteinler ve kinonlar bulunduğu ortaya çıkarılmıştır. Çalışmada *O. speculum* türünün %35.12 ile en yüksek antioksidan aktiviteye sahip olduğu ve onu %33.17 ile *O. mammosa* türünün takip ettiği belirlenmiştir. Bütün türlerin yüksek antioksidan ve antimikrobiyal aktiviteye sahip olduğu görülmüş ve bu biyoaktivitelerin, toplam fenolik ve flavanoit bileşikleriyle pozitif olarak ilişkili olduğu vurgulanmış fakat hangi fenollerin olduğu ayrıntılı olarak bildirilmemiştir. Bizim çalışmamızda da *O. sphegodes* subsp. *mammosa* taksonunda kantitatif analizlerle hangi fenollerin olduğu ayrıntılı olarak verilmiş ve bu taksonun fenolik bileşikler yönünden oldukça zengin olduğu görülmüştür (Çizelge 1; Şekil 2A-C).

Kotiloğlu ve ark. (2020) *Dactylorhiza romana* (Sebast.) Soó subsp. *georgica* (Klinge) Soó ex Renz & Taubenheim'in fitokimyasal özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmada bulunan fenoller şunlardır: Protokatekuik Asit, *p*-hidroksi benzoik asit, Klorojenik asit, siringik asit, Vanilin, *p*-kumarik asit, Benzoik asit, Sinamik asit, Luteolin. Taranan fenolik standartlar arasında özellikle en fazla bulunan fenolik bileşenin antimikrobiyal etkinliğiyle iyi bilinen benzoik asit (1455.3 µg/g ekstre) olduğu görülmüştür. Kısacası *D. romana* subsp. *georgica* yumru biyoaktif bileşiklerin kaynağı olarak gıda ve ilaç endüstrilerinde kullanım için büyük bir potansiyele sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bizim çalışmamızda da bulunan bazı fenoller burada da bulunmuş olup, farklılıkların taksondan ve yetiştirme koşullarından olabileceği düşünülmektedir (Sağlam, 2021).

Kızıldaş ve ark. (2019) *Dactylorhiza umbrosa* (Kar. & Kir.) Nevski örneklerinde gallik asit ve kersetin belirlemişler ve özellikle gallik asitin çok fazla çıktığı belirtilmiştir.

Literatürlere göre *Phalaenopsis* Blume hibrid orkidelerinde yapılan yaprak ve kök etanol ekstraktlarında gallik asidin çok fazla olduğu bilhassa sarı çiçekli hibritlerde miktarların 446.22 ± 60.03 mg g⁻¹'a kadar yükseldiği belirtilmiştir (Minh ve ark., 2016)

Chimsook (2016), *Dendrobium signatum* Rchb.f ile yaptığı çalışmada, etanol ekstraktının toplam fenol içeriğini 5.52 + 0.28 g (100 gr⁻¹) olarak belirlemiş ve artan fenolik değerlerinin bitkinin biyoaktivitesi ile doğru orantılı sonuç verdiğini belirtmiştir.

Aliyazıcıoğlu ve ark. (2018) *Dactylorhiza osmanica* (Klinge) P.F.Hunt & Summerh.'nın toprak üstü kısımlarında Gallik asit, protokatekuik aldehit, protokatekuik asit, *p*-hidroksi benzoik asit, klorojenik asit, vanilik asit, kafeik asit, vanilin, şiringaldehit, *p*-kumarik asit, ferulik asit, sinapik asit ve benzoik asit tespit etmişler ve antioksidan ve antimikrobiyal denemeler yapmışlardır. Ayrıca bakterilere karşı orta derecede antibakteriyel aktivite gösterdiğini ve buna göre *D. osmanica* yeni farmasotiklerin geliştirilmesinde potansiyel bir kaynak olarak düşünülebileceği bildirilmiştir. Yine endemik bir orkide olan *Dactylorhiza chuhensis* Renz&Taub. türünün anti-oksidan etkinliği Dalar ve ark. (2015)'nin yaptığı çalışmada rapor edilmiştir.

Dolayısıyla yukarıda belirtilen bu yakın taksonlardaki aynı veya benzer fenolik bileşiklerle yapılan biyoaktivite deneyleri ve bu fenolik bileşiklerin fitoterapik etkileri ışığında, *Ophrys sphegodes* subsp. *mammosa*'nın güçlü antioksidan ve antimikrobiyal etkilerinin olması yüksek ihtimalle beklenmektedir. Zira; Gutiérrez-Sánchez ve ark. (2020) *Rhynchosstele rossii*'den yaptığı benzer çalışmalarda aynı fenollerini bulmuş ve bitkinin antioksidan potansiyelinin bu bileşikler nedeniyle güçlü olduğunu belirtmiştir. Yine Mishra ve ark. (2018), *Satyrinum nepalense*'de yumrulardan elde ettiği metanol ekstraktının, antioksidan ve antibakteriyel aktiviteler için ilginç bir potansiyel gösterdiğine dikkat çekmiş ve tıbbi bitkiler ve gıda takviyeleri alanlarında gelecekteki uygulamalar için *Satyrinum nepalense*'nin dikkat çekici bir tür olduğunu belirtmiştir. Ayrıca çalışmada gallik asit ve Qersetin yoğun içeriği nedeniyle bitkinin ilaç endüstrisi açısından gelecek vadettiği belirtilmiştir.

Sonuçta; orkideler üzerinde yapılacak birçok fitokimyasal çalışma, karasal orkidelerin faydalarının daha fazla keşfini sağlayacaktır. Nitekim son zamanlarda yapılan bir çalışmada (Dan ve ark., 2015) bilim dünyası için yeni fenoller bulunmuş, bu fenollerin antioksidan aktivitelerine yer verilmiş ve orkideler üzerine yapılacak bu çalışmaların önemine atıfta bulunulmuştur. Daha sonraki çalışmalarda *O.sphegodes* subsp *mammosa* yumru ekstraktları ile MTT, antikanser, invazyon (yara

kapama testleri), hücre göçü testi ve antimikrobiyal etki testleri gibi çok yönlü biyoaktivite denemeleri planlanmakta ve çalışmaların ileride diğer karasal orkideler üzerinde de yaygınlaştırılması hedeflenmektedir. Böylece tarımsal üretime yeni orkidelerin eklenmesine, tarımsal ekonomide daha fazla kazançların elde edilmesine ve ilaç endüstrisi için yeni alternatif uygulamalara zemin hazırlanacağı düşünülmektedir.

4. Sonuç

Bu çalışmada Salepgiller (Orchidaceae) ailesinden *Ophrys sphegodes* Mill. subsp. *mammosa* (Desf.) Soó ex E. Nelson taksonu yumrularında LC-MS/MS ile fenolik bileşik analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda yumrularında gallik asit, protokatekuik asit, 2,5-dihidroksibenzoik asit, klorogenik asit, *p*-kumarik asit, rutin, trans ferrulik asit, propil galat, Qersetin, lüteolein, kamferol ve ızoramnetin tespit edilmiştir. *Ophrys sphegodes* taksonu açısından fenolik bileşikler ayrıntılı olarak ilk defa tespit edilmiş olup, ayrıca *O.sphegodes*'in fenoller açısından zengin bir potansiyele sahip olduğu görülmüştür. Bu nedenle gelecekteki çalışmalarda *O.sphegodes* subsp. *mammosa* yumrularının ekstratları ile MTT, antikanser, invazyon (yara kapama testleri), hücre göçü testi ve antimikrobiyal etki testleri gibi çok yönlü biyoaktivite denemeleri yapılacak ve bitkinin olası tıbbi özellikleri açığa çıkarılacaktır.

Kaynakça

- Ali, F., Rahul, S., Jyoti, F., Naz, M., Ashafaq, M., Shahid, M. & Siddique, Y.H. (2019). Therapeutic potential of luteolin in transgenic *Drosophila* model of Alzheimer's disease. *Neuroscience Letters*, 692, 90-99. doi:10.1016/j.neulet.2018.10.053
- Aliyazıcıoğlu, R., Korkmaz, N., Akkaya, Ş., Şener, S. Ö., Özgen, U., & Karaoğlu Ş. A. (2018). *Dactylorhiza osmanica*'nın topraküstü kısımlarında antioksidan, antimikrobiyal ve tirozinaz inhibitör aktivitelerinin araştırılması. *Fırat Tıp Dergisi*, 23, 2, 50-57.
- Attri, L. K., Bhanwra, R. K., & Nayyar, H. (2020). Pollination induced embryology studies in *Aerides multiflora* (ROXB.). *International Journal of Botanical Studies*, 5, 4, 211–215. doi:10.1016/j.scienta.2008.01.009
- Babbar, S. B., & Singh, D. K. (2016). Protocols for In Vitro Mass Multiplication and Analysis of Medicinally Important Phenolics of a Salep orchid, *Satyrium nepalense* D. Don ("Salam Mishri"). In S. M. Jain (Ed), *Protocols for In Vitro Cultures and Secondary Metabolite Analysis of Aromatic and Medicinal Plants*. (pp 1-11). Berlin, Germany: Springer verlag. doi:10.1007/978-1-4939-3332-7_1
- Baghel, S. S., Shrivastava, N., Baghel, R. S., Agrawal, P., & Rajput, S. (2012). A review of Quercetin: Antioxidant and anticancer properties. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 1, 1, 146-160. doi:10.1007/s00606-012-2541-9
- Ballabh, B., Chaurasia, O. P., Ahmed, Z., & Singh, S. B. (2008). Traditional medicinal plants of cold desert Ladakh-Used against kidney and urinary disorders. *Journal of Ethnopharmacology*, 118, 331 - 339. doi:10.1016/j.jep.2008.04.022
- Barone, E., Calabrese, V., & Mancuso, C. (2009). Ferulic acid and its therapeutic potential as a hormetin for age-related diseases. *Biogerontology*, 10, 97-108. doi:10.1007/s10522-008-9160-8
- Bayram, N. E., Canlı, D., Gerçek, Y. C., Bayram, S., Çelik, S., Güzel, F., Morgil, H., & Öz, G. C. (2020). Monofloral bal örneklerinin makrobesin ve mikrobesin seviyeleri ve fenolik bileşik özellikleri. *Gıda ve Beslenme Araştırmaları Dergisi*, 1, 311-322. doi:10.1007/s00606-012-2541-9
- Bulpitt, C. J., Li, Y., Bulpitt, P. F., & Wang, J. (2007). The use of orchids in Chinese medicine. *Journal of Royal Society of Medicine*, 100, 558 - 563. doi:10.1258/jrsm.100.12.558
- Celińska-Janowicz, K., Zaręba, I., Lazarek, U., Teul, J., Tomczyk, M., Pałka, J., & Milyk, W. (2018). Constituents of propolis: chrysin, caffeic acid, *p*-coumaric acid, and ferulic acid induce PRODH/POX-dependent apoptosis in human tongue squamous cell carcinoma cell (CAL-27). *Frontiers in Pharmacology*, 9, 336. doi:10.3389/fphar.2018.00336
- Chimsook, T. (2016). Phytochemical screening, total phenolic content, antioxidant activities and cytotoxicity of *Dendrobium signatum* Leaves. *MATEC Web of Conferences*, 62, 03005, Geneve. doi:10.1051/mateconf/20166203005

- Cozzolino, S., & Widmer, A. (2005). Orchid diversity: an evolutionary consequence of deception? *Trends in Ecology & Evolution*, 20, 487-494. doi:10.1016/j.tree.2005.06.004
- Dalar, A., Guo, Y., Esim, N., Bengu, A. S., & Konczak, I. (2015). Health attributes of an endemic orchid from Eastern Anatolia, *Dactylorhiza chuhensis* Renz&Taub. – In vitro investigations. *Journal of Herbal Medicine*, 5, 77-85. doi:10.1016/j.hermed.2015.02.001
- Dan, Y., Liang-Yan, L., Zhong-Quan, C., Feng-Qing, X., Wei-Wei, F., Cheng-Ting, Z., Fa-Wu, D., Jun, Z., Zhong-Tao, D., & Jiang-Miao, H. (2015). Five new phenolic compounds from *Dendrobium aphyllum*. *Fitoterapia*, 100, 11-18. doi:10.1016/j.fitote.2014.11.004
- Deniz, İ. G. (2022). *Ophrys* L., Orchidaceae. In A. Güner, A. Kandemir, Y. Menemen, H. Yıldırım, S. Aslan, A. Ö. Çimen, I. Güner, G. Bona Eksi & F. Şen Gökmen (Eds). *Resimli Türkiye Florası*, Cilt 3a (ss 361-365) İstanbul, Türkiye: Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi ve Flora Araştırmaları Derneği Basımı, 1.baskı.
- EuroMed PlantBase. (2011). *Ophrys sphegodes* subsp. *mammosa*. <http://ww2.bgbm.org/EuroPlusMed/PTaxonDetail.asp?NameCache=Ophrys%20mammosa&PTRefFk=8000000> Erişim tarihi: 16.10.2022.
- Di Ferdinando, M., Brunetti, C., Agati, G., & Tattini, M. (2014). Multiple functions of polyphenols in plants inhabiting unfavorable Mediterranean areas. *Environmental and Experimental Botany*, 103, 107-116. doi:10.1016/j.envexpbot.2013.09.012
- Ganesan, K., & Xu, B. (2017). A critical review on polyphenols and health benefits of black soybeans. *Nutrients*, 9(5), 455. doi:10.3390/nu9050455
- Garrido, J., Garrido, E. M., & Borges, F. (2012). Studies on the food additive propyl gallate: Synthesis, structural characterization, and evaluation of the antioxidant activity. *Journal of Chemical Education*, 89, 130-133. doi:10.1021/ed900025s
- Gong, G., Ying-Yun, G., Zhong-Lin, Z., Rahman, K., Su-Juan, W., Zhou, S., Luana, X., & Zhang, H. (2020). Isorhamnetin: A review of pharmacological effects. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 128, 110301. doi:10.1016/j.biopha.2020.110301
- Gutiérrez-Sánchez, A., Monribot-Villanueva, J. L., Cocotle-Ronzón, Y., Martínez-Cruz, N. S., & Guerrero-Analco, J. A. (2020). Phenolic profile and antioxidant activity from wild and in vitro cultivated *Rhynchosstele rossii* (Orchidaceae). *Acta Botanica Mexicana*, 127, e1665. doi:10.21829/abm127.2020.1665
- Güner, A., Aslan, S., Ekim, T., Vural, M., & Babaç, M. T. (2012). *Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler)*. İstanbul, Türkiye: Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi Yayınları Flora Dizisi 1.
- Hossain, M. M. (2011). Therapeutic orchids: traditional uses and recent advances – an overview. *Fitoterapia*, 82, 102-140. doi:10.1016/j.fitote.2010.09.007
- Hürkan, K., Ballı, Y. M., Hürkan, K. Y., & Demir, N. (2019). Bazı önemli salep orkidesi türlerinin toplam fenolik ve flavonoid içeriklerinin antioksidan ve antimikrobiyal aktivitelerinin belirlenmesi. *Eskişehir Teknik Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 191-202. doi:10.18036/estubtdc.598852
- Imran, M., Salehi, B., Sharifi-Rad, J., Gondal, T. A., Saeed, F., ... & Estevinho, L. M. (2019). Kaempferol: A key emphasis to its anticancer potential. *Molecules*, 24, 2277. doi:10.3390/molecules24122277
- Kanski, J., Aksenova, M., Stoyanova, A., & Butterfield, D. A. (2002). Ferulic acid antioxidant protection against hydroxyl and peroxy radical oxidation in synaptosomal and neuronal cell culture systems in vitro: structure-activity studies. *Journal of Nutritional Biochemistry*, 13, 273-281. doi:10.1016/s0955-2863(01)00215-7
- Kızıldaş, H., Ekin, S., Yıldız, D., & Pınar, S. M. (2019). Evaluation of antioxidant properties, trace element and mineral composition of *Dactylorhiza umbrosa* (Kar. & Kir.) Nevski (Orchidaceae). *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9(4), 2148-2156. doi:10.21597/jist.532647
- Kim, B., Jung, J. W., Jung, J., Han, Y., Suh, D. H., Kim, H. S., Dhanasekaran, D. N., & Song, Y. S. (2017). PGC1alpha induced by reactive oxygen species contributes to chemoresistance of ovarian cancer cells. *Oncotarget*, 8, 60299–60311. doi:10.18632/oncotarget.19140
- Kotiloğlu, D., Acet, T., & Özcan, K. (2020). Phytochemical profile and biological activity of a therapeutic orchid from Anatolia: *Dactylorhiza romana* subsp. *georgica*. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 14, 3310-3318. doi:10.1007/s11694-020-00566-2

- Kumar, B., Vijayakumar, M., Govindarajan, R., & Pushpangadan, P. (2007). Ethnopharmacological approaches to wound healing—Exploring medicinal plants of India. *Journal of Ethnopharmacology*, 114, 103-113. doi:10.1016/j.jep.2007.08.010
- Leake, J. R. (2005). Plants parasitic on fungi: Unearthing the fungi in myco-heterotrophs and debunking the ‘saprophytic’ plant myth. *Mycologist*, 19, 113-122. doi:10.1017/S0269-915X(05)00304-6
- Li, X., Wang, X., Chen, D., & Chen, S. (2011). Antioxidant activity and mechanism of protocatechuic acid in vitro. *Functional Foods in Health and Disease*, 1(7), 232-244. doi:10.31989/ffhd.v1i7.127
- Lisov, A., Vrublevskaia, V., Lisova, Z., Leontievsky, A., & Morenkov, O. (2015). A 2,5-Dihydroxybenzoic acid–gelatin conjugate: The synthesis, antiviral activity and mechanism of antiviral action against two alphaherpesviruses. *Viruses*, 7, 5343–5360 doi:10.3390/v7102878
- Louw, C. A. M., Regnier, T. J. C., & Korsten, L. (2002). Medicinal bulbous plants of South Africa and their traditional relevance in the control of infectious diseases. *Journal of Ethnopharmacology*, 82, 147-154. doi:10.1016/s0378-8741(02)00184-8
- Minh, T. N., Khang, D. T., Tuyen, P. T., Minh, L. M., Anh, L. H., ... & Xuan, T.D. (2016). Phenolic compounds and antioxidant activity of *Phalaenopsis* Orchid Hybrids. *Antioxidants*, 5(3), 31. doi:10.3390/antiox5030031
- Mishra, A. P., Saklani, S., Salehi, B., Parcha, V., Sharifi-Rad, M., ... & Srivastava, M. (2018). *Satyrium nepalense*, a high altitude medicinal orchid of Indian Himalayan region: chemical profile and biological activities of tuber extracts. *Cellular and Molecular Biology (Noisy le Grand)*, 64(8), 35-43. doi:10.14715/cmb/2018.64.8.6
- Naveed, M., Hejazic, V., Abbas, M., Kamboh, A. A., Khan, G. J., ... & XiaoHui, Z. (2018). Chlorogenic acid (CGA): A pharmacological review and call for further research. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 97, 67-74. doi:10.1016/j.biopha.2017.10.064
- Negahdari, R., Bohloul, S., Sharifi, S., Dizaj, S. M., Saadat, Y. R., ... & Raeesi, S. (2021). Therapeutic benefits of rutin and its nanoformulations. *Phytotherapy Research*, 35, 1719-1738. doi:10.1002/ptr.6904
- Oğuz, B., Sarı, A. O., & Bilgiç, A. (2005). *Ege Bölgesinde Yayılış Gösteren Bazı Salep Orkidelerinin Üretim Olanaklarının Araştırılması*. TAGEM Araştırma Projesi. Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü. Menemen, İZMİR.
- Rasouli, H., Farzaei, M. H., & Khodarahmi, R. (2017). Polyphenols and their benefits: A review. *International Journal of Food Properties*, 20(2), 1700-1741. doi:10.1080/10942912.2017.1354017
- Ren, J., Lu, Y., Qian, Y., Chen, B., Wu, T., & Ji, G. (2019). Recent progress regarding kaempferol for the treatment of various diseases (Review). *Experimental and Therapeutic Medicine*, 18, 2759-2776. doi:10.3892/etm.2019.7886
- Renz, J., & Taubenheim, G. (1984). *Ophrys* L. (Orchidaceae). In P. H. Davis (Ed.), *Flora of Turkey and the East Aegean Islands* vol. 8, (pp. 483-484). Edinburgh, UK: Edinburgh University Press.
- Sağlam, A. (2021). *Phytolacca americana* L. bitkisinin farklı habitatlardaki bazı ekolojik ve kimyasal parametrelerinin karşılaştırılması. (Yüksek lisans tezi), Ordu üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye.
- T. C. Orman ve Su İşleri Bakanlığı Orman Genel Müdürlüğü. (2014). Salep Eylem Planı 2014-2018. <https://silo.tips/download/tc-orman-ve-su-ler-bakanlii-orman-genel-mdrl-salep> Erişim tarihi: 28.11.2023.
- Sezik, E. (1984). *Orkidelerimiz, Türkiye'nin Orkideleri*. İstanbul, Türkiye: Sandoz Kültür Yayınları, No: 6.
- Sezik, E. (2012). *Salep mi? Orkideler mi?*. 2. Orkide ve Salep Çalıştayı, İzmir.
- Sharifi-Rad, J., Hoseini-Alfatemi, S. M., Sharifi-Rad, M., & Setzer, W. N. (2015). Chemical composition, antifungal and antibacterial activities of essential oil from *Lallemantia royleana* (Benth. In Wall.) Benth. *Journal of Food Safety*, 35(1), 19-25. doi:10.1111/jfs.12139
- Steenkamp, V. (2003). Traditional herbal remedies used by South African women for gynaecological complaints. *J. Ethnopharmacol*, 86, 97-108. doi:10.1016/S0378-8741(03)00053-9
- Sut, S., Maggi, F., & Dall'Acqua, S. (2017). Bioactive secondary metabolites from Orchids (Orchidaceae). *Chemistry & Biodiversity*, 14, e1700172. doi:10.1002/cbdv.201700172

- Verma, S., Singh, A., & Mishra, A. (2013). Gallic acid: Molecular rival of cancer. *Environmental toxicology and pharmacology*, 35, 473-485. doi:10.1016/j.etap.2013.02.011
- Yi, X., Zuo J., Tan, C., Xian, S., Luo, C., Chen, S., Yu, L., & Luo, Y. (2016). Kaempferol, a flavonoid compound from gynura medica induced apoptosis and growth inhibition in mcf-7 breast cancer cell. *African Journal of Traditional, Complementary, and Alternative Medicines*, 13, 210-215. doi:10.21010/ajtcam.v13i4.27
- Yong, L., Ranxin, S., Wang, X., & Han-Ming, S. (2008). Luteolin, a flavonoid with potential for cancer prevention and therapy. *Current Cancer Drug Targets*, 8(7), 634-646. doi:10.2174/156800908786241050
- Zhang, G. N., Bi, Z. M., Wang, Z. T., Xu, L. S., & Xu, G. J. (1994). Advances in studies on chemical constituents from plants of *Dendrobium* Sw. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 0(6), 41-44.



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Van Topraklarından İzole Edilen *Colpoda* (Ciliophora, Colpodea) Türleri Üzerinde Morfolojik ve Moleküler Filogenetik Araştırmalar

Pelin ERİŞEN¹, İsmail YILDIZ^{*2}

¹ Söke Anadolu Lisesi, 09200, Söke, Aydın, Türkiye

² Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyoloji Bölümü, 65080, Van, Türkiye

Pelin ERİŞEN, ORCID No: 0000-0003-4448-6287, İsmail YILDIZ, ORCID No: 0000-0001-9986-0358

*Sorumlu yazar e-posta: iyildiz@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 21.04.2023

Kabul: 04.09.2023

Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1285464

Anahtar Kelimeler

Colpoda,
Filogeni,
Morfoloji,
Toprak siliyatları,
Van

Öz: Bu makalede Van topraklarından izole edilen *Colpoda* Ö. F. Müller 1773 cinsine ait dört siliyat türünü hem morfolojik hem de 18S rDNA gen dizisine dayalı filogenetik olarak inceledik. *C. lucida*, *C. magna* ve *C. maupasi* morfolojik olarak literatür verileri ile uyumludur. Morfolojik karakterleri bakımından daha önce tanımlanmış herhangi bir popülasyon ile eşleşmeyen bir popülasyon ise *Colpoda* sp. olarak sunuldu. *C. lucida* ve *C. magna* Türkiye siliyat faunasına ilk kez bu çalışma ile kaydedilmiştir. Filogenetik analizlerde (ML ve BI) *Colpoda* cinsi üyeleri dış grup olarak kullanılan türlerden tam destek ile ayrılmıştır. Bu çalışmada izole edilen *C. lucida* ve *C. magna* filogenetik ağaçlarda daha önce tanımlanmış türdeşleri ile birlikte konumlanırken *C. maupasi* popülasyonunun morfolojik olarak benzer olmamasına karşın *C. eucaudata* ile daha yakın konumlanmıştır. *C. lucida* türdeşlerinin bazal pozisyonunda onlardan genetik olarak farklılaşmış olarak yer almaktadır. *Colpoda* sp. ise diğer hemcinslerinden farklı bir kol üzerinde *Colpoda* sp. (JF747216) popülasyonu ile kardeş pozisyonda ve ondan genetik olarak uzak pozisyonda konumlanmıştır. *Colpoda* sp.'nin filogenetik pozisyonu ve genetik farklılığı onun yeni tür olmaya aday olduğuna işaret etmektedir.

Morphological and Molecular Phylogenetic Investigations on *Colpoda* (Ciliophora, Colpodea) Species Isolated from Van Soils

Article Info

Received: 21.04.2023

Accepted: 04.09.2023

Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1285464

Keywords

Colpoda,
Morphology,
Phylogeny,
Soil ciliates,
Van

Abstract: In the present paper, we have investigated four ciliate species belonging to the genus *Colpoda* O. F. Müller, 1773 isolated from Van soil and examined both morphologically and molecular phylogenetically based on the 18S rDNA gene sequence. *C. lucida*, *C. maupasi* and *C. magna* are compatible morphologically with literature data. One population, which did not match any previously defined species in terms of morphological characters, was presented as *Colpoda* sp. *C. lucida* and *C. magna* were recorded for the first time in the ciliate fauna of Turkey with this study. In the phylogenetic analyses (ML and BI), the members of the genus *Colpoda* separated from the species used as the outgroup with full support. In the phylogenetic trees, the *C. lucida* and *C. magna* species isolated in this study clustered together with the same species described previously, while the *C. maupasi* population was more closely located with *C. eucaudata*, although not morphologically similar. *C. lucida* was located in the basal position of the other populations of the same species and slightly genetically differentiated from them. The *Colpoda* sp. isolated in this study is located on a different arm from its congeners, in a sister position with the *Colpoda* sp. (JF747216) population and in a genetically distant position from it. It's phylogenetic position and genetical difference from other populations of the *Colpoda* sp. from other populations indicating a candidate to be a new species.

Bu çalışma Doç. Dr. İsmail YILDIZ danışmanlığında tamamlanan Pelin ERİŞEN'in yüksek lisans tezinden üretilmiştir.

1. Giriş

Siliyatlar hayat döngülerinin tamamında veya en az bir döneminde sil taşımaları ile karakterize edilen tek hücreli ökaryotik mikroorganizmalar olup suyun ya da nemin bulunduğu her türlü habitatta yaşarlar (Lynn & Small, 2000; Lynn, 2008). Diğer yaşam formlarıyla simbiyotik ilişkiler kuran üyeleri bulunmakla birlikte büyük çoğunluğu serbest yaşarlar (Göçmen, 2014). Serbest yaşayanlar her çeşit sucul ve karasal ortamlarda yayılmış olmasına karşın, gözle görülemeyecek kadar küçük boyutlara sahip olmaları, preparasyonlarının zor ve zaman alıcı olması ve bu alanda uzmanlaşmış araştırmacıların az olması gibi sebeplerden ötürü uzun yıllar bu organizmalar ile ilgili çalışmalar ihmal edilmiştir (Foissner, 1999; Foissner ve ark., 2002; Chen ve ark., 2021; Li ve ark., 2021; Yıldız, 2021).

Mikroskobun keşfi ile varlığından haberdar olduğumuz sucul serbest siliyatlar ile ilgili çalışmalar 100-150 yıl kadar öncesine dayanmakta olup bu organizmaların sadece sulara yaşadıkları düşünülmüştür. Yirminci yüzyılın son çeyreğinde toprak zerreciklerinin etrafındaki su filminde aktif olarak yaşayan siliyat faunasının varlığı gösterilmiş, çok sayıda toprak siliyat türü tanımlanmıştır (Foissner ve ark., 2002).

Siliyatların taksonomisi ve filogenisi ile ilgili araştırmalar uzun bir süre morfolojik karakterlere dayalı olarak yürütülmüştür. Diğer protozoon grupları ile karşılaştırıldığında siliyatlar daha zengin morfolojik karakter çeşitliliğine sahip olmakla birlikte tek hücreli bir organizmadan filogeniyi yansıtacak yeterli karakter elde etmek güçtür. Günümüzde morfolojik verilere ilave olarak çeşitli gen bölgelerinin karşılaştırmasına dayalı moleküler çalışmaların bu alana dahil edilmesiyle siliyatların filogenisi yeniden oluşturulmaya çalışılmaktadır (Jang ve ark., 2017; Wang ve ark., 2017; Chen ve ark., 2021; Li ve ark., 2021).

Colpoda kolpoditler arasında tür çeşitliliği en yüksek cinsi oluşturur (Foissner, 1993). Bu organizmalar ile ilgili farklı coğrafik bölgelerde çok sayıda morfolojik çalışma bulunmakla birlikte moleküler filogenetik çalışma oldukça sınırlıdır. Yapılan literatür taramaları sonucuna göre ülkemizde kolpodit siliyatlar ile ilgili sadece iki çalışma mevcut olup, bu çalışmalarda (Çınar, 2011; Kaya & Şenler, 2012) morfoloji ile sınırlıdır. Ülkemizde henüz kolpodit siliyatlar ile ilgili moleküler filogenetik çalışma yapılmamıştır. Van ilindeki toprak örneklerinden izole edilen *Colpoda* cinsine ait siliyatlar üzerinde gerçekleştirilen bu morfolojik ve moleküler filogenetik çalışma, ülkemizde bu organizmalar üzerinde gerçekleştirilen ilk çalışma olma özelliğindedir.

2. Materyal ve Yöntem

Bu çalışmanın materyalini Van ili (Tuşba, İpekyolu ve Edremit ilçeleri) topraklarından izole edilen *Colpoda* cinsine ait siliyatlar oluşturmaktadır.

2.1. Örneklerin alınması ve kültür yapımı

Toprak örnekleri nemli kalma periyodu uzun, organik maddece zengin, bitkisel döküntülerin bulunduğu ortamlardan alındı. Örnekleme, yüzeyden 5-10 cm derinliğe kadar olan üst toprak tabakası sıyırılarak yapıldı. Alınan toprak örnekleri gölgede, oda sıcaklığında 30 gün kadar kurutulduktan sonra paketlenerek siliyat kültürlerinde kullanılmak üzere nemsiz ve karanlık ortamda saklandı (Foissner ve ark., 2002; Vd'ačný & Foissner, 2012). Kuru toprak örnekleri Petri kaplarında saf su ile doyurularak kültürler hazırlandı. Kolpoditlerin besin kaynaklarından olan bakterilerin üremesini teşvik etmek için kültür ortamına irmik, buğday ve pirinç gibi çeşitli karbonhidrat kaynakları ilave edilerek oda sıcaklığında 3-10 gün inkübasyona bırakıldı.

2.2. Morfolojik yöntemler

Kültürlerinin 3. gününden itibaren Petri kaplarından alınan sıvı stereo mikroskop altında (Leica S8) küçük büyütme (10X-80X) canlı olarak gözlemlendi. Kılcal pipetler ile toplanan siliyatlar yüksek büyütme (100-1000X) faz-kontrast ve diferansiyel interferans-kontrast özellikli Zeiss Axio Imager 2 mikroskobu altında incelendi, canlı hücre ölçümleri alındı, amaca uygun olanların görüntüleri kaydedildi. Siliyatların oral ve somatik siliyatür, kortikal yapı, nüklear organizasyon gibi ayrıntılı morfolojik karakterlerinin belirlenmesi için çeşitli gümüş boyama teknikleri uygulandı (Foissner & Xu,

2007; Vd'ačný & Foissner, 2012; Foissner, 2014). Hazırlanan preparasyonlardan amaca uygun olanların görüntüleri kaydedildi, çeşitli morfolojik karakterlere ilişkin ölçüm ve sayımlar alındı, elde edilen sayısal veriler istatistiksel olarak değerlendirildi, sonuçlar çizelgeler şeklinde özetlendi.

Siliyatların çeşitli morfolojik karakterlerine ait çizimler, canlı ve preparasyonlardan alınan görüntüler ile gözleme dayalı kaba el çizimleri kullanılarak bilgisayar ortamında Adobe Photoshop CS5 (Adobe System Inc.) programı kullanılarak yapıldı.

2.3. Moleküler filogenetik yöntemler

Kültür sıvılarından toplanan canlı hücrelerin besin vakuollerinde olası sindirilmemiş yabancı hücresel yapıların bertaraf edilmesi için, 3-4 saat sterilize edilmiş kültür sıvısında bekletildiler. Bu süre sonunda hücreler 4-5 kez sterilize edilmiş saf sudan geçirildikten sonra yaklaşık 1 µL su ile birlikte, her bir tüpte 1 hücre olacak şekilde 200 µL'lik tüplere aktarıldılar. Tüpler DNA izolasyonu yapıncaya kadar -54 °C'de derin dondurucuda 2-6 ay muhafaza edildi. Genomik DNA'nın izolasyonu Gong ve ark. (2007) ile Yıldız (2021)'a göre yapıldı. Siliyatların 18S rDNA gen bölgeleri EukA, EukB primerleri kullanılarak PZR (polimeraz zincir reaksiyonu) ile çoğaltıldı (Medlin ve ark., 1988). PZR'unda Yıldız (2018)'in bildirildiği koşullar kullanıldı. Hedef DNA bölgesinin çoğaltıldığını doğrulamak için PZR ürünü DNA belirteci eşliğinde agaroz jel elektroforezinde koşuruldu. Her bir kolpodit türü için 2 PZR ürünü dizilemek üzere seçildi. Nükleotid dizileri, PZR primerleri ve bir iç primer (SR7R) kullanılarak BM Laboratuvar Sistemlerinde okundu.

Elde edilen nükleotid dizi parçalarının kalitesi ve güvenilirliği CodoneCode Aligner programında kontrol edildi, düşük kaliteli ve belirsiz kromatogram içeren baş ve son bölümler manuel olarak kesilerek nükleotid diziden uzaklaştırıldı. Her bir kolpodit türü için 6 adet güvenilir DNA dizi parçasının hizalanmasından elde edilen konsensüs dizisi filogenetik analizlerde kullanılmak üzere kaydedildi. Her bir kolpodit popülasyonu için elde edilen konsensüs GenBank (NCBI) verileri ile hizalanarak diğer popülasyonlar ile benzerlikleri kontrol edildi.

Bu çalışmada izole edilen siliyatların filogenetik analizleri için mevcut gen dizileri ile birlikte NCBI'dan elde edilen *Colpoda* cinsine ait 19 türün gen dizisi ile dış grup olarak kullanılan *Cyrtolophosis* Stokes, 1885, *Pseudocyrtolophosis* Foissner, 1989, *Microdiaphanosoma* Wenzel, 1953 ve *Aristerostruma* Kahl, 1926 cinslerine ait türlerin gen dizileri kullanıldı. NCBI'den elde edilen gen dizilerinin kayıt numaraları (assesion number) Şekil 5'de gösterilmiştir. Filogenetik ağaçta kullanılan gen dizileri Mega 7 programında hizalandı. Nükleotid dizilerinin hizalanmasında ClustalW algoritması kullanıldı (Tamura ve ark., 2013; Kumar ve ark., 2016). Hizalanmış gen dizilerinde ileri derecede değişkenlik gösteren ve hatalı hizalanma olasılığı bulunan nükleotid pozisyonları GBlocks programı kullanılarak hizalanmış dizilerden ayıklandı (Talavera & Castresana, 2007).

Filogenetik analizler maksimum olabilirlik (ML) ve Bayesian çıkarsaması (BI) yaklaşımları ile gerçekleştirilmiştir. ML analizi, IQ-Tree programı kullanılarak (Nguyen ve ark., 2015; Hoang ve ark., 2018) ve model test analizi ile belirlenen GTR+F+I+G4 model kullanılarak 1000 bootstrap olarak yapıldı. Bayesian analizi ise JModel-Test 2.1.7 yazılımı ile AIC parametresi kullanılarak seçilen modele göre (GTR+G+I) 3.000.000 jenerasyon olarak MrBayes 3.2.6 yazılımı kullanılarak yapıldı (Posada, 2008; Darriba ve ark., 2012; Ronquist ve ark., 2012).

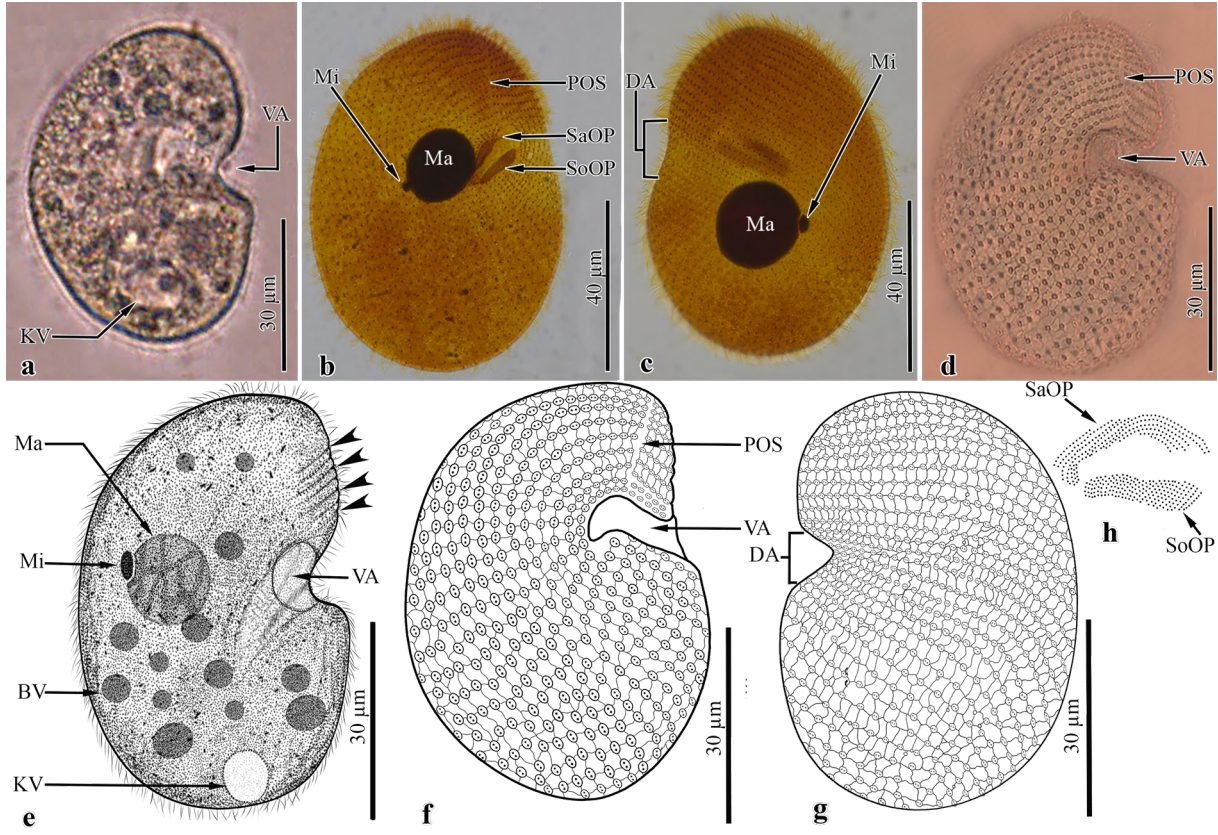
3. Bulgular

Bu çalışmada *Colpoda lucida* Greff, 1888, *Colpoda magna* Gruber, 1879, *Colpoda maupasi* Enriques 1908 ve *Colpoda* sp. olmak üzere 4 kolpodit popülasyonu izole edilmiş olup bu organizmaların morfolojik ve filogenetik özellikleri aşağıdaki gibidir.

3.1. *Colpoda lucida* Greff, 1888

Canlı hücre boyutları ortalama 64×50 µm dir. Her iki lateralden böbrek veya fasulye görünümündedir (Şekil 1a, 1e, Çizelge 1). Postoral kısım preoralden hafifçe daha geniştir. Sol lateral düz, sağ lateral ise konveks, hücre 1:3-1:4 oranında lateral olarak yassılaştırmıştır. Preoral bölgede 7-8 çıkıntıdan oluşan omurga yapısı mevcuttur (Şekil 1e). Vestibüler açıklığın sol tarafından başlayıp spiral olarak posteriyör dorsale doğru yönelen orta derinlikte diyagonal arka sahiptir (Şekil 1c, 1g). Çapları 2-

10 µm arasında değişen küresel biçimli besin vakuollerine sahiptir (Şekil 1e). Posteriyörde terminal olarak konumlanmış tek veziküler yapıda kontraktıl vakuol bulunur (Şekil 1a, 1e).



Şekil 1. *Colpoda lucida*'nın fotoğraf (a-d) ve çizimleri (e-f). a: sağ lateral canlı; b, c: sağ ve sol lateral siliyatürü; d, sağ lateral gümüş çizgiler sistemi; e, canlı; f, g, sağ ve sol lateral siliyatürü; h: oral polikinetid organizasyonu. BV: besin vakuölü; DA: diyagonal ark; KV: kontraktıl vakuol; Ma: makronükleus; Mi: mikronükleus; POS: preoral sütür; SaOP: sağ oral plikinetid; SoOP: sol oral polikinetid; VA: vestibüler açıklık; ok başları: yivli omurga yapısı.

Çizelge 1. *Colpoda lucida*'nın morfometrik özellikleri

Morfometrik karakterler	\bar{x}	Max	Min	SS	VK	N
Hücre uzunluğu*, µm	63.55	78.75	52.50	6.16	9.70	62
Hücre genişliği*, µm	65.61	95.00	45.00	9.45	14.41	74
Hücre genişliği/hücre uzunluğu*, (%)	48.91	61.25	37.91	5.79	11.85	61
Hücre genişliği/hücre uzunluğu*, (%)	46.68	62.50	30.00	7.91	16.96	74
Hücre genişliği/hücre uzunluğu*, (%)	77.06	94.73	66,66	4.90	6.36	61
Hücre genişliği/hücre uzunluğu*, (%)	71.36	91.67	50.00	8.65	12.13	74
Vestibüler açıklığın apekten uzaklığı, µm	27.33	43.00	16.00	4.71	17.23	60
Makronükleus uzunluğu, µm	13.57	18.00	9.00	2.21	16.27	46
Makronükleus genişliği, µm	11.30	16.00	8.00	1.69	14.90	46
Makronükleus uzunluğu/makronükleus genişliği	1.21	1.63	1.00	0.17	14.07	46
Mikronükleus uzunluğu, µm	2.63	4.00	2.00	0.61	23.20	32
Mikronükleus genişliği, µm	1.81	3.00	1.00	0.53	29.52	32
Sağ lateral somatik kineti sayısı	18.86	24.00	13.00	3.14	16.63	22
Sol lateral somatik kineti sayısı	19.15	23.00	14.00	2.79	14.59	13
Sağ oral polikinetid uzunluğu	14.11	20.00	11.00	3.22	22.81	9
Sol oral polikinetid uzunluğu	13.00	17.00	10.00	2.49	19.19	10
Sol oral polikinetiddeki sil sırası sayısı	24.36	31.00	18.00	3.59	14.72	14

* Üst satır verileri canlı hücrelerden, al satır verileri gümüş impregnasyonu preparasyonlardan elde edilmiştir.

Oral aparey vestibüler açıklığın kaidesinde, ekvatorial düzlemin hafifçe anteryöründe ventral olarak konumlanmıştır (Şekil 1a, 1d-f). Vestibüler açıklığın içerisinde ve onun sağ ve sol duvarında konumlanmış, oral polikinetidlere sahiptir (Şekil 1b). Sağ ve sol oral polikinetidler birbirlerine paralel ve vücut eksenini ile yaklaşık 45° açı yapacak şekilde konumlanmışlardır. Sol oral polikinetid raket biçimli 24 kadar kinetozom sırasından oluşur, sağ oral polikinetidin kinetozomları daha düzensizdir (Şekil 1h).

Nükleer aparey oval ya da küresel biçimli bir makronükleus ile makronükleusa yakın ya da onun girintisi içerisinde konumlanmış küresel bir mikronükleustan oluşur (Şekil 1b, 1c, 1e).

Hücre yüzeyini örten somatik siller 6-7 µm uzunluğunda olup hücre eksenine spiral olarak düzenlenmiş 18-19 dikinetid sıradan (kineti) oluşmuştur (Şekil 1b-d, 1f, 1g, Çizelge 1). Sağ ve sol lateraldeki kinetiler oral açıklığın anteryöründe karşı karşıya gelerek preoral süturu oluşturur (Şekil 1b, 1f). Post oral sil sırası 8-10 kadardır (Çizelge 1). Kortikal yapıdaki gümüş çizgilenmeler sistemi halkasal motifler ve granüller içeren ve dikdörtgenlerden oluşan ağısı biçimlidir (cucullus tip) (Şekil 1d, 1f, 1g).

3.2. *Colpoda magna* (Gruber, 1879) Lynn, 1978

Canlı hücreler ortalama 225×130 µm boyutlarında, somun ekmeğini andırır (Şekil 2a-c, 2i-k, Çizelge 2). Vestibüler açıklıktan başlayıp spiral şekilde posteriyöre doğru uzanan derin diyagonal arktan dolayı hücre üç boğumdan oluşmuş gibi görünüme sahiptir (Şekil 2b, 2c, 2i-k). Posteriyör uçta yer alan son boğum (postoral kese) kontraktıl vakuolü içerir (Şekil 2j, 2k). Sitoplazma renksiz ve yoğun granüllü olup kontraktıl vakuolün çevresinde bulunan yağ vezikülleri ve kristal benzeri yapılardan dolayı küçük büyütmelelerde koyu kahve rengi görünüm arz eder. Ayrıca sitoplazma içerisinde çeşitli büyüklüklerde, küresel biçimli, içerisinde sindirilmekte olan bakteri, alg ya da küçük protozoonların bulunduğu besin vakuolleri bulunur (Şekil 2a-c, 2i).

Postoral kese içerisinde terminal olarak konumlanmış tek kontraktıl vakuol 10-15 kadar toplama kanalına sahiptir (Şekil 2a, 2j, 2k). Toplama kanallarının bazıları anteryör uca kadar ulaşır ve tek boşaltım açıklığı ile posteriyör kutuptan dışarı açılır.

Vestibüler açıklık ekvatorial düzlemin hafifçe anteryöründe konumludur (Şekil 2b-d, 2f, 2i). Vestibüler çöküntünün içerisinde yerleşmiş olan sağ ve sol oral polikinetidler birbirlerine paralel olarak konumlanmış olup, bu polikinetidler hücrenin ana eksenine paralel olarak orijinlenip ventrale doğru kıvrılarak iki hilal yapısı oluştururlar (Şekil 2d, 2g, 2l). Sol oral polikinetid yaklaşık 65 kinetiden oluşur. Sağ oral polikinetid düzenli kineti yapısı oluşturmaz ve sol oral polikinetiden daha uzundur.

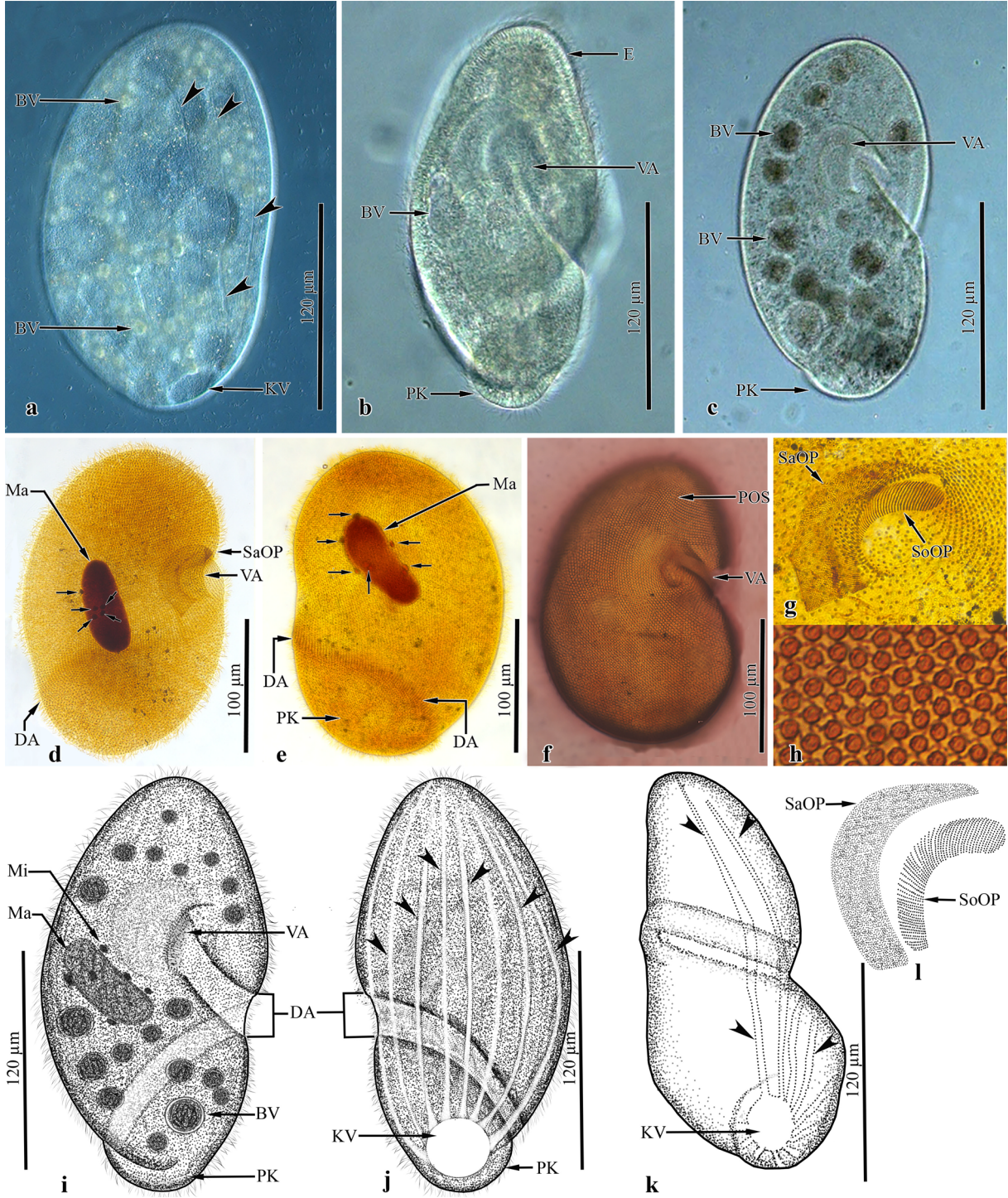
Makronükleus uzunca oval biçimli olup hücrenin ortasında dorsale yakın konumludur. Oval ya da küresel biçimli olan mikronükleuslar makronükleusa yakın konumlu olup sayılarının 4-9 arasında değiştiği görülmüştür (Şekil 2d, 2e, 2i).

Somatik siller 10 µm uzunluğunda olup dikinetid şeklinde düzenlenmiş ortalama 100 kineti oluşturur (Şekil 2d-f, Çizelge 2). Kinetiler önceki türlerde olduğu gibi vücut eksenine spiral olarak düzenlenmiştir. Gümüş çizgiler sistemi cucullus tiptedir (Şekil 2h).

Çizelge 2. *Colpoda magna*'nın morfometrik özellikleri

Karakterler	\bar{x}	Max	Min	M	VK	N
Hücre uzunluğu*, µm	225.28	301.00	117.00	221.50	19.05	50
	188.71	237.50	137.50	187.50	11.48	97
Hücre genişliği*, µm	131.54	199.00	67.00	129.00	20.79	50
	110.75	150.00	55.00	110.00	15.48	97
Hücre genişliği/Hücre uzunluğu*, %	58.32	66.11	46.18	58.02	6.17	50
	58.57	73.68	37.93	58.67	8.88	97
Vestibüler açıklığın apeksten uzaklığı, µm	93.70	105.00	97.00	68.00	12.22	10
Makronükleus uzunluğu, µm	61.64	102.00	41.00	60.00	20.30	22
Makronükleus genişliği, µm	25.64	34.00	12.00	25.00	18.86	22
Makronükleus uzunluğu /makronükleus genişliği	2.46	4.25	1.64	2.37	22.61	22
Mikronükleus sayısı	6.26	9.00	4.00	6.00	20.50	19
Sağ lateral somatik kineti sayısı	54.00	73.00	42.00	50.00	21.73	7
Sol lateral somatik kineti sayısı	46.38	56.00	32.00	47.00	17.28	13
Sol oral polikinetideki sil sırası sayısı	65.00	70.00	58.00	65.00	7.05	5

* Üst satır verileri canlı hücrelerden, al satır verileri gümüş impregnasyonu preparasyonlardan elde edilmiştir.

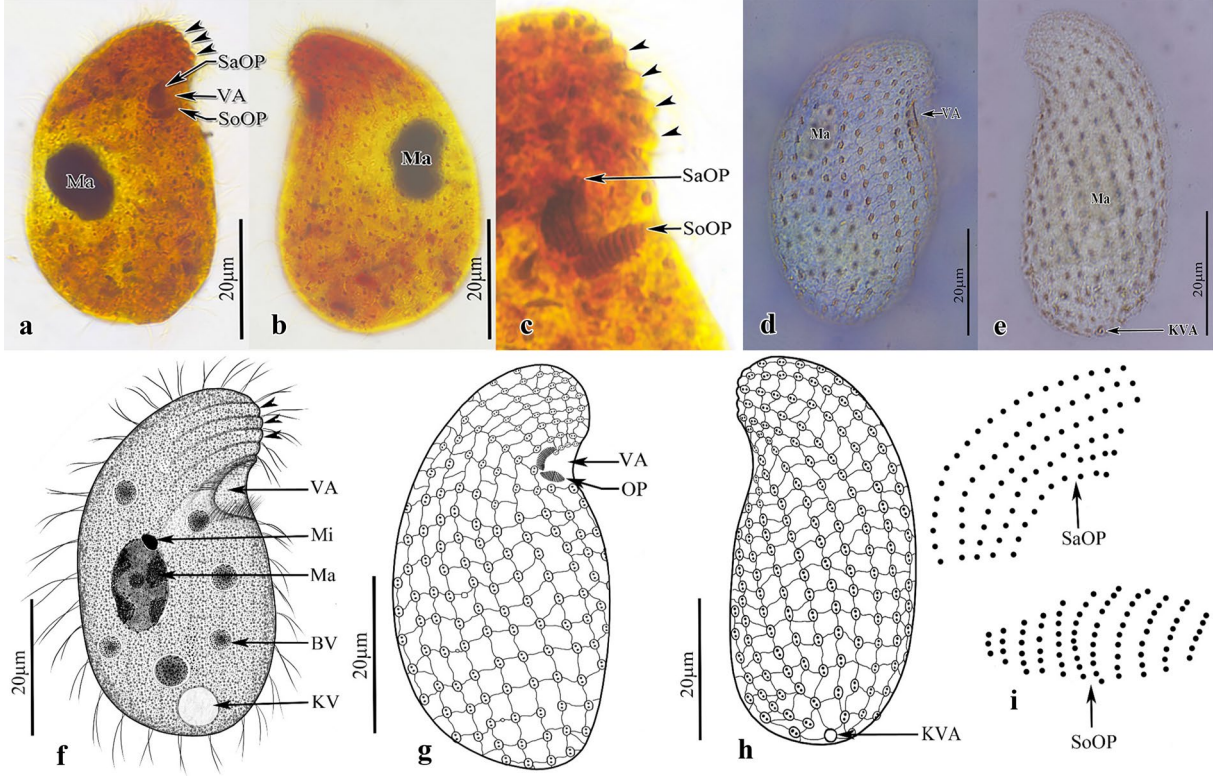


Şekil 2. *Colpoda magna*'nın fotoğraf (a-h) ve çizimleri (i-l). a-c: sağ lateral canlı; d, f: sağ lateral siliyatürü; e: sol lateral siliyatürü; g: oral siliyatür; h: gümüş çizgiler sistemi; i-k: sağ ve sol lateral; l: oral polikinetid. BV: besin vakuölü; DA: diyagonal ark; KV: kontraktıl vakuöl; Ma: makronükleus; Mi: mikronükleus; PK: postoral kese; POS: preoral suture; SaOP: sağ oral polikinetid; SoOP sol oral polikinetid; VA: vestibüler açıklık; Şekil 2d ve 2e'deki oklar: mikronükleuslar; Şekil 2a, 2j ve 2k'daki ok başları: kontraktıl vakuöl toplama kanalları.

3.3. *Colpoda maupasi* Enriques, 1908

Canlı hücreler ortalama $52 \times 28 \mu\text{m}$ boyutlarında, sağ ve sol lateralden bakıldığında anteriyör ucu hafifçe sivrilmiş fasulye biçimlidir (Şekil 3a, 3b, 3d-h, Çizelge 3). Oral aparey anteriyör yarımında olup

preoral kısım postoral kısma göre çok daha kısadır. Preoral kısımda 4-6 yivli ve çıkıntılı omurga yapısı bulunur (Şekil 3a, 3c, 3f). Dorsal yüzey konveks, ventral yüzey hemen hemen düzdür (Şekil 3a, 3b, 3d-h). Lateral olarak 1:2 oranında yassılaştırmıştır. Sitoplazma renksiz, kontraktıl vakuole yakın bölgede çubuk biçimli kristal yapılar mevcuttur. Sitoplazmada seyrek olarak dağılmış besin vakuolleri küresel biçimli olup hücrenin orta kısımlarına yakın konumlanmıştır (Şekil 3f). Veziküler yapıdaki tek kontraktıl vakuol terminal olarak konumlanmış olup bir boşaltım açıklığı ile posteriyör uçtan dışarı açılır (Şekil 3f, 3h).



Şekil 3. *Colpoda maupasi*'nin fotoğraf (a-e) ve çizimleri (f-i). a, b: sağ ve sol lateral siliyatürü; c: oral siliyatür ve omurga yapısı; d, e: sağ ve sol lateral gümüş çizgiler sistemi. f: canlı hücre çizimi; g, h: sağ ve sol lateral siliyatür çizimi; i: oral polikinetid organizasyonu. BV: besin vakuölü; KV: kontraktıl vakuol; Ma: makronükleus; Mi: mikronükleus; OP: oral polikinetid; SaOP: sağ oral polikinetid; SoOP: sol oral polikinetid; VA: vestibüler açıklık; ok başları: yivli omurga yapısı.

Vestibüler açıklık anteriyör yarımda olup apekse (anteriyör uca) olan uzaklığı hücre uzunluğunun ortalama %26'sı kadardır. Oral polikinetidlerden orijinlenen sillerin vestibülün dışına sarkması ile dikkat çeker. Sağ ve sol oral polikinetidler birbirleri ile yaklaşık 60° açı yapacak şekilde konumlanmıştır. Sol oral polikinetid hücrenin uzun eksenine dik olarak konumlanmıştır. Sol oral polikinetid oval ya da mekik biçimli 8-12 kinetozom sırasından, sağ oral polikinetid ise hilal biçimli, 5-6 düzensiz kinetozom sırasından oluşur (Şekil 3i).

Makronükleus oval ya da küresel biçimli olup merkezi olarak konumlanmıştır Şekil 3a, 3b, 3c, 3f). Oval biçimli tek mikronükleus, makronükleusun hafifçe girintisi içindedir (Şekil 3f). Somatik siller ve hücre yüzeyindeki organizasyonu önceki türe benzerdir. Gümüş çizgiler sistemi dikdörtgenler şeklinde, aspera tiptedir (Şekil 3g, 3h).

Çizelge 3. *Colpoda maupasi*' nin morfometrik özellikleri*

Karakterler	\bar{X}	Max	Min	SS	VK	N
Hücre uzunluğu, μm	51.59	64.00	35.00	7.09	13.75	51
Hücre genişliği, μm	27.10	38.00	16.00	5.13	18.94	51
Hücre genişliği/hücre uzunluğu, %	52.57	69.56	33.33	7.03	13.38	51
Vestibüler açıklığın apeksten uzaklığı, μm	13.37	22.00	8.00	2.39	17.86	38
Makronükleus uzunluğu, μm	10.35	16.00	7.00	1.74	16.80	49
Makronükleus genişliği, μm	7.65	12.00	4.00	1.58	20.73	48
Makronükleus uzunluğu /makronükleus genişliği	1.39	2.60	1.00	0.33	23.36	48
Mikronükleus uzunluğu, μm	2.00	3.00	1.00	0.50	25.00	9
Mikronükleus genişliği, μm	1.17	2.00	1.00	0.35	30.30	9
Sağ lateral somatik kineti sayısı	8.73	11.00	7.00	1.03	11.83	15
Sol lateral somatik kineti sayısı	8.88	10.00	8.00	0.64	7.22	8
Sağ oral polikinetid uzunluğu	5.30	7.00	4.00	0.82	15.53	10
Sol oral polikinetid uzunluğu	4.44	5.00	4.00	0.53	11.86	9
Sol oral polikinetideki sil sırası sayısı	8.86	11.00	7.00	1.35	15.19	7

*Ölçüm ve sayımlar gümüş impregnasyonu preparasyonlarından elde edilmiştir.

3.4. *Colpoda* sp.

Canlı hücreler yaklaşık $60 \times 40 \mu\text{m}$ büyüklüğünde, sağ ve sol lateralinden bakıldığında böbrek biçimli dış hatlara sahiptir (Şekil 4a, 4e, Çizelge 4). Postoral kısım, preoralinden hafifçe daha geniştir. Preoral kısım ventralde 7-8 yiv (omurga yapısı) taşır (Şekil 4e). Hücre yüzeyinin sağ laterali konveks, sol laterali ise hemen hemen düzdür olup canlı bireyler 1:2 oranında lateral olarak yassılaştırmıştır. Vestibüler açıklığın sol kenarından derin olarak başlayan diyagonal ark, posteriyöre doğru sığlaşarak hücrenin son 2/3'lük kısmında kaybolur (Şekil 4c, 4g). Renksiz olan sitoplazma yoğun besin vakuollerinden dolayı küçük büyütme incelemelerde koyu görünüm sergiler (Şekil 4e). Terminal olarak konumlanmış veziküller yapıda tek kontraktıl vakuole sahiptir (Şekil 4a, 4e).

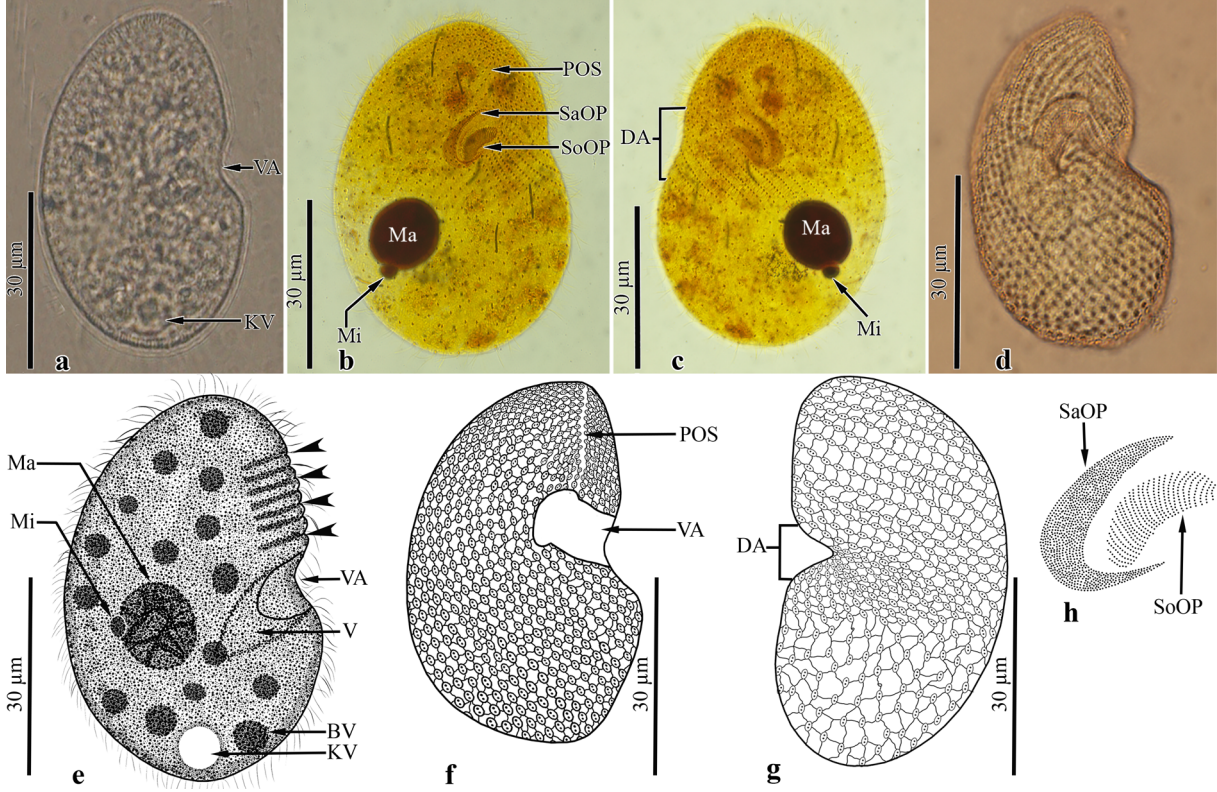
Çizelge 4. *Colpoda* sp.'nin morfometrik özellikleri

Karakterler	\bar{X}	Max	Min	M	VK	N
Hücre uzunluğu*, μm	58.07	72.00	48.00	57.00	9.29	65
	56.33	72.00	45.00	56.00	11.97	76
Hücre genişliği*, μm	37.17	49.00	29.00	37.00	12.08	65
	33.86	48.00	23.00	34.00	14.57	76
Hücre genişliği/hücre uzunluğu, %	64.07	78.57	52.63	64.28	9.16	65
	60.14	72.91	40.35	60.38	8.97	76
Vestibüler açıklığın apeksten uzaklığı, μm	26.03	38.00	21.00	26.00	12.26	67
Makronükleus uzunluğu, μm	11.22	15.00	9.00	11.00	11.39	23
Makronükleus genişliği, μm	8.09	12.00	6.00	8.00	21.06	23
Makronükleus uzunluğu /makronükleus genişliği	1.43	1.83	1.00	1.43	18.09	23
Mikronükleus uzunluğu, μm	3.29	5.00	2.00	3.00	28.95	7
Mikronükleus genişliği, μm	2.29	5.00	1.00	2.00	7.16	7
Sağ lateral somatik kineti sayısı	15.97	19.00	12.00	17.00	12.47	34
Sol lateral somatik kineti sayısı	14.63	21.00	12.00	15.00	16.00	30
Sağ oral polikinetid uzunluğu	14.18	19.00	10.00	14.00	14.80	17
Sol oral polikinetid uzunluğu	12.28	15.00	10.00	12.00	12.74	18
Sol oral polikinetideki sil sırası sayısı	25.86	28.00	24.00	26.00	5.20	7

* Üst satır verileri canlı hücrelerden, al satır verileri gümüş impregnasyonu preparasyonlardan elde edilmiştir.

Oral aparey ekvatorial düzlem üzerindedir (Şekil 4a, 4b, 4e, 4f). Birbirlerine paralel olan oral polikinetidler hücrenin ana eksenine 45° açı yapacak biçimde konumlanır. Hafif olarak kıvrılmış olan sol oral polikinetid 26-28 kinetozom sırasından oluşmuştur. Sağ oral polikinetid hilal biçimli, düzensiz kinetozom topluluğu şeklindedir (Şekil 4b, 4h). Ekvatorial düzlemin hafifçe posteriyöründe, dorsale yakın konumlu, küresel veya hafifçe oval biçimli tek makronükleusa sahiptir. Mikronükleus, küresel biçimli ve makronükleusa yakın veya makronükleus girinti içinde yer alır (Şekil 4b, 4c, 4e).

Somatik siller 6-7 μm uzunluğunda, dikinetid olarak organize olmuş ve 15-16 sil sırası (kineti) oluşturur (Çizelge 4). Somatik siliyatür genel organizasyon bakımından *Colpoda lucida* popülasyonu ile benzerdir. Gümüş çizgiler sistemi cucullus tiptedir (Şekil 4d, 4f, 4g).



Şekil 4. *Colpoda* sp.'nin fotoğraf (a-d) ve çizimleri (e-h). a: sağ lateral canlı; b-d: sağ ve sol lateral siliyatürleri; e: sağ lateral canlı; f, g: sağ ve sol lateral siliyatüre; h: oral polikinetidler. VA: vestibüler açıklık; KV: kontraktıl vakuol; POS: preoral sütür; SaOP: sağ oral plikinetid; SoOP: sol oral polikinetid; Ma: makronükleus; Mi: mikronükleus; DA: diyagonal ark; BV: besin vakuölü; ok başları: yivli omurga yapısı.

3.5. Moleküler bulgular

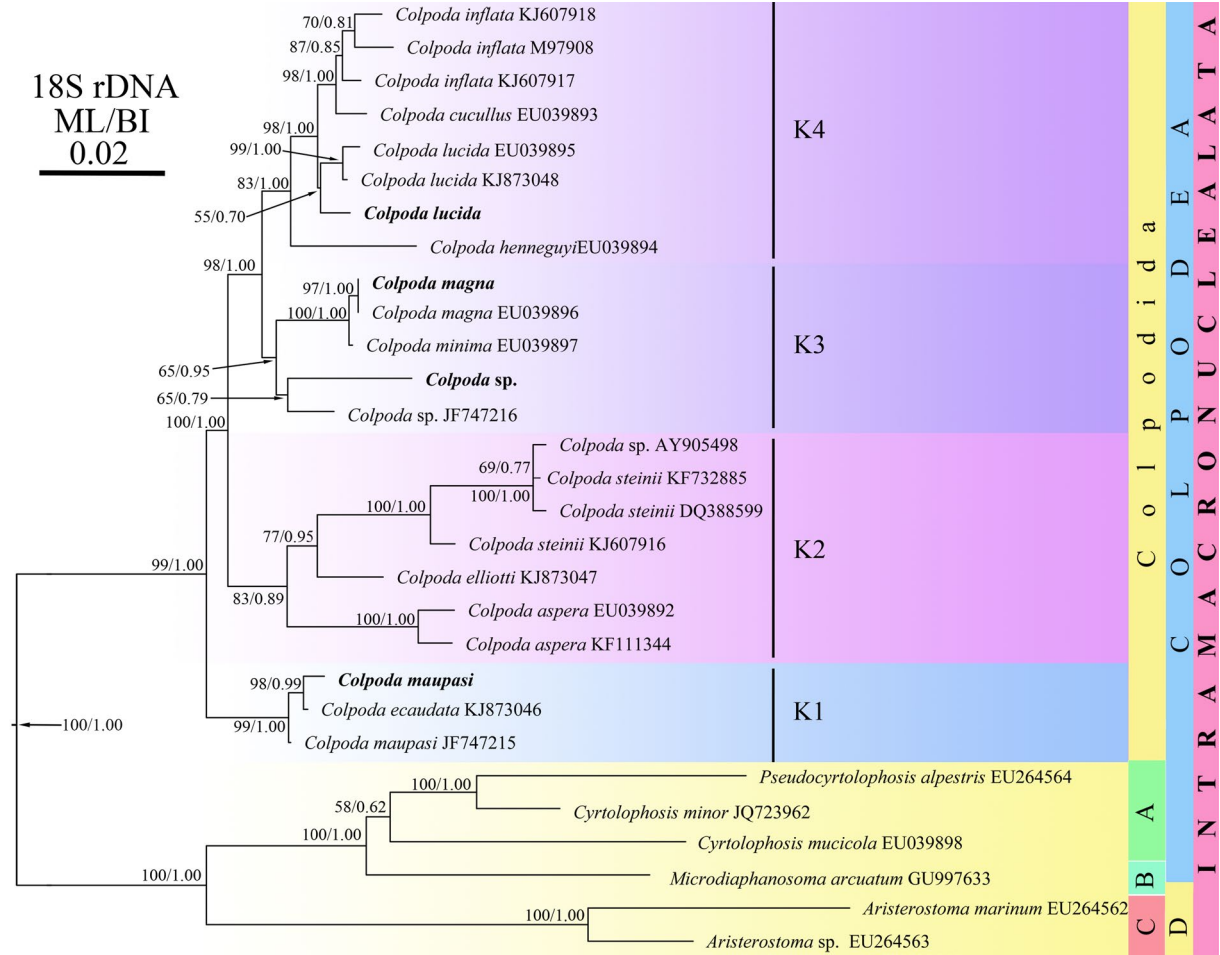
Her iki algoritma ile (ML ve BI) üretilen filogenetik ağaçlar topolojik olarak birbirine çok benzer olduklarından filogenetik analiz sonuçları ML ağacı üzerinde BI düğüm (nod) değerleri gösterilerek sunulmuştur (Şekil 5). *Colpoda* cinsi üyeleri ile dış grup olarak kullanılan *Cryptolophosidida* (A), *Bryometopida* (B) ve *Scuticociliatia* (C) takımı üyelerinin ayrımı her iki algoritma ile tam olarak desteklendi (ML/BI=100/1.00). *Colpoda* cinsi 4 ana küme (klad) oluşturmuştur (K1-K4). K1 kümesi cinsin bazal pozisyonunda olup, ayrımı her iki algoritma ile çok güçlü/tam olarak desteklenmiştir (ML/BI=99/1.00). Diğer kümelerin (K2-K4) ayrımları da tam ya da güçlü olarak desteklendikleri görülmektedir.

Bu çalışmada izole edilen *Colpoda maupasi* K1 kümesi içerisinde *C. ecaudata* (KJ873046) ve *C. maupasi* (JF747215) ile birlikte konumlanmış olmakla birlikte *C. maupasi*'den (JF747215) ziyade *C. ecaudata*'ya (KJ873046) daha yakın konumlanmış olması dikkat çekicidir. Bu çalışmada elde edilen *C. maupasi* ile *C. ecaudata* (KJ873046) ayrımı her iki algoritma ile güçlü bir şekilde desteklenmiştir (ML/BI=98/0.99).

Van topraklarından izole edilen ve herhangi bir türe dahil edilemeyen ve *Colpoda* sp. olarak bildirilen popülasyon ile yine bu çalışmada elde edilen *Colpoda magna* popülasyonu filogenetik ağaçta K3 kümesi içerisinde konumlanmıştır. Mevcut *Colpoda* sp. popülasyonu daha önce bildirilmiş *Colpoda* sp. (JF747216) ile orta derecede bir destek ile (ML/BI=65/0.79) kardeş pozisyonda ve oldukça uzun kol uzunluğu ile kümelendirilmiştir. *C. magna* popülasyonumuz ise K3 kümesi içerisinde *C. magna* ile (EU039896) kardeş pozisyonda ve her iki algoritma ile çok güçlü (ML/BI=97/1.00) desteklenmiştir. *C.*

minima (EU039897) ise *C. magna* popülasyonları ile kardeş ve onların bazal pozisyonlarında konumlanmış olup tam olarak (ML/BI=100/1.00) desteklenmiştir.

Bu çalışma ile elde edilen diğer bir popülasyon olan *Colpoda lucida*, K4 kümesi içerisinde *C. lucida* (EU039895 ve KJ873048), *C. cucullus* (EU039893) ve *C. inflata* (KJ607917, M97908 ve KJ607918) ile birlikte konumlanmış olup küme içerisinde diğer *C. lucida* popülasyonlarına yakın konumlu ve onların bazal pozisyonundadır. Mevcut *C. lucida* popülasyonunun diğer *C. lucida* popülasyonlarından ayrımı orta derecede (ML/BI=55/0.70) desteklenmiştir.



Şekil 5. *Colpoda* cinsine ait 18S rDNA gen dizisine dayalı BI ve ML filogenetik ağacı. Bu çalışmada elde edilen popülasyonlar ağaç üzerinde koyu yazı ile gösterilmiştir. Kol ayrımlarındaki (nod) sayılar ML bootstrap ve BI posteriyör olasılık değerlerini göstermektedir. Ölçek, her 100 baz pozisyonundaki 2 substitüsyon değerini göstermektedir. A= Cyrtolophosidida; B= Bryometopida; C= Scuticociliatia; D= Oligohymenophorea.

4. Tartışma ve Sonuç

İncelenen toprak kültürlerinde *Colpoda lucida*, *Colpoda magna*, *Colpoda maupasi* ve *Colpoda sp.* olmak üzere 4 kolpodit siliyat türü belirlenmiştir. *C. lucida*, *C. maupasi*, ve *C. magna* morfolojik olarak daha önce tanımlanmış popülasyonlar ile büyük ölçüde benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir (Hofmann-Munz, 1991; Foissner, 1993; Díaz ve ark., 2003; Çınar, 2011; Kaya & Şenler, 2012). İzole ettiğimiz bir diğer popülasyon ise morfolojik özellikleri bakımından daha önce tanımlanmış hiçbir türe dahil edilemediğinden *Colpoda sp.* olarak bildirilmiştir.

Ülkemiz siliyat faunası için ilk kayıt olan *C. lucida* üzerinde yapılmış morfolojik veri içeren çalışma oldukça azdır. Bu yüzden mevcut morfolojik bulgular sadece Foissner (1993) ile Kim & Min (2015)'in bildirdikleri popülasyonlar ile karşılaştırılmıştır. *C. lucida*'nın genel morfolojisi, somatik ve

oral siliyatür karakterleri bakımından önceki popülasyonlar ile benzer olmakla birlikte hücre boyutları açısından önceki tanımlamalardan biraz daha küçük olduğu tespit edilmiştir.

C. maupasi daha önce ülkemizde iki çalışmada rapor edilmiştir (Çınar, 2011; Kaya & Şenler, 2012). Genel morfolojisi, oral ve somatik siliyatür karakterleri bakımından önceki popülasyonlar ile benzerdir.

C. magna türü bu çalışma ile ülkemiz siliyat faunası için ilk kez kaydedilmiştir. Diğer pek çok kolpodit türünden çok daha büyük olması (120-300×65-200 µm) ile dikkat çeker. Genel morfolojisi, oral ve somatik siliyatür karakterleri bakımından önceki tanımlar ile uyumludur.

Bu çalışmada elde edilen gen dizilerinin de dahil edildiği filogenetik ağaçlarda *Colpoda* cinsi üyelerinin ortak kökenden tek soy hattı olarak farklılaşan monofiletik takson olduğunu ortaya koymaktadır (Şekil 5). Bu sonuçlar Vd'acny & Foissner (2019)'in bildirdikleri ile uyumludur. Bununla birlikte, cinsin parafiletik olduğunu gösteren çalışma da mevcuttur (Foissner ve ark., 2014).

Her iki algoritma (ML ve BI) ile elde edilen filogenetik ağaçta mevcut *C. lucida* popülasyonunun K4 kümesi içerisinde diğer *C. lucida* popülasyonları ile (EU039895 ve KJ873048) birlikte bir klad oluşturdukları ve onların bazal pozisyonunda dışarıdan bağlı olarak konumlandığı görülmüştür. Bu durum mevcut popülasyonun önceki popülasyonlardan genetik olarak farklı olduğunu ve diğer popülasyonlardan daha atasal konumda olduğuna işaret etmektedir. Foissner ve ark. (2014) *Colpoda* cinsine ait türlerin karasal ortamlarda çabuk yayılış göstermelerinden dolayı farklı habitatlarda yüksek farklılaşma potansiyeline sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmada izole edilen *C. lucida* popülasyonunun farklılaşma düzeyinin diğer iki popülasyondan oldukça fazla olması bu Foissner ve ark. (2014)'nın görüşlerini desteklemektedir.

C. magna izolatu filogenetik analizlerde Avusturya topraklarından izole edilmiş popülasyon ile K3 kümesi içerisinde *C. magna* (EU039886) ile oldukça yakın konumlanmış olup genetik farklılaşmanın oldukça az olduğu görülmüştür.

Morfolojik karakterleri bakımından daha önce tanımlanmış hiçbir popülasyona dahil edilemeyen *Copoda* sp. popülasyonu K3 kümesi içerisinde Foissner ve ark. (2011)'nin bildirdiği *Colpoda* sp. (JF747216) popülasyonu ile birlikte, onunla kardeş pozisyonda ve birbirlerinden genetik olarak oldukça uzak olarak konumlanmıştır. Bu sonuçlar her iki *Colpoda* sp. popülasyonunun da yeni tür olma potansiyelinin yüksek olduğu düşünülmekle birlikte mevcut morfolojik verilerimiz yeni tür tanımlamak için yeterli olmadığından *Colpoda* sp. olarak rapor edilmiştir.

Van topraklarından izole etmiş olduğumuz *C. maupasi* filogenetik ağaçlarda K1 kümesi içerisinde *C. eucaudata* (KJ873046) ile yakın ilişkili ve kardeş pozisyonda konumlanmış, türdeşi olan *C. maupasi* (JF747215) daha uzak pozisyonda olması dikkat çekicidir. Bu durum Foissner ve ark. (2014)'nin sonuçları ile uyumlu olmakla birlikte, *C. maupasi* ve *C. eucaudata* türlerinin ayırımında kullanılan morfolojik karakterlerin sorgulanması ve yeniden ele alınmasının gerekliliğine işaret etmektedir.

Filogenetik ağaçta (Şekil 5) *Colpoda* türlerinin dört ana soy hattından (K1-K4) çeşitlendikleri görülmektedir. Bu soy hatlarından K1, diğer soyların kaidesinde farklı filogenetik yolu izleyerek farklılaşmış oldukları görülmektedir. Bu durum bizlere, K1 kümesinin yeni oluşan bir soy hattı ve bu soy hattındaki bireylerin henüz yeni habitatlara yayılış için zaman bulamamışlar ya da bu soy hattı ile ilgili küresel ölçekte henüz yeterli veriye ulaşamamış olduğumuzu göstermektedir.

Colpoda cinsi içerisinde sınıflandırılan 200 kadar morfotürün olduğu bildirilmiş olmasına karşın bu türlerden sadece 23 tanesinin SSU rDNA (18S rDNA) gen dizisi kaydı bulunmaktadır. Bu durum cinsin filogenetik eşitlenmesinin anlaşılmasında sınırlayıcı bir etken olarak karşımıza çıkmaktadır. Küresel ölçekte farklı habitatlardan izole edilecek mevcut bilinen türler ile yeni tanımlanacak türlerin ayrıntılı morfolojik çalışmalar eşliğinde moleküler veriler elde edildikçe, bu organizmaların soy hatları ve çeşitlenmeleri daha iyi anlaşılacaktır.

Bu çalışma ile ülkemiz siliyat faunasına iki yeni siliyat türü (*C. lucida* ve *C. magna*) kaydedilmiştir. Ayrıca çalışmamız ülkemizde kolpodit siliyatlar üzerinde yapılan ilk moleküler filogenetik çalışmadır.

Kaynakça

Chen, L., Liu, Y., Long, Y., Lyu, J., Feng, C., Ning, Y., & Yi, Z. (2021). Morphology and molecular phylogeny of two new soil ciliates, *Hemiurosomoida warreni* nov. spec. and *Hemiurosoma*

- clampi* nov. spec. (Ciliophora, Hypotrichia) from Tibet. *European Journal of Protistology*, 77, 125746. doi:10.1016/j.ejop.2020.125746
- Çınar, H. (2011). *Van'daki ceviz ağacı (Juglans regia L.) kabuklarında bulunan kolpodit siliyat (Protista: Ciliophora: Colpodea) faunası*. (Yüksek Lisans tezi), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Van, Türkiye.
- Darriba, D., Taboada, G. L., Doallo, R., & Posada, D. (2012). jModelTest 2: more models, new heuristics and parallel computing. *Nature Methods*, 9, 772. doi:10.1038/nmeth.2109
- Díaz, S., Martín Gonzáles, A., Rico, D., & Gutiérrez, J. C. (2003). Morphogenesis of the division and encystment process of the ciliated protozoan *Colpoda minima*. *Journal of Natural History*, 37(20), 2395-2412. doi:10.1080/00222930210144325
- Foissner, W. (1993). *Colpodea (Ciliophora)*. New York, USA: Gustav Fischer Verlag.
- Foissner, W. (1999). Protist diversity: Estimates of the near-imponderable. *Protist*, 150(4), 363-368. doi:10.1016/S1434-4610(99)70037-4
- Foissner, W., Agatha, S., & Berger, H. (2002). Soil ciliates (Protozoa, Ciliophora) from Namibia (Southwest Africa), with emphasis on two contrasting environments, the Etosha Region and the Namib Desert. *Denisia*, 5, 1-1459.
- Foissner, W., & Xu, K. (2007). Monograph of the Spathidiida (Ciliophora, Haptoria) Vol. I: Protospathidiidae, Arcuospathidiidae, Apertospathulidae. *Monographiae Biologicae*, 81, 1-485.
- Foissner, W., Stoeck, T., Agatha, S., & Dunthorn, M. (2011). Intera-class evolution and classification of the Colpodea (Ciliophora). *Journal of Eukaryotic Microbiology*, 58(5), 397-415. doi:10.1111/j.1550-7408.2011.00566.x
- Foissner, W. (2014). An update of basic light and scanning electron microscopic methods for taxonomic studies of ciliated protozoa. *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 64, 271-292. doi:10.1099/ijs.0.057893-0
- Foissner, W., Bourland, W. A., Wolf, K. W., Stoeck, T., & Dunthorn, M. (2014). New SSU-rDNA sequences for eleven colpodeans (Ciliophora, Colpodea) and description of *Apocyrtolophosis* nov. gen. *European Journal of Protistology*, 50(1), 40-46. doi:10.1016/j.ejop.2013.09.003
- Göçmen, B. (2014). *Protozooloji (Ökaryotik Mikrobiyoloji)*. Ankara, Türkiye: Palme Yayıncılık.
- Gong, J., Kim, S. J., Kim, S. Y., Min, G. S., Roberts, D. M., Warren, A., & Choi, J. K. (2007). Taxonomic redescrptions of two ciliates, *Protogastrostyla pulchra* n. g., n. comb. and *Hemigastrostyla enigmatica* (Ciliophora: Spirotrichea, Stichotrichia), with phylogenetic analyses based on 18S and 28S rRNA gene sequences. *Journal of Eukaryotic Microbiology*, 54(6), 468-478. doi:10.1111/j.1550-7408.2007.00288.x
- Hoang, D. T., Chernomor, O., von Haeseler, A., Minh, B. Q., & Vinh, L. S. (2018). UFBoot2: improving the ultrafast bootstrap approximation. *Molecular Biology and Evolution*, 35(2), 518-522. doi:10.1093/molbev/msx281
- Hofmann-Munz, A. H. (1991). The oral apparatus of *Colpoda variabilis* (Ciliophora, Colpodidae): II. Ultrastructure of the oral ciliature and its implications on ciliate phylogeny. *European Journal of Protistology*, 26, 288-302. doi:10.1016/S0932-4739(11)80150-1
- Jang, S. W., Vd'acný, P., Shazib, S. U. A., & Shin, M. K. (2017). Linking morphology and molecules: integrative taxonomy of spathidiids (Protista: Ciliophora: Litostomatea) from Korea. *Journal of Natural History*, 51, 939-974. doi:10.1080/00222933.2017.1319520
- Kaya, Z., & Şenler, N. G. (2012). Van ili, Türkiye, topraklarında yaşayan bazı *Colpoda* türleri (Protista: Ciliophora: Colpodea) hakkında. *Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 28(3), 183-197.
- Kim, K. S., & Min, G. S. (2015). New record of three colpodean ciliates (Ciliophora: Colpodea) from Korea. *Korean Journal of Environmental Biology*, 33(4), 375-382. doi:10.11626/KJEB.2015.33.4.375
- Kumar, S., Stecher, G., & Tamura, K. (2016). MEGA7: Molecular evolutionary genetics analysis version 7.0 for bigger datasets. *Molecular Biology and Evolution*, 33(7), 1870-1874. doi:10.1093/molbev/msw054
- Li, J., Li, L., Wang, J., Zhu, E., & Shao, C. (2021). Morphology, morphogenesis and molecular phylogeny of a novel soil ciliate, *Afrokahliella paramacrostoma* n. sp. (Ciliophora, Hypotrichia). *European Journal of Protistology*, 77, 125748. doi:10.1016/j.ejop.2020.125748

- Lynn, D. H. (2008). *The Ciliated Protozoa: Characterization, Classification, and Guide to the Literature*. Dordrecht: Springer.
- Lynn, D. H., & Small, E. B. (2000). Phylum Ciliophora Doflein, 1901. In J. J. Lee, G. F. Leedale & P. Bradbury (Eds.), *The Illustrated Guide to the Protozoa* (pp. 371-656). Lawrence, Kansas, USA: Society of Protozoologists.
- Medlin, L., Elwood, H. J., Stickel, S., & Sogin, M. L. (1988). The characterization of enzymatically amplified eukaryotic 16S-like rRNA-coding regions. *Gene*, 71(2), 491-499. doi:10.1016/0378-1119(88)90066-2
- Nguyen, L. T., Schmidt, H. A., von Haeseler, A., & Minh, B. Q. (2015). IQ-TREE: a fast and effective stochastic algorithm for estimating maximum-likelihood phylogenies. *Molecular Biology and Evolution*, 32(1), 268-274. doi:10.1093/molbev/msu300
- Posada, D. (2008). jModelTest: phylogenetic model averaging. *Molecular Biology and Evolution*, 25(7), 1253-1256. doi:10.1093/molbev/msn083
- Ronquist, F., Teslenko, M., van der Mark, P., Ayres, D. L., Darling, A., Höhna, S., ... & Huelsenbeck, J. P. (2012). MrBayes 3.2: Efficient Bayesian phylogenetic inference and model choice across a large model space. *Systematic Biology*, 61(3), 539-542. doi:10.1093/sysbio/sys029
- Talavera, G., & Castresana, J. (2007). Improvement of phylogenies after removing divergent and ambiguously aligned blocks from protein sequence alignments. *Systematic Biology*, 56(4), 564-577. doi:10.1080/10635150701472164
- Tamura, K., Stecher, G., Peterson, D., Filipowski, A., & Kumar, S. (2013). MEGA6: molecular evolutionary genetics analysis version 6.0. *Molecular Biology and Evolution*, 30(12), 2725-2729. doi:10.1093/molbev/mst197
- Vd'ačný, P., & Foissner, W. (2012). Monograph of the dileptids (Protista, Ciliophora, Rhynchostomatia). *Denisia*, 31, 1-529.
- Vd'acny, P., & Foissner, W. (2019). Re-analysis of the 18S rRNA gene phylogeny of the ciliate class Colpodea. *European Journal of Protistology*, 67, 89-105. doi:10.1016/j.ejop.2018.11.003
- Wang, J., Ma, J., Qi, S., & Shao, C. (2017). Morphology, morphogenesis and molecular phylogeny of a new soil ciliate *Paragonostomoides xianicum* n. sp. (Ciliophora, Hypotrichia, Gonostomatidae). *European Journal of Protistology*, 61, 233-243. doi:10.1016/j.ejop.2017.07.001
- Yıldız, İ. (2018). Morphology and phylogeny of *Apertospathula oktemae* n. sp. (Ciliophora, Haptoria, Spathidiida) from Lake Van, Turkey. *European Journal of Protistology*, 66, 1-8. doi:10.1016/j.ejop.2018.06.001
- Yıldız, İ. (2021). Morphology and phylogeny of a new soil ciliate, *Colpodidium zelihayildizae* n. sp. (Ciliophora, Nassophorea, Colpodidiidae), from Van, Turkey. *Turkish Journal of Zoology*, 45, 304-313. doi:10.3906/zoo-2101-20



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Co-60 Gama Işınlamasının Fluxgate Sensör Nüveleri Üzerine Etkisi

Hava CAN

TÜBİTAK UME Ulusal Metroloji Enstitüsü, 41470, Kocaeli, Türkiye
Hava CAN, ORCID No: 0000-0001-7388-6007
Sorumlu yazar e-posta: hava.can@tubitak.gov.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 17.02.2023
Kabul: 14.04.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1252501

Anahtar Kelimeler

Fluxgate sensör,
Hassasiyet,
Radyasyon,
Soft manyetik malzeme

Öz: Zayıf manyetik alan ölçümleri için kullanılan fluxgate sensörler uzay ortamındaki çevresel faktörlerden oldukça fazla etkileniyor olsa da uzay görevlerinde kanıtlanmış performansları ve güvenilirlikleri dolayısıyla oldukça yaygın tercih edilirler. Çevresel faktörler uzay araçlarının görevini kısmen ya da tamamen engelleyebilecek büyük sorunlara neden olacağından, bu çalışmada çevresel faktörlerden biri olan radyasyonun sadece sensör nüvesi üzerinde etkileri incelenmiştir. Üç farklı dozda Gama radyasyona maruz bırakılan nüvelerin karakterizasyon ölçümleri yapılmıştır. Hassasiyet ölçümlerinden elde edilen ölçek faktörlerinin çok az farkla birbirlerine yakın olduğu görülmüştür. Ayrıca yapılan gürültü analizlerinden artan radyasyon miktarıyla gürültü seviyesinin ise nT mertebesinde arttığı gözlenmiştir.

Effect of Co-60 Gamma Irradiation on the Fluxgate Sensor's Cores

Article Info

Received: 17.02.2023
Accepted: 14.04.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1252501

Keywords

Fluxgate sensor,
Radiation,
Sensitivity,
Soft magnetic material

Abstract: Although fluxgate sensors used for weak magnetic field measurements are highly affected by environmental factors in the space environment, they are widely preferred in space missions due to their proven performance and reliability. Environmental factors can cause major problems that may partially or completely hinder the mission of spacecraft. In this study, the effects of radiation, which is one of the environmental factors, only on the sensor core were investigated. Characterization measurements of the cores exposed to three different doses of Gamma radiation were made. It was observed that the scale factors obtained from the sensitivity measurements were close to each other with very little difference. In addition, it was observed from the noise analyzes that the noise level increased in the order of nT with increasing doses of radiation.

1. Giriş

Fluxgate sensörler DC veya düşük frekanslı manyetik alan ölçümleri için geniş kullanım alanına sahiptir (Gordon & Brown, 1972; Tumanski, 2013). İlk olarak 1930'lu yıllarda ortaya çıkmıştır. Günümüzde medikal, metal endüstrisi, maden arama ve savunma sanayi gibi birçok alanda kullanılmasının yanı sıra en yaygın kullanım alanı uzay endüstrisinde konum ve yönelim belirleme kontrol sistemleridir (Peterson ve ark., 1995; Clem, 1997; Snare, 1998). Uygulama alanının amacına göre farklı geometrilerde üretilebilir. Yaygın olarak tercih edilen geometriler halka, çubuk ve yarış-pisti şeklindedir (Ripka, 1992). Yüksek hassasiyet, düşük ofset ve yüksek sıcaklık kararlılığına sahiptir. Düşük enerji tüketimi ve ekonomik açıdan avantajlı olması da tercih edilme sebeplerindedir (Ripka, 2002; Kubik ve ark., 2005; Ripka ve ark., 2010).

Fluxgate sensörler manyetik akıyı yoğunlaştırma ve yönlendirme amaçlı kullanılan, yüksek manyetik geçirgenliğe sahip ferromanyetik malzemeden oluşan bir nüve ve etrafına sarılan uyarma ve

algılama bobininden oluşmaktadır. Uyarıcı AC bir alanla birlikte ölçülmek istenen DC alanın uygulanmasıyla oluşan 2. harmonik sinyalinin DC alanla mükemmel doğrusallıkta göstermiş olduğu değişim fluxgate sensörlerin temelini oluşturmaktadır (Primdahl, 1973).

Birçok uydu görevinde yer alan fluxgate sensörler görevlerini başarı ile tamamlamışlardır (Wallis ve ark., 2015; Herçik ve ark., 2017). Uzay ortamının sıcaklık ve radyasyon gibi zorlayıcı çevresel koşullarından dolayı uydunun fırlatıldıktan sonra dayanıklılığını koruması ve görevini başarılı bir şekilde devam ettirebilmesi bir hayli zordur. Uzay ortamında radyasyon kaynakları olarak Van Allen kuşakları, güneş sisteminden kaynaklı yıldız patlamaları ve güneş sisteminin dışından gelen X ve Gama kozmik ışınlar bilinir (Benton & Benton, 2001; Dachev ve ark., 2011). X ışını ve Gama ışını gibi kozmik ışınların içinde yer aldığı radyasyon türleri elektronları yörüngelerinden koparabilecek enerjiye sahip iyonize radyasyon çeşitlerindedir.

Uydular fırlatıldıktan sonra düşük irtifa bölgesinden uzaklaşıp Van Allen kuşaklarının bölgesine geçtiğinde uzay radyasyonuna maruz kalmaya başlar (Gusev ve ark., 2003; Reeves ve ark., 2003). Bilindiği üzere dünya manyetik alanından kaynaklanan Van Allen kuşakları, güneşten ve yıldızlardan yayılan zararlı ışınlar karşı kalkan işlevi gören bir tabaka olsa da çok yüksek enerjili iç ve dış radyasyon kuşaklarını içerir. Bu kuşaklar bu bölgelerde zaman geçiren uyduların sensör, elektronik devre ve güneş pilleri gibi ekipmanlarına zarar verir. Zararı ortadan kaldırmak ya da minimize etmek için hassas bileşenlerin korunması gerekir (Weaver & Villard, 1996). Bu sebeple bu bileşenlerin bu ortamlarda kullanılabilirliğini değerlendirmek ve arıza göstermeden önce alabilecekleri toplam iyonlaştırıcı dozu tahmin etmek için Co-60 gibi radyoaktif kaynakların kullanımına dayalı bir yeterlilik sistemi izlenir. Avrupa Uzay Ajansının (ESA) belirlediği standartlarda her türlü uzay görevi öncesinde yeryüzünde radyasyon testleri yapılarak gerekli tedbirler alınır.

Bu çalışmada aynı atomik konfigürasyona sahip nüvelere standartlara uygun olarak farklı dozlarda Co-60 Gama ışınlarıyla ışınlama yapıldı. Genellikle radyasyon testlerinde ışınlama ekipmanının elektroniği ile beraber tüm sisteme uygulanırken (Gomez ve ark., 2011; Hu ve ark., 2016; Tiwari ve ark., 2022) bu çalışmada sensör elektroniği tamamen ayrı tutularak sadece nüvelere ışınlama yapıldı. Uygulanan radyasyon dozlarının akabinde sensör karakterizasyon çalışmaları yapılarak uygulanan radyasyon dozlarının sensör performansına etkileri incelendi.

2. Materyal ve Yöntem

Sensör nüvesi olarak Vitroperm 800 (Fe₇₃Cu₁Nb₃Si₁₆B₇) soft-manyetik nanokristalin malzeme kullanıldı. Demir tabanlı bu malzeme nanokristalin malzemeler arasında en iyi yüzey kalitesine sahiptir. Ayrıca yüksek doyum mıknatıslanması, yüksek manyetik geçirgenlik ve geniş sıcaklık aralığında mükemmel termal kararlılık gibi oldukça önemli özellikleri de vardır.

Bu çalışmada Vitroperm 800 şerit nüve kullanılarak 4 adet sensör hazırlandı. Öncelikle nüveler çapı 15 mm olan halka kasnak üzerine 6 kat sarım yapıldı. Nüvelerden biri olduğu gibi kullanılırken diğerleri 3, 10 ve 20 kRad değerinde Co-60 Gama ışınlarına maruz bırakıldı.

Nüvelerin uyarma ve algılama bobin kasnakları için %30 cam dolgulu Tecapeek GF30 natural kullanıldı. Bu malzemenin seçilme sebepleri arasında mekanik dayanım, sertlik, yüksek termal kararlılığı minimum termal genleşme ve yüksek Gama ışınım dozlarına karşı üstün direnç sergileme gibi özellikleri vardır. Işınlama işleminden sonra uyarma bobinleri 300 µm çaplı bakır tel ile 130 tur toroidal sarım yapılarak hazırlandı. Uyarma bobinlerinin içine yerleştirileceği algılama bobini ise 200 µm çaplı bakır tel ile 8 kat 480 tur sarıldı. Nüveler üzerinde radyasyon etkisinin iyi bir şekilde görülebilmesi için tek algılama bobini ile çalışıldı. Şekil 1'de Fluxgate sensörü oluşturan nüve, uyarma bobini ve algılama bobine ait görüntü verilmektedir.

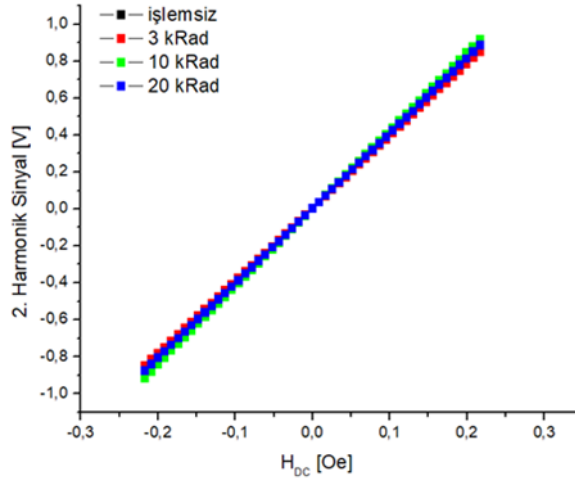
İkinci harmonik sinyal ve gürültü analiz ölçümleri için SRS-DS360 sinyal jeneratörü ve SR830 Lock-in yükselteç sekronize edilerek kullanıldı. Uyarma bobinine sinyal jeneratöründen frekansı 15.625 kHz ve genliği 12 V_{p-p} olan kare dalga formunda sinyal gönderilerek algılama bobininde indüklenen gerilim lock-in yükselteçten okundu. Referans DC alan kaynağı olarak Helmholtz Bobin sistemi kullanıldı. Helmholtz bobin sistemine akım Keithley 220 hassas akım kaynağından sürüldü. Gürültü analiz ölçümleri için sensörler sırayla 4 katlı mu-metal içine yerleştirildi ve SR830 Lock-in yükseltecin çıkışı Agilent 35670A dinamik spektrum analizörünün girişine bağlanarak ölçümler yapıldı.



Şekil 1. Fluxgate sensörü oluşturan temel bileşenler.

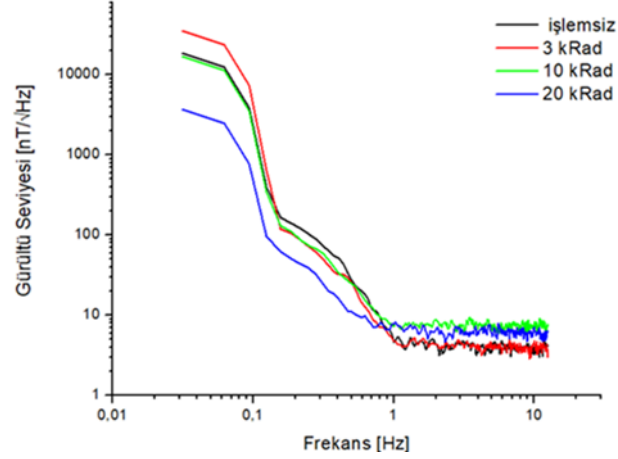
3. Bulgular ve Tartışma

Hazırlanan sensörler Helmholtz bobin merkezine yerleştirildi. Sıfır ofset değerinin etkisini azaltmak için uyarma bobini algılama bobini içinde dikkatli bir şekilde döndürüldükten sonra karakterizasyon ölçümleri yapıldı. Önce ikinci harmonik sinyalin DC alanla değişimini gösteren hassasiyet ölçümleri yapıldı (Şekil 2). Bu ölçümlerde alınan verilerin tersine çevrilebilirliğini görmek için önce negatiften pozitifte sonra pozitiften negatife belirli bir aralıkta ölçümler yapıldı. Elde edilen veriler kullanılarak çizilen grafiklerden uygulanan DC alanla sensör sinyalinin muhteşem lineer bağımlılığa sahip olduğu görüldü ve doğrusal olmama karakteristiği (non-linearity) $R^2=1$ olarak hesaplandı.



Şekil 2. İkinci harmonik sinyalin DC alanla değişim grafiği.

Sensörler 4 katlı mu-metal içine yerleştirilip gürültü analiz ölçümleri yapıldı (Şekil 3). Gürültü analizlerinde cihazdan alınan veriler V/\sqrt{Hz} şeklinde olup her bir sensöre ait ölçek faktörü kullanılarak her bir sensörün gürültü seviyesi nT/\sqrt{Hz} birimine çevrildi.



Şekil 3. Gürültü analiz ölçüm sonuçları.

Hassasiyet eğrilerinin eğimlerinden işlemsiz, 3, 10 ve 20 kRad radyasyona maruz kalan nüvelerin ölçek faktörleri sırasıyla 42, 39, 42 ve 41 kV/T olarak hesaplanmıştır. Şekil 3'te verilen gürültü analiz sonuçları incelendiğinde işlemsiz, 3, 10 ve 20 kRad radyasyona maruz kalan nüvelerin 1 Hz'deki gürültü değerleri sırasıyla 4.5, 4.7, 7.2 ve 7.6 nT/√Hz olarak ölçülmüştür. Elde edilen sonuçların oldukça yakın olduğu ve uygulanan radyasyon dozlarının etkisinin ölçek faktörleri ve gürültü seviyeleri üzerinde çok büyük bir değişime sebep olmadığı görülmüştür.

Bir sonraki çalışma için nüve malzemesi aynı olmak koşuluyla fluxgate sensör ve elektronik devresi beraber radyasyon testlerine sokulacak ve radyasyonun sensör elektronigi üzerindeki etkisi incelenecektir. Olası olumsuzluklara karşı alınabilecek önlemler araştırılacaktır.

4. Sonuç

Bu çalışmada fluxgate sensör nüvesi olarak seçilen Vitroperm 800 (Fe73Cu1Nb3Si16B7) soft-manyetik malzeme 20kRad'a kadar Co-60 Gama radyasyonuna maruz bırakılmıştır. Yapılan karakterizasyon ölçüm sonuçlarından uygulanan radyasyon dozlarının nüve yapısı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Ölçüm sonuçlarına göre ölçek faktörleri ve gürültü seviyelerinde bir miktar değişim görülse de bu ihmal edilebilir bir seviyededir. Bu çalışma ile Co-60 Gama ışınlaşımının fluxgate sensör nüvelerinin elektroniginden bağımsız olarak incelenmesi sonucunda uygulanan radyasyonun nüveler üzerindeki etkisi net bir şekilde gözlenmiştir.

Teşekkür

Bu çalışmayı yaparken katkı ve desteklerini esirgemeyen saygıdeğer hocam Doç. Dr. Uğur TOPAL'a teşekkürü bir borç bilirim.

Kaynakça

- Benton, E. R., & Benton, E. V. (2001). Space radiation dosimetry in low-Earth orbit and beyond. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 184, 255-294. doi:10.1016/S0168-583X(01)00748-0
- Clem, T. R. (1997). Progress in magnetic sensor technology for sea mine detection. *The International Society for Optical Engineering*, 3079, 354-371. doi:10.1117/12.280862
- Dachev, T. P., Tomov, B. T., Matviichuk, Y. N., Dimitrov, P. S., Vadawale, S. V., Goswami, J. N., Angelis, G. D., & Girish, V. (2011). An overview of RADOM results for earth and moon radiation environment on Chandrayaan-1 satellite. *Advances in Space Research*, 48(5), 779-791. doi:10.1016/j.asr.2011.05.009
- Gordon, D., & Brown, R. (1972). Recent advances in fluxgate magnetometry. *IEEE Transactions on Magnetics*, 8(1), 76-82. doi:10.1109/TMAG.1972.1067268

- Gomez Rojas, L., Chang, M., Hopkinson, G., & Duvet, L. (2011). Radiation effects in the LUPA4000 CMOS image sensor for space applications. *Proceedings of the European Conference on Radiation and its Effects on Components and Systems*, 6131324, 800-805. doi:10.1109/RADECS.2011.6131324
- Gusev, A. A., Pugacheva, G. I., Jayanthi, U. B., & Schuch, N. (2003). Modeling of low-altitude quasi-trapped proton fluxes at the equatorial inner magnetosphere. *Brazilian Journal of Physics*, 33(4), 775-781. doi:10.1590/S0103-97332003000400029
- Herčík, D., Auster, H.-U., Blum, J., Fornaçon, K.-H., Fujimoto, M., Gebauer, K., ... & Glassmeier, K. H. (2017). The MASCOT magnetometer. *Space Science Review*, 208, 433-449. doi:10.1007/s11214-016-0236-5
- Hu, W., Zhuang, Y.-Q., Bao, J.-L., & Zhao, Q.-F. (2016). Space environment effects and 1/f noise discrimination method on Mn-Co-Ni type infrared detectors. *Acta Photonica Sinica*, 45(7), 70704001.
- Kubik, J., Pavel, L., Ripka, P., & Kaspar, P. (2005). Low-power PCB fluxgate sensor. *IEEE Sensors*, 1(2), 432-435 doi:10.1109/ICSENS.2005.1597728
- Peterson, J. C., Arredondo, R., Chao, T.-H., Friedman, G. L., LaBaw, C., Lam, B., Moynihan, P. I., & Tupman, J. (1995). *Sensor technology assessment for ordinance and explosive waste detection and location*. California, USA: JPL.
- Primdahl, F. (1973). Comments on the theoretical output of a ring core fluxgate sensor. *IEEE Transactions on Magnetics*, 9(4), 708. doi:10.1109/TMAG.1973.1067725
- Reeves, G. D., McAdams, K. L., Friedel, R. H. W., & O'Brien, T. P. (2003). Acceleration and loss of relativistic electrons during geomagnetic storms. *Geophysical Research Letters*, 30(10), 1529. doi:10.1029/2002GL016513
- Ripka, P. (1992). Review of fluxgate sensors. *Sensors Actuators A: Physical*, 33(3), 129-141. doi:10.1016/0924-4247(92)80159-Z
- Ripka, P. (2002). Magnetic sensors and magnetometers. *Measurement Science and Technology*, 13(4), 645. doi:10.1088/0957-0233/13/4/707
- Ripka, P., & Janosek, M. (2010). Advances in magnetic field sensors. *IEEE Sensors Journal*, 10(6), 1108-1116. doi:10.1109/JSEN.2010.2043429
- Snare, R. C. (1998). A history of vector magnetometry in space. *Geophysical Monograph Series*, 103, 101-114.
- Tiwari, M. K., Diwan, J. S., Singh, K., & Topkar, A. (2022). Comparison of gamma radiation effects on CCD cameras under different bias conditions using image analysis techniques. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 69(12), 2297-2304. doi:10.1109/TNS.2022.3222714
- Tumanski, S. (2013). Modern magnetic field sensors-a review. *Przegląd Elektrotechniczny*, 89(10), 1-12.
- Wallis, D. D., Miles, D. M., Narod, B. B., Bennest J. R., Murphy K. R., Mann I. R., & Yau A.W. (2015). The CASSIOPE/e-POP magnetic field instrument (MGF). *Space Science Reviews*, 189, 27-39. doi:10.1007/s11214-014-0105-z
- Weaver, D., & Villard, R. (1996). Hubble achieves milestone: 100,000th Exposure. Space Telescope Science Institute. <https://hubblesite.org/contents/news-releases/1996/news-1996-25.html>
Erişim tarihi: 27.11.2023.



Research Article

Physical Properties of Piezoelectric Zr_3GeO_8 Crystal

Mehmet ERZEN

Department of Physics, Institute of Natural and Applied Sciences, Van Yuzuncu Yil University, 65080, Van,
Türkiye

Mehmet ERZEN, ORCID No: 0000-0002-7716-8608

Corresponding author e-mail: merzenn@gmail.com

Article Info

Received: 30.11.2022
Accepted: 18.09.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1212067

Keywords

Abinit,
DFT,
Electronic properties,
Optic properties,
 Zr_3GeO_8

Abstract: Based on the density functional theory and first-principal calculations, the physical properties of the Zr_3GeO_8 crystal for the ground state were calculated. In all calculations, the Density functional theory based ABINIT package program was used. Investigations were made under the local density approximation. The geometric optimization of the Zr_3GeO_8 crystal, the state density of the valence electrons, the electronic band structure to understand the conductivity character of the crystal, and the linear optical properties to see the response of the material to the electromagnetic wave were calculated. In addition, dynamic-thermodynamic properties were calculated for the Zr_3GeO_8 crystal. According to the calculated structural optimization and electronic band structure, the band gap of the Zr_3GeO_8 crystal is 4.4663 eV and it has been obtained that it has an indirect band gap. For the Zr_3GeO_8 crystal, some constants such as energy loss functions, reflectivity, and absorption coefficient are calculated depending on the ground state linear optical properties and linear optical properties. The phonon distribution, state density and contribution of each atom to the density of state the Zr_3GeO_8 crystal were calculated. Finally, free energy, internal energy, entropy, and heat capacity were calculated for the Zr_3GeO_8 crystal.

Piezoelektrik Zr_3GeO_8 Kristalinin Fiziksel Özellikleri

Makale Bilgileri

Geliş: 30.11.2022
Kabul: 18.09.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1212067

Anahtar Kelimeler

Abinit,
DFT,
Elektronik özellikler,
Optik özellikler,
 Zr_3GeO_8

Öz: Yoğunluk fonksiyonel teorisine ve ilk temel hesaplamalara dayanarak, Zr_3GeO_8 kristalinin temel durum için fiziksel özellikleri hesaplanmıştır. Yapılan tüm hesaplamalarda Yoğunluk fonksiyonel teorisi tabanlı çalışan ABINIT paket programı kullanılmıştır. İncelemeler yerel yoğunluk yaklaşımı altında yapılmıştır. Zr_3GeO_8 kristalinin geometrik optimizasyonu, valans elektronlarının durum yoğunluğu, kristalin iletkenlik karakterini anlamak için elektronik bant yapısı, malzemenin elektromanyetik dalgaya tepkisini görmek için doğrusal optik özellikleri hesaplanmıştır. Ayrıca Zr_3GeO_8 kristali için dinamik-termodinamik özellikleri hesaplanmıştır. Hesaplanan yapısal optimizasyon ve elektronik bant yapısına göre Zr_3GeO_8 kristalinin bant aralığı 4.4663 eV olup dolaylı bir bant aralığına sahip olduğu elde edilmiştir. Zr_3GeO_8 kristali için temel durumdaki lineer optik özellikler ve lineer optik özelliklere bağlı olarak enerji kaybı fonksiyonları, yansıtma ve absorpsiyon katsayısı gibi bazı sabitler hesaplanır. Zr_3GeO_8 kristalinin fonon dağılımı, durum yoğunluğu ve her bir atomun durum yoğunluğuna katkısı hesaplandı. Son olarak Zr_3GeO_8 kristali için serbest enerji, iç enerji, entropi ve ısı kapasitesi hesaplanmıştır.

1. Introduction

As it is known, the first proof of the direct piezoelectric effect was made by the brothers Pierre Curie and Jacques Curie in 1880. However, the Curie brothers were not aware of the reverse piezoelectric effect (Curie & Curie, 1880; Dineva et al., 2014). The inverse piezoelectric effect was mathematically demonstrated by Gabriel Lippmann, starting from the fundamental thermodynamic principles. Many more studies were carried out to discover crystal structures exhibiting piezoelectric properties. 20 out of 32-point groups have piezoelectric properties. 10 of them exhibit pyroelectric properties. Zr_3GeO_8 crystal has $42m$ point group. Such crystals are important in the technological field due to their piezoelectric properties. Many studies have not been done for Zr_3GeO_8 crystal in the literature. Lattice parameters and atomic positions were obtained for the conventional structure of the Zr_3GeO_8 crystal by neutron diffraction method (Ennaciri et al., 1984). Nanoparticles consisting of these oxides, zirconia, and germanium were added to Silica sol-gel glasses and Zr-Ge-O binary oxides were produced in matrices. $ZrGeO_4$ and Zr_3GeO_8 nanoparticles in solid matrices were produced for the first time (Gurin et al., 2005). The reaction products of ZrO_2 and GeO_2 powders were characterized by quantitative phase analysis. X-ray diffraction and Raman spectroscopy data showed that the Zr_3GeO_8 and $ZrGeO_4$ almanacs were formed. Moreover, a study was conducted on Zirconium Germanates to demonstrate their Synthesis, Stoichiometry, and Thermal Behaviors (Utkin et al., 2012 and 2013). Finally, theoretical calculations have been made for the Zr_3GeO_8 crystal using the density functional theory and GGA / GGA+U / R2SCAN methods in the literature (Jain et al., 2013).

As can be seen, these properties were not calculated in detail under the local density approximation of the Zr_3GeO_8 crystal. Piezoelectric crystals have an important place in the technological field. The Zr_3GeO_8 crystal was chosen for this study because of its piezoelectric property. In addition, it has been discussed since there is no detailed theoretical study for Zr_3GeO_8 crystal under the LDA approximation in the literature.

2. Material and Methods

The space group of the Zr_3GeO_8 crystal with a total of 12 atoms in its unit cell is I-42m (No.121). The unit cell created by Vesta is given in Figure 1 (Momma & Izumi, 2011). To obtain the physical properties of the Zr_3GeO_8 crystal under density functional theory (DFT), using the ABINIT (Gonze et al., 2002) package program to determine the characteristics of the crystal, the electronic band structure, the state density of the valence electrons of the crystal (DOS), linear optical properties and accordingly Some optical constants have been calculated. In addition, the dynamic and thermodynamic properties of Zr_3GeO_8 crystal were calculated. In this study, Troullier-Martins-type pseudopotentials were produced with FHI (FHI98PP) code by taking into account local density approximation (LDA), and only valence electrons were used (Troullier & Martins, 1991; Fuchs & Scheffler, 1999). Cutoff energy was chosen as 35 Hartree in all calculations. In addition, a Brillouin zone (BZ) $10 \times 10 \times 10$ Monkhorst-Pack mesh grid was used (Monkhorst & Pack, 1976).

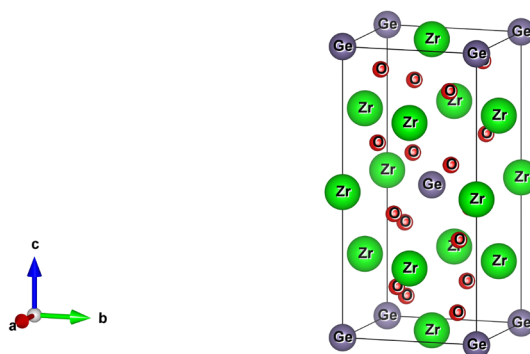


Figure 1. The unit cell of Zr_3GeO_8 crystal.

3. Results

3.1. Structural optimization of the Zr_3GeO_8 crystal

For the unit cell of the Zr_3GeO_8 crystal, structural optimization was first performed under the local density approximation. As a result of the optimization, as seen in Figure 2, the volume value corresponding to the minimum energy was obtained as 839.29 Bohr³. The lattice parameter given in the literature for the unit cell of the Zr_3GeO_8 crystal is 12.11 Bohr (Jain et al., 2013). The lattice parameter we obtained as a result of the calculation we made is 11.73 Bohr.

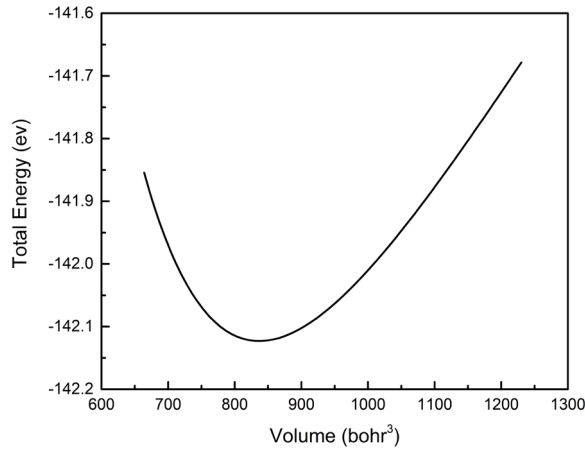


Figure 2. Variation of total energy by volume for a Zr_3GeO_8 crystal.

3.2. Electronic band structure of the Zr_3GeO_8 crystal

Electronic band structure has an important place in terms of the use of materials in the technological field. By using the lattice parameters obtained in the structural optimization of the Zr_3GeO_8 crystal, the band structure of the crystal was calculated along the high symmetry points in the Brillouin region (BZ) to learn the conductivity character of the crystal by considering only the valence electrons of the piezoelectric Zr_3GeO_8 crystal. The total density of the state and electronic band structure in the BZ of the crystal is shown in Figure 3. As a result of the calculation of the band structure of Zr_3GeO_8 for the high symmetry points observed in the BZ, considering the space group to which the crystal belongs, it was obtained that the Γ -X symmetry points in BZ correspond to the top of the valence bands. It was found that the lower part of the conduction bands coincides with the Z and M points, which are the center of the BZ. Therefore, Zr_3GeO_8 is an insulator and as seen in Figure 3, the band transitions correspond to different points and the indirect band gap is 4.4663 eV.

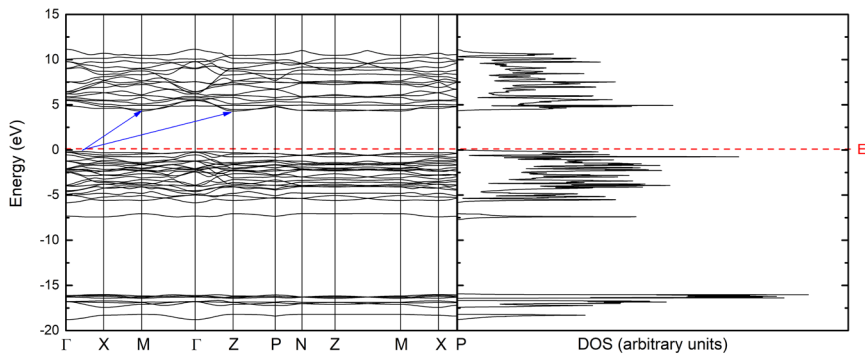


Figure 3. The electronic band structure and total density of state (DOS) for a Zr_3GeO_8 crystal.

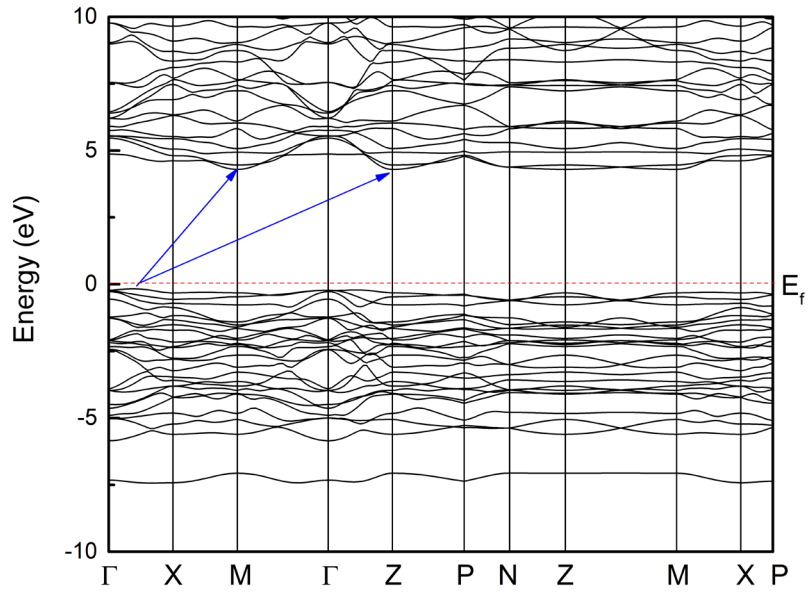


Figure 4. The electronic band structure of Zr_3GeO_8 crystal between -10 eV and 10 eV.

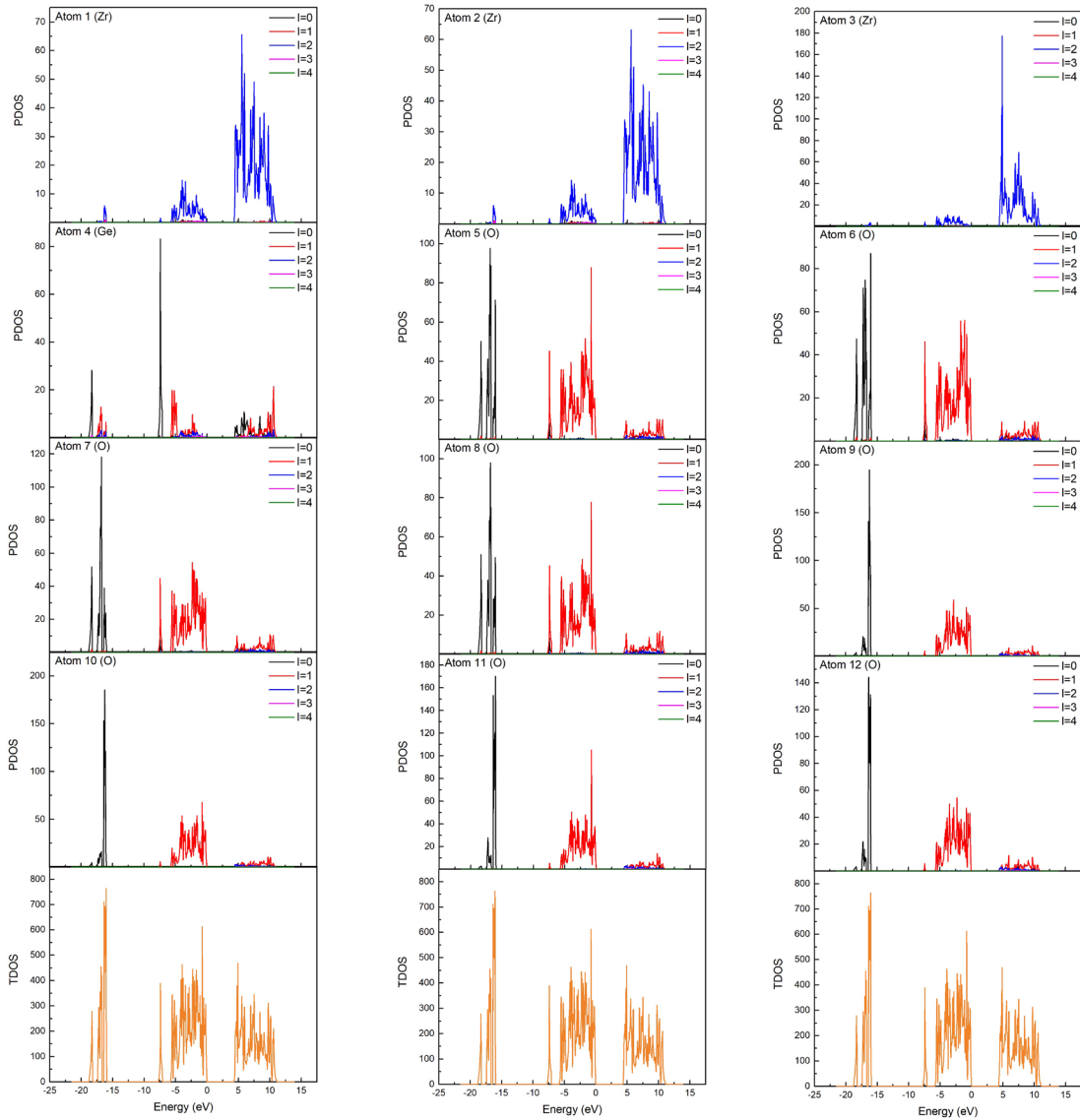


Figure 5. The partial (PDOS) and total (TDOS) DOS's for crystal Zr_3GeO_8 .

Then, the contributions of the partial density of state (PDOS) to the total density of state (TDOS) of the whole crystal were calculated for the Zr, Ge, and O atoms forming the Zr₃GeO₈ crystal. All calculated density of state (PDOS-TDOS) is shown in Figure 5. Here, the oxygen atoms make the most contribution to the total DOS for the l=0 and l=1 levels. Similarly, for the l=2 level, the most contribution is made by the zirconium atoms. Here l=0 level to s orbital, l=1 level to p orbital, etc. corresponds. Therefore, when we look at the electronic configurations of the elements, it is expected that the O atom will contribute the most to the l=0 level. Also, the number of identical atoms in the unit cell affects the contribution.

3.3. Optical properties of the Zr₃GeO₈ crystal

The optical properties of semiconductors, which are especially important in the electronics industry, are quite wide. It is well known that the optical properties of a material are obtained with the dielectric tensor, which has imaginary and real parts, considering the frequency of the electromagnetic wave incident on the material. Furthermore, both the real and imaginary parts of the complex dielectric function are linked by Kramers-Kronig relations (Erzen & Akkus, 2018). The real and imaginary parts of the dielectric function for the Zr₃GeO₈ crystal were calculated under the local density approximation. The results obtained are shown in Figure 6. If the actual portion of the dielectric components of a crystal enters the negative region, the crystal in the negative region exhibits optically metallic properties. Figure 6 shows that the Zr₃GeO₈ crystal enters the negative range of about 14 eV to 27 eV in all directions. The static dielectric constant of the Zr₃GeO₈ crystal in all directions (ϵ_0^{11} , ϵ_0^{22} , ϵ_0^{33}) was calculated. These are 3.1983 in direction 11, 3.2866 in direction 22, and 3.3565 in direction 33. ϵ_2 represents the imaginary part of the dielectric function and the energy losses. Looking at the ϵ_2 graph, it is seen that it is stable from 0 to about 4 eV. This corresponds to the band gap of the material.

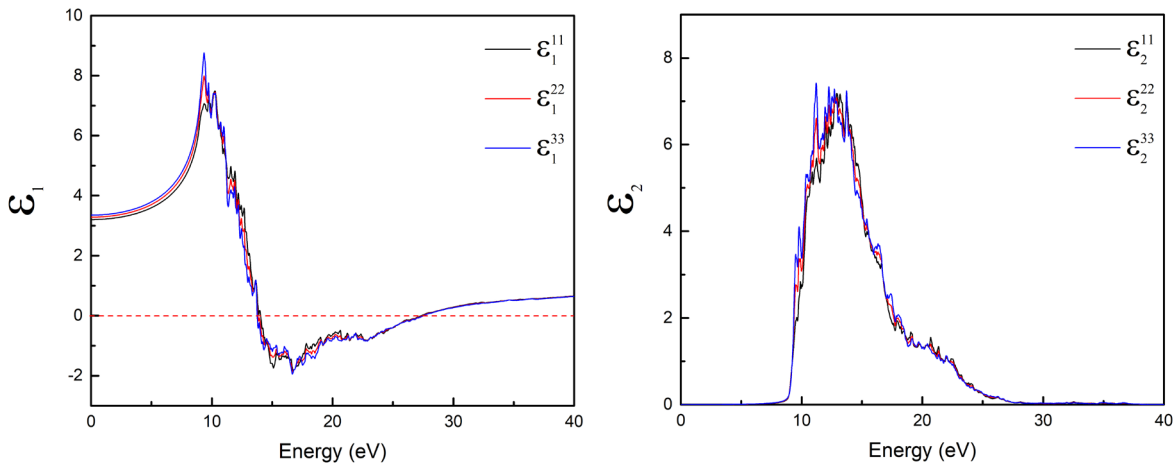


Figure 6. Variation of Zr₃GeO₈ versus photon energy of ϵ_1 and ϵ_2 in different crystal axes.

The refractive index of the Zr₃GeO₈ crystal with respect to axes (n_{11} , n_{22} , n_{33}) and the variation of the refractive index of the light against the wavelength was calculated as in Figure 7. The obtained refractive index values are 1.7905 in the 11 direction, 1.8116 in the 22 direction, and 1.8309 in the 33 direction. In addition, some optical constants such as energy loss functions, extinction coefficient, reflectivity, and absorption coefficient are calculated using the real and imaginary parts of the dielectric function and are given in Figure 8.

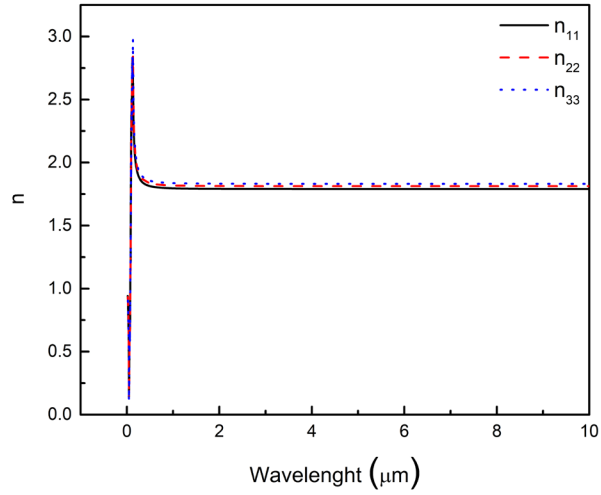


Figure 7. Variation of the refractive index of Zr_3GeO_8 crystal with respect to axes against wavelength.

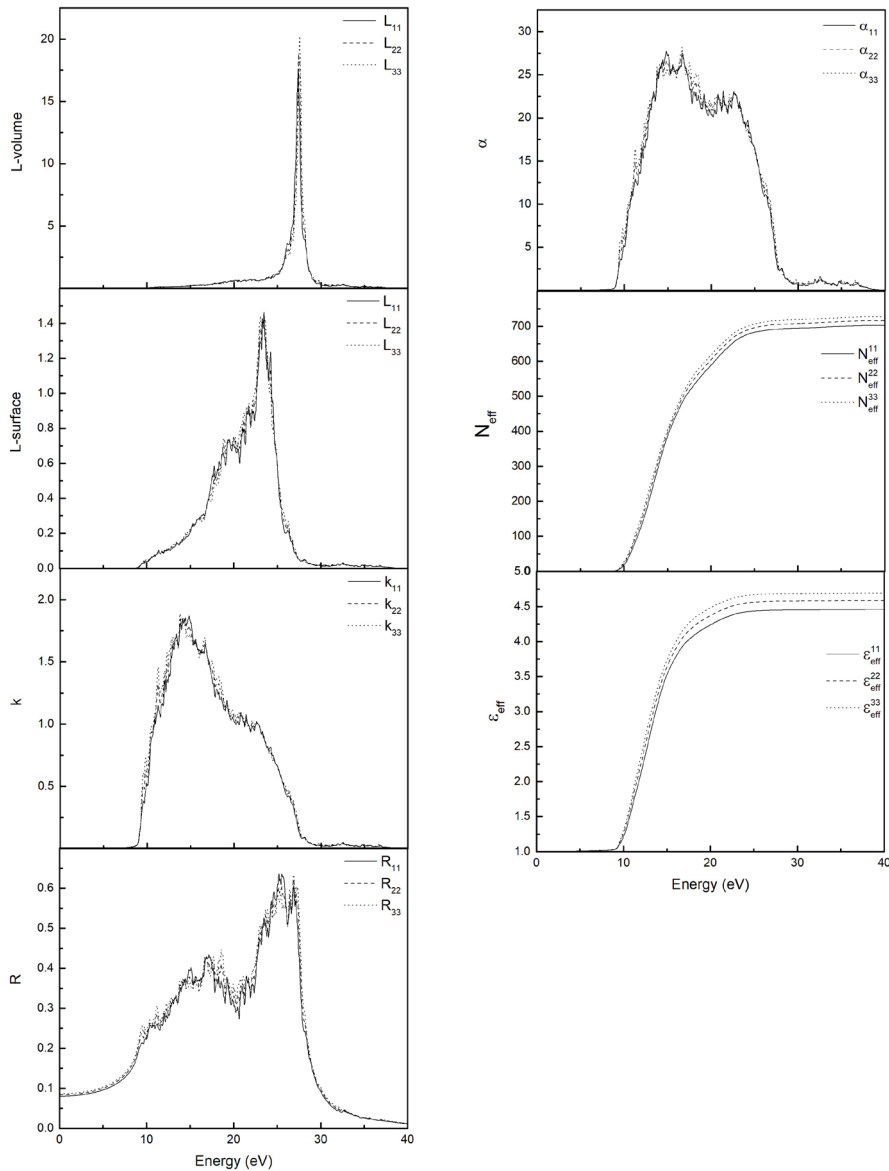


Figure 8. Optical constants of Zr_3GeO_8 in the direction of different crystal axes; Energy loss functions (L), absorption coefficient (α), extinction coefficient (k), reflectivity (R), effective dielectric constant (ϵ_{eff}), and effective valence electron number (N_{eff}).

3.4. Dynamic and thermodynamic properties of the Zr_3GeO_8 crystal

The vibrational properties of phonons have an important place in crystal structures. In this study, the phonon distribution of the Zr_3GeO_8 crystal was obtained. The phonon distribution of the Zr_3GeO_8 crystal was obtained by using the $4 \times 4 \times 4$ Monkhorst-Pack mesh grid for the ground state. The phonon distribution and phonon state density (PHDOS) for the Zr_3GeO_8 crystal were calculated as shown in Figure 9. There are a total of 36 modes for the Zr_3GeO_8 crystal with 12 atoms. As seen in Figure 9, the modes do not enter the negative region. This indicates that the crystal is dynamically stable. In addition, as shown in Figure 10, the total PHDOS of Zr_3GeO_8 and the contribution of Zr, Ge, and O atoms separately to PHDOS were obtained. The phonon density of states tells us how many phonon modes are present at each frequency.

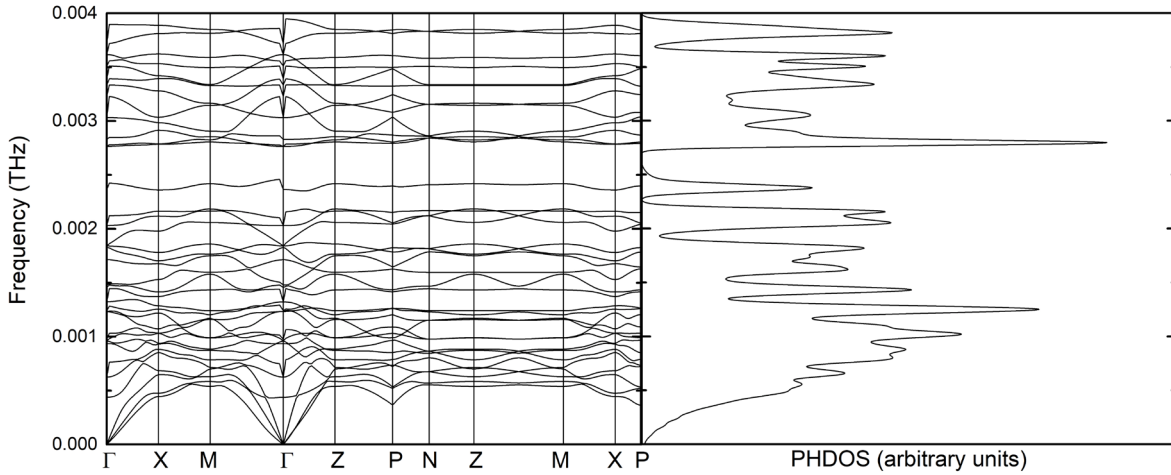


Figure 9. The phonon distribution for the Zr_3GeO_8 crystal and the corresponding phonon density of states.

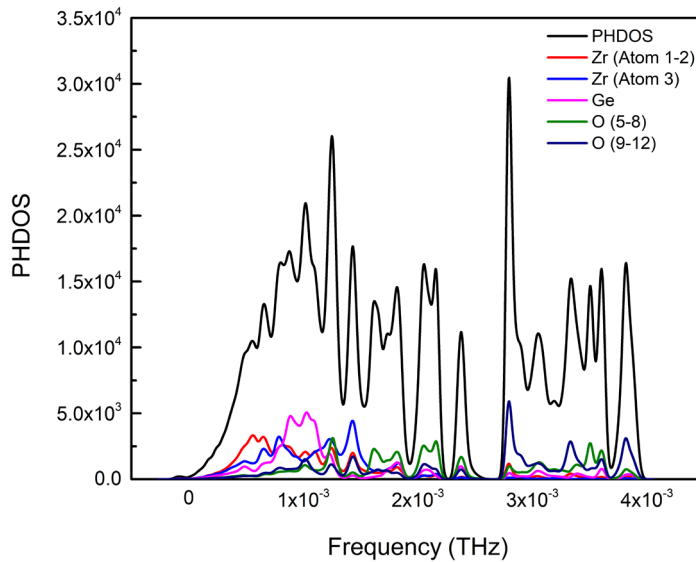


Figure 10. Contributions of each atom to PHDOS for the Zr_3GeO_8 crystal.

Internal energy refers to the sum of the energies of interactions such as the kinetic energy resulting from the movements of its particles in a system and the force that holds physical or chemical bonds together. It is defined as the derivative of heat capacity and the heat of an object with respect to its temperature. Free energy is a concept related to the conversion of the energy potential of a chemical reaction into work. In thermodynamics, entropy is the concept that represents the thermal energy of a

system that cannot be converted into mechanical work. As seen in Figure 11., the variation of internal energy (E), heat capacity (C), free energy (F), and entropy (S) with temperature was calculated for the Zr_3GeO_8 crystal using the phonon distribution of the Zr_3GeO_8 crystal and the phonon density of the states. Also the contribution of phonons to internal energy and free energy at absolute temperature is approximately $9.2 \times 10^4 \text{ J mol}^{-1}$ and $9.19 \times 10^4 \text{ J mol}^{-1}$, respectively.

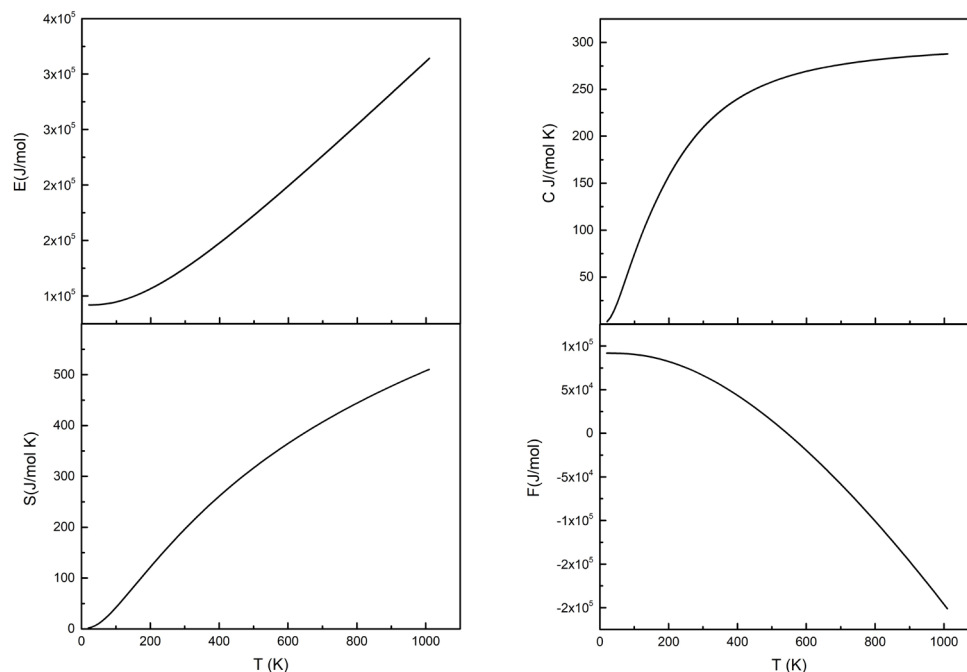


Figure 11. Variation of E, F, S, and C of Zr_3GeO_8 depending on temperature.

4. Discussion and Conclusion

In this theoretical study, the physical properties of the piezoelectric Zr_3GeO_8 crystal were calculated with the density functional theory. First, structural optimization calculation was performed to obtain the stable state of the Zr_3GeO_8 crystal. Then, using the data obtained in structural optimization, the electronic band structure of Zr_3GeO_8 along the path determined in BZ was calculated and the indirect band gap of Zr_3GeO_8 was obtained as 4.4663 eV. In addition, DOS calculation was performed to determine the number of enterable states corresponding to the unit frequency range of the valence electrons of the Zr_3GeO_8 crystal. In the literature, the band gap for the Zr_3GeO_8 crystal was obtained as 3.9 eV by using the GGA / GGA+U / R2SCAN methods. In this study, the band gap was calculated as 4.4663 eV using the local density approximation. The reason why the calculated band gap differs from the value in the literature is the approximations used. In order to determine the response of the Zr_3GeO_8 crystal to the electromagnetic wave on it, linear optical properties and some optical constants were investigated. Finally, the dynamic-thermodynamic properties of piezoelectric Zr_3GeO_8 are discussed as a result of the calculations. In the calculations made, it was determined that the Zr_3GeO_8 crystal was dynamically stable. In addition, the change of some thermodynamic potentials of Zr_3GeO_8 crystal against temperature was investigated thermodynamically. It was observed that entropy, internal energy, and heat capacity increased as expected with increasing temperature. For Zr_3GeO_8 crystal, no comparison has been made since there is no study in the literature as dynamics-thermodynamics under the local density approximation.

In the literature review, there is no detailed theoretical study for Zr_3GeO_8 crystal under the local density approximation. Therefore, no comparison has been made. This study will be helpful for future studies.

References

- Curie, J., & Curie, P. (1880). Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémédres à faces inclinées. *Bulletin de Minéralogie*, 3(4), 90-93. doi:10.3406/bulmi.1880
- Dineva, P., Gross, D., Müller, R., & Rangelov, T. (2014). Piezoelectric materials. In *Dynamic Fracture of Piezoelectric Materials* (pp. 7-32). Springer, Cham. doi:10.1007/978-3-319-03961-9_2
- Ennaciri, A., Michel, D., y Jorba, M. P., & Pannetier, J. (1984). Neutron diffraction determination of the structure of an ordered scheelite-type: Zr₃GeO₈. *Materials Research Bulletin*, 19(6), 793-799. doi:10.1016/0025-5408(84)90037-0
- Erzen, M., & Akkus, H. (2018). Effect of pressure on physical properties of LuAsO₄ crystal. *Materials Research Express*, 5(11), 116204. doi:10.1088/2053-1591/aade2c
- Fuchs, M., & Scheffler, M. (1999). Ab initio pseudopotentials for electronic structure calculations of poly-atomic systems using density-functional theory. *Computer Physics Communications*, 119(1), 67-98. doi:10.1016/S0010-4655(98)00201-X
- Gurin, V. S., Alexeenko, A. A., Kasparov, K. N., & Tyavlovskaya, E. A. (2005). Incorporation of zirconia and germania and ternary compounds of ZrO₂-GeO₂ into silica sol-gel matrices. *Materials Science-Poland*, 23(1), 49-60.
- Gonze, X., Beuken, J. M., Caracas, R., Detraux, F., Fuchs, M., Rignanese, G. M., ... & Allan, D. C. (2002). First-principles computation of material properties: the ABINIT software project. *Computational Materials Science*, 25(3), 478-492. doi:10.1016/S0927-0256(02)00325-7
- Jain, A., Ong, S. P., Hautier, G., Chen, W., Richards, W. D., Dacek, S., ... & Persson, K. A. (2013). The Materials Project: A materials genome approach to accelerating materials innovation. *APL Materials*, 1(1), 011002. doi:10.1063/1.4812323
- Momma, K., & Izumi, F. (2011). VESTA 3 for three-dimensional visualization of crystal, volumetric and morphology data. *Journal of Applied Crystallography*, 44(6), 1272-1276. doi:10.1107/S0021889811038970
- Monkhorst, H. J., & Pack, J. D. (1976). Special points for Brillouin-zone integrations. *Physical Review B*, 13(12), 5188. doi:10.1103/PhysRevB.13.5188
- Troullier, N., & Martins, J. L. (1991). Efficient pseudopotentials for plane-wave calculations. *Physical Review B*, 43(3), 1993. doi:10.1103/PhysRevB.43.1993
- Utkin, A. V., Bulina, N. V., Belen'kaya, I. V., & Baklanova, N. I. (2012). Phase analysis of the ZrO₂-GeO₂ system. *Inorganic Materials*, 48(6), 601-606. doi:10.1134/S0020168512060209
- Utkin, A., Baklanova, N., & Vasilieva, I. (2013). *Zirconium germanates: Synthesis, stoichiometry and thermal behavior*. 14th European Conference on Solid State Chemistry, Bordeaux, France. doi:10.13140/2.1.4851.7444.



Research Article

Extraction and Characterization of Linden Tree Seed Oil Grown in Malatya with Different Solvents

Yunus ÖNAL^{*1}, Tuğçe Begüm MUMCU¹, Tuğba UTKU²

¹Inonu University, Engineering Faculty, Chemistry Engineering Department, Malatya, Turkey

²Inonu University, Scientific and Technological Research Centre, Malatya, Turkey

Yunus ONAL, ORCID No: [0000-0001-6342-6816](https://orcid.org/0000-0001-6342-6816), Tuğçe Begüm MUMCU, ORCID No: [0000-0003-1486-2931](https://orcid.org/0000-0003-1486-2931), Tuğba UTKU, ORCID No: [0000-0001-7034-2725](https://orcid.org/0000-0001-7034-2725)

*Corresponding author e-mail: yunus.onal@inonu.edu.tr

Article Info

Received: 20.09.2022
Accepted: 16.03.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1177160](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1177160)

Keywords

Fatty acids,
Linden seed,
Solvent,
Soxhlet

Abstract: In this study, the characterization study of the oil of linden seeds obtained by the extraction method was carried out. The outer shells of linden seeds collected from Malatya region in August 2018 were cleaned before extraction. Hexane, ethyl alcohol and acetone were used as solvents. Elemental analysis, XRD (X-Ray Diffraction), SEM (Scanning Electron Microscopy), ash determination and saponification number determinations were performed for characterization processes. After the analysis, the oil yield with ethyl alcohol was determined as 33% by weight with acetone, 28.65% for hexane and 28% for acetone. In linden seed fatty acid, it was determined as oleic acid: 27.442 for acetone, 30.852 for hexane, 10.955 for acetone by weight, 11.929 for hexane, linoleic acid: 51.188 for acetone, 44.145 for hexane. The soap number value was determined as 232.48 mg KOH/g for ethyl alcohol, 176.72 mgKOH/g for hexane and 246.94 mg KOH/g oil for acetone. While the ash determination value was 5.755% for the seed, the shell ash was determined as 2.1% differently.

Farklı Çözgenlerle Malatya'da Yetişen İhlamur Ağacı Tohumu Yağı Eldesi ve Karakterizasyonu

Makale Bilgileri

Geliş: 20.09.2023
Kabul: 16.03.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1177160](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1177160)

Anahtar Kelimeler

Çözgen,
İhlamur tohumu,
Sokslet,
Yağ asitleri

Öz: Bu çalışmada Ekstraksiyon metodu ile elde edilen İhlamur tohumlarının yağının karakterizasyon çalışması yapıldı. 2018 yılının Ağustos ayında Malatya yöresinden toplanan ihlamur tohumlarının dış kabukları ekstraksiyon öncesi temizlendi. Çözücü olarak hekzan, etil alkol ve aseton kullanıldı. Karakterizasyon işlemleri için element analizi, XRD (X-Işınları Difraksiyonu), SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu), kül tayini ve sabunlaşma sayısı tayinleri yapıldı. Analiz sonrası etil alkol ile yağ verimi ağırlıkça aseton ile yağ verimi % 33, hekzan için %28.65 ve aseton için yağ verimi % 28 olarak tayin edildi. İhlamur tohumu yağ asidinde ağırlıkça oleik asit: aseton için 27.442, hekzan için %30.852, ağırlıkça palmitik asit: aseton için %10.955, hekzan için 11.929, ağırlıkça linoleik asit: aseton için 51.188, hekzan için 44.145 olarak tayin edildi. Sabun sayısı değeri ise etil alkol için 232.48 mg KOH/g, hekzan için 176.72 mgKOH/g ve aseton için 246.94 mg KOH/g yağ olarak tayin edildi. Kül tayini değeri tohum için %5.575 iken kabuk külü farklı olarak %2.1 olarak tayin edildi.

1. Introduction

People's eating habits have changed over time. Studies have proven that there is a relationship between their eating habits and the diseases they encounter. Especially in developed countries, people who want to lead a healthy life are more attentive to their nutrition. Carbohydrates, proteins and fats are the main energy sources for the maintenance of human existence. Fats are important essential components for humans and animals. In addition, they give high energy (Gizlenci & Acar, 2019).

People need a total of 2800-3000 calories to carry out their daily activities. It meets 30-35% (850-900 calories) from fats. Considering that 1 g of fat provides 9.3 calories of energy, a person should consume 95 g of fat per day. According to the normal nutrition rules, 1/3 of the fat needs of people can be met as liquid meals, 1/3 as solid fat at breakfast and 1/3 with foods such as cheese, milk and hazelnuts. Fats high in saturated fatty acids pose a great danger to human health. Especially animal-derived oils contain high levels of saturated fatty acids. For this reason, people should obtain at least 30% of the oil they need from vegetable oils (Gizlenci & Acar, 2019).

Vegetable oils formed as a result of obtaining oilseeds in crude oil plants; It is important not only for human nutrition but also for our health. The physical and chemical properties of oils are determined by the ratios and compositions of the fatty acids in them. The composition of oil plants can change constantly. We can list ecological, morphological, physiological and genetic reasons among the reasons for its change. Knowing the factors that cause this is important for the quality of the oil. In addition to these, these factors are also important since the quality of the oil determines the distribution of fatty acids in the oil with its nutritional, technological and processing values. Determining the composition of fatty acids is important in terms of producing oils according to their intended use. Thus, oils suitable for the purpose are produced (Sarwar et al., 2013).

With the increasing population in the world, the amount of oil produced is insufficient to meet the amount of oil required for humans. Turkey's annual vegetable oil production has been researched as 1 million 354 thousand tons. 44% of vegetable oils in our country come from sunflower, 16% from soybean, 13% from cottonseed, 11% from olive, 9% from rapeseed and the remaining 7% from other oil crops such as corn, linseed and sesame is produced. We can list the most important industrially important oilseeds as cotton seed, soybean, sunflower, sesame, peanut, canola, safflower, olive, coconut, palm seed and flaxseed. According to researches; Almost all of the oilseed plants except palm and coconut can be grown in our country in summer or winter. However, our existing oil plants and produced oils cannot meet the consumption. For this reason, over billions of dollars are imported from crude and refined oils, as well as oilseed meal, every year. With the increase in population, Turkey's need for vegetable oil is increasing every year. Therefore, studies on new oil crops should be given importance in order to meet the deficit of this need (Gizlenci & Acar, 2019; Tosun & Özkal, 2000).

In order to obtain oil from oilseeds in industry, it must be subjected to some pre-treatment. To list a few; In hard shells, after core removal, and other oilseeds, including sunflower seeds, direct, cold pressing and/or solvent extraction methods are used. Here, degreased materials such as sunflower seeds are widely used in the animal feed industry. In alternative extraction methods, we can also see aqueous enzymatic extraction and supercritical fluid extraction methods.

It has been experimentally proven that natural oils preserve all their beneficial components compared to other refining oils, that is, they do not spoil their natural structure. Consumers and manufacturers prefer natural oil more than other oils. Apart from olive oil, it has started to take its place in the market in different natural oils. Among these, we can list oils such as rapeseed, sunflower, avocado, hemp, pumpkin seeds and argan. Only these oils are both higher in price and wider in price ranges compared to others. The reason for the high prices of such gourmet oils is that they are obtained by cold pressing method. The low oil yield in cold pressing causes its price to be high. In regions with high humidity, it causes great losses as the fatty acidity increases. It is an important issue to be considered in production. Oils obtained from oilseeds are also used in industry. At the beginning of the widely used sectors; soap, shampoo, fabric dyes, paper, glass paste, cosmetic products, construction materials, medicine, disinfectant, shampoo, plastic industry areas (Salamatullah et al., 2021; Arıoğlu et al., 2010; Acaravcı & Ergüven, 2015; Çil et al., 2016). In addition, there are various and important areas of use such as vegetable-derived oils, fatty acid alcohols in the chemical industry, heavy metal soaps, molding agents, lubricant chemicals. In the future, basic chemical raw materials that the industry needs will be produced by catalytic reactions from waste oils.

Due to the increases and fluctuations in oil prices in recent years, many countries have sought new alternatives to oil. As a result of these searches, they started to produce bio-diesel from vegetable oils as an alternative.

The aim of this study is to characterize linden seed oil, which has not been used in the oil industry recently, but whose production in large quantities will serve as a reference for the economy of the oilseeds in question, obtained by different methods and analyzing the fatty acid compositions (Kılıç & Beycioğlu, 2019).

2. Material and Methods

2.1. Materials

In this study, seeds from linden species available in Malatya Inonu University campus were collected and used. The collected seeds were separated from their shells and stored in lidded containers for experiments.



Figure 1. The hulls of the extracted linden seeds and the insides of the extracted linden seeds.

During the season, linden flowers were collected after they turned into seeds. Seeds are divided into shell and interior. After the inner seed was ground in agate air, it was sieved and analyzed when the grain size was 0.6-1.0 mm. Oil contents of linden seeds were determined according to AOCS standards. The amount of fat content of the samples was determined using the soxhlet extractor.

To determine the oil content, 10 g of ground seed is placed in the cartridge in the extractor section of the Soxhlet device. The chemical substance to be used as a solvent is placed in the glass balloon. With the help of the heater, this substance is evaporated. The evaporated solvent passes through the extraction column and reaches the reflux. The solvent condensed in the refrigerant comes back to the extraction column, dissolves the substance in the cartridge and returns to the glass balloon. This process is repeated continuously and the extraction is completed. After extraction, the solvent was removed from the flask, and the oil content of the seed was calculated by weighing the flask again. Hexane, acetone and ethyl alcohol were used as solvents in these process steps. Labota 4000-efficient Heidolph, USA was used as evaporator.

2.2. Chemicals

Chemicals used in the study: HCL(100314), NaOH (106462), KOH (105012), H₂SO₄ (100731), acetone (100014), hexane (107023), phenoltfalein (107233), ethyl Alcohol (818760) Merck grade was used.



Figure 2. Linden seed kernels ground in agate mortar for experiments.

2.3. Method

2.3.1. Analyzes on linden seeds

The following analyzes were made for the outer shell, oilseed, and oil-removed pulp of the test samples.

Ash determination

Ash determination was made according to TS-EN ISO 2171 standard. Approximately 1 g of ground linden seed was put into the crucible and placed in a muffle furnace at 650 °C. The door of the muffle furnace is opened and closed in order for oxygen to enter. The agate in the crucible stays in the oven until the linden seeds ground in the mortar are completely burned. After the product removed from the muffle furnace is cooled in the desiccator, it is put into the tared crucible. The same processes were repeated in the linden seed shell, the oiled linden inner seed.

$$K = 100 \times \frac{(WT - WC) \times 100}{(100 - M0) \times WS} \quad (1)$$

K : Amount of ash by mass on a dry matter basis (%)

M0 : Seed moisture (%).

WC : Weight of the drying pan (g).

WT : Total weight of pot and seed after processing (g).

WS : Seed quantity (g).

Saponification number

The saponification number is the weight, in mg, of KOH required to saponify 0.5 g of oil. 0.5 g of ground seed is weighed into the balloon with a sensitivity of 0.001. 6.25 ml of 0.5 N ethanolic KOH solution is added on it. It is placed in the refrigerator for about 1 hour and boiled slowly by stirring from time to time. The balloon is taken from the refrigeration system and 4-5 drops of phenolphthalein are added to the hot soap solution and titrated with 0.5N H₂SO₄ solution until the red color of the phenolphthalein disappears.

$$\text{Saponification number} = (V_k - V) \times 28.05 \text{ mg KOH} / \text{g oil} \quad (2)$$

V_k : The amount of H₂SO₄ spent in the witness experiment, ml

V : The amount of H₂SO₄ spent for the sample, ml

m : Sample quantity, g

Chemicals used:

- Phenolphthalein solution 1% in ethanol
- 0.5 N KOH solution with ethanol
- 0.5 N H₂SO₄ solution

Fatty acid components analysis

For fatty acid analysis, the oil obtained by soxhlet extraction was prepared for analysis by weighing 10 g for each type of oil into glass tubes and transferring it into a 15 ml plastic centrifuge tube with a lid. After adding 10 ml of n-hexane and closing the lid, it was shaken quickly. 0.5 ml of 2N methanolic KOH solution was added on the repeat and shaking was performed again. The supernatant was taken into the vial by injection, waiting until the supernatant clears (1-2 hours, in a dark environment). Our samples were made ready for the analyzer.

Fatty acid composition is determined by chromatographic devices and Gas Chromatography (GC-FID (Flame Ionization Detector) system is mainly preferred for this purpose (Nalçacı, 2020).

3. Results and Discussion

3.1. Oil extraction

After the seeds were collected, they were separated from their shells and the inner core yield was calculated. In the calculation, the inner core yield was 37% by weight, while the outer shell yield was 64% by weight. Fat percentages determined by Soxhlet extraction are given in Table 1.

Table 1. Oil percentages of kernels extracted with different substances

	Oil yields (%)
TM1H	30
TMAC1	31
TM3H	27.30
TMAC2	25
TMEt	33

TM1H: Seed oil extracted with hexane, TMAC1: Seed oil extracted with acetone, TM3H: Seed oil extracted with hexane, TMAC2: Seed oil extracted with acetone, TMEt: Seed oil extracted with Ethyl Alcohol

When Table 1 is examined, the highest oil yield was obtained by using ethyl alcohol as a solvent. The fact that the ethyl alcohol oil yield is higher than the others can be explained by the dissolution of the water in the structure in ethyl alcohol. As a matter of fact, acetone yield was higher than hexane. Low yield is an expected result since water does not dissolve in hexane. It is for this reason that hexane is used in the industry to obtain oil in oil seeds.

We can show that the oil yields of the hexane extract in the second oil forehead are lower than the previous one, as the reason for the seed to be moist.

3.2. Ash analyses

When Table 2 is examined, values close to each other were obtained in the results of the ash values of the pulp, which was degreased as a result of extraction. The reason for this supports the comments about the water passing to the solvent in oil yield. It is an expected result that the ash of the oily seed is low. Considering the oil yield, it supports the accuracy of the experimental results. Shell ash given as TMKK was lower than other biomass shells.

For the pH measurement of the ash, approximately 0.5 grams of ash was mixed with 25 ml of water and left to settle, and the measurement was taken with a pH meter in the clear part. The pH values of all ashes were measured by a pH meter, and a pH value of 12 and above indicates that these ashes are basic.

Table 2. Ash values and % ash ratios in degreased linden seeds, linden shell, oily inner core

	Ash (%)
TM1KUL	5.91
TM2KUL	5.84
TM3KUL	5.85
TM4KUL	5.80
TM5KUL	5.50
TMTK	4.55
TMKK	2.1

TMKUL: Ash of ground oil seed kernel, TMTK: Ground oil seed ash, TMKK: Ground bark ash

3.3. Saponification number in oils

By definition, saponification number is the mg weight of potassium hydroxide required to saponify 1g of oil. The saponification number of the oils and the chain lengths of the fatty acids, that is, the molecule weights, are inversely proportional. The saponification numbers of oils that are esters of long chain fatty acids are lower than the saponification numbers of oils that are esters of short chain fatty acids (Nehdi, 2011). For example, the saponification number in butter is high (between 210 and 235). The saponification number is 255 in coconut oil and 245 in palm oil. Apart from this, the saponification number of vegetable oils is generally below 200.

When Table 3 is examined, the saponification number of the oil obtained from the hexane extraction is quite low compared to the others. The high saponification number of oils obtained from acetone and ethyl alcohol can be explained by the increase in water and acidity in the environment.

Table 3. Results of saponification number in oils

	Saponification number (mg KOH/ g oil)
TM1H	157.08
TMAC1	241.43
TM3H	196.35
TMAC2	252.45
TMEt	232.48

TM1H: Seed oil extracted with hexane, TMAC1: Seed oil extracted with acetone, TM3H: Seed oil extracted with hexane, TMAC2: Seed oil extracted with acetone, TMEt: Seed oil extracted with Ethyl Alcohol

Elemental analysis results of linden seeds and extracted oils are given in Table 4.

Table 4. Elemental analysis of linden seeds

Sample Code	Carbon (%)	Hydrogen (%)	Nitrogen (%)	Sulfur (%)	Oxygen *
TM1	42.86	6.054	7.681	0.458	42.974
TM2	43.47	5.922	3.122	0.123	47.363
TM3	41.80	6.242	8.638	0.615	42.705
TM4	41.06	5.663	4.887	0.307	48.083
TM5	43.68	5.994	5.062	0.261	42.003
TMEt	75.71	11.36	-	-	12.93
TMAC1	72.19	10.78	-	-	17.03
TMAC2	73.33	10.81	-	-	15.86
TM1H	72.75	10.89	-	-	16.36
TM3H	69.01	10.24	-	-	20.75

* Calculated from the difference

TM1: Seeds extracted with hexane, TM2: Seeds extracted with acetone, TM3: Seeds extracted with hexane, TM4: Seeds extracted with acetone.

When Table 4 is examined, it is seen that the elemental compositions of the degreased inner cores are not different except for the nitrogen and sulfur values. Being rich in nitrogen shows that the seed is rich in amygdalin and protein. The sulfur value is close to all oil seeds and has an important place in both germination and nutrition. Differences in oxygen values are due to the difference in nitrogen and sulfur values. The results show that degreased linden seed can be used both as a food additive and as a feed additive in livestock.

The ash contents of the de-oiled kernels were almost similar in all samples, and this result showed that the ash compositions were the same.

When the elemental analysis results of the oils obtained from each extraction from the same table are examined; It is seen that carbon and hydrogen values in ethyl alcohol extraction are slightly higher than the others. Probably due to the solvent nature of ethyl alcohol, it can be explained by the passage of components soluble in ethyl alcohol from the composition other than oil. Elemental composition has similar values as a result of both extractions obtained for acetone and hexane. The absence of nitrogen and sulfur in all oils can be explained by the fact that they are in an organic form insoluble in oil and solvent. As a matter of fact, while amygdalin is soluble in water, it does not dissolve in oils.

3.4. Linden seed oil analysis

Fatty acid composition results of the oils obtained as a result of solid-liquid extraction of linden seeds by GC-MS are given in Table 6. When the table is examined, it is seen that linden seed oil is rich in oleic (27.070- 32.557) and lineleic (40.624-51.765) acids as a result of all extractions; shows that it is rich in unsaturated fatty acids. It is an important value that the stearic acid (1.945- 2.547) content is low compared to other seed oils. However, the palmitic acid value (9.775-12.750) is high, which can be explained by the ambient temperature in oil formation in plants. Since the linden flower seed usually transforms after mid-July, it is an expected result that palmitic acid will be high. The reason for the high palmitic acid grown in temperate regions is the ambient temperature (Samancı & Özkaynak, 2003).

Table 5. Fatty acid analysis results

Fatty acid	TM1H %(w/w)	TMAC1 %(w/w)	TMAC2 %(w/w)	TM3H %(w/w)
C4:0 (butyric)	0.097	0.257	0.362	0.238
C6:0 (caproic)	0.456	0.188	0.185	0.276
C14:0 (myristic)	0.310	0.419	0.348	0.358
C15:1(cis-10-pentadecanoic)	0.000	0.000	0.000	0.000
C16:0 (palmitic)	12.750	10.801	9.775	11.108
C16:1(palmitolcic)	0.135	0.124	0.116	0.125
C17:0 (heptadecanoik)	0.092	0.078	0.066	0.078
C17:1 (cis-10-heptadecanoic)	1.150	0.869	0.880	0.966
C18:0 (stearic)	2.547	1.945	2.050	2.180
C18:1n9t (elaidic)	2.329	2.811	3.083	2.741
C18:1n9c (oleic)	32.557	27.813	27.070	29.147
C18:2n6t (linolelaidic)	1.651	0.067	2.368	1.362
C18:2n6c (linoleic)	40.624	51.765	50.611	47.666
C20:0 (arachidic)	0.148	0.105	0.133	0.128
C18:3n6 (a-linolenic)	0.250	0.315	0.266	0.277
C18:3n3 (g-linolenic)	0.302	0.372	0.461	0.378
C20:2 (cis-11,14-eicosadienoic)	0.070	0.073	0.081	0.318
C22:0 (behenic)	0.058	0.037	0.048	0.047
C23:0 (tricosanoic)	0.000	0.000	0.046	0.015
C24:0 (lignoceric)	0.000	0.000	0.032	0.0011
C20:5n3 (cis-5,8,11,14,17-eicosapentaoic)	0.607	0.208	0.232	0.349
C24:1 (nervonic)	1.021	0.327	0.360	0.569
C22:6n3 (cis-4,7,10,13,16,19-docosaeva)	2.472	1.027	1.107	1.535

3.5. Linden seed SEM analysis

The results of the SEM analysis performed to determine the structural properties of the oily inner core and shell of the linden seed are given in Figure 3-4.

When the SEM images of the oil seed seeds in Figure 3 are examined, it is seen that the seed is in a very homogeneous structure. It is clearly seen that fats are in a cellular structure. With this structure, the homogeneous presence of oil in the inner seed protects the material from cold even at very low temperatures, as well as from extreme heat at high temperatures. It is also known that the oil in the seed has an important role in the rooting of the plant in sprouting.

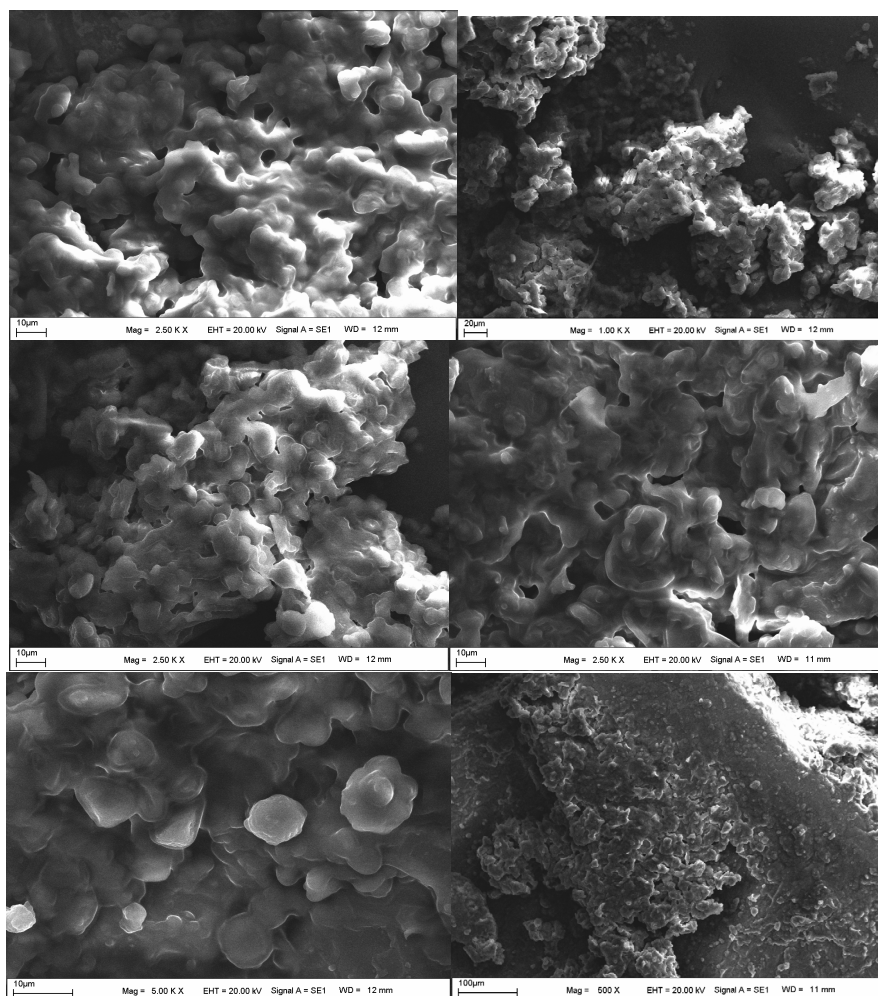


Figure 3. SEM images of TM (In-ground oilseed).

When the SEM images of the ground shell given in Figure 4 are examined, the cellulosic structures are clearly seen. Hollow formations in the form of tubes are lignocellulosic structures, and their hollowness is the formations where mass and heat transfers take place between the outer part of the shell and the inner part.

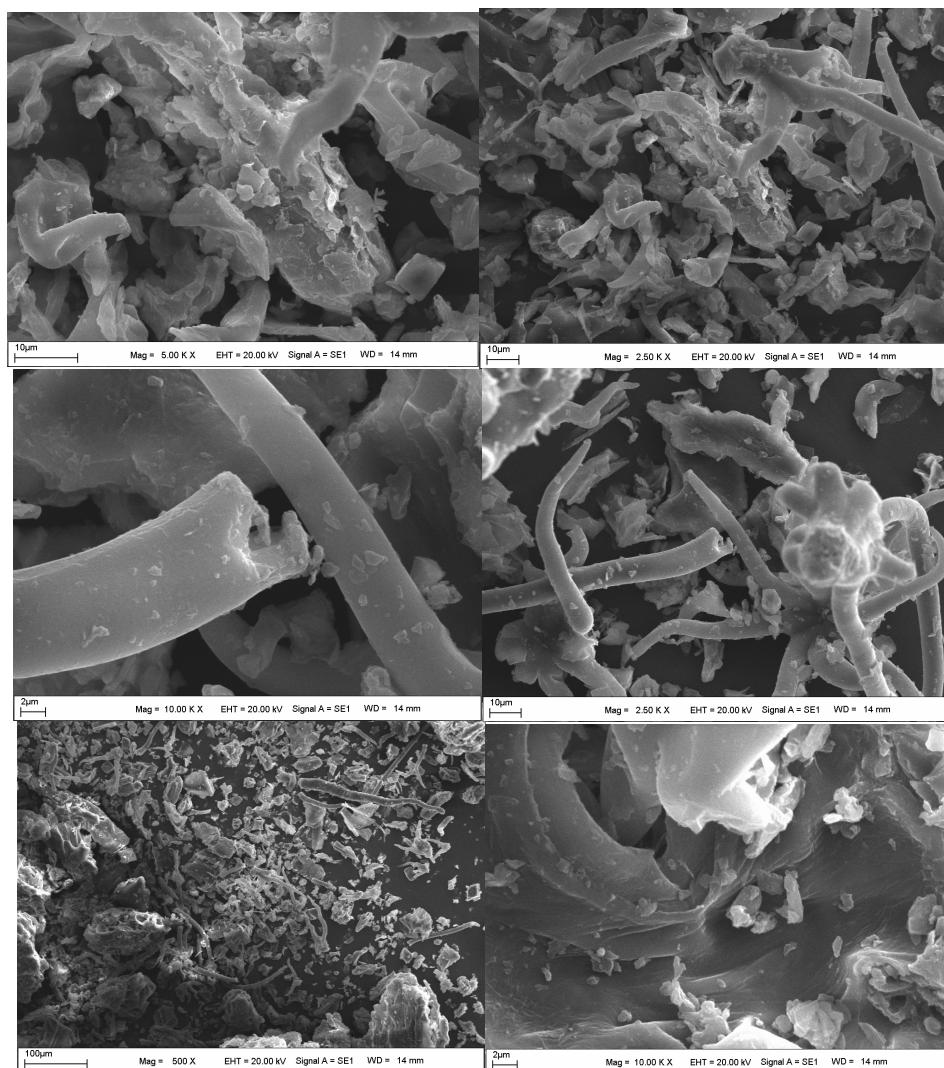


Figure 4. SEM images of TMK (Ground Crust).

3.6. Linden seed FTIR analysis

The FTIR spectra of the internal seeds of which the structure remaining as a result of extraction with different solvents were removed are given in Figure 5. When the figure is examined, the structure in general is completely similar. The changes in the peak dimensions arise in terms of the homogeneity of the samples. The broad peak around 3250 cm^{-1} belongs to the water hydroxyl and also belongs to the hydroxyl vibrations of the cellulosic structure. The double peak around 2942 cm^{-1} belongs to the aliphatic C-H stresses, and these stresses belong to both fatty acids and cellulosic structures. The broad and sharp peak around 1078 cm^{-1} belongs to inorganic M-O-M and C-O stresses. In organic materials containing inorganic structure, it usually occurs as a result of the structure of the ash.

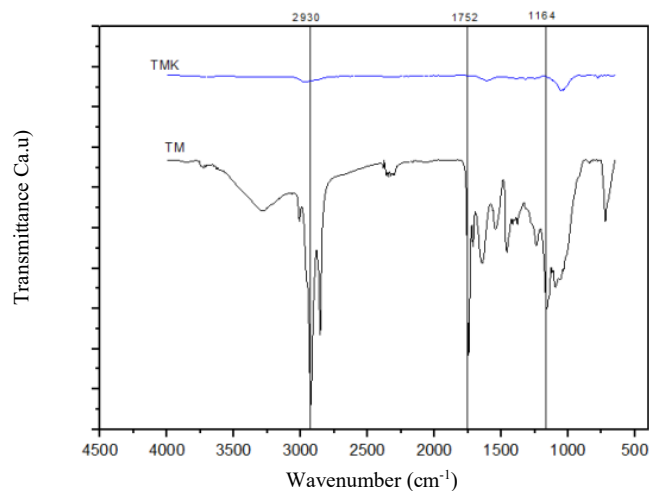


Figure 5. FTIR plot of ground oily inner core (TM) and ground seed coat (TMK).

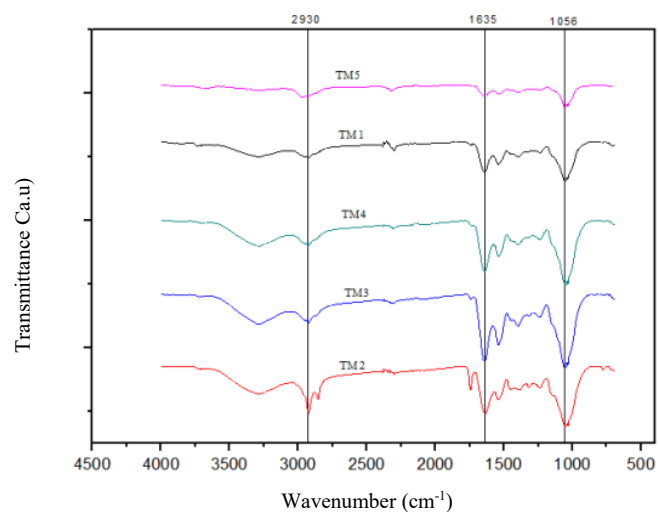


Figure 6. FTIR plot of degreased inner cores.

When the FTIR spectrum of the degreased inner cores in Figure 6 is examined, it is seen that the spectrum given for TM1 and TM3 of hexane extraction is similar. The absence of $-C=O$ (carbonyl) stretching of the carboxyl group around 1700 cm^{-1} indicates that all of the fatty acids were extracted with hexane. The broad peak seen around 2940 cm^{-1} belongs to aliphatic $-C-H$ structures and is attributed to cellulosic structures. The peak around 1078 cm^{-1} belongs to the inorganic components and C-O-C structures of the degreased inner core. TM2 and TM4 belong to the inner core remaining from the acetone extraction and show that the fatty acid remained in the structure, albeit very little, in the TM2 sample. It is seen that TM 5 belongs to ethyl alcohol extraction and that the solvent in question has completely taken the oil from the inner seed.

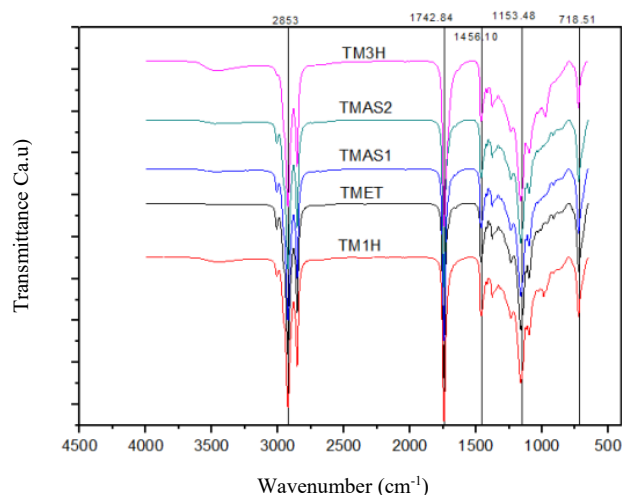


Figure 7. FTIR plot of extracted oils.

When the FTIR spectra of the oils obtained with different solvents given in Figure 7 are examined, a very small –OH stretch peak around 3500 cm⁻¹ is seen (Sim et al., 2012; Jayarambabu et al., 2014). This peak may be due to a very small amount of water in the oil. The two peaks at 2843 cm⁻¹ and 2917cm⁻¹ belong to aliphatic C-H stretches in fatty acids. The fact that both peaks are sharp and distinct also indicates that there are no other structures in the structure other than fatty acids. It is the stress belonging to the carbonyl (-C=O) group belonging to the carboxyl (-COOH) group in the sharp and distinct peak fatty acid at 1700 cm⁻¹. The partially broad peak around 1070 cm⁻¹ belongs to the C-O-stretch in the fatty acid structure.

In summary, the composition of linden seed oils obtained with different solvents is the same, which is an expected result.

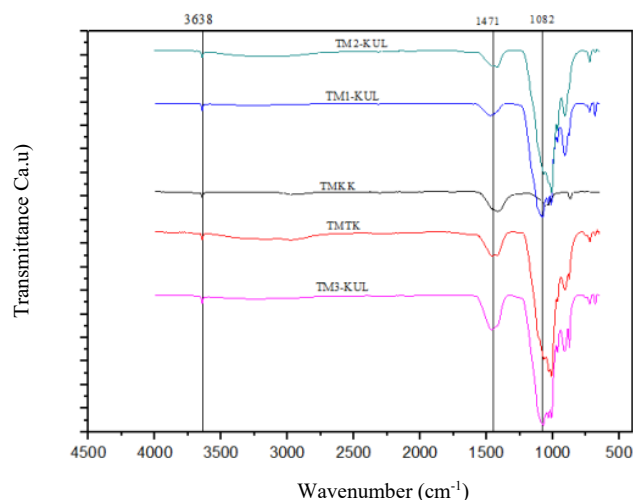


Figure 8. FTIR plot of ash products.

The FTIR spectra of the ash values of the degreased inner cores are given in Figure 8 and when the figure is examined, it is seen that the inorganic composition of the ash is the same. The large and large peak around 1030 cm⁻¹ belongs to M-O-M structures in inorganic structure and is a very characteristic peak. The small sharp peak around 3284 cm⁻¹ belongs to the –OH stretch in the inorganic structure (Chen et al., 2010; Sim et al., 2012; Jayarambabu et al., 2014; Gawbah et al., 2017).

3.7. Linden seed XRD analysis

When Figure 9 is examined, it is seen that the ground oily inner core contains both amorphous and crystalline structural units. The XRD trace of the crystalline unit is around 23 2θ ; While the ground oily inner core (TM) is seen in the structure of the ground seed coat (TMK), the absence of ground ash in the structure of the ground shell ash (TMKK) indicates that this structure, that is, the inorganic component(s) in the original structure, turns into an amorphous structure when the material is made. It probably belongs to ester structures made by inorganic components with organic components. It can be stated that the oily inner core shows 4 different amorphous structures, so the structure is mostly amorphous, the cellulosic structure of the shell is mostly crystalline, as well as showing at least 5 different amorphous structures. It can be stated that these amorphous units in cellulosic structure belong to soluble cellulosic structures, hemicellulosic structures and lignin and lignocellulosic structures (Pe et al., 2001).

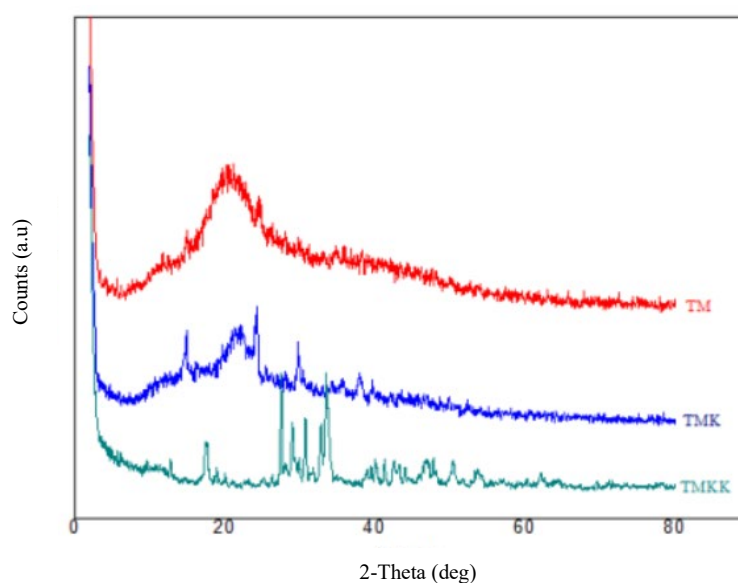


Figure 9. XRD plot of ground oily inner core (TM), ground seed husk (TMK), and ground husk ash (TMKK).

4. Conclusion

The rapid increase in the world population, increasing urbanization, increasing technological innovations, the increasing importance of social life in the use of cosmetic products, the use of oil obtained from seeds in the fields of food, cosmetics, soap, etc. is increasing rapidly. In an environment where industrial oil seeds gain more importance, the food and cosmetics industry continues to search for new raw materials that will be a source of seed oils in the future. Evaluation of the seeds of all trees comes to the fore. Linden flower is an important herbal resource consumed in alternative therapy. However, if it is not collected, a product turns into a seed. In the literature study, it was determined that the study with linden seed oil was negligible. When the fatty acid content and yield and the characterization results are taken into account, it is concluded that linden seeds can be considered as an economical product in cases where the flowers cannot be collected. Therefore, it was necessary to carry out such a study. The results obtained at the end of this study;

The oils of the seeds collected from the linden trees in the Inonu Campus were obtained in a soxhlet mechanism with different solvents (hexane, acetone and ethyl alcohol). As a result of the analyzes made, the oil yield with acetone was 28% by weight, with hexane 28.65% and 33% ethyl alcohol values were determined. It has been determined that the oil yields are around 30% on average, and it has been concluded that the amount of unsaturated fatty acids is quite high, and it can even be considered as edible oil. It is clear that it can be used in every sector from soap making to cosmetics industry.

As a result of all extractions, it was determined that linden seed oil is rich in oleic (27.070-32.557) and linoleic (40.624-51.765) acids, its stearic acid (1.945- 2.547) content is lower than other seed oils, and its palmitic acid value is (9.775-12.750). In the fatty acid composition of linden tree seeds, the values of oleic acid: 27.442 for acetone, 30,852 for hexane, 10.955 for palmitic acid: acetone, 11.929 for hexane, 51.188 for linoleic acid: acetone, 44.145 for hexane were found. Soap number values are 176.72 for hexane in mg KOH/g fat unit; 246.94 for acetone; It was found as 232.48 for ethyl alcohol. Degreasing inner core ash determination values average 5.575%, bark ash was found to be 2.1% differently.

Acknowledgment

This study (Project no: FYL-2019-1687) was supported by Inonu University Scientific Research Projects Coordination Unit.

References

- Acaravcı, S. K., & Ergüven, O. C. (2015). The financial analysis of oilseeds and vegetable oil sector: An application on Hatay Province. *Mustafa Kemal University Journal of Social Sciences Institute*, 12(29), 258-282.
- Arioğlu, H. H., Kolsarıcı, Ö., Tanju, G., Güllüoğlu, L., Arslan, M., Çalışkan, S., Söğüt, T., Kurt, C. & Arslanoğlu, F. (2010). *Yağ bitkileri üretiminin artırılması olanakları*. Ziraat Mühendisliği VII. Teknik Kongresi Bildiriler Kitabı-1, Ankara.
- Chen, H., Wang, F., Zhang, C., Shi, Y., Jin, G., & Yuan, S. (2010). Preparation of nano-silica materials: The concept from wheat straw. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 356, 2781-2785. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2010.09.051
- Çil, A., Çil, A. N., Şahin, V. & Akkaya, M. R. (2016) Çukurova koşullarında II. üründe yetiştirilecek yağlık ayçiçeğinde (*Helianthus annuus L.*) en uygun ekim zamanının belirlenmesi üzerine bir araştırma. *Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 25(Özel sayı-2), 1 - 6. doi:10.21566/tarbitderg.281545
- Gawbah, M. A. P., Marouf, A. A., Alsabah, Y. A., Orsod, M. U., & Elbadawi, A. A. (2017). Synthesis of silica, silicon carbide and carbon from wheat bran and conversion of crystal structure with nd:yag laser. *International Journal of Advanced in Physical Science*, 4(11), 31-37.
- Gizlenci, Ş., & Acar, M. (2019). Yağ ve insan sağlığı açısından önemi. *Karadeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü*, Samsun.
- Jayarambabu, N., Siva Kumari, B., Venkateswara Rao, K., & Prabhu, Y. T. (2014). Germination and growth characteristics of mungbean seeds (*Vigna radiata L.*) affected by synthesized zinc oxide nanoparticles. *International Journal of Current Engineering and Technology*, 4(5), 3411-3416.
- Kıllı, F., & Beycioğlu T. (2019). Oil seeds and crude oil production in the world and Turkey, problems of oilseeds production in Turkey. *IJAAES International Journal of Anatolia Agricultural Engineering*, 1(5), 17-33.
- Nalçacı, S. (2020). *Seeds of cherry growing in Malatya oil production and characterization*. (Master Thesis), Inonu University, Institute of Natural and Applied Science, Malatya, Türkiye.
- Nehdi, I. A. (2011). Characteristics and composition of Washingtonia filifera (Linden ex André) H. Wendl. seed and seed oil. *Food Chemistry*, 126(1), 197-202. doi:10.1016/j.foodchem.2010.10.099
- Pe, W., Win, N., & Shein, T. (2001). XRD analysis for morphine content in poppy seed of papaver somifium l. *J. Myan. Acad. Tech.*, 1(2), 191-202.
- Salamatullah, A. M., Alkaltham, M. S., Uslu, N., Özcan. M. M., & Hayat, K., (2021). The effects of different roasting temperatures and times on some physicochemical properties and phenolic compounds in sesame seeds. *J Food Process Preserv.* 45(3), e15222 doi:10.1111/jfpp.15222
- Samancı, B., & Özkaynak, E. (2003). Effect of planting date on seed yield, oil content and fatty acid composition of safflower (*Carthamus tinctorius L.*) cultivars grown in the Mediterranean region of Turkey. *Journal Agronomy & Crop Science*, 189(5), 359-360. doi:10.1046/j.1439-037X.2003.00053.x

- Sarwar, M. F., Sarwar, M. H., Sarwar, M., Qadri, N. A., & Moghal, S. (2013) The role of oilseeds nutrition in human health: A critical review. *Journal of Cereals and Oilseeds*, 4(8), 97-100. doi:10.5897/JCO12.024
- Sim, S. F., Mohamed, M., Lu, N. A., Lu, M. I., Sarman, N. S. P., & Samsudin, S. N. S. (2012). Computer-assisted analysis of fourier transform infrared (ftir) spectra for characterization of various treated and untreated agriculture biomass. *BioResources* 7(4), 5367-5380. doi:10.15376/BIORES.7.4.5367-5380
- Tosun, A., & Özkal, N. (2000). Canola. *Ankara Journal of the Faculty of Pharmacy*, 29(1), 59-76. doi:10.1501/Eczfak_0000000342



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Mekanik Alaşımlama ile Sentezlenen Eş-molar Fe-Si-Cu/Nb (at.%) Nanokristallerinin Yapısal, Morfolojik ve Manyetik Özelliklerinin Araştırılması

Seval Hale GÜLER^{*1}, Tuncay ŞİMŞEK²

¹ Munzur Üniversitesi, Nadir Toprak Elementleri Uygulama ve Araştırma Merkezi, 62000, Tunceli, Türkiye

² Kırıkkale Üniversitesi, Araçlar ve Ulaştırma Teknolojileri Bölümü, 71451, Kırıkkale, Türkiye

Seval Hale GÜLER, ORCID No: [0000-0001-5888-9437](https://orcid.org/0000-0001-5888-9437), Tuncay ŞİMŞEK, ORCID No: [0000-0002-4683-0152](https://orcid.org/0000-0002-4683-0152)

*Sorumlu yazar e-posta: sevalhaleguler@munzur.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 22.01.2023
Kabul: 09.05.2023
Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1240484](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1240484)

Anahtar Kelimeler

Fe-Si alaşımları,
Manyetik malzemeler,
Mekanik alaşımlama,
Nano malzemeler,
SEM,
XRD

Öz: Bu çalışmada mekanik alaşımlama yöntemi ile Argon atmosferi altında eş molar nanokristal Fe-Si-Cu (at.%) ve Fe-Si-Nb (at.%) alaşımları sentezlenmiştir. Deneysel parametreleri 350 rpm, 10:1 BPR, 120 saat olarak belirlenmiştir. Sentezlenen alaşımların faz yapıları X-Işınlı difraktometresi ile, morfoloji ve elementel analizleri SEM-EDS ile, manyetik özellikleri ise oda sıcaklığında titreşimli örnek manyetometresi (VSM) tekniği ile araştırılmıştır. Fe-Si-Cu alaışımının kristalit boyutu öğütme başlangıcı, 30, 60 ve 120 saat öğütme sonrası sırasıyla 102.3, 22.5, 15.9 ve 8.6 nm, örgü gerinimleri ise %0.164, % 0.510, %0.672 ve %1.165 olarak bulunurken, Fe-Si-Nb alaışımı için ise kristalit boyutlar 140.8, 42.9, 16.8 ve 7.8 nm, örgü gerinimleri ise % 0.134, % 0.301, % 0.639 ve % 1.271 olarak hesaplanmıştır. Manyetizma sonuçlarına göre, Fe-Si-Cu (at.%) alaışımının doyum manyetizasyonu (Ms) 3146 emu/g olarak bulunurken, Fe-Si-Nb (at.%) alaışımının doyum manyetizasyonu 8.91 emu/g olarak bulunmuştur. Fe-Si alaışım sistemine Nb katkısının kuarzivite değerlerinde artışa sebep olduğu belirlenmiştir.

Investigation of Structural, Morphological and Magnetic Properties of Equi-molar Fe-Si-Cu/Nb (at.%) Nanocrystals Synthesized by Mechanical Alloying

Article Info

Received: 22.01.2023
Accepted: 09.05.2023
Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1240484](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1240484)

Keywords

Fe-Si alloys,
Magnetic materials,
Mechanical alloying,
Nanomaterials,
SEM,
XRD

Abstract: In this study, equimolar nanocrystalline Fe-Si-Cu (at.%) and Fe-Si-Nb (at.%) alloys were synthesized under an Argon atmosphere by a mechanical alloying method. Experimental parameters were determined as 350 rpm, 10:1 BPR, 120 hours. Phase structures of the synthesized alloys were investigated by X-Ray diffractometry, morphology and elemental analyzes were investigated by SEM-EDS, and magnetic properties were investigated by vibrating sample magnetometer (VSM) technique at room temperature. The crystallite size of the Fe-Si-Cu alloy was found to be 102.3, 22.5, 15.9 and 8.6 nm at the beginning of grinding, after 30, 60 and 120 hours grinding, respectively, and the lattice strains were 0.164%, 0.510%, 0.672% and 1.165%, while the Fe-Si-Cu alloy For the Nb alloy, the crystallite sizes were calculated as 140.8, 42.9, 16.8 and 7.8 nm, and the lattice strains were calculated as 0.134%, 0.301%, 0.639% and 1.271%. According to the magnetism results, the saturation magnetization (Ms) of the Fe-Si-Cu (at.%) alloy was found to be 3146 emu/g, while the saturation magnetization of the Fe-Si-Nb (at.%) alloy was found to be 8.91 emu/g. It was determined that Nb addition to the Fe-Si alloy system caused an increase in the coercivity values.

1. Giriş

Günümüzde enerji kullanımı, sektörlerde hayati ve ekonomik bir rol oynamaktadır (Ouyang ve ark., 2019). Son zamanlarda, enerji tasarrufu konusundaki çalışmalar, teknolojiye gelişmeler ile paralel olarak gelişme göstermektedir (Ohta & Yoshizawa, 2011). Yaşam kalitesinden ödün vermeden sera gazı (GHG) emisyonunu azaltmaya yönelik olası yaklaşımlardan biri, son derece düşük çekirdek kayıplarına sahip gelişmiş bir manyetik çekirdek malzemesi geliştirmektir. Bu tür gelişmiş bir yumuşak manyetik malzeme, araç uygulamaları için dağıtım trafolarının ve elektrik motorlarının verimliliğini artıracak ve kamu hizmeti ve ulaşım sektöründen kaynaklanan küresel sera gazı emisyonunun bastırılmasına yol açacaktır (Suzuki & Herzer, 2012). Yumuşak manyetik malzemeler, enerji dönüştürücü cihazlarda enerji verimliliğini artırmak için önemli bir rol oynamaktadır (Azuma ve ark., 2020). Manyetik özellikler, dağıtım/güç transformatörleri, manyetik yükselteçler, filtreler ve sensörler vb. uygulamalar için kimyasal bileşimlerin değiştirilmesi sağlanmaktadır (Şimşek ve ark., 2022). Son yayınlar, elektrik trafo çekirdekleri ve elektrik motoru uygulamalarındaki önemleri nedeniyle Fe-Co ve Fe-Ni ve Fe-Si dahil olmak üzere çeşitli ferromanyetik alaşımlar üzerine yoğunlaşmıştır (Chaudhary ve ark., 2020; Zaporotskova ve ark., 2020; Zhao ve ark., 2022).

Demir bazlı alaşımlar olarak kullanılan iki ana malzeme vardır: Bunlar Si çeliği ve Ferrittir. En yaygın olarak kullanılan yumuşak manyetik malzemeler olan Si çelikleri, yaklaşık 1.8-2T gibi yüksek bir Bs'ye sahiptir, ancak çekirdek kayıpları büyüktür (Kwon ve ark., 2020). Yumuşak manyetik Fe-Si alaşımları, güç kayıplarını azaltmak için arzu edilen yüksek manyetik geçirgenlik ve elektriksel direnç sergilemelidir (Haines ve ark., 2022). Fe bazlı amorf alaşımların yumuşak manyetik özellikleri, rastgele manyetik anizotropi nedeniyle Si'li çelikler ve Ferritlerden üstündür. Nano yapıları ferromagnetlerde mükemmel yumuşak manyetik özellikler, öncelikle amorf bir demir matris içinde dağılmış nanokristalin α -Fe(Si) taneciklerinin oluşumuna atfedilir (Yoshizawa ve ark., 1988). Fe-Si alaşımlarında, silikon içeriği arttıkça manyetik özellikler gelişir, ancak süneklik azalır ve bu da işlemeyi zorlaştırır (Dövme ve toz metalürjisi yöntemleri için). İşleme zorluklarına ek olarak, yıllar içinde elektromanyetik cihazların boyutu küçülmüştür ve artık daha karmaşık şekillerin gerekliliği ortaya çıkmıştır (Páez-Pavón ve ark., 2016). Mikro yapıya bakıldığında ise, %10'a kadar Si içeriğinde, rastgele ikame demir atomları Si atomları ile birlikte HMK demirde çözünmektedir. Silisyum içeriğinde %31 Si'ye kadar bir artış, sıralı DO₃ yapısına doğru bir faz geçişine yol açar (Turtelli ve ark., 2005).

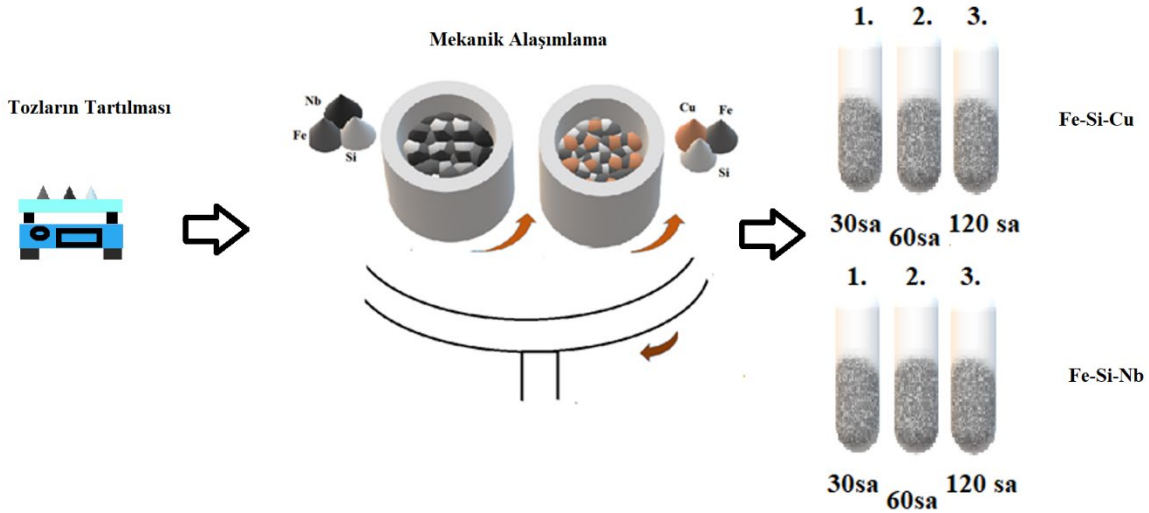
Yüksek doyumluk, manyetik akı yoğunluğuna (Bs) ve iyi üretilebilirliğe sahip Fe bazlı yumuşak manyetik alaşımlar geliştirmek için, Nb ilavesinin, yumuşak manyetik özellikleri artırmanın yanı sıra optimum tavlama sıcaklık aralığını genişletmede ve α -Fe tanesini inceltmede etkili olduğu bulunmuştur (Wan ve ark., 2016). Bunun nedeni zayıf bir şekilde Fe içeren niyobyumca zengin bölgeler manyetik ortamlar tespit edilmesi ve tane sınırına yerleşen Nb'nin büyümeyi sınırlamasıdır (Yoshizawa ve ark., 1988; Gao & Fultz, 1994; Marin ve ark., 1998). Histerezis döngüleri ve nükleer manyetik rezonans (NMR) ölçümleri, Fe-Si sistemine Nb atomlarının eklenmesiyle zorlayıcılığın güçlü bir şekilde arttığını göstermiştir. Bu geliştirmenin nedeninin tane büyümesini engelleyen Nb atomlarının varlığı nedeniyle malzemede yüksek stres oluşumu ve ek olarak bu atomların domain duvarı sabitlemesine neden olması olarak sıralanmıştır (Penton-Madrigal ve ark., 2005; Turtelli ve ark., 2005). Bir Fe-Si-Cu bileşimi, manyetik özellikleri büyük ölçüde azaltmadan gelişmiş mekanik mukavemet ve elektriksel direnç sağlar (Sunday & Taheri, 2017). Daha yüksek Cu içeriği, yüksek Si içerikli alaşımlarda daha mükemmel yumuşak manyetizma özelliklerine yol açar ve optimum tavlama sıcaklığı aralığı genişletir (Ohta & Yoshizawa, 2008). Cu atomlarının yapı içerisinde, kristalleşme sürecinin çok erken bir aşamasından itibaren YMK bir yapıya sahip Cu'ca zengin bölgeler (kümeler) oluşturduğu ve Cu kümelenmesinin birincil kristalleşmeden önce meydana geldiği ve Cu kümelerinin Fe fazı için heterojen çekirdeklenme bölgeleri olarak hizmet ettiği tespit edilmiştir (Yoshizawa ve ark., 1988; Marin ve ark., 1998; Tsepelev ve ark., 2018; Li ve ark., 2021).

Bu çalışmada, Fe-Si-Nb ve Fe-Si-Cu alaşımları mekanik alaşımlama yöntemi kullanılarak üretilmiş ve mekanik alaşımlamanın yapısal, morfolojik ve manyetik özelliklere etkisi incelenmiştir

2. Materyal ve Yöntem

Bu çalışmada elementel Fe (Merck, % 99.9, 150 μm), Si (Merck, % 99.9, 20 μm), Cu (Merck, % 99.9, 37 μm) ve Nb (Merck, % 99.9, 30 μm) tozları kullanılmıştır. Sentez deneyleri gezegensel tip öğütücüde (Retch PM-100) Argon atmosferi içerisinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 1’de deney akış şeması verilmiştir. Deneyler 350 rpm dönme hızında, 10:1 bilye toz oranında (BPR), 250 ml hacimli sertleştirilmiş çelik pota ve bilyelerle gerçekleştirilmiştir. 1. Deney setinde eş molar Fe-Si-Cu, 2. deney setinde ise eş molar Fe-Si-Nb tozları hassas terazide tartılarak potaya konmuştur. Her bir deney için 12 gr toz tartılmıştır. Öğütücü 30, 60 ve 120 saat süre ile çalıştırılmıştır. Belirlenen sürelerde cihaz durdurularak potadan analizler için 100 mg numune alınmıştır. Öğütmenin daha etkin olması, üretilen tozların homojen eldesi ve potanın daha fazla ısınmasının engellenmesi için cihaz her 30 dakika öğütme sonrasında 15 dakika süre ile durdurulmuş ve ardından tersi yönde 30 dakika çalıştırılmıştır.

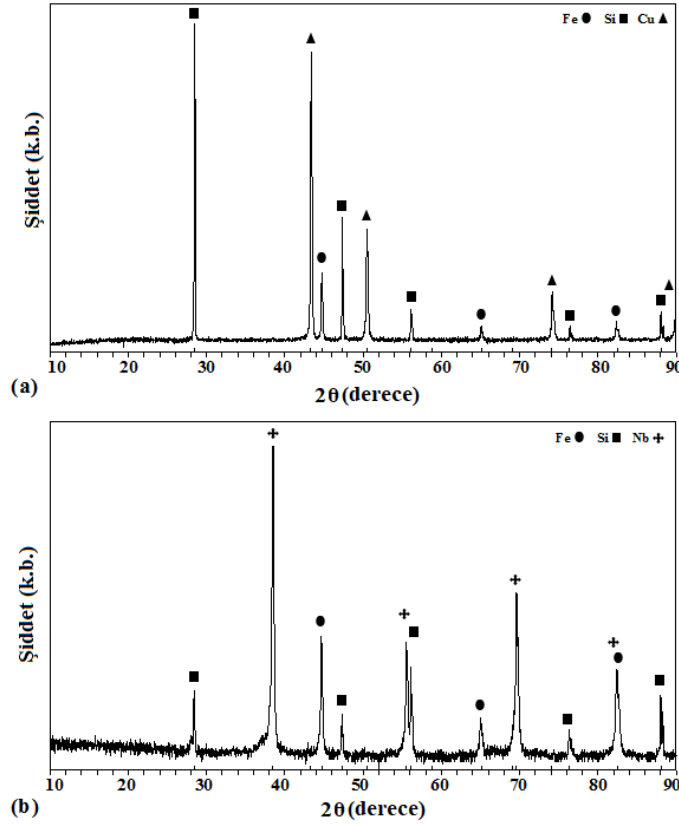
Sentezlenen tozların yapısal analizleri XRD (Panalytical Empryan) analizleri ile belirlenmiştir. $\text{CuK}\alpha$ ışınması yapan cihazda 2θ aralığı 20° ’den 90° ’ye kadar 0.046° adım aralığında ölçümler yapılmıştır. Tozların kristalit boyutları ve örgü gerinimleri X’Pert High Score yazılımı ile hesaplanmıştır. Sentezlenen numunelerin mikroyapıları ve elementel analiz tayinleri ise tarayıcı elektron mikroskopu (SEM-EDX, FEI-Quanta) yapılmıştır. Manyetik malzemeleri karakterize etmek için en yaygın kullanılan manyetometrik teknik, titreşimli numune manyetometrisidir (VSM). Alternatif manyetik alan, VSM’nin başlatma bobinlerinde bir elektromotor kuvvet indükler. Referans ve bobinlerde indüklenen gerilimler karşılaştırıldığında aradaki fark örneğin manyetik momenti ile orantılı bir değer verir. Sonuçta bir histerezis eğrisi elde edilir (Lopez-Dominguez ve ark., 2018). Bu eğriden numunenin manyetik özellikleri çıkarılabilir. Örneklerin manyetik ölçümleri ise titreşimli örnek manyetometresi ile (Quantum Design Physical Properties Measurement System; PPMS) oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. Deney akış şeması.

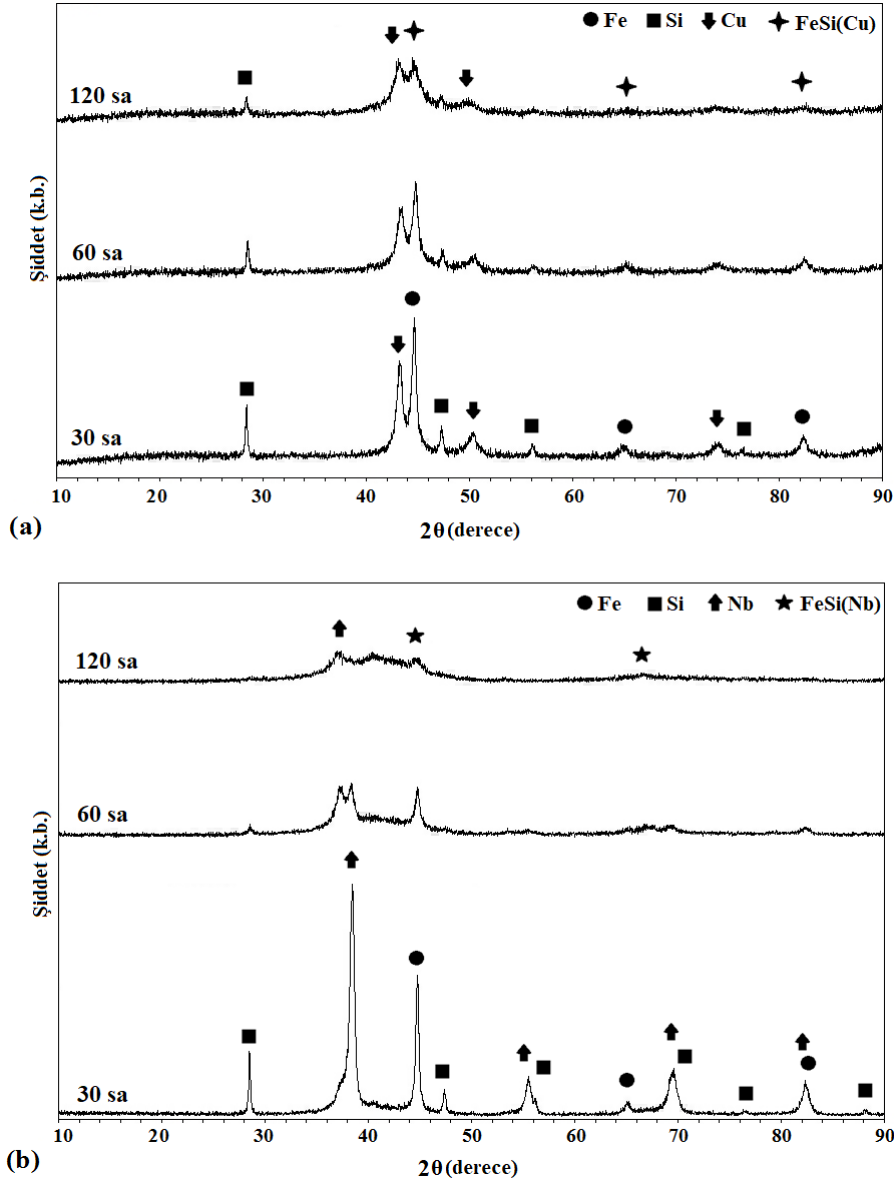
3. Bulgular ve Tartışma

Şekil 2’de Fe-Si-Cu ve Fe-Si-Nb alaşımlarının öğütme öncesi XRD deseni verilmektedir. Şekil 2a incelendiğinde Fe (ICDD Kart No: 87-0722, kübik, Im-3m) fazı, Si (ICDD Kart No: 75-0589, kübik, Fd-3m) fazı ve Cu (ICDD Kart No: 99-0034, kübik, Fm-3m) fazına ait pikler görülmüştür. Şekil 2 b’deki XRD deseninde ise Fe ve Si fazlarının yanı sıra Nb (ICDD Kart No: 35-0789, kübik, Im-3m) fazına ait pikler tespit edilmiştir. Yapılan XRD analizlerinden, başlangıç tozlarının içerisinde herhangi bir safsızlığa ait pik tespit edilmemiştir.



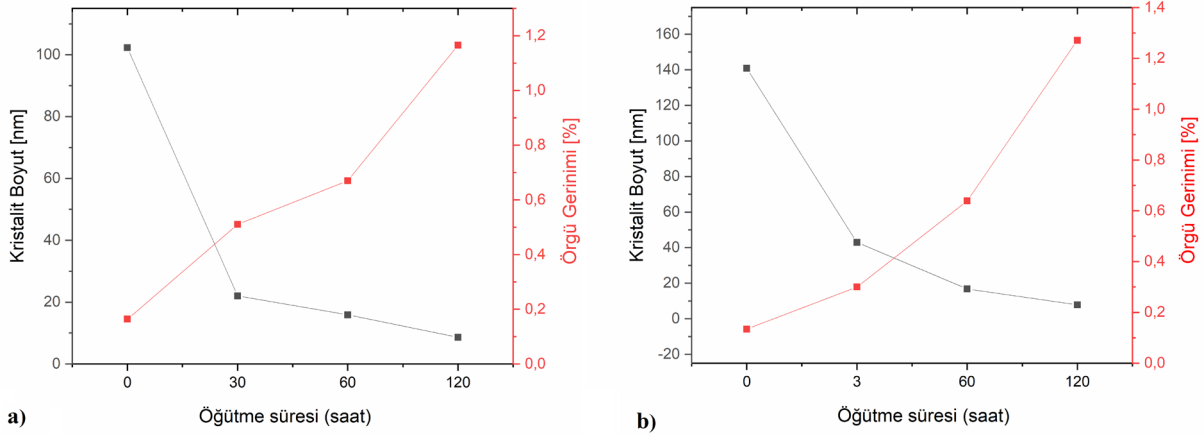
Şekil 2. a) Fe-Si-Cu (at.%) alaşımlarının sentezi için kullanılan başlangıç tozlarının XRD deseni b) Fe-Si-Nb (at.%) alaşımlarının sentezi için kullanılan başlangıç tozlarının XRD deseni.

Fe-Si-Cu (at.%) ve Fe-Si-Nb (at.%) alaşımlarının 30, 60 ve 120 saat öğütme süreleri sonrası XRD analizleri Şekil 3'de verilmektedir. Şekil 3a'daki Fe-Si-Cu alaşımlarının 30 saatlik öğütme sonrası XRD deseni incelendiğinde, Si elementinin ve Cu elementinin piklerinin şiddetlerinin önemli ölçüde azaldığı, Fe'ye ait pik şiddetinin ise arttığı ve Fe(SiCu) katı çözeltilisi fazının oluşmaya başladığı tespit edilmiştir. 60 saatlik öğütme süresi sonucunda başlangıç elementlerinin piklerinin azalmaya devam ettiği ve Fe(SiCu) katı çözeltilisinin piklerinin altında kalan alanın azalmaya devam ettiği görülmektedir. Öğütme sonunda ise Fe(SiCu) katı çözeltili fazına ait piklerin altında kalan alanların genişlemesiyle birlikte kristalit boyutunun azaldığı, alaşımların amorflaşmaya başladığı ve bununla birlikte ortamda bir miktar Si ve Cu elementlerinin kaldığı belirlenmiştir. Mekanik alaşımlama yönteminde uzun öğütme süreleri sonucunda alaşım tozlarının, bilye ve öğütme kabı arasındaki şiddetli çarpışmalar ve plastik deformasyonlar sonrasında amorflaşmaya başladığı görülmektedir. Fe(SiCu) fazının oluşmasıyla birlikte bu faza ait 44.71° 'deki pikin daha küçük 2θ açılara doğru kayması, Si ve Cu'nun Fe latisi içerisinde öğütme süresine bağlı olarak, katı bir çözeltili oluşturmaya devam ettiğini göstermektedir. Öğütme süresinin artması mekanik alaşımlama yönteminde pikin genişlemesine ve kaymasına neden olur (Hajalilou ve ark., 2018). Şekil 3b'deki grafik incelendiğinde ise, benzer şekilde öğütmenin ilk aşamalarından itibaren Fe, Si ve Nb elementlerinin pik şiddetlerinin azaldığı ve Fe latisi içerisinde çözünenin başladığı görülmektedir. Öğütmenin sonunda ise Fe(SiNb) katı çözeltili fazının pik genişliğinin arttığı ve bu faza ait en şiddetli pikin ise 44.65 dereceden 44.75 değerine, daha büyük 2θ açılara kaydığı görülmektedir. Bu değişim, nispeten daha büyük atom yarıçapına ait Nb atomlarının Fe kafesi içerisinde çözünmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 3. a) Fe-Si-Cu (at.%) alaşımlarının 30, 60 ve 120 saat öğütme sonrası XRD deseni b) Fe-Si-Nb (at.%) alaşımlarının 30, 60 ve 120 saat öğütme sonrası XRD deseni.

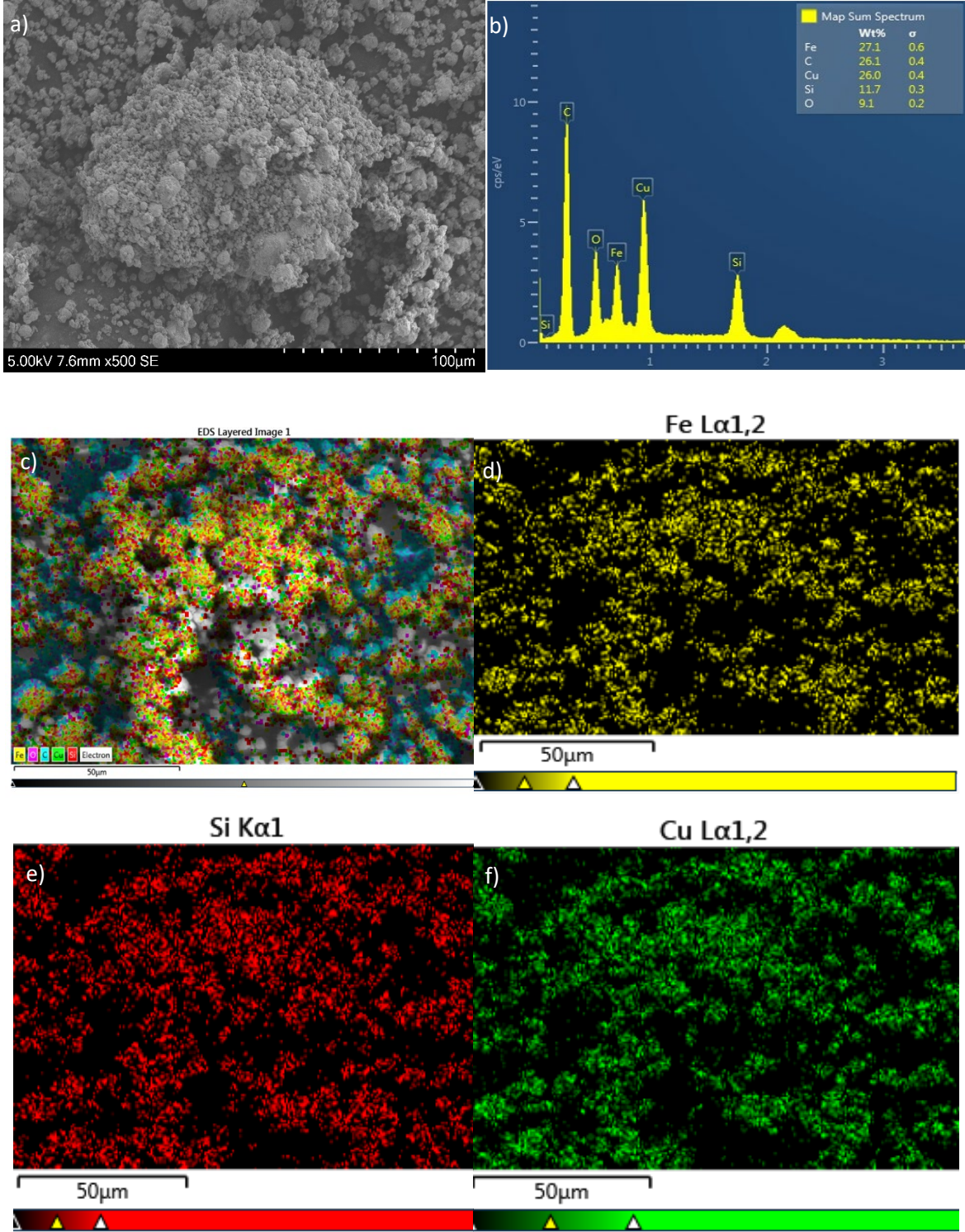
Şekil 4'te ise Fe-Si-Cu ve Fe-Si-Nb alaşımlarının farklı öğütme sürelerine karşı, kristalit boyut ve örgü gerinimi grafikleri verilmektedir. Şekil 3'deki her iki alaşıma ait grafiklerden öğütme başlangıcından itibaren piklerin şiddetlerinin azaldığı ve piklerin altında kalanların azaldığı görülmektedir. Bu durum mekanik alaşımlamada kristalit boyuttaki azalma ve örgü gerinimlerindeki artışlardan kaynaklanmaktadır (Suryanarayana, 2004). Kullanılan yöntemde, bilye ve öğütme potası arasında kalan tozlar şiddetli bir şekilde plastik deformasyona uğramaktadır. Öğütmenin ilk başlarında kırılan, daha sonra soğuk kaynaklanan tozlar ardından yassılaşıyor tekrar kırılmaktadır. Bu süreç devam ettikçe, belirli bir aşamadan sonra deformasyon sertleşmesi gerçekleşerek tozların boyutları çok fazla değişmemekte ancak üzerlerindeki gerinimler artmaya devam etmektedir. Fe-Si-Cu alaşımlarının kristalit boyutu öğütme başlangıcı, 30, 60 ve 120 saat öğütme sonrası sırasıyla 102.3, 22.5, 15.9 ve 8.6 nm, örgü gerinimleri ise %0.164, %0.510, %0.672 ve %1.165 olarak hesaplanmıştır. Fe-Si-Nb alaşımı için ise kristalit boyutları 140.8, 42.9, 16.8 ve 7.8 nm, örgü gerinimleri ise %0.134, %0.301, %0.639 ve %1.271 olarak bulunmuştur.



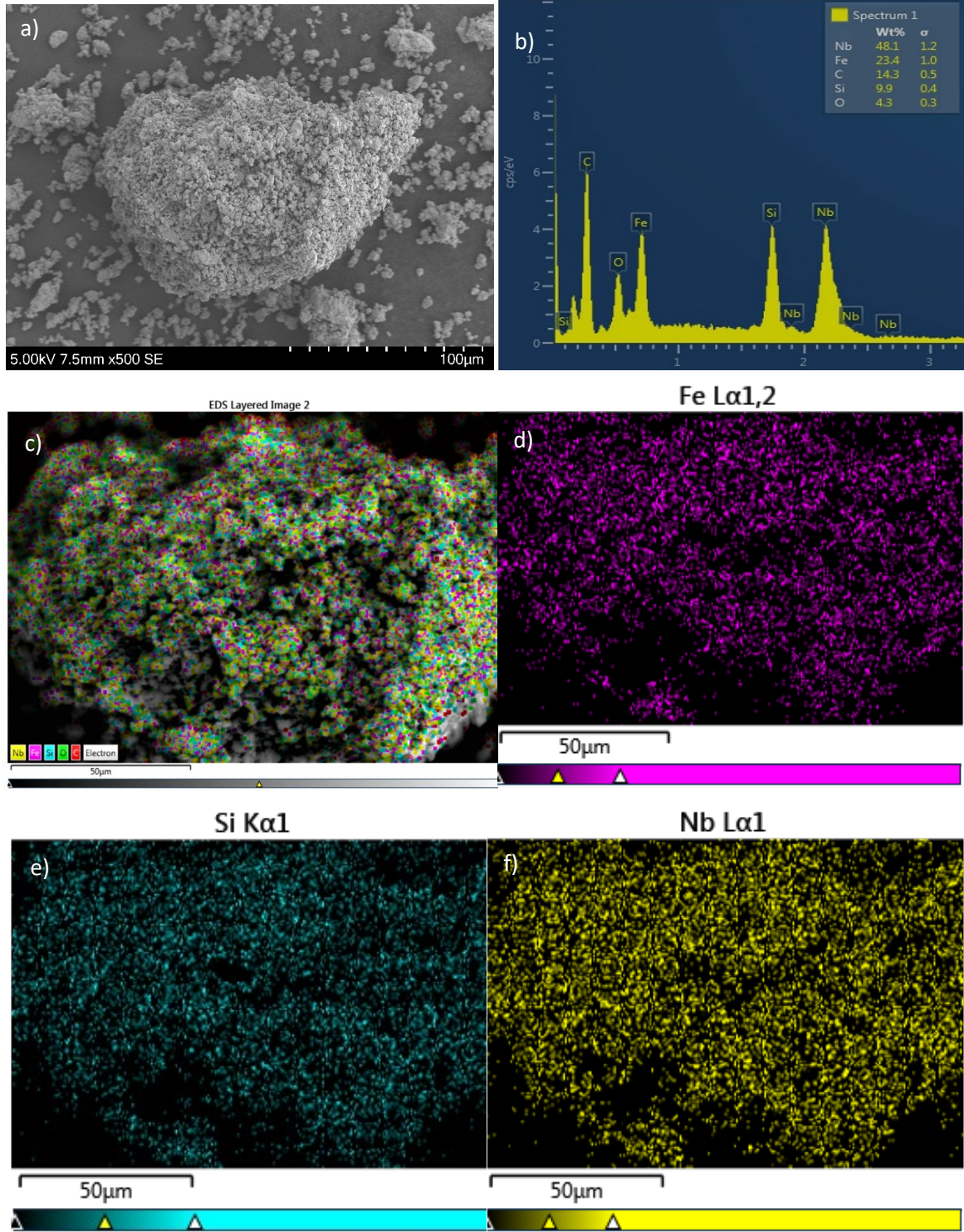
Şekil 4. a) Fe-Si-Cu (at.%) alaşımının kristalit boyut ve örgü gerinimi b) Fe-Si-Nb (at.%) alaşımının kristalit boyut ve örgü gerinimi.

Şekil 5.a'daki SEM görüntüsü sonuçlarından görüldüğü üzere, tozlar 120 saat öğütme sonucunda nano boyutlu küresel ve düzgün bir yapıdadır (Escorial ve ark., 1991). Demir, silisyum ve bakır arasındaki sertlik ve süneklik farklılıklarından dolayı beklendiği gibi katmanlı yapılar gözlenmemiştir. Mekanik alaşımlama mekanizmasında tozlar bilye-bilye ve kap-bilye etkileşimleri sonucu şiddetli plastik deformasyona uğrar (Suryanarayana, 2004; Şimşek ve ark., 2021). Mekanik alaşımlama ile alaşımlanmış parçacıklarda 120 saatlik öğütmeden sonra neredeyse tam homojenlik gözlemlenebilir, bu da yüksek derecede alaşımlamaya işaret eder. Şekil.5a'daki SEM görüntüsünde numunelerin partikül boyutunun nano boyuta inmesinden dolayı topaklaşmalar görülmektedir. Daha öncede belirtildiği gibi uzun öğütme süresi boyunca tekrarlayan soğuk kaynaklanma, düzleştirme ve kırılma, parçacıkların enerjisinde artışa sebep olmaktadır (Suryanarayana, 2001). Bu durum yeni yüzeyler oluşturur ve bu yüzeyler oldukça aktiftir. Bu nedenle nano boyutlu toz partikülleri enerjilerini düşürmek için bir arada durma eğilimi gösterir. Bu topaklaşmanın ana nedenidir (Mourdikoudis ve ark., 2018). Şekil 5.b'de verilen EDX sonuçlarına göre Fe, Cu ve Si görülmektedir. Toz içeriğinde görülen karbon miktarının iletken banttardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 5.c'de Numunelerin elementel haritalanması büyük demir yığınlarının içindeki küçük Si ve Cu parçacıklarının varlığı göstermektedir.

Şekil 6a'daki SEM görüntüsü sonuçları Fe-Si-Cu numunelerde olduğu gibi, Fe-Si-Nb numuneler küresel ve düzgün bir yapıdadır. Nb düşük yoğunluklu refrakter bir metaldir. Bundan dolayı mekanik alaşımlama sonunda yine katmanlı yapı görülmez. Fe-Si-Nb 'da 120 saatlik öğütmeden sonra tam homojenlik gözlemlenebilir. XRD analizi sonuçlarından hesaplanan ve SEM sonuçları ile teğit edilen 120 saat öğütme sonunda elde edilen partikül boyutu Fe-Si-Cu numune ile benzerdir. Fe-Si-Nb'lu numunelerde de nano boyutlarından kaynaklı olarak topaklaşma SEM görüntülerinde görülmektedir. Şekil 6b'de verilen numunelerin EDX sonuçlarına göre Fe,Si,Nb ve karbon banttardan kaynaklı C görülmektedir. Şekil 6c'de Numunelerin Elementel haritalanması, Fe,Si ve Nb'un homojen dağılımını göstermiştir.

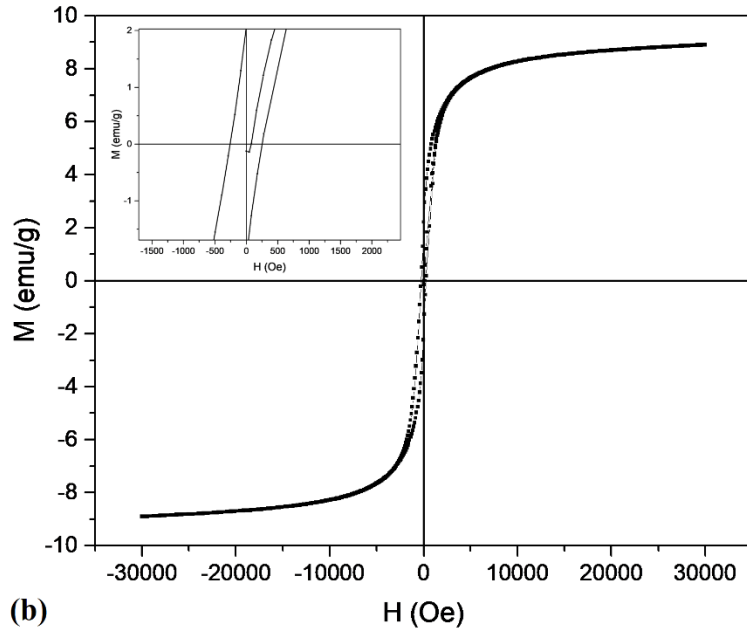
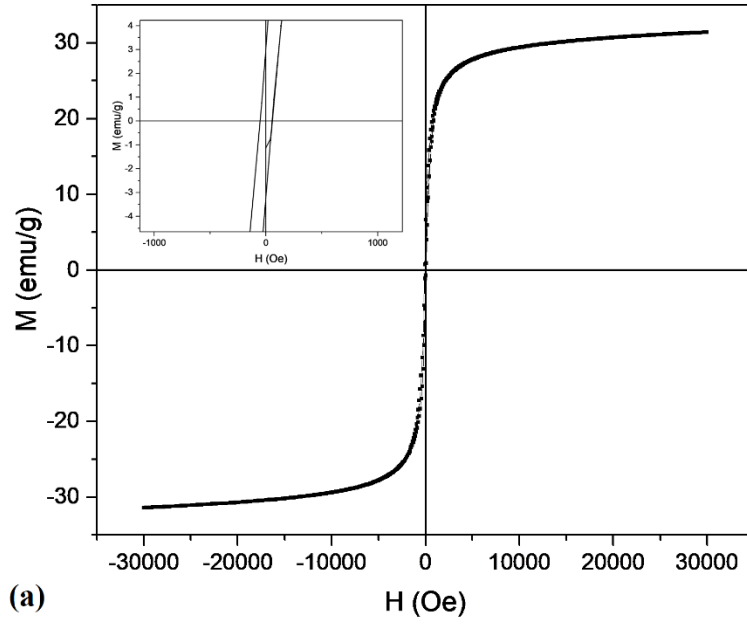


Şekil 5. a)120 saat öğütme sonrası Fe-Si-Cu (at.%) alaşımların SEM görüntüsü b) Fe-Si-Cu (at.%) alaşımlarının EDX analizi c-f) Elementel haritalama.



Şekil 6. a) 120 saat öğütme sonrası Fe-Si-Nb SEM görüntüsü b) Fe-Si-Cu (at.%) alaşımlarının EDX analizi c-f) Elementel haritalama.

Şekil 7’de Fe-Si-Cu (at.%) ve (b) Fe-Si-Nb (at.%) alaşımlarının oda sıcaklığındaki manyetik alana bağlı manyetizasyon $M(H)$ eğrileri gösterilmektedir.



Şekil 7. a) Fe-Si-Cu (at.%) ve b) Fe-Si-Nb (at.%) alaşımlarının 300 K sıcaklıklardaki ölçülen histerisis eğrileri.

Çizelge 1’de histerisis eğrilerinden elde edilen doyum mıknatıslanması (M_s), koerzivite (H_c) ve artık mıknatıslanma oranı (M_r) değerleri verilmektedir. Analizler sonucunda her iki örneğinde ferromanyetik özellik sergilediği görülmektedir. Fe-Si-Cu (at.%) alaşımının doyum manyetizasyonu (M_s) 31.46 emu/g, koerzivite değerleri (H_c) ise 53.36 Oe olarak, Fe-Si-Nb (at.%) alaşımı için ise 8.91 emu/g ve 265.39 Oe olarak bulunmuştur. Fe-Si alaşımı içerisine Nb katıldığında daha düşük doyum manyetizasyonu ve görece yüksek koerzivite değerlerinin gözükmesi, artan öğütme süresine bağlı olarak amorflaşma ve örgü üzerindeki bozulmalara atfedilmektedir (Obaidat ve ark., 2015).

Ayrıca, tozların mekanik gerilimleri ve dislokasyon miktarının artması H_c 'nin artmasına neden olabilir (Shi & Yao, 2020). Shyni ve Alagarsamy’in Fe-Si ile ilgili yaptığı çalışmada Si oranını en fazla %40 çıkarmışlar ve Si içeriğinin artmasının doyum manyetizasyonu azalttığını söylemişlerdir. M_s değerindeki değişiklikleri ise Fe-Si tozlarında Fe 3d bandının 3p elektronları ile kısmi dolması ile ilişkilendirmişlerdir (Shyni & Alagarsamy, 2014). Literatür bazı çalışmalar bakıldığı zaman öğütme süresinin artmasının doyum manyetizasyonunun azalmasına sebep olduğu, bunun nedenini öğütme

sırasında bilye ve öğütme kabından toza geçen kontaminasyona bağlamışlardır (Du & Ramanujan, 2005; Gonzalez ve ark., 1995). Fe₅₀Ni₅₀ alaşımı ile yapılan başka bir çalışmada 60 saat öğütmeye kadar Ms değerinin arttığı bildirilmiştir. Bunun sebebini kafes gerinimlerinin gevşemesine bağlamışlardır. Aynı çalışmada daha yüksek öğütme sürelerine çıktıklarında yine kontaminasyona bağlı olarak Ms değerinin düştüğünü göstermişlerdir. Ek olarak, Hc değerinin direk kristalin anisotropisi ile ilişkili olduğunu belirtmişlerdir (Hajalilou ve ark., 2018).

Çizelge 1. Fe-Si-Cu (at.%) ve Fe-Si-Nb (at.%) alaşımlarının Ms, Hc ve Mr değerleri

Alaşım	Kristalit boyut (nm)	M _s (emu/g)	H _c (Oe)	M _r
Fe-Si-Cu (at.%)	8.6	31.46	53.36	3.17
Fe-Si-Nb (at.%)	7.8	8.91	265.39	2.09

4. Sonuç

Elde edilen bulgular değerlendirildiğinde, eş molar Fe-Si-Cu (at.%) ve Fe-Si-Nb (at.%) nanokristallerinin mekanik alaşımlama tekniği ile başarılı bir şekilde elde edildiği tespit edilmiştir. Beklendiği gibi şiddetli deformasyonlar sonucunda alaşımların kristalit boyutları ilk başta hızlıca azalırken, öğütmenin sonlarına doğru ise deformasyon sertleşmesinin gerçekleşmesiyle daha stabil hale gelmiştir. Örgü gerinimleri ise tekrarlanan kırılma, yassılaşıma, soğuk kaynaklanma ve yeniden kırılma neticesinde artmaya devam etmiştir. Fe-Si-Cu alaşımının ve FeSiNn alaşımlarının kristalit boyutları öğütme başlangıcı, 30, 60 ve 120 saat öğütme sonrası sırasıyla 102.3, 22.5, 15.9 ve 8.6 nm ve 140.8, 42.9, 16.8 ve 7.8 nm olarak hesaplanmıştır. Örgü gerinimleri ise Fe-Si-Cu için sırasıyla %0.164, %0.510, %0.672 ve Fe-Si-Nb alaşımları için %1.165 ve %0.134, %0.301, %0.639 ve % 1.271 olarak bulunmuştur. SEM ve EDX sonuçlarına bakıldığında 120 saat öğütme sonunda elementlerin yapıda nano boyutlu ve homojen bir dağılım gösterdiği buda alaşımlamanın başarılı olduğunun kanıtıdır. Titreşimli örnek manyetometresi (VSM) sonuçları, her iki alaşımında ferromanyetik özellik gösterdiğini ortaya koymuştur. Fe-Si-Cu (at.%) alaşımı için Ms 31.46 emu/g, Hc ise 53.36 Oe olarak, Fe-Si-Nb (at.%) alaşımı için ise Ms 8.91 emu/g ve Hc 265.39 Oe olarak bulunmuştur.

Teşekkür

Yazarlar, manyetizma analizleri için, Hacettepe Fizik Mühendisliği, Süper İletkenlik ve NanoTeknoloji Grubu (SNTG) laboratuvarına teşekkür etmektedir.

Kaynakça

- Azuma, D., Ito, N., & Ohta, M. (2020). Recent progress in Fe-based amorphous and nanocrystalline soft magnetic materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 501, 166373. doi:10.1016/j.jmmm.2019.166373
- Chaudhary, V., Yadav, N. M. S. K. K., Mantri, S. A., Dasari, S., Jagetia, A., Ramanujan, R., & Banerjee, R. (2020). Additive manufacturing of functionally graded Co-Fe and Ni-Fe magnetic materials. *Journal of Alloys and Compounds*, 823, 153817. doi:10.1016/j.jallcom.2020.153817
- Du, S., & Ramanujan, R. (2005). Mechanical alloying of Fe-Ni based nanostructured magnetic materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 292, 286-298. doi:10.1016/j.jmmm.2004.11.143
- Escorial, A. G., Adeva, P., Cristina, M., Martin, A., Carmona, F., Cebollada, F., Martin, V. E., Leonato, M., & Gonzalez, J. (1991). Ball milling mechanical alloying in the Fe_{100-x}Si_x system. *Materials Science and Engineering: A*, 134, 1394-1397. doi:10.1016/0921-5093(91)90998-3

- Gao, Z., & Fultz, B. (1994). Inter-dependence of grain growth, Nb segregation, and chemical ordering in Fe Si Nb nanocrystals. *Nanostructured Materials*, 4(8), 939-947. doi:10.1016/0965-9773(94)90100-7
- Gonzalez, J., Giri, L., & Giri, A. K. (1995). Magnetic properties of mechanically alloyed amorphous Fe₅₀B₅₀. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 140, 249-250. doi:10.1016/0304-8853(94)01228-8
- Haines, M., List III, F., Carver, K., Leonard, D., Plotkowski, A., Fancher, C., Dehoff, R. R., & Babu, S. (2022). Role of scan strategies and heat treatment on grain structure evolution in Fe-Si soft magnetic alloys made by laser-powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, 50, 102578. doi:10.1016/j.addma.2021.102578
- Hajalilou, A., Kianvash, A., Lavvafi, H., & Shameli, K. (2018). Nanostructured soft magnetic materials synthesized via mechanical alloying: a review. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29, 1690-1717. doi:10.1007/s10854-017-8082-0
- Kwon, S., Kim, S., Yim, H., Kang, K. H., & Yoon, C. S. (2020). High saturation magnetic flux density of Novel nanocrystalline core annealed under magnetic field. *Journal of Alloys and Compounds*, 826, 154136. doi:10.1016/j.jallcom.2020.154136
- Li, Y., Jia, X., Zhang, W., Zhang, Y., Xie, G., Qiu, Z., Luan, J., Jiao, Z. (2021). Formation and crystallization behavior of Fe-based amorphous precursors with pre-existing α -Fe nanoparticles—Structure and magnetic properties of high-Cu-content Fe-Si-B-Cu-Nb nanocrystalline alloys. *Journal of Materials Science & Technology*, 65, 171-181. doi:10.1016/j.jmst.2020.05.049
- Lopez-Dominguez, V., Quesada, A., Guzmán-Mínguez, J., Moreno, L., Lere, M., & García, M. A. (2018). A simple vibrating sample magnetometer for macroscopic samples. *Review of Scientific Instruments*, 89(3), 034707. doi:10.1063/1.5017708
- Marin, P., Vázquez, M., Olofinjana, A., & Davies, H. (1998). Influence of Cu and Nb on relaxation and crystallization of amorphous FeSiB (CuNb) wires. *Nanostructured Materials*, 10(2), 299-310. doi:10.1016/S0965-9773(98)00070-1
- Mourdikoudis, S., Pallares, R. M., & Thanh, N. T. (2018). Characterization techniques for nanoparticles: comparison and complementarity upon studying nanoparticle properties. *Nanoscale*, 10(27), 12871-12934. doi:10.1039/c8nr02278j
- Obaidat, I., Issa, B., Albiss, B., & Haik, Y. (2015). *Temperature dependence of saturation magnetization and coercivity in Mn0.5Zn0.5Gd0.02Fe1.98O4 ferrite nanoparticles*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. doi:10.1088/1757-899X/92/1/012012
- Ohta, M., & Yoshizawa, Y. (2008). Cu addition effect on soft magnetic properties in Fe–Si–B alloy system. *Journal of Applied Physics*, 103(7), 07E722. doi:10.1063/1.2829240
- Ohta, M., & Yoshizawa, Y. (2011). Recent progress in high Bs Fe-based nanocrystalline soft magnetic alloys. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(6), 064004. doi:10.1088/0022-3727/44/6/064004
- Ouyang, G., Chen, X., Liang, Y., Macziewski, C., & Cui, J. (2019). Review of Fe-6.5 wt% Si high silicon steel—A promising soft magnetic material for sub-kHz application. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 481, 234-250. doi:10.1016/j.jmmm.2019.02.089
- Páez-Pavón, A., Jiménez-Morales, A., Santos, T., Quintino, L., & Torralba, J. (2016). Influence of thermal debinding on the final properties of Fe–Si soft magnetic alloys for metal injection molding (MIM). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 416, 342-347. doi:10.1016/j.jmmm.2016.05.031
- Penton-Madrigal, A., Turtelli, R. S., Estevez-Rams, E., & Grössinger, R. (2005). Structural evolution with Nb content in melt-spun Fe₈₀–xSi₂₀Nb_x ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 395(1-2), 63-67. doi:10.1016/j.jallcom.2004.11.026
- Shi, L., & Yao, K. (2020). Composition design for Fe-based soft magnetic amorphous and nanocrystalline alloys with high Fe content. *Materials & Design*, 189, 108511. doi:10.1016/j.matdes.2020.108511
- Shyni, P., & Alagarsamy, P. (2014). Thermomagnetic properties of nanocrystalline Fe–Si alloys with high Si content. *Physica B: Condensed Matter*, 448, 60-63. doi:10.1016/j.physb.2014.02.032
- Sunday, K. J., & Taheri, M. L. (2017). Soft magnetic composites: recent advancements in the technology. *Metal Powder Report*, 72(6), 425-429. doi:10.1016/j.mprp.2016.08.003

- Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46(1-2), 1-184. doi:10.1016/S0079-6425(99)00010-9
- Suryanarayana, C. (2004). *Mechanical Alloying and Milling*, (pp. 59-78). New York, USA: Marcel Dekker. doi:10.1201/9780203020647
- Suzuki, K., & Herzer, G. (2012). Magnetic-field-induced anisotropies and exchange softening in Fe-rich nanocrystalline soft magnetic alloys. *Scripta Materialia*, 67(6), 548-553. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.03.006
- Şimşek, T., Akgül, Ş., Güler, Ö., Özkul, İ., Avar, B., Chattopadhyay, A. K., Canbay, C. A., & Güler, S. H. (2021). A comparison of magnetic, structural and thermal properties of NiFeCoMo high entropy alloy produced by sequential mechanical alloying versus the alloy produced by conventional mechanical alloying. *Materials Today Communications*, 29, 102986. doi:10.1016/j.mtcomm.2021.102986
- Şimşek, T., Özkul, İ., Canbay, C. A., Avar, B., Şimşek, T., ... & Chattopadhyay, A. K. (2022). Effect of Cu, Sn and Sb addition on the structural, thermal and magnetic properties of body-centered cubic structured CoNiMnGaSi high entropy alloy. *Applied Physics A*, 128(6), 1-9. doi:10.1007/s00339-022-05667-x
- Tsepelev, V., Starodubtsev, Y. N., & Belozеров, V. Y. (2018). The effect of inhibitors on the structure and magnetic properties of nanocrystalline soft magnetic alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 119(9), 831-836. doi:10.1134/S0031918X18090120
- Turtelli, R. S., Penton-Madrigal, A., Barbatti, C., Grössinger, R., Sassik, H., ... & Guimarães, A. P. (2005). Effect of the addition of Cr, Ta and Nb on structural and magnetic properties of Fe-Si alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 294(2), e151-e154. doi:10.1016/j.jmmm.2005.03.073
- Wan, F., He, A., Zhang, J., Song, J., Wang, A., Chang, C., & Wang, X. (2016). Development of FeSiBNbCu nanocrystalline soft magnetic alloys with high B_s and good manufacturability. *Journal of Electronic Materials*, 45(10), 4913-4918. doi:10.1007/s11664-016-4643-x
- Yoshizawa, Y., Oguma, S., & Yamauchi, K. (1988). New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure. *Journal of Applied Physics*, 64(10), 6044-6046. doi:10.1063/1.342149
- Zaporotskova, I. V., Radchenko, D. P., Kozhitov, L. V., Zaporotskov, P. A., & Popkova, A. V. (2020). Theoretical study of metal composite based on pyrolyzed polyacrylonitrile monolayer containing Fe-Co, Ni-Co and Fe-Ni metal atom pairs and silicon amorphizing admixture. *Modern Electronic Materials*, 6(3), 95-99. doi:10.3897/j.moem.6.3.63308
- Zhao, R., Huang, J., Yang, Y., Jiao, L., Dong, Y., ... & Li, J. (2022). The influence of FeNi nanoparticles on the microstructures and soft magnetic properties of FeSi soft magnetic composites. *Advanced Powder Technology*, 33(8), 103663. doi:10.1016/j.appt.2022.103663



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Crambe Orientalis Bitkisinin Metal Destekli MCM-41 Katalizörü Varlığında Piroliz: Sıvı Ürün Bileşimine Katalizör Oranının Etkisi

Salih GENEL^{*1}, Halil DURAK²

¹ Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Özalp Meslek Yüksekokulu, Van, Türkiye

² Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu, Van, Türkiye

Salih GENEL, ORCID No: [0000-0003-4279-9976](https://orcid.org/0000-0003-4279-9976), Halil DURAK, ORCID No: [0000-0003-3052-6751](https://orcid.org/0000-0003-3052-6751)

*Sorumlu yazar e-posta: sgenel@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 18.04.2023
Kabul: 27.09.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1284921](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1284921)

Anahtar Kelimeler

Crambe orientalis,
MCM-41,
MCM-41/Al,
MCM-41/Fe,
Piroliz

Öz: Piroliz, organik maddelerin oksijensiz ortamda ısıtılması neticesinde meydana gelen ısıl parçalanma olayıdır. Biyokütle katalitik piroliz prosesi ile enerji değeri yüksek sıvı ürünlere dönüştürülmektedir. Katalizör olarak metal destekli/desteksiz MCM-41 katalizörleri kullanılmıştır. Katalizör sentezinde hidrotermal yöntem kullanılmıştır. Bu amaçla bu çalışmada crambe orientalis bitkisi 400 °C sıcaklıkta ve kütlece %5 ve %25'lik MCM-41, MCM-41/Al, MCM-41/Fe katalizörleri varlığında piroliz edilmiştir. Kütlece %5 ve %25 oranları için en yüksek üst ısıl değeri MCM-41 katalizörü varlığında sırasıyla 23.87, 23.95 olarak elde edilmiştir. Katalizörler X-Ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (sem) with energy dispersive x-ray analysis (EDX) ve energy dispersive spectroscopy (EDS) yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Elde edilen sıvı ürünler gas chromatography- mass spectrometry (GC-MS), Elementel ve fouirer transform infrared spektrofotometre (FT-IR) analiz yöntemleri ile incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre Crambe orientalis bitkisi biyokütle kaynağı olarak kullanım potansiyeline sahiptir. Katalizörler ürün bileşimi üzerine etkilidir.

Pyrolysis of Crambe Orientalis Plant in the Presence of Metal Supported MCM-41 Catalyst: The Effect of Catalyst Ratio on Liquid Product Composition

Article Info

Recieved: 18.04.2023
Accepted: 27.09.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1284921](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1284921)

Keywords

Crambe orientalis,
MCM-41,
MCM-41/Al,
MCM-41/Fe,
Pyrolysis

Abstract: Pyrolysis is a thermal decomposition event that occurs as a result of heating organic materials in an oxygen-free environment. Biomass is converted into liquid products with high energy value by the catalytic pyrolysis process. Metal supported/unsupported MCM-41 catalysts were used as catalysts. Hydrothermal method was used for catalyst synthesis. For this purpose, in this study, crambe orientalis plant was pyrolyzed at 400 oC in the presence of 5% and 25% by mass MCM-41, MCM-41/Al, MCM-41/Fe catalysts. The highest upper calorific value for 5% and 25% by mass was obtained as 23.87 and 23.95 in the presence of MCM-41 catalyst, respectively. The catalysts were characterized by X-Ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive x-ray analysis (EDX) and energy dispersive spectroscopy (EDS) methods. The liquid products obtained were analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), elemental and fouirer transform infrared spektrofotometre (FT-IR) analysis methods. According to the results obtained, Crambe orientalis plant has the potential to be used as a biomass source. Catalysts are effective on product composition.

1. Giriş

Sürdürülebilir kalkınma, insan ile doğa arasında denge kurarak doğal kaynakları tüketmeden, gelecek nesillerin ihtiyaçlarının karşılanmasına imkân verecek şekilde bugünün ve geleceğin yaşamını ve kalkınmasını programlama anlamını taşımaktadır. Bu bağlamda, Birleşmiş Milletler'in küresel kalkınma ağı oluşturmak için kurduğu bir program olan Birleşmiş Milletler Kalkınma Programı (UNDP), 2030 sonuna kadar ulaşılmaya amaçlanan hedefleri içeren 17 adet madde belirlemiştir. Bu maddelerden 7.si olan temiz enerjinin teşvik edilmesi amacı doğrultusunda erişilebilir temiz enerji amacını ifade etmişlerdir. Erişilebilir temiz enerji amacı, enerjiye herkesin erişilebilmesini sağlamak için güneş, rüzgâr ve termal gibi temiz enerji kaynaklarına yönelimin gerekliliğini ifade etmektedir (Genel, 2022). Yenilenebilir enerji, doğal rezervleri kendiliğinden artan, en önemlisi çevreye sera gazı emisyonu bırakmayan temiz, sürdürülebilir ve güvenilir kaynaklar olarak tanımlanmaktadır. Fosil kaynakların zamanla tükenmesi, fiyatlarındaki sürekli artış; CO₂ salınımı, zararlı gaz emisyonu (CO, SO_x, NO_x, PbO_x) ve bunun sonucunda oluşan sera gazı etkisi yenilenebilir enerjiye olan talebi artırmıştır. Yenilenebilir enerji kaynakları ile CO₂ emisyonu sonucu oluşan sera gazı gibi insan ve çevreye zararlı maddelerin salınımının azalması amaçlanmaktadır. Aynı zamanda fosil kaynaklı enerjiye olan bağımlılık azalacak ve yenilenebilir enerji kaynakları ile ekonomik yönden de önemli gelişmeler elde edilecektir (Kıncay ve ark., 2009). Bu bağlamda, biyokütle, yaygın bulunabilirliği, düşük maliyeti ve organik yapısı nedeniyle umut verici bir alternatif olarak ortaya çıkmaktadır. Biyokütleden elde edilen biyoyakıt, yenilenemeyen fosil yakıtlara bağımlılığı azaltmak için sürdürülebilir bir çözüm sunar ve ayrıca tüm yaşam döngüsü boyunca karbon emisyonlarının azaltılmasına katkıda bulunur (Aysu & Durak, 2016). Biyokütlenin yakıtla dönüştürülmesi için iki ana yaklaşım vardır: termokimyasal ve biyolojik yöntemler. Termokimyasal yöntemler arasında yakma, gazlaştırma, piroliz ve sıvılaştırma bulunurken, fermantasyon birincil biyolojik yöntemdir. Piroliz, organik maddelerin oksijensiz ortamda ısıtılması neticesinde meydana gelen ısıl parçalanma olayıdır. Bu yöntem biyokütleyi daha faydalı yakıtlara dönüştürmede kullanılan temel termokimyasal işlemlerden biridir. Biyokütlenin pirolizi ile katı, sıvı ve gaz ürünleri elde edilir. Biyokütle piroliz prosesi sonunda sıvı, katı ve gaz ürünlere dönüşür (Chen ve ark., 2008). Piroliz reaksiyon şartlarına göre farklı teknikleri vardır. Bu teknikler arasında geleneksel piroliz, yavaş piroliz, hızlı piroliz ve flash piroliz sayılabilir. Ayrıca vakum ve hidropiroliz gibi ileri tekniklerde kullanılabilir. Pirolizde reaksiyon şartlarına farklı kimyasal bileşimde ürünler elde edilebilmektedir (Bridgwater, 1994; Li ve ark., 1999).

Ayrıca, piroliz, yakıt üretimi için yararlı olan, hidrokarbonca zengin bir gaz karışımı ve karbonca zengin bir katı kalıntı oluşumuyla sonuçlanır. Hidrokarbon açısından zengin gaz karışımı, hidrojen, metan ve çeşitli hidrokarbonlar gibi geniş bir ürün yelpazesi elde etmek için daha fazla işlenebilirken, karbon açısından zengin katı kalıntı, katı bir yakıt olarak veya aktifleştirilmiş gazlar gibi diğer uygulamalar için kullanılabilir (Yu ve ark., 2012). Pirolizde enerji tüketimi daha azdır ve piroliz işlemi sonunda elde edilen yanıcı gazlar sistemin kendisinden enerji sağlayabilir. Bu nedenle piroliz, biyokütlenin yakıtla dönüştürülmesi için oldukça sürdürülebilir ve çok yönlü bir teknoloji olma potansiyeline sahiptir (Islam ve ark., 2004). Biyokütlenin pirolizinden elde edilen biyo-y yağlar, yenilenebilir, karbon nötr oldukları ve yenilenemeyen kaynaklara bağımlılığı azaltma potansiyeline sahip oldukları için petrol bazlı yakıtlara umut verici bir alternatif olarak görülmektedir. Bununla birlikte, biyokütle dönüşümü için hammadde olarak gıda bazlı malzemelerin kullanılması, gıda kıtlığına ve diğer sosyo-ekonomik zorluklara yol açabilir. Sonuç olarak, biyo-y yağ üretimi için gıda dışı biyokütle kaynaklarının kullanımına artan bir ilgi vardır. Bu gıda dışı kaynaklar, gıda üretimi ile rekabet etmeyen çeşitli tarımsal ve ormancılık atıklarının yanı sıra enerji mahsullerini içerir. Gıda dışı biyokütle kaynaklarının kullanımı, yalnızca gıda güvenliği sorununu ele almakla kalmaz, aynı zamanda atık azaltma, toprak iyileştirme ve karbon tutma gibi başka faydalar da sağlar. Bu nedenle, gıda dışı biyokütle kaynaklarının araştırılması ve kullanılması, biyo-y yağların ve diğer biyo-esaslı ürünlerin sürdürülebilir üretimi için önemli bir potansiyele sahiptir (Park ve ark., 2014). Literatürde odun, orman atıkları, yosun, otsu bitkiler gibi birçok farklı biyokütle kaynağının pirolizi çalışılmıştır (Ozbay ve ark., 2019). Elde edilen biyo-y yağların yüksek oksijen içeriği, aşındırıcılık ve düşük pH gibi istenmeyen yakıt özelliklerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Katalitik piroliz işlemi, biyo-y yağların yakıt özelliklerini iyileştirmek için kullanılır. Asidik, alkali ve gözenekli katalizörlerin biyo-y yağ özelliklerini iyileştirdiği belirlenmiştir (Iliopoulou ve ark., 2007; Kawale & Kishore, 2021). Katalitik yükseltme, pirolizden sonra yatağa yerleştirilen katalizörle veya kuru karışımla yerinde piroliz yoluyla gerçekleştirilebilir (Williams &

Horne, 1995; Torri ve ark., 2009). Biyokütle, piroliz ile dönüştürüldüğünde çok çeşitli yapı taşlarına ve ürünlere ayrışır. Bu maddeler arasında su, karbo”qksilik asitler, lignin parçaları, fenoller, furfural, ketonlar, alkoller ve karbonhidratlar bulunur. Biyo-yağ, ticari petrol bazlı yakıtlarla karşılaştırıldığında, birçok bileşeni nedeniyle daha düşük bir enerji değerine sahiptir ve piroliz sonrası açığa çıkan asitler nedeniyle asitlik değeri petrol bazlı yakıtlara göre çok daha yüksektir. Teknolojinin ve uygulamaların gelişmesine bağlı olarak piroliz sonrası açığa çıkan biyo-yağlardan çok daha çeşitli ve katma değeri yüksek ürünler elde edilebilmektedir (Ateş & Işıkdag, 2009). Biyokütlenin katalitik pirolizini araştıran birçok çalışmada HZSM-5, HY ve HBeta gibi mikro gözenekli zeolit katalizörleri kullanılmıştır (Park ve ark., 2010; Dhal ve ark., 2020). Lignoselülozik biyokütlenin pirolizi ile elde edilen biyo-yağ, büyük moleküler yapılaraya sahip birçok bileşikten oluşur. Daha büyük gözenek yapılarına sahip katalizörlerin kullanılmasının biyo-yağ kalitesini iyileştirebileceği düşünülmektedir. Yapılan araştırmalarda gözenekli yapıya sahip malzemelerin daha aktif katalitik yüzeyler sağlayabileceği, özellikle MCM-41 tipinin katalitik yükseltmede faydalı olacağına inanılmaktadır (Corma, 1997). Bu tip katalizörlerin aktivitesi birçok piroliz çalışmasında araştırılmıştır. Saf silikat MCM-41'in asidik bölgeleri yoktur, bu yapıya eklenen metaller önemlidir ve katalizörün aktivitesini artırır. MCM-41 yapısına geçiş metallerinin (Al, Cu, Fe, Zn) eklenmesinin katalizörün aktivitesini iyileştirdiği bulunmuştur (Adam ve ark., 2006; Dobrzynski ve ark., 2009). MCM-41 düzenli gözenek dağılımına, yüksek BET yüzey alanına (> 700 m²/g), geniş gözenek hacmine ve 1,5-10 nm arasında gözenek çapına sahiptir. Tek boyutlu ve altıgen gözenekli bir malzemedir (Beck ve ark., 1992). Katalizörün biyokütlenin pirolizinde çok etkili olduğu birçok çalışmada bilinmektedir. Bir çalışmada selüloz, MCM-41 ve Al-MCM-41 katalizörü ile pirolize edilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda MCM-41 ile Furan veriminin arttığı, Al-MCM-41 ile olefin ve aromatik bileşiklerin veriminin arttığı tespit edilmiştir (Chi ve ark., 2018). Başka bir çalışmada selülozun MCM-41 katalizörü ile pirolizinde olefinler, aromatikler ve çoğunlukla alkolden oluşan oksijenli bileşikler elde edilmiştir (Xue ve ark., 2017). Piroliz işleminde daha verimli ve yüksek verimli dönüşüm sağlamak için yeni tip katalizörler kullanılmaktadır. Destek malzemeleri ve destek malzemelerine eklenen metal katalizörler büyük ilgi görmektedir. Bu çalışmada, crambe orientalis bitkisi sabit yataklı bir reaktörde MCM-41, Fe-MCM-41, Al-MCM-41 katalizörleri ile pirolize edilmiştir.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Materyal

Bu çalışmada biyokütle kaynağı olarak Crambe orientalis bitkisinin kullanılmıştır. Crambe orientalis, 40-120 cm boylarında, çok dallı, gevşek çiçek salkımına sahip 500-2800 metre rakımda tarıma açılmamış yerlerde, nadas alanları ve kuru yamaçlar gibi geniş bir alanda doğal olarak yetişebilen çok yıllık bir bitkidir. Ülkemizde Crambe orientalis İç Anadolu, Doğu Anadolu ve Güney-Doğu Anadolu'da yetişmektedir. Crambe orientalis bitkisi Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi yerleşkesinde (Coğrafi koordinatlar, Enlem: 38° 34' 34" K Boylam: 43° 17' 78" D) toplanmıştır. Çalışmalarda biyokütle kaynağı olarak kullanılan crambe orientalis bitkisi denemelerde kullanılmadan önce çeşitli ön işlemlerden geçirilerek kullanıma hazır hale getirilmiştir. Öncelikle toplanan bitki sapsarı yapraklarından ayrılmış ve küçük parçalara bölünerek gölgede yaklaşık 45 gün süreyle kurutulmuştur. Daha sonra kurutulmuş bu numuneler çelik bıçaklı bitki öğütücü değirmende öğütülerek 40 ve 60 mesh'lik elekten geçirilerek eleme işlemi yapılmıştır. Ardından 60 mesh elek üzerinde kalan numuneler plastik kaplarda hava almayacak şekilde saklanmıştır. Denemelere başlamadan önce hammadde farklı analiz yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Biyokütlenin nem, ekstraktif, lignin, selüloz, hemiselüloz ve kül analizleri yapılmıştır. Bu analizlerde tappi T222, T202, T264 ve T211 yöntemleri kullanılmıştır (Genel, 2022).

Hammaddenin (Crambe Orientalis) ısıl davranışının belirlenmesi amacıyla yapılan TGA analiz sonucuna göre 300, 400 ve 500 °C bu bitkinin pirolizi için uygundur (Genel, 2022). Bu araştırmada piroliz denemelerinde reaksiyon sıcaklığı 400 °C katalizör oranı ise %5 ve %25 olarak belirlenmiştir.

2.2. Yöntem

2.2.1. Katalizör sentezi

Pirolyz çalışmalarında ürün verimini ve kalitesini arttırmak için MCM-41, MCM-41/Al, MCM-41/Fe katalizörleri sentez yöntemi literatür çalışmalarındaki optimum şartlar dikkate alınarak belirlenmiştir (Gedikli, 2017). MCM-41 sentezinde yüzey aktif madde olarak setiltrimetilamonyumbromür (CTMABr) kullanılmıştır. Sodyum silikat çözeltisi kullanılarak hidrotermal metotla yaklaşık 100 g sentez çözeltisi elde edilecek şekilde MCM-41 katalizörünün sentezi için 13.2 g yüzey aktif madde (CTMABr), 70 ml deiyonize su mekanik karıştırıcı yardımıyla iki saat karıştırılmış ve yüzey aktif madde çözeltisi hazırlanmıştır. Elde edilen çözeltiye 11.3 ml sodyum silikat yavaş yavaş eklenerek yaklaşık iki saat daha karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sonucunda jel halinde bir karışım elde edilmiştir.

Çizelge 1. Metal desteksiz/destekli MCM-41 katalizörleri sentezinde kullanılan kimyasal maddeler

Sentez Bileşeni	Kaynak
Silika Kaynağı	Sodyum silikat çözeltisi (kütlece %27 SiO ₂ , %8 Na ₂ O, %65 H ₂ O, d= 1,391g/mL, Merck)
Yüzey Aktif Madde	Setil trimetil amonyum bromür (CTMABr) (toz, %99 saflıkta, Merck)
Çözücü	Deiyonize su
Metal Desteği Kaynağı	Al(NO ₃) ₃ .9H ₂ O (%95 saflıkta, Merck) Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O (%99 saflıkta, Merck)

Saf MCM-41 katalizörü sentezinde silika kaynağı, yüzey aktif madde ve çözücü temel olarak kullanılan maddelerdir. MCM-41 numunesinin katalitik aktivitesini arttırmak amacıyla yapıya metal kaynağı eklenebilmektedir (Gedikli, 2017; Genel, 2022).

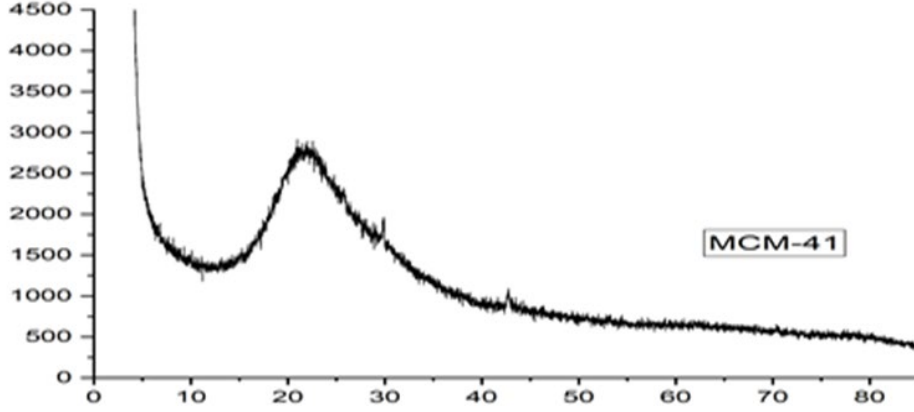
Her iki metal destekli katalizör için ayrı ayrı hesaplanan Al-Fe/Si oranına göre tartılan Al(NO₃)₃.9H₂O (5.3 gr) ve Fe(NO₃)₃.9H₂O (5.7 gr) deiyonize suda çözülmüş ve çözelti elde edilen jele eklenmiştir. Karışım iki saat daha manyetik karıştırıcı ile karıştırılmaya devam edilmiştir. Jel kıvamına gelmiş karışım teflon kaba konulmuş ve 120 °C sıcaklıktaki etüvde dört gün bekletilmiştir. Etüvden çıkarılan numune vakumlu filtrasyon sistemi yardımıyla süzölmüş, üzerinden deiyonize su geçirilerek yıkanmıştır. Saat camına alınan katı ürün oda sıcaklığında bir gün bekletilerek kurutulmuş ve daha sonra 500 °C sıcaklıkta ve altı saat boyunca kalsine edilmiştir (Gedikli, 2017).

3. Bulgular

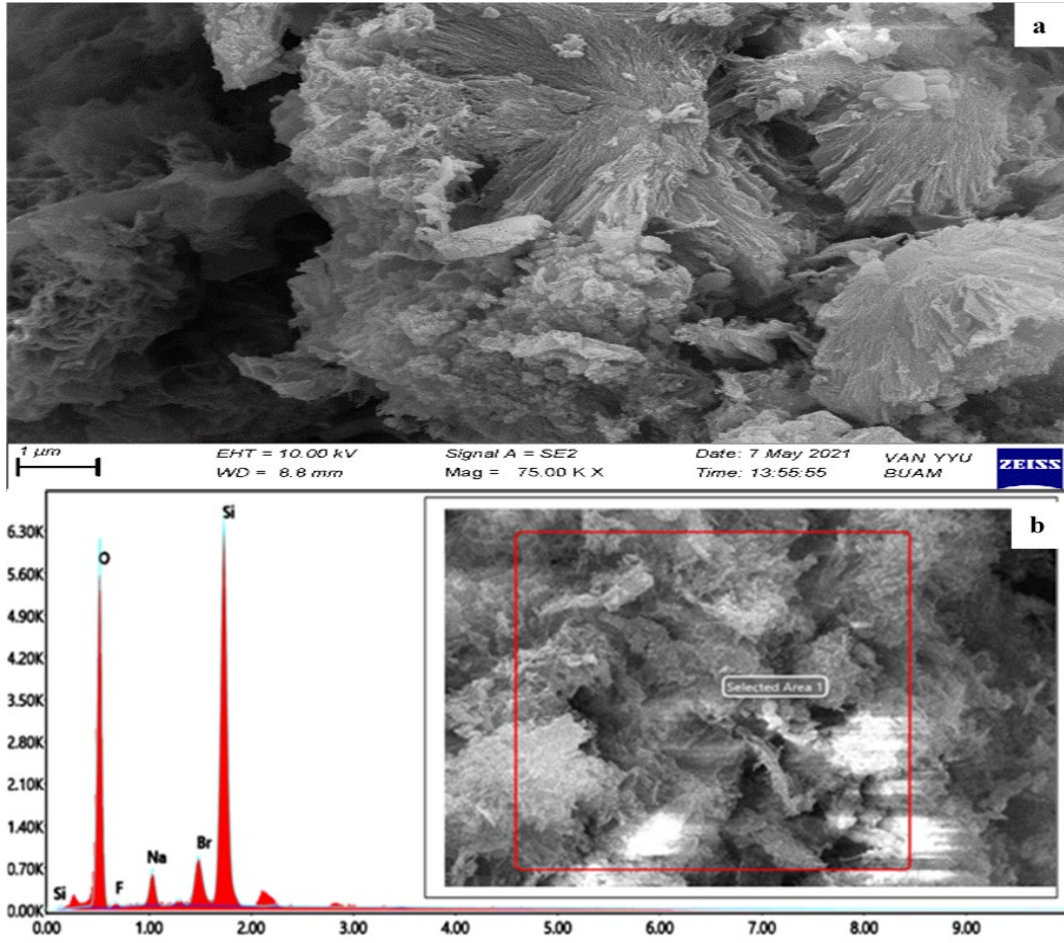
Denemelerde kullanılan crambe orientalis bitkisine ait içerik ve elementel analiz sonuçları yapılan analizler ve hesaplamalar ile bulunmuştur. Elementel analiz sonucunda dulong formülüne göre enerji değeri 13.89 Mj/kg olarak hesap edilmiştir (Genel, 2022). Yapılan sentez çalışmaları sonunda MCM-41, MCM-41/Al ve MCM-41/Fe katalizörleri sentezlenmiştir. Yapılan sentez işlemlerinin başarılı olduğu karakterizasyon analizleri sonucunda tespit edilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla saf MCM-41 katalizörüne XRD ve SEM-EDX, MCM-41/Al ve MCM-41/Fe katalizörlerine ise XRD, SEM-EDX ve SEM-EDS analiz yöntemleri uygulanmıştır (Genel, 2022).

Aşağıda MCM-41 katalizörüne ait XRD ve SEM-EDX sonuçları görülmektedir. Şekil 1’de XRD sonucu incelendiğinde daha önceki çalışmalarda elde edilmiş MCM-41’in karakteristik pikleri ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir (Gedikli, 2017).

MCM-41 katalizörünün morfolojik yapısı hakkında bilgi edinebilmek amacıyla Şekil 2’de SEM ve SEM-EDX analizi yapılmıştır. MCM-41 SEM görüntüleri, MCM-41’in gözenek yapısı hakkında bilgi vermektedir. SEM analiz sonuçları çekilen bölge ve kullanılan yöntemle değişiklik gösterebilmektedir. Elde edilen katalizörün SEM görüntüleri literatür ile benzerlik göstermektedir (Genel, 2022).



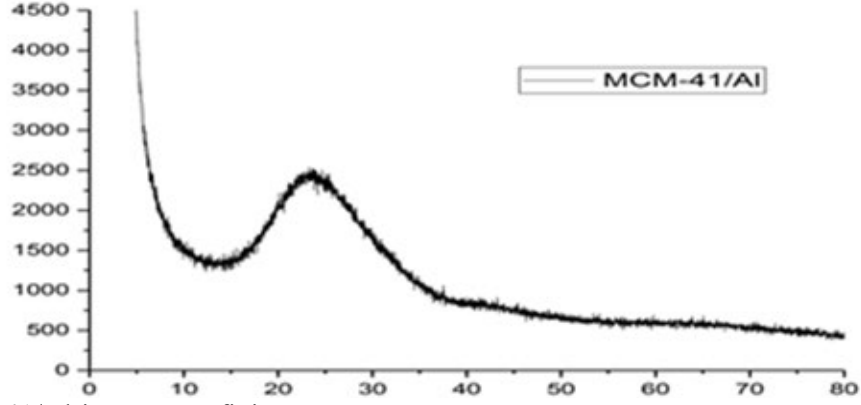
Şekil 1. MCM-41'in XRD grafiği.



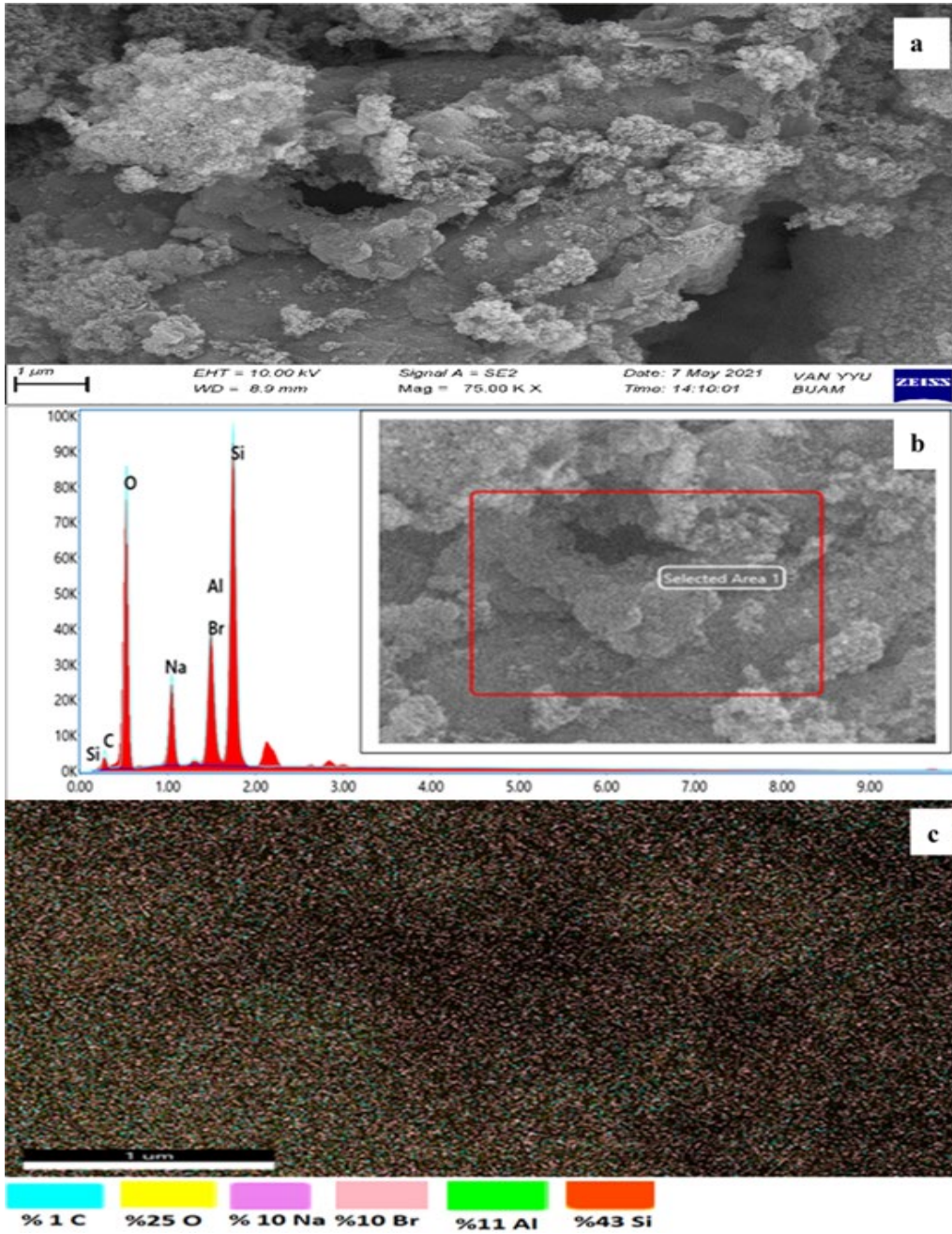
Şekil 2. a) MCM-41 SEM analizi, b) MCM-41 SEM-EDX analizi.

Hidrotermal metotla sentezlenen MCM-41/Al katalizörüne ait XRD, SEM-EDX ve SEM-EDS sonuçları incelendiğinde MCM-41 yapısına ait ana pik gözlemlenirken, alüminyum yapısına ait pik ($2\theta = 38.10^\circ$, 78° , 44.37°) veya Al_2O_3 yapısına ait pikler ($2\theta = 43.36^\circ$, 35.14° , 57.52°) gözlemlenmemektedir. Şekil 3'de yapılan XRD analiz sonuçlarına göre MCM-41 yapısına eklenen alüminyumun MCM-41 karakteristik yapısını bozmadığı, alüminyumun MCM-41 kristal örgü ağına homojen şekilde yerleştiği düşünülmektedir. Elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur (Gedikli, 2017; Genel, 2022).

SEM analizleri sentezlenen katalizörlerin morfolojik yapıları hakkında bilgi edinebilmek amacıyla yapılmıştır. Şekil 4'de SEM-EDX ve SEM-EDS analizleri yapılmış ve MCM-41 yapısına yüklenen alüminyumun atomik ve kütle dağılımı incelenmiştir.

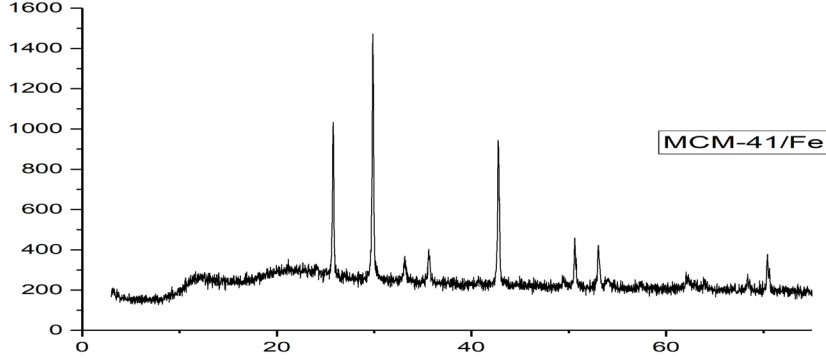


Şekil 3. MCM-41/Al'in XRD grafiği.



Şekil 4. a) MCM-41/Al'in SEM görüntüleri b) MCM-41/Al'in SEM-EDX görüntüleri c) MCM-41/Al'in SEM-EDS görüntüleri.

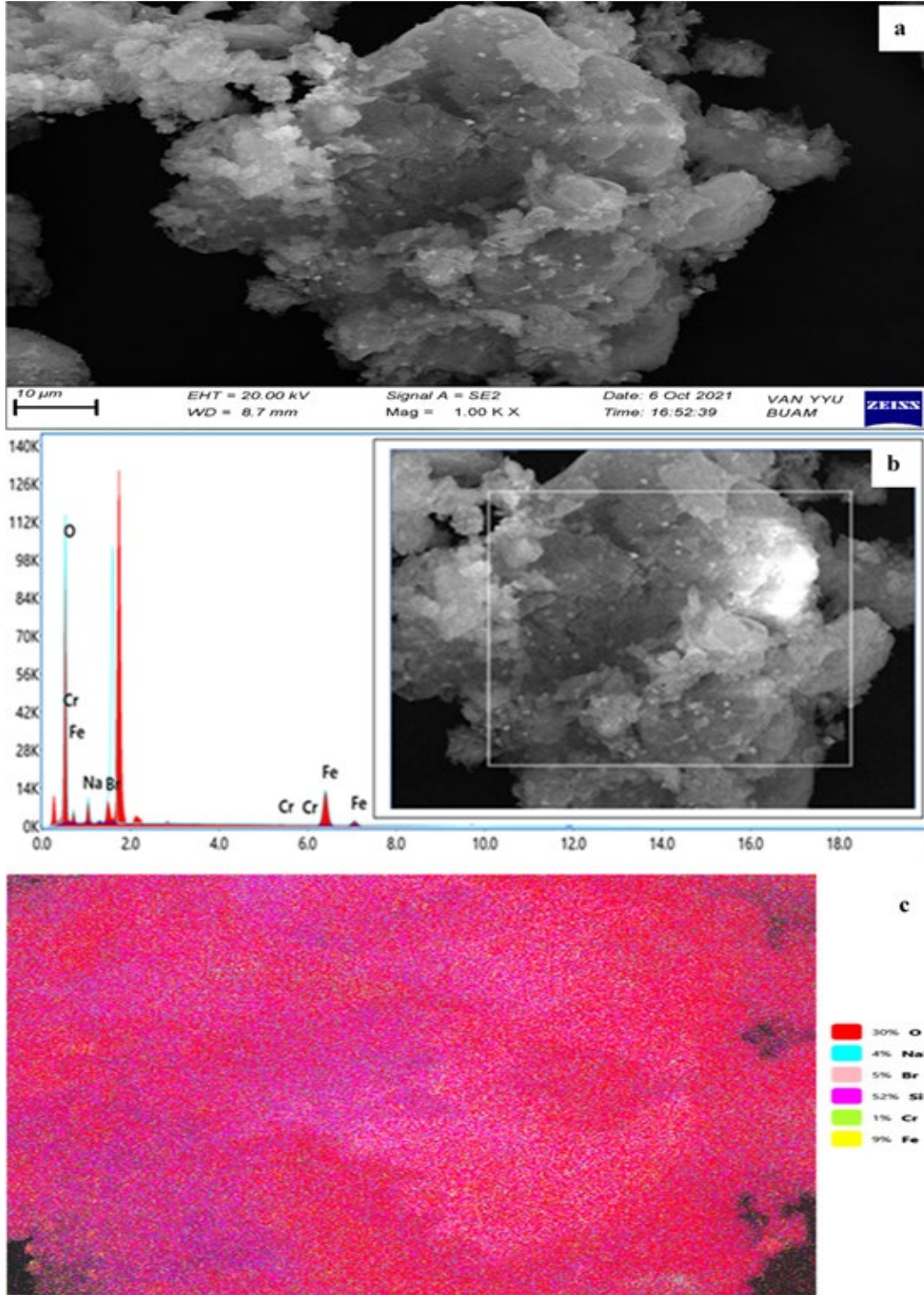
MCM-41 yapısına demir eklenmesi ile oluşan Fe_2O_3 fazına ait pikler $30-40^\circ$ aralığında görülmektedir. Şekil 5'te XRD grafiğinde numunenin yapısındaki Fe/Si oranı arttıkça, eklenen demirin kristal örgü içine yerleşmediği ve katalizörün dış yüzeyinde Fe_2O_3 fazı oluşturduğu gözlemlenmiştir. Fe_2O_3 ait karakteristik pikler (012, 104,110,113,116) gözlenmiştir ().



Şekil 5. MCM-41/Fe'in XRD grafiği.

Sentez sonrası katı numune yapısına yerleştirilen demir ve silisyum oranlarını incelemek amacıyla MCM-41/Fe katalizörlerine ait SEM, SEM-EDS ve SEM-EDX analizlerinden faydalanılmış ve sonuçlar Şekil 6'da verilmiştir.

MCM-41/Fe katalizörü için yapılan SEM-EDS analizleri sonucunda bu katalizörlerin sentezi sırasında hazırlanan Fe/Si molar oranının, SEM-EDS analizi sonucunda MCM-41 yapısına yüklenen Fe/Si molar oranıyla tutarlı olduğu belirlenmiştir. Ayrıca hazırlanan Fe-MCM-41 numunelerinde SEM-EDS analizi ile belirlenen Fe/Si molar oranlarının sentez esnasında hazırlanan Fe/Si molar oranlarından daha yüksek çıktığı görülmektedir. Yapıdaki Fe/Si oranındaki bu artışın hidrotermal metot basamaklarından biri olan yıkama işlemi esnasında, numuneler için silisyum kaybının fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Gedikli, 2017; Genel, 2022).



Şekil 6. a) MCM-41/Fe'in SEM görüntüleri, b) MCM-41/Fe'in SEM-EDX görüntüleri ve c) MCM-41/Fe'in SEM-EDS görüntüleri.

Yapılan 400 °C, %5 ve %25 katalizör oranı denemelerinde elde edilen sıvı ürünler GC-MS, elementel ve FT-IR analizleri ile incelenmiştir. Çizelge 2 ve 3'te GC-MS analiz sonuçları görülmektedir.

Çizelge 2. 400 °C'de katalizör miktarı kütlece %5'lik katalizörlü piroliz denemelerinden elde edilen sıvı ürünlerde bulunan kimyasal bileşikler

No	Bileşik adı	Formülü	MCM-41	MCM-41/Al	MCM-41/Fe
			Sıvı Ürün	Sıvı Ürün	Sıvı Ürün
Monoaromatikler					
1	m-Cresol	C ₇ H ₈ O	3.34	4.86	3.17
2	o-Cresol	C ₇ H ₈ O	2.7	4.84	3.28
3	Guaiacol	C ₇ H ₈ O ₂	2.42	3.17	2.14
4	Phenol, 2-Ethyl-	C ₈ H ₁₀ O	-	2.28	1.53
5	Phenol, 2,4-dimethyl-	C ₈ H ₁₀ O	0.42	-	0.29
6	2-Ethylphenol	C ₈ H ₁₀ O	-	0.87	-
7	Phenol, 2,3-dimethyl-	C ₈ H ₁₀ O	1.60	-	-
8	Phenol, 3-ethyl-	C ₈ H ₁₀ O	-	1.20	-
9	Phenol, 2-methoxy-4-methyl-	C ₈ H ₁₀ O ₂	0.61	2.51	0.90
10	2,6-Dimethoxyphenol	C ₈ H ₁₀ O ₃	2.86	3.53	2.41
11	1H-Inden-5-ol, 2,3-dihydro-	C ₉ H ₁₀ O	-	1.14	-
12	2-Methoxy-4-vinylphenol	C ₉ H ₁₀ O ₂	0.94	1.24	0.76
13	Phenol, 4-ethyl-2-methoxy-	C ₉ H ₁₂ O ₂	0.97	1.84	1.03
14	Eugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.51	-	-
15	Isoeugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	2.25	2.75	1.85
16	Phenol, 2-methoxy-4-(1-propenyl)-	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	-	-	0.49
17	3,6 Dimethoxy-2-Ethylbenzaldehyde	C ₁₀ H ₁₂ O ₃	6.10	-	-
18	Phenol, 2-methoxy-4-propyl-	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	-	1.03	1.00
19	Benzene,1,2,5-Trimethoxy-3-Methyl	C ₁₀ H ₁₄ O ₃	2.04	1.89	1.33
20	Phenol, 2,6-Dimethoxy-4-(2-Propenyl)-	C ₁₁ H ₁₄ O ₃	0.64	4.27	3.32
21	2,6-Dimethyl-4-Propylphenol	C ₁₁ H ₁₆ O	0.80	-	-
22	Phenol, 2-Methoxy-4-(2-Propenyl)-	C ₁₂ H ₁₄ O ₃	-	0.77	-
Poliaromatikler					
23	1,4-Dihydrophenanthrene	C ₁₄ H ₁₂	-	1.92	-
24	1-Methyl-9H-Fluorene	C ₁₄ H ₁₂	-	-	1.12
25	4-Propyl-1,1'-diphenyl	C ₁₅ H ₁₆	-	-	0.79
Oksijenli					
26	Acetic Acid	C ₂ H ₄ O ₂	3.74	4.56	4.24
27	2(5H)-Furanone	C ₄ H ₄ O ₂	0.77	1.82	-
28	2-Furylmethanol	C ₅ H ₆ O ₂	1.78	2.75	-
29	1,2-Cyclopentanedione, 3-methyl-	C ₆ H ₈ O ₂	1.12	2.05	1.48
30	1-Methyl-2,3-cyclohexadione	C ₇ H ₁₀ O ₂	-	1.37	-
31	2-Cyclopenten-1-one, 3-ethyl-2-hydroxy-	C ₇ H ₁₀ O ₂	0.30	-	0.86
32	3-Methylcyclopenten-1-Carboxylic Acid	C ₇ H ₁₂ O ₂	0.90	-	-
33	2,3,4-Trimethyl-2-Cyclopenten-1-One	C ₈ H ₁₂ O	-	-	0.18
34	Furan, 2-butyltetrahydro-	C ₈ H ₁₆ O	0.81	-	-
35	2,6,8-Trimethylbicyclo[4.2.0]oct-2-ene-1,8-diol	C ₁₁ H ₁₈ O ₂	-	0.12	-
36	1,4,7,10,13,16-Hexaoxacyclooctadecane	C ₁₂ H ₂₄ O ₆	27.53	14.05	31.98
37	18,18'-Bi-1,4,7,10,13,16-hexaoxacyclononadecane	C ₂₆ H ₅₀ O ₁₂	6.08	1.26	2.44

Çizelge 2. 400 °C'de katalizör miktarı kütlece %5'lik katalizörlü piroliz denemelerinden elde edilen sıvı ürünlerde bulunan kimyasal bileşikler (devam)

Alifatikler					
38	Propanoic Acid	C ₃ H ₆ O ₂	0.53	2.06	1.59
39	Butanoic Acid	C ₄ H ₈ O ₂	0.86	1.46	1.01
40	4-Hexenal	C ₆ H ₁₀ O	-	-	2.32
41	Oxirane, Butyl-	C ₆ H ₁₂ O	1.07	-	-
42	2-Hydroxy-2-Methyl-4-Pentanone(Diacetone)	C ₆ H ₁₂ O ₂	0.97	-	1.06
43	2-Pentanone, 4-Hydroxy-4-Methyl-	C ₆ H ₁₂ O ₂	-	1.55	-
44	1,2-Hexadiene, 5-methyl-	C ₇ H ₁₂	-	1.56	-
45	Butyl 2-Methylpropanoate	C ₈ H ₁₆ O ₂	-	1.09	-
46	2-[2-[2-[2-[2-[2-[2-(2-Methoxyethoxy)ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethanol	C ₈ H ₁₈ O ₄ S	-	3.76	-
47	2-Dodecylcyclobutanone	C ₁₆ H ₃₀ O	-	-	-
48	n-Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	18.91	11.63	14.60
49	Hexanethioic acid, S-decyl ester	C ₁₆ H ₃₂ OS	-	-	-
50	Octaethylene glycol	C ₁₆ H ₃₄ O ₉	5.83	6.34	10.07
Diğerleri					
51	Silane, Triethyl-	C ₆ H ₁₆ Si	-	-	1.06
52	3,5-Dimethyl Cyclopentenolone	C ₇ H ₁₂	0.64	1.64	0.89

Çizelge 3. 400 °C'de katalizör miktarı kütlece %25'lik katalizörlü piroliz denemelerinden elde edilen sıvı ürünlerde bulunan kimyasal bileşikler

No	Bileşik adı	Formülü	MCM-41	MCM-41/Al	MCM-41/Fe
			Sıvı Ürün	Sıvı Ürün	Sıvı Ürün
Monoaromatikler					
1	Phenol	C ₆ H ₆ O	-	-	5.11
2	m-Cresol	C ₇ H ₈ O	4.72	5.18	4.53
3	o-Cresol	C ₇ H ₈ O	4.59	5.2	-
4	Guaiacol	C ₇ H ₈ O ₂	2.65	2.92	2.62
5	Phenol, 2-Ethyl-	C ₈ H ₁₀ O	0.77	-	2.79
6	Phenol, 3,4-dimethyl-	C ₈ H ₁₀ O	0.56	1.17	0.93
7	Phenol, 2,4-dimethyl-	C ₈ H ₁₀ O	-	-	0.33
8	Phenol, 2,3-dimethyl-	C ₈ H ₁₀ O	0.39	0.39	-
9	Phenol, 4-ethyl-	C ₈ H ₁₀ O	-	2.41	-
10	Phenol, 3-ethyl-	C ₈ H ₁₀ O	2.06	0.77	-
11	Phenol, 2-methoxy-4-methyl-	C ₈ H ₁₀ O ₂	1.23	1.41	0.78
12	2,6-Dimethoxyphenol	C ₈ H ₁₀ O ₃	2.25	-	2.33
13	Dimethyl(Phenyl)Phosphine	C ₈ H ₁₁ P	-	-	0.63
14	1,2-Benzenedicarboxylic Acid	C ₈ H ₆ O ₄	-	3.39	-
15	1H-Indole, 5-methyl-	C ₉ H ₉ N	-	-	1.20
16	2-Methoxy-4-vinylphenol	C ₉ H ₁₀ O ₂	0.65	1.12	0.94

Çizelge 3. 400 °C'de katalizör miktarı kütlece %25'lik katalizörlü piroliz denemelerinden elde edilen sıvı ürünlerde bulunan kimyasal bileşikler(devam)

17	Benzeneacetic Acid, 4-Hydroxy-3-Methoxy-	C ₉ H ₁₀ O ₄	-	-	3.12
18	3,5-Dimethoxybenzyl alcohol	C ₉ H ₁₂ O ₃	-	-	0.31
19	Phenol, 3-Ethyl-5-Methyl-	C ₉ H ₁₂ O	0.31	-	0.46
20	Phenol, 2,3,5-trimethyl-	C ₉ H ₁₂ O	-	-	0.42
21	Phenol, 2,4,6-Trimethyl-	C ₉ H ₁₂ O	0.32	-	-
22	Phenol, 4-ethyl-2-methoxy-	C ₉ H ₁₂ O ₂	1.28	1.36	1.28
23	2-Butanone, 4-(4-Hydroxyphenyl)-	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.72	-	0.69
24	Isoeugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	1.83	2.61	1.98
25	Methyl Acetate (4-Hydroxy-3-Methoxyphenyl)	C ₁₀ H ₁₂ O ₄	0.86	-	-
26	Phenol, 2-methoxy-4-propyl-	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	0.50	3.41	0.72
27	Benzene, 1,2,5-Trimethoxy-3-Methyl	C ₁₀ H ₁₄ O ₃	1.50	2.21	1.57
28	Phenol, 2,6-Dimethoxy-4-(2-Propenyl)-	C ₁₁ H ₁₄ O ₃	3.12	3.11	2.37
29	2,6-Dimethyl-4-Propylphenol	C ₁₁ H ₁₆ O	1.01	-	-
30	3H-Benz[e]indene, 2-methyl-	C ₁₄ H ₁₂	-	-	1.34
31	2,5-Dimethoxy-4-ethylamphetamine	C ₁₃ H ₂₁ NO ₂	0.87	-	-
Poliaromatikler					
32	Ethylene, 1,1-diphenyl-	C ₁₄ H ₁₂	-	2.36	-
33	Benzene, 1,1'-propylidenebis-	C ₁₅ H ₁₆	-	1.61	-
Oksijenli bileşikler					
34	Acetic Acid	C ₂ H ₄ O ₂	4.33	5.93	4.86
35	N-Nitrosodimethylamine	C ₂ H ₆ N ₂ O	-	-	0.22
36	4-Pyranone, 2,3-Dihydro-	C ₅ H ₆ O ₂	-	-	0.33
37	2-Furylmethanol	C ₅ H ₆ O ₂	1.72	3.14	2.86
38	N-Methyl Succinimide	C ₅ H ₇ NO ₂	-	-	1.39
39	2-Cyclopenten-1-one, 3-methyl-	C ₆ H ₈ O	0.62	0.84	0.84
40	1,2-Cyclopentanedione, 3-methyl-	C ₆ H ₈ O ₂	1.52	2.04	2.03
41	1-Piperidinecarboxaldehyde	C ₆ H ₁₁ NO	1.07	-	-
42	2-Cyclopenten-1-one, 2,3-dimethyl-	C ₇ H ₁₀ O	-	-	0.48
43	2-Cyclopenten-1-one, 3-ethyl-2-hydroxy-	C ₇ H ₁₀ O ₂	0.56	1.28	1.29
44	3,4-Dimethyl-1,2-cyclopentadione	C ₇ H ₁₀ O ₂	-	-	1.61
45	5-[3-Methyl-2-furyl]hydantoin	C ₈ H ₈ N ₂ O ₃	0.26	-	-
46	Furan, 2-butyltetrahydro-	C ₈ H ₁₆ O	-	2.37	1.13
47	1-methyl-4-(1-Methylethylidene)Cyclohexanol	C ₁₀ H ₁₈ O	-	-	0.27
48	4-Isopropyl-1-methylcyclohexanol	C ₁₀ H ₂₀ O	-	-	0.48
49	1,4,7,10,13,16-Hexaoxacyclooctadecane	C ₁₂ H ₂₄ O ₆	24.79	13.87	20.35
50	18,18'-Bi-1,4,7,10,13,16-hexaoxacyclononadecane	C ₂₆ H ₅₀ O ₁₂	1.25	3.71	4.05

Çizelge 3. 400 °C'de katalizör miktarı kütlece %25'lik katalizörlü piroliz denemelerinden elde edilen sıvı ürünlerde bulunan kimyasal bileşikler (devam)

Alifatikler					
51	Propanoic Acid	C ₃ H ₆ O ₂	1.81	-	-
52	Butanoic Acid	C ₄ H ₈ O ₂	1.16	1.48	1.41
53	2-Propanone, 1-(Acetyloxy)-	C ₅ H ₈ O ₃		-	0.48
54	Butyl aldoxime, 3-methyl-, anti	C ₅ H ₁₁ NO	0.92	-	-
55	Propanedioic acid, methyl-, dimethyl ester	C ₆ H ₁₀ O ₄	-	-	0.55
56	2-Hydroxy-2-Methyl-4-Pentanone (Diacetone)	C ₆ H ₁₂ O ₂	1.21	2.07	1.70
57	4-Octyne	C ₈ H ₁₄	-	-	2.00
58	3-Hexanone, 4-ethyl-	C ₈ H ₁₆ O	0.49	-	-
59	2-[2-[2-[2-[2-[2-[2-(2-Methoxyethoxy)ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethoxy]ethanol	C ₈ H ₁₈ O ₄ S	4.61	-	-
60	2,2,3-Trimethyloxetane	C ₉ H ₂₀	-	1.78	1.09
61	n-Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	14.99	11.45	11.63
62	Octaethylene glycol	C ₁₆ H ₃₄ O ₉	2.96	3.71	1.72
63	Acetic acid, 10,11-dihydroxy-3,7,11-trimethyl-dodeca-2,6-dienyl este	C ₁₇ H ₃₀ O ₄	0.77	1.14	-
64	Octaethylene glycol monododecyl ether	C ₂₈ H ₅₈ O ₉	-	1.64	-
Diğerleri					
65	3,5-Dimethyl Cyclopentenolone	C ₇ H ₁₂	1.26	1.51	-
66	Methyl ethyl cyclopentene	C ₈ H ₁₄	2.02	-	-
67	Bicyclo[4.1.0]Heptane, 1-Methyl-	C ₈ H ₁₄	-	-	0.93

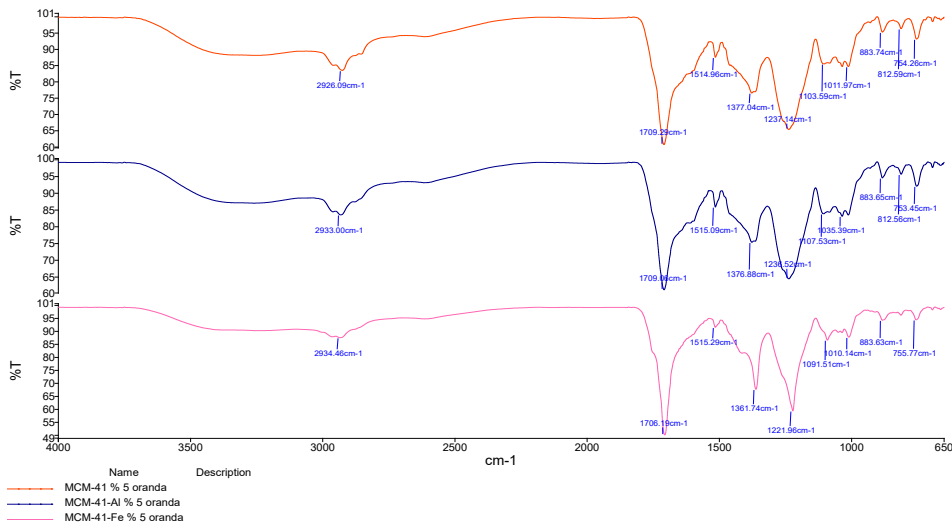
GC-MS analiz sonuçlarına göre piroliz prosesinde elde edilen sıvı ürünlerin içerisinde çok sayıda C, H, O, N, F, S, Cl, P, Si içeren bileşikler mevcuttur. Sıvılaştırma prosesinde yapılan denemelerde elde edilen biyo-yag içerisinde 2-28 (C₂-C₂₈) karbonlu bileşikler bulunmuştur.

Çizelge 4. 400 °C, kütlece oranı %5'lik, %25'lik katalizörler ile pirolizinden elde edilen sıvı ürünlerin elementel analiz sonuçları

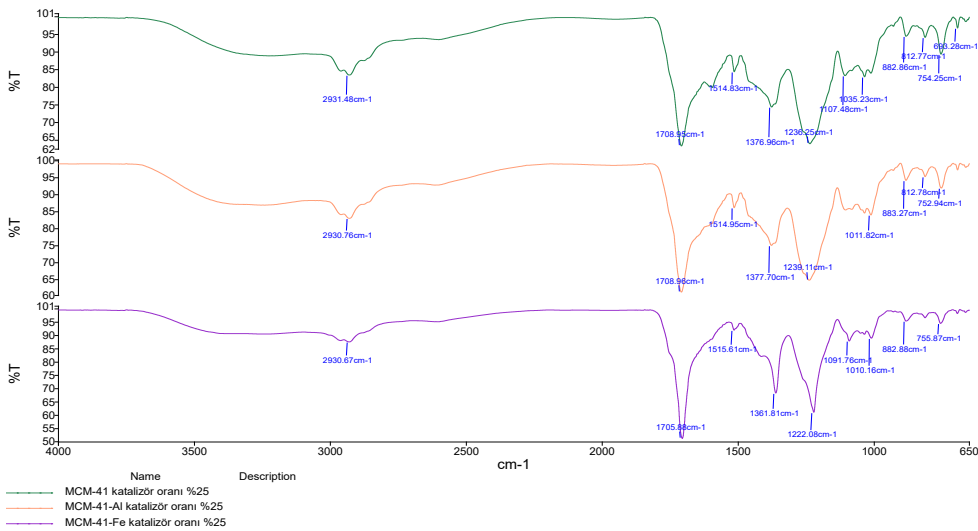
400 °C	MCM-41 %5 Sıvı ürün (%)	MCM-41 %25 Sıvı ürün (%)	MCM-41/Al %5 Sıvı ürün (%)	MCM-41/Al %25 Sıvı ürün (%)	MCM-41/Fe %5 Sıvı ürün (%)	MCM-41/Fe %25 Sıvı ürün (%)
C	58.25	58.35	57.66	57.79	55.82	55.27
H	6.85	6.82	6.84	6.67	6.87	7.05
N	3.17	3.64	3.43	3.56	2.75	2.86
O	31.73	31.19	32.08	31.98	34.55	34.82
H/C Molar oran	1.40	1.39	1.41	1.38	1.47	1.52
O/C Molar oran	0.41	0.40	0.42	0.42	0.46	0.47
Üst ısıl değeri Mj/kg	23.87	23.95	23.59	23.42	22.57	22.60

Çizelge 4'de 400 °C'de, kütlece %5'lik ve %25'lik katalizör oranlarındaki denemelerden elde edilen sıvı ürünlerin elementel analiz sonuçları ve ısıl değerleri görülmektedir. Bu denemelerde elde edilen sıvı ürünlerde biyo-yagın karbon değerleri en yüksek kütlece %25 MCM-41(%58.35) katalizöründe olduğu görülmektedir.

Crambe Orientalis bitkisinin 400 °C’de kütlece %5 ve %25 lik oranlarda piroliz sonucu elde edilen sıvı ürünlerin FT-IR spektrumları Şekil 7-8’de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, FT-IR analizleri Crambe Orientalis bitkisinin FT-IR analizi (bkz. Genel, 2022) ile metal destekli/desteksiz MCM-41 katalizörlerin varlığında elde edilen ürünlerin FT-IR spektrumları benzerlik göstermektedir. Ayrıca sıvı ürünlerin FT-IR karakterizasyonu ile elde edilen sonuçlar GC-MS analizi ile uyum içerisindedir. Bu durum ürünlerin aynı fonksiyonel gruba sahip olması ile açıklanabilir. Hammadde ve biyo-yağların spektrumlarında 3300-3400 cm^{-1} aralığında O-H gerilme titreşimlerine ait karakteristik pikler görülmektedir. Piklerin geniş durumda olması yapıdaki hidrojen bağlarını işaret eder. 2870-2960 cm^{-1} aralığında gözlenen pikler alifatik CH_3 ve CH_2 ’deki C-H gerilme titreşimlerini temsil etmektedir. 1680-1840 cm^{-1} civarında gözlenen keskin ve genel olarak şiddetli pik C=O grubunun varlığını göstermektedir. Bu grup ürünlerin bileşimdeki keton ve aldehitlerin varlığını gösterir. 1500-1600 cm^{-1} aralığında gelen pikler aromatik C=C fonksiyonel grubunun varlığını göstermektedir. Biyo-çaralarda gözlenen bu pik, hidrotermal sıvılaştırmadaki aromatik çekirdeğin yapısı ile açıklanabilir. 650-900 cm^{-1} ’de gelen pikler ise aromatik yapıdaki C-H titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. FT-IR spektrumlarından biyo-çarlardaki aromatikliğin daha fazla olduğu anlaşılmaktadır (Durak, 2016).



Şekil 7. Sıvı ürünün 400 °C kütlece %5 oranında MCM-41, MCM-41/Al, MCM-41/Fe katalizörleri FT-IR spektrumları.



Şekil 8. Sıvı ürünün 400 °C kütlece %25 oranında MCM-41, MCM-41/Al, MCM-41/Fe katalizörleri FT-IR spektrumları.

4. Tartışma ve Sonuç

MCM-41, yüksek yüzey alanına ve düzenli gözenek boyutu dağılımına sahip gözenekli bir malzemedir. Bu malzeme, piroliz dönüşümü de dahil olmak üzere çeşitli kimyasal reaksiyonlarda katalizör olarak kullanılabilir. Piroliz dönüşümünde MCM-41 katalizörlerinin kullanılmasının çeşitli avantajları vardır. İlk olarak, MCM-41'in yüksek yüzey alanı ve düzenli gözenek boyutu dağılımı, katalitik reaksiyon için geniş bir aktif yüzey alanı sağlar. İkincisi, MCM-41'in mezogözenekli yapısı, reaktanların ve ürünlerin katalizör yoluyla difüzyonuna izin vererek dönüştürme sürecinde yüksek verimlilik sağlar. Metal destekli/desteksiz kütlece %5 lik MCM-41 katalizörü varlığında 52 adet ve %25 lik MCM-41 katalizörü varlığında 67 adet farklı bileşik tespit edilmiştir. Metal destekli/desteksiz kütlece %5'lik ve %25'lik MCM-41 katalizörü varlığında hesaplanan üst ısıl değerleri arasında çok ciddi bir fark gözlenmemiştir. Bu sebeple katalizör oranının düşük alınması daha uygun olacaktır. [Ratnasari ve ark. \(2020\)](#) piroliz yöntemi kullandıkları çalışmalarında MCM41 katalizörü varlığında hesaplanan üst ısıl değerinin bu çalışmada elde edilen üst ısıl değerleri ile benzer sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Ek olarak, piroliz dönüşümünde MCM-41 katalizörlerinin kullanımının ürün seçiciliğini iyileştirdiği ve istenmeyen yan ürünlerin oluşumunu azalttığı gösterilmiştir. Bu nedenle, MCM-41 katalizörlerinin kullanımı, prosesin etkinliğini ve seçiciliğini artırarak değerli ürünlerin veriminin artmasına yol açtığı için piroliz dönüşümü alanında büyük önem taşımaktadır. Yapılan denemeler sonunda biyokütle kaynağı olarak crambe orientalis bitkisinin kullanılabilmesi için MCM-41 grubu katalizörlerin bileşik çeşidi ve enerji değeri yüksek sıvı ürün eldesinde etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Teşekkür

Yapılan bu çalışma Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalında Doktora çalışması olarak yürütülmüş ve bu çalışmadaki öncül veriler kullanılarak hazırlanmıştır. Bu çalışma, YYÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığı tarafından FDK-2020-9219 no'lu proje olarak desteklenmiştir.

Kaynakça

- Adam, J., Antonakou, E., Lappas, A., Stöcker, M., Nilsen, M. H., Bouzga, A., ... & Øye, G. (2006). In situ catalytic upgrading of biomass derived fast pyrolysis vapours in a fixed bed reactor using mesoporous materials. *Microporous and Mesoporous Materials*, 96(1), 93-101. doi:10.1016/j.micromeso.2006.06.021
- Ateş, F., & Işıkdag, M. A. (2009). Influence of temperature and alumina catalyst on pyrolysis of corncob. *Fuel*, 88(10), 1991-1997. doi:10.1016/j.fuel.2009.03.008
- Aysu, T., & Durak, H. (2016). Bio-oil production via catalytic supercritical liquefaction of Syrian mesquite (*Prosopis farcta*). *The Journal of Supercritical Fluids*, 109, 26-34. doi:10.1016/J.SUPFLU.2015.11.002
- Beck, J. S., Vartuli, J. C., Roth, W. J., Leonowicz, M. E., Kresge, C. T., Schmitt, K. D., ... & Schlenker, J. L. (1992). A new family of mesoporous molecular sieves prepared with liquid crystal templates. *Journal of the American Chemical Society*, 114(27), 10834-10843. doi:10.1021/ja00053a020
- Bridgwater, A. V. (1994). Catalysis in thermal biomass conversion. *Applied Catalysis A: General*, 116(1), 5-47. doi:10.1016/0926-860X(94)80278-5
- Chen, M., Wang, J., Zhang, M., Chen, M., Zhu, X., Min, F., & Tan, Z. (2008). Catalytic effects of eight inorganic additives on pyrolysis of pine wood sawdust by microwave heating. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 82(1), 145-150. doi:10.1016/j.jaap.2008.03.001
- Chi, Y., Xue, J., Zhuo, J., Zhang, D., Liu, M., & Yao, Q. (2018). Catalytic co-pyrolysis of cellulose and polypropylene over all-silica mesoporous catalyst MCM-41 and Al-MCM-41. *Science of The Total Environment*, 633, 1105-1113. doi:10.1016/j.scitotenv.2018.03.239
- Corma, A. (1997). From microporous to mesoporous molecular sieve materials and their use in catalysis. *Chemical Reviews*, 97(6), 2373-2420. doi:10.1021/cr960406n
- Dhal, J. P., Dash, T., & Hota, G. (2020). Iron oxide impregnated mesoporous MCM-41: synthesis, characterization and adsorption studies. *Journal of Porous Materials*, 27(1), 205-216. doi:10.1007/s10934-019-00803-0

- Dobrzynski, P., Fabbri, D., Torri, C., Kasperczyk, J., Kaczmarczyk, B., & Pastusiak, M. (2009). A novel hydroxy functionalized polyester obtained by ring opening copolymerization of L-lactide with a pyrolysis product of cellulose. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 47(1), 247-257. doi:10.1002/pola.23149
- Durak, H. (2016). Pyrolysis of *Xanthium strumarium* in a fixed bed reactor: Effects of boron catalysts and pyrolysis parameters on product yields and character. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 38(10), 1400-1409. doi:10.1080/15567036.2014.947446
- Genel, S. (2022). *Biyokütleinin piroliz ve hidrotermal yöntemle farklı katalizör sistemleri kullanılarak sıvılaştırılması, elde edilen ürünlerin karakterizasyonu.* (Doktora tezi), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Van, Türkiye.
- Gedikli, Ü. (2017). *Metal destekli/desteksiz mcm-41 katalizörlerinin sentezi ve karakterizasyonu.* (Doktora tezi), Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Iliopoulou, E. F., Antonakou, E. V., Karakoulia, S. A., Vasalos, I. A., Lappas, A. A., & Triantafyllidis, K. S. (2007). Catalytic conversion of biomass pyrolysis products by mesoporous materials: Effect of steam stability and acidity of Al-MCM-41 catalysts. *Chemical Engineering Journal*, 134(1), 51-57. doi:10.1016/j.cej.2007.03.066
- Islam, M. N., Islam, M. N., & Beg, M. R. A. (2004). The fuel properties of pyrolysis liquid derived from urban solid wastes in Bangladesh. *Bioresource Technology*, 92(2), 181-186. doi:10.1016/j.biortech.2003.08.009
- Kawale, H. D., & Kishore, N. (2021). Comprehensive study on thermochemical putrefaction of *Delonix Regia* in non-catalytic, catalytic and hydro-catalytic pyrolysis atmospheres. *Renewable Energy*, 173, 223-236. doi:10.1016/j.renene.2021.03.139
- Kıncay, O., Utlu, Z., Ağustos, H., Akbulut, U., & Açıkgöz, Ö. (2009). Combining trend of renewable energy sources. *Sigma*, 27, 60-82.
- Li, A. M., Li, X. D., Li, S. Q., Ren, Y., Chi, Y., Yan, J. H., & Cen, K. F. (1999). Pyrolysis of solid waste in a rotary kiln: influence of final pyrolysis temperature on the pyrolysis products. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 50(2), 149-162. doi:10.1016/S0165-2370(99)00025-X
- Ozbay, N., Yargic, A. S., Yarbay Sahin, R. Z., & Yaman, E. (2019). Valorization of banana peel waste via in-situ catalytic pyrolysis using Al-Modified SBA-15. *Renewable Energy*, 140, 633-646. doi:10.1016/j.renene.2019.03.071
- Park, H. J., Heo, H. S., Jeon, J.-K., Kim, J., Ryoo, R., Jeong, K.-E., & Park, Y.-K. (2010). Highly valuable chemicals production from catalytic upgrading of radiata pine sawdust-derived pyrolytic vapors over mesoporous MFI zeolites. *Applied Catalysis B: Environmental*, 95(3), 365-373. doi:10.1016/j.apcatb.2010.01.015
- Park, Y.-K., Jun, B. R., Park, S. H., Jeon, J.-K., Lee, S. H., Kim, S.-S., & Jeong, K.-E. (2014). Catalytic conversion of cellulose over mesoporous Y zeolite. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 14(7), 5120-5123. doi:10.1166/jnn.2014.8406
- Ratnasari, D. K., Yang, W., Jönsson, P. G. (2020). Catalytic pyrolysis of lignocellulosic biomass: The influence of the catalyst regeneration sequence on the composition of upgraded pyrolysis oils over a H-ZSM-5/Al-MCM-41 catalyst mixture. *ACS omega*, 5(45), 28992-29001. doi:10.1021/acsomega.0c03272
- Torri, C., Lesci, I. G., & Fabbri, D. (2009). Analytical study on the pyrolytic behaviour of cellulose in the presence of MCM-41 mesoporous materials. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 85(1), 192-196. doi:10.1016/j.jaap.2008.11.024
- Williams, P. T., & Horne, P. A. (1995). The influence of catalyst type on the composition of upgraded biomass pyrolysis oils. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 31, 39-61. doi:10.1016/0165-2370(94)00847-T
- Xue, J., Zhuo, J., Liu, M., Chi, Y., Zhang, D., & Yao, Q. (2017). Synergetic effect of Co-pyrolysis of cellulose and polypropylene over an all-silica mesoporous catalyst MCM-41 using thermogravimetry–fourier transform infrared spectroscopy and pyrolysis–gas chromatography–mass spectrometry. *Energy & Fuels*, 31(9), 9576-9584. doi:10.1021/acs.energyfuels.7b01651
- Yu, F., Ji, D., Nie, Y., Luo, Y., Huang, C., & Ji, J. (2012). Study on the pyrolysis of cellulose for bio-oil with mesoporous molecular sieve catalysts. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 168(1), 174-182. doi:10.1007/s12010-011-9398-5



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Türkiye’de Meydana Gelen Trafik Kazalarının Yıllara ve Kazaya Sebebiyet Veren Kusurlara Göre Analizi

Serpil AKTAŞ ALTUNAY

Hacettepe Üniversitesi, Fen Fakültesi, İstatistik Bölümü, 06800, Ankara, TÜRKİYE

Serpil AKTAŞ ALTUNAY, ORCID No: 0000-0003-3364-6388

Sorumlu yazar e-posta: spxl@hacettepe.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 07.02.2023
Kabul: 07.06.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1248794

Anahtar Kelimeler

Genelleştirilmiş Doğrusal Modeller,
Sürücü kusuru,
Trafik kazaları

Öz: Trafik kazaları hem can hem de mal kaybına sebebiyet veren çok önemli bir felakettir. Trafik kazalarına neden olan unsurlar: sürücü kusuru, yolcu kusuru, yaya kusuru, yol kusuru ve araç kusuru olarak tanımlanmıştır. Bu çalışmada Türkiye genelinde 2008-2021 yılları arasında meydana gelen ölümlü ve yaralanmalı trafik kaza sayıları ve buna sebep olan kusurlar ele alınarak Genelleştirilmiş Doğrusal Modeller (GDM) yardımı ile analiz edilmiştir. GDM özellikle hatanın dağılımının Normal dağılıma uymadığı, sabit varyans olmadığı, yanıt değişkeninin kategorik ya da kesikli olduğu durumda doğrusal modeller yerine kullanılan ve daha esnek olan bir yöntemdir. Kaza sayısında yıllara göre değişim olup olmadığı ve en çok hangi kusur sebebiyle kazaların meydana geldiği araştırılmıştır. Kaza sayıları değişkeninde aşırı yayılım söz konusu olduğundan aşırı yayılım durumunu dikkate alan ve Poisson dağılımının kullanıldığı GDM ile çözümleme yapılmıştır. Çözümleme sonucunda hem yıl değişkenine ait hem de kusur değişkenine ait parametre tahminleri elde edilmiştir. Sonuçlara göre ölümlü ve yaralanmalı kazalara sebebiyet veren kusurlar içinde en yüksek oranı sürücü kusuru oluşturmaktadır. Yıllara göre ölümlü ve yaralanmalı kaza sayılarında anlamlı bir düşüş olmadığı gözlemlenmiştir.

Analysis of Traffic Accidents in Turkey by Years and Faults Causing the Accident

Article Info

Received: 07.02.2023
Accepted: 07.06.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1248794

Keywords

Driver fault,
Generalized Linear Models,
Traffic accidents

Abstract: Traffic accidents are a critical disaster that causes loss of life and property. Factors causing traffic accidents are defined as driver fault, passenger fault, pedestrian fault, road fault, and vehicle fault. In this study, we analyzed the number of fatal and injury traffic accidents-occurred in Turkey between 2008-2021 and the resulting defects by the support of Generalized Linear Models (GDM). GDM is a more flexible method that is used instead of linear models, especially in cases where the error distribution does not fit the Normal distribution, there is no fixed variance, or the response variable is categorical or discrete. We investigate whether there is a change in the number of accidents according to the years and which faults occur the most. Since there is overdispersion in the accident number variable, we used the GDM for the analysis which considers the overdispersion and uses the Poisson distribution. As a result, we estimated the parameters for both variables, i.e., the year and defect. Driver fault has the highest rate among the faults causing fatal and injury accidents. We found that there was no significant decrease in the number of fatal and injury accidents over the years.

1. Giriş

Türkiye’de ulaşımın %90’dan fazlası karayolları ile yapılmakta ve buna bağlı olarak da trafik kazaları ciddi bir tehdit olarak süregelmektedir. Trafik kazaları can ve mal kaybına yol açtığı gibi aynı zamanda toplum üzerinde de ciddi sosyolojik ve psikolojik yıkımlara sebep olmaktadır. TÜİK Trafik Kazaları 2021 raporunda yer alan bilgilere göre 2021 yılında toplam 1186353 adet trafik kazası meydana gelmiş; bu kazaların 998390 adedi maddi hasarlı, 187963 adedi ise ölümlü yaralanmalı sonuçlanmıştır. Trafik güvenliğine ilişkin önlemlerin alınabilmesi hem araç hem yaya trafiğinin düzenlenmesi ve denetlenmesi amacıyla trafik istatistiklerin düzenli bir şekilde toplanması ve bu rakamlardan yararlanılması ve bununla ilgili kuralların koyulması çok önemlidir. Trafik kazalarının ciddi bir toplumsal sorun olması ve sorunun sebeplerinin ortaya çıkarılması, kaza sayılarının azaltılmasıyla ilgili Türkiye’de ve dünyada çok sayıda araştırma yapılmaktadır (Kockelman & Kweon, 2002; Yamamoto & Shankar, 2004; Chang & Wang, 2006; Milton ve ark., 2008; Singh 2017). Bu araştırmalardan elde edilen her türlü bulgulara göre kuralların hangi unsur ya da unsurlara bağlı olarak düzenlenmesi, geliştirilmesi, toplumun bilinçlendirilmesi, dikkatin hangi alana çekilmesine karar verilmesi açısından çok önemlidir.

Temel & Özcebe (2006) Türkiye’de trafik kazalarının epidemiyolojisi ve nedenlerini tartışmıştır. Akgüngör & Doğan (2010) regresyon analizi, yapay sinir ağları (YSA) ve genetik algoritma yöntemlerini kullanarak İzmir ili için trafik kaza tahmin modelleri geliştirmişlerdir. Bayata & Hattatoğlu (2010) 1974–2007 yılları arasındaki ceza alan istatistiksel bir modelleme yapmış, sonuçta ceza alan sürücülerin sayısının artması, kaza sayılarında bir azalma göstermediği sonucuna ulaşmışlardır. Delice (2012) Türkiye’de polis tarafından yapılan trafik denetimleri sayıları ile trafik kazaları sayıları arasındaki ilişkiyi incelemiştir. Çinicioğlu ve ark. (2013) trafik kazalarının oluşumunda rol oynayan faktörlerin tespiti ve bu faktörlerin birbirleriyle olan etkileşimlerinin Bayes Ağları aracılığıyla analiz etmişlerdir. Sungur ve ark. (2014) trafik kazalarında insan faktörünün yani sürücü, yolcu ve yaya’nın % 99.12 sorumlu olduğunu ifade etmişlerdir. Coğrafi Bilgi sistemleri kullanılarak da trafik kazalarının incelendiği çalışmalar da mevcuttur (Yılmaz ve ark., 2009; Siyavuş, 2022). Ünlü & Aktaş (2015) Çokterimli Dağılım varsayımı altında trafik kazalarının günlere ve aylara göre dağılımlarının rastgele olup olmadığı eşit olasılıklar olarak test etmişlerdir. Hipotez testi sonucunda yıllara ve haftanın günlerine göre dağılımların eşit olasılıklı olduğu iddiası reddedilmiştir. Söylemez ve ark. (2016) yaptıkları çalışmada Ankara ilinde 2010 yılında meydana gelen trafik kazaları için birliktelik kuralı analizi kullanarak kural çıkarımı çalışması yapmışlardır. Bu kurallar sayesinde yol durumu, hava durumu vb. durumlarda hangi olasılıklarla kazalarda kaza sonucu kimsenin ölümü veya yaralı olmama durumu tahmin etmişlerdir. Trafik kazaları ile ilgili mekansal analizlerde yapılmaktadır (Black, 1991; Özlü ve ark., 2021). Bu gibi analizlerde kaza sayılarının analizinin yanı sıra kazanın olduğu konum bilgisi de modellerde yer almaktadır.

Emniyet Genel Müdürlüğü tarafından Temmuz 2023’de yayınlanan Trafik İstatistik Bülteninde yer alan, Karayolu Trafik Kaza İstatistiklerinde, trafik kazalarına sebep olan kusurlar şu şekilde tanımlanmıştır: Sürücü kusuru, Yaya kusuru, Yolcu kusuru, Araç ve Yol kusurudur. Kazalarda en büyük payı sürücü kaynaklı kusurlar almaktadır (EGM Trafik İstatistik Bülteni, 2023).

Bu çalışmada yıllara göre trafik kazalarına sebep olan kusurlar incelenmiş ve yıllara göre bir değişiklik olup olmadığı Genelleştirilmiş Doğrusal Modeller (GDM) ile analiz edilmiştir. Amaç trafik kazalarında yıllara göre nasıl bir trend olduğunu görmek hem de kusurları analiz etmektir.

2. Yöntem

Bu çalışmada Türkiye genelinde 2008-2021 yılları arasında meydana gelen ölümlü ve yaralanmalı olarak sonuçlanan trafik kazalarına sebep olan kusurların (sürücü kusuru, yolcu kusuru, yaya kusuru, yol kusuru ve araç kusuru) hangilerinin kazaya sebebiyet vermede daha önemli olduğu ve aynı zamanda bu sebeplerde yıllara göre bir değişiklik olup olmadığı GDM ile incelenmiştir.

Doğrusal modellerde, parametre tahmini, hipotez testleri ve güven aralıklarının tahmini gibi çıkarsamalı istatistiğe dayalı işlemlerde yanıt değişkeni üzerinde normallik varsayımı çok önemlidir. Bu gibi bazı temel varsayımların sağlanmadığı durumlarda GDM kullanılmaktadır. GDM ise doğrusal regresyon modelinin genel ve daha esnek bir yapısıdır. Eğer açıklayıcı değişkenler ile yanıt değişkeni arasındaki ilişki doğrusal değilse; hata varyansı sabit değilse ya da yanıt değişkeni kategorik ya da kesikli ise klasik doğrusal regresyon modeli uygun olmayacaktır (McCullagh & Nelder, 1989). Bu

durumda GDM kullanılır ve daha iyi sonuçlar verir. Bu tür modellerde bağımlı değişkenin ya da yanıt değişkenine ait hataların üstel aileden geldiği varsayılır. Üstel dağılım ailesi Normal, Binom, Poisson ve Gamma gibi dağılımlardan oluşur. GDM, sistematik bileşen, rastgele bileşen ve bağ fonksiyonu olmak üzere üç bileşenden oluşur. Y bağımlı değişken μ_i ortalamaya sahip ve üstel aileden gelen yanıt değişkeni olsun.

X_1, X_2, \dots, X_k ‘dan oluşan açıklayıcı değişkenler için doğrusal tahmin edici η olmak üzere

$$\eta_i = \beta_0 + \beta_1 X_{i1} + \beta_2 X_{i2} + \dots + \beta_k X_{ik} \quad (1)$$

olarak tanımlanır.

Link fonksiyonu i . gözlemin ortalaması ile doğrusal bileşen arasında bir ilişkiyi tanımlar ve $g(.)$ ile gösterilir.

$$\eta_i = g(E(Y_i)) = g(\mu_i) = X' \beta. \quad (2)$$

Buradan

$$\mu_i = E(Y_i) = g^{-1}(\eta_i) = g^{-1}(X' \beta) \quad (3)$$

elde edilir.

GDM yaklaşımında eğer, X 'ler ve Y arasındaki ilişki doğrusal değilse, bu durum link fonksiyonu yardımıyla doğrusal tahmin ediciye bağlı olarak kitle ortalaması tahmin edilir (Madsen & Thyregod, 2011).

GDM'nin varsayımları şunlardır:

- Veriler bağımsız ve rastgele olmalıdır. Herbir rastlantı değişkeni aynı olasılık dağılımına sahip olmalıdır.
- Yanıt değişkeni Normal dağılımdan gelmek zorunda değildir ancak Binom, Poisson, Çokterimli gibi üstel aileden gelmelidir.
- Yanıt değişkeni bağımlı değişkenler ile doğrusal bir ilişkiye sahip olmak zorunda değildir ancak link fonksiyonu ile doğrusal olarak bağımlı olmalıdır.
- Hatalar bağımsız olmalıdır.

GDM'de parametre tahminleri Olağan Enküçük Kareler (OLS) ile değil Ençok Olabilirlik (ML) yöntemi ile yapılır. Dağılımlara göre hangi link fonksiyonunun uygun olduğu Çizelge 1'de gösterilmiştir.

Çizelge 1. Dağılımlara göre link fonksiyonları

Olasılık Dağılımı	Link fonksiyonu
Normal dağılım	Birim fonksiyon
Binom dağılımı	Lojit fonksiyon
Poisson dağılımı	Log-link, log-linear

Bu çalışmada yanıt değişkeni kaza sayıları olduğu için Poisson dağılımına uygun olarak log-linear link fonksiyonu kullanılmıştır. Poisson dağılımına göre aşırı yayılım(overdispersion) olduğundan aşırıyayılım varsayımı altında Poisson dağılımına göre olan GDM kullanılmıştır. Poisson dağılımı varsayımına göre çözülen GDM'de temel bir sorun aşırıyayılım durumudur. Yani Poisson dağılımında beklenen değer ile varyansın eşit olmaması durumudur. Bu durumun varlığı n : denek sayısı ; k : değişken sayısı olmak üzere aşırıyayılım indeksi ile hesaplanır (ϕ).

Bu indeks,

$$\phi = \frac{\sum_i \frac{(Y_i - \hat{\mu}_i)^2}{\hat{\mu}_i}}{n - k} \quad (4)$$

formülü ile hesaplanır. Eğer $\phi > 1$ ise aşırıyayılım vardır (Cameron & Trivedi,1998). GDM model varsayımı altında Odds oranı, bir kategorinin bir referens grubuna göre yanıt değişkeni üzerinde yaratacağı değişikliği göstermektedir (Myers ve ark., 2010). Eğer log link fonksiyonu ile Poisson dağılımı varsayımı altında GDM çözümlenmesi yapılıyorsa; açıklayıcı değişkenlerden birisine ait i . kategorinin referans kategorisine göre yanıt değişkeni üzerinde $Exp(\beta)$ kadar bir değişiklik yaratacağı anlamına gelmektedir (Aktaş Altunay ve ark., 2021).

3. Bulgular

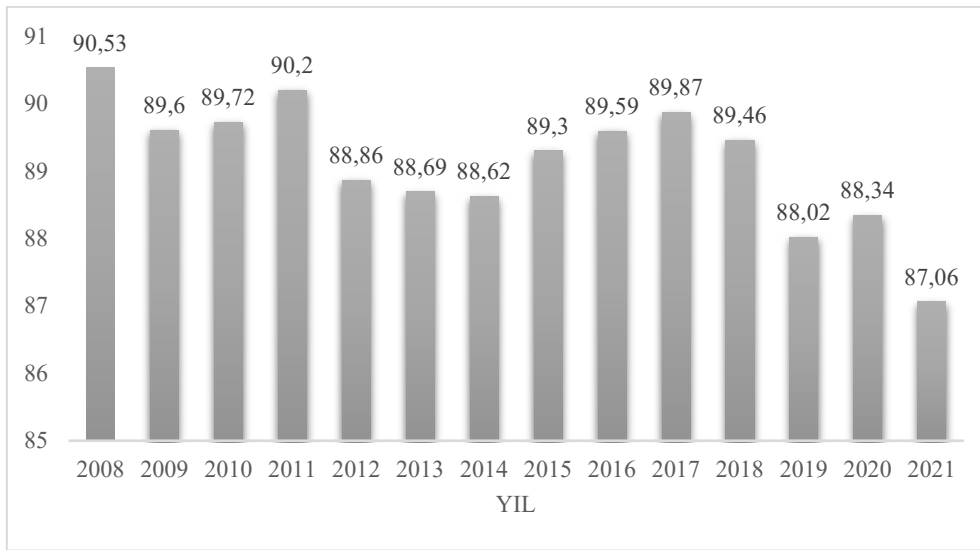
Veriler TÜİK İstatistik Veri Portal’ından alınmıştır (<https://data.tuik.gov.tr/>). Aynı zamanda TÜİK tarafından yayınlanan Karayolu Trafik Kaza İstatistikleri 2021’den de yararlanılmıştır. Veriler herkesin kullanımına açık bir kaynaktan elde edildiği için bu çalışma için etik kurul onayına gerek yoktur.

Trafik kazaları istatistiklerinde kazaya sebep olan kusur türleri Şekil 1’de verilmiştir.



Şekil 1. Trafik kazalarına sebebiyet veren kusur çeşitleri.

Şekil 2’de sürücü kusurunun yıllara göre toplam kaza sayısındaki oranı verilmiştir. Sürücü kaynaklı kazaların toplam kaza sayısındaki payında 2008’den 2021’e sadece %3.47’lik bir azalma olduğu görülmektedir.



Şekil 2. Yıllara göre sürücü kusurunun toplam kaza sayısına oranı.

Çizelge 2’de TÜİK İstatistik Veri Portalı Ulaştırma ve Haberleşme İstatistiklerinde 2002-2021 yılları arasında meydana gelen kazaların kusurlara göre dağılımı yer almaktadır. Ancak 2008 yılından itibaren sadece ölüm ve yaralanmalı kaza sayıları verildiğinden 2008-2021 yıllarına ait veriler kullanılmıştır. Çizelge 3’te ise kusurların toplam kaza sayısındaki oranı verilmiştir.

Çizelge 2. 2008-2021 Yılları arasında meydana gelen trafik kazalarının kusurlara göre dağılımı

Yıl	Toplam	Sürücü kusuru	Yolcu kusuru	Yaya kusuru	Yol kusuru	Araç kusuru
2008	167 231	151 386	713	13 995	698	439
2009	155 982	139 758	640	14 181	958	445
2010	157 970	141 728	564	14 171	992	515
2011	174 605	157 494	677	14 860	1044	530
2012	181 266	161 076	797	17 672	1124	597
2013	183 030	162 327	774	16 458	1913	1558
2014	193 215	171 236	901	18 115	1841	1122
2015	21 0498	187 980	915	18 522	1916	1165
2016	213 149	190 954	869	18 612	1717	997
2017	213 325	191 717	782	18 095	1619	1112
2018	217 898	194 928	1916	18 394	1300	1360
2019	204 538	180 042	2572	16 726	1045	4153
2020	177 867	157 128	2577	12 520	897	4745
2021	224 418	195 382	3941	18 398	936	5761

Çizelge 3. Kusurların toplam kaza sayısındaki oranı

YIL	Toplam Kaza Sayısı	Sürücü kusurunun toplam kusura oranı %	Yolcu kusurunun toplam kusura oranı %	Yaya kusurunun toplam kusura oranı %	Yol kusurunun toplam kusura oranı %	Araç kusurunun toplam kusura oranı %
2008	167 231	90.53	0.43	8.37	0.42	0.26
2009	155 982	89.60	0.41	9.09	0.61	0.29
2010	157 970	89.72	0.39	9.86	0.69	0.36
2011	174 605	90.20	0.39	8.51	0.60	0.30
2012	181 266	88.86	0.44	9.75	0.62	0.33
2013	183 030	88.69	0.42	8.99	1.05	0.85
2014	193 215	88.62	0.47	9.38	0.95	0.58
2015	210 498	89.30	0.43	8.80	0.91	0.55
2016	213 149	89.59	0.41	8.73	0.81	0.47
2017	213 325	89.87	0.37	8.48	0.70	0.52
2018	217 898	89.46	0.88	8.44	0.60	0.62
2019	204 538	88.02	1.26	8.18	0.51	2.03
2020	177 867	88.34	1.45	7.04	0.50	2.67
2021	224 418	87.06	1.76	8.20	0.42	2.57

Veriler, R Programı, Jamovi ve SPSS programlarında GDM ile çözülmüş ve Aşırıyayılım indeksi $\hat{\phi} = 683.879$ olarak hesaplanmıştır (Gallucci, 2019). Bu indeksin ‘1’den oldukça büyük olması bağımlı değişkende yani kaza sayıları değişkeninde aşırıyayılım olduğunu göstermektedir. Aşırıyayılım bir sorun olduğu için bu sorunu gideren yöntemler kullanılmalıdır. Bu nedenle aşırıyayılım varsayımı altında Poisson GDM kullanılmıştır. Modelde kaza sayısı yanıt değişkeni, kusur türleri ve yıl değişkenleri de açıklayıcı değişken olarak alınmıştır. Çizelge 4’de verilen Olabilirlik Oran değerlerine göre hem “Kusur” hem de “Yıl” değişkenlerinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir

($P < 0.001$). Olabilirlik oran sonuçlarında “Yıl” değişkeni hem eşdeğişken(covariate), hem de faktör alınarak çözümlene yapılmıştır. Bu etkilerin anlamlı olmaları kusurlara göre bir farklılık ve yıllara göre bir trend olduğu anlamına gelir.

Çizelge 4. Olabilirlik oran test sonuçları

Değişken	Ki-Kare	sd	P	Değişken	Ki-Kare	sd	P
Kusur	9261.8	4	<0.001	Kusur	10443.8	4	<0.001
YIL (eşdeğişken)	32.8	1	<0.001	Yıl (faktör)	59.8	13	<0.001

Poisson dağılımı varsayımı ile elde edilen GDM modeline ait parametre tahminleri ve %95 güven aralıkları Çizelge 5’te verilmiştir. Burada elde edilen modelde 2008 ile 2021 yılları arasındaki “Yıl” değişkeni eşdeğişken alınmıştır. Sürücü, yolcu, yaya, yol ve araç kusurlarına ait parametre tahminlerinin anlamlı olduğu görülmektedir ($P < 0.001$).

Çizelge 5. Parametre tahminleri ve %95 güven aralıkları (yıl değişkeni eşdeğişken)

Parametre	β	St.Hata	%95 GA Alt Sınır	%95 GA Üst Sınır	Wald Ki-kare	sd	P
Sabit	-38.362	0.3064	-38.963	-37.761	15670.568	1	<0.001
Sürücü kusuru	4.578	0.0064	4.565	4.590	508125.483	1	<0.001
Yolcu kusuru	-0.273	0.0097	-0.292	-0.254	791.390	1	<0.001
Yaya kusuru	2.243	0.0067	2.229	2.256	111381.162	1	<0.001
Yol kusuru	-0.308	0.0098	-0.328	-0.289	986.005	1	<0.001
Araç kusuru	0 ^a
YIL	0.023	0.0002	0.022	0.023	22378.847	1	<0.001

“Yıl” değişkeni de anlamlı elde edilmiştir ancak bu değer sıfıra çok yakın olduğundan yıllara göre bir trend olup olmadığına net karar verilemez. Bu bilgi yıl değişkeninin hangi yıla göre olduğu bilgisini vermediğinden daha detaylı bilgi elde etmek için “Yıl” değişkeninin faktör olarak alındığı modele ait parametre sonuçları da Çizelge 6’da verilmiştir.

Çizelge 6’daki parametre tahminlerine bakıldığında tüm katsayıların anlamlı olduğu görülmektedir ($P < 0.001$). Bu model bir ANOVA modeli gibi düşünülürse yanıt değişkeni üzerinde etkili olan değişkenlerden hangilerinin farkı yarattığını ortaya çıkarmak için post-hoc testi yapılır. “Kusur” ve “Yıl” değişkenlerine ait post-hoc sonuçları Çizelge 7-8’de verilmiştir. Post-hoc testlerinde karşılaştırmalara ait P değerlerinde Holm düzeltmesi kullanılmıştır.

Çizelge 7’de yer alan ikili karşılaştırmalar hem iki kusur arasında fark olup olmadığını göstermekte hem de aralarında fark olan karşılaştırmalar için odds oranını vermektedir. Örneğin sürücü kusuru ile araç kusuru arasında fark vardır. Bu farka ait odds oranı 97.2748 elde edilmiştir. Bu değer; bir kazanın araç kusuruna göre sürücü kusuru ile meydana gelmesi, kaza sayısını 97.2748 kat arttırmaktadır. Odds oranının anlamlı olarak yorumlanabilmesi için 1’den büyük olması gereklidir. Örneğin yol kusuru ile araç kusuru arasında fark olmadığı görülmektedir ve aynı zamanda bu iki farka ait odds oranı 0.7347’dir. Bu değer 1’den küçük olduğu için iki kusur arasında bir üstünlük yer almamaktadır. Çizelge 8’de aralarında istatistiksel olarak anlamlı fark olan yıllar verilmiştir. Bunun dışında kalan tüm karşılaştırmalarda fark çıkmamıştır.

Çizelge 6. Parametre tahminleri ve %95 güven aralıkları (yıl değişkeni faktör)

Parametre	β	St.Hata	%95 GA Alt Sınır	%95 GA Üst Sınır	Wald Ki-kare	sd	P
(Intercept)	7.628	0.0067	7.615	7.641	1295973.495	1	<0.001
Sürücü kusuru	4.578	0.0064	4.565	4.590	508125.370	1	<0.001
Yolcu kusuru	-0.273	0.0097	-0.292	-0.254	791.388	1	<0.001
Yaya kusuru	2.243	0.0067	2.229	2.256	111381.162	1	<0.001
Yol kusur	-0.308	0.0098	-0.328	-0.289	986.003	1	<0.001
Araç kusuru	0 ^a
[YIL=2008]	-0.294	0.0032	-0.300	-0.288	8290.272	1	<0.001
[YIL=2009]	-0.364	0.0033	-0.370	-0.357	12177.128	1	<0.001
[YIL=2010]	-0.351	0.0033	-0.358	-0.345	11428.854	1	<0.001
[YIL=2011]	-0.251	0.0032	-0.257	-0.245	6185.985	1	<0.001
[YIL=2012]	-0.214	0.0032	-0.220	-0.207	4572.611	1	<0.001
[YIL=2013]	-0.204	0.0031	-0.210	-0.198	4189.606	1	<0.001
[YIL=2014]	-0.150	0.0031	-0.156	-0.144	2326.949	1	<0.001
[YIL=2015]	-0.064	0.0030	-0.070	-0.058	445.374	1	<0.001
[YIL=2016]	-0.052	0.0030	-0.057	-0.046	290.155	1	<0.001
[YIL=2017]	-0.051	0.0030	-0.057	-0.045	281.051	1	<0.001
[YIL=2018]	-0.029	0.0030	-0.035	-0.024	96.102	1	<0.001
[YIL=2019]	-0.093	0.0031	-0.099	-0.087	920.680	1	<0.001
[YIL=2020]	-0.232	0.0032	-0.239	-0.226	5362.523	1	<0.001
[YIL=2021]	0 ^a

Çizelge 7. Kusur değişkeni için Post-Hoc karşılaştırmalar

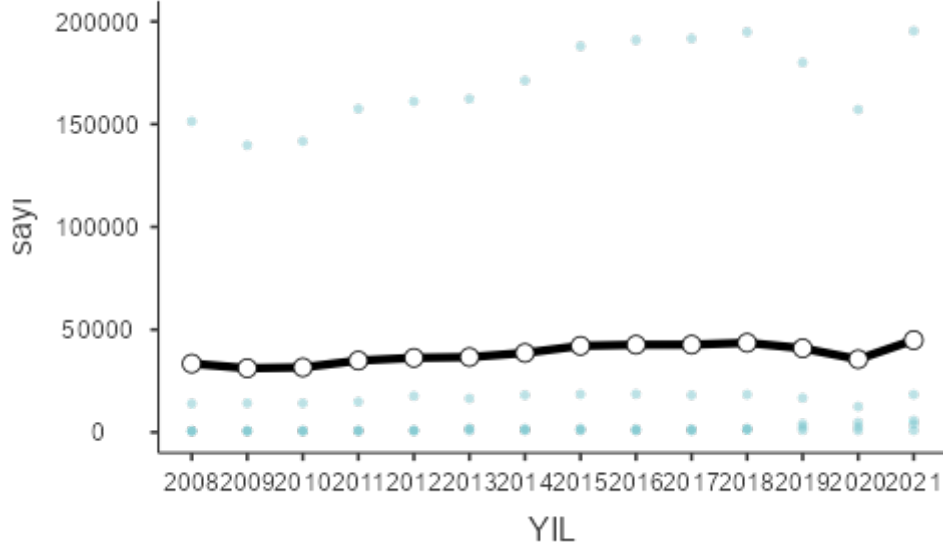
Kusur	Exp(β)	St.Hata	Z	P
Sürücü kusuru araç kusuru	97.2748	16.3357	27.258	<.001
Sürücü kusuru yaya kusuru	10.3292	0.5890	40.951	<.001
Sürücü kusuru yol kusuru	132.3964	25.9038	24.972	<.001
Sürücü kusuru yolcu kusuru	127.8644	24.5885	25.226	<.001
Yaya kusuru araç kusuru	9.4175	1.6549	12.762	<.001
Yaya kusuru yol kusuru	12.8177	2.5940	12.604	<.001
Yol kusuru araç kusuru	0.7347	0.1886	-1.201	0.690
Yolcu kusuru araç kusuru	0.7608	0.1934	-1.076	0.690
Yolcu kusuru yaya kusuru	0.0808	0.0161	-12.634	<.001
Yolcu kusuru yol kusuru	1.0354	0.2830	0.127	0.899

Çizelge 8. Yıl değişkeni için Post-Hoc karşılaştırmalar

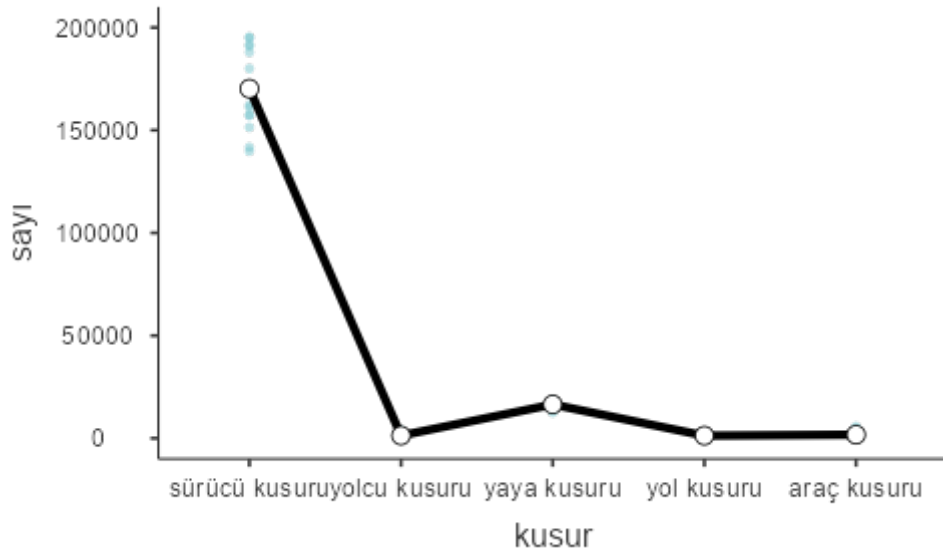
YIL	Exp(β)	St.Hata	Z	P
2008 2018	0.767	0.0614	-3.3056	0.076**
2009 2015	0.741	0.0610	-3.6431	0.022*
2009 2016	0.732	0.0600	-3.8053	0.012*
2009 2017	0.731	0.0600	-3.8160	0.012*
2009 2018	0.716	0.0585	-4.0927	0.004*
2009 2019	0.763	0.0631	-3.2737	0.084**
2009 2021	0.695	0.0564	-4.4809	<.001
2010 2015	0.750	0.0615	-3.5018	0.037*
2010 2016	0.741	0.0606	-3.6643	0.021*
2010 2017	0.741	0.0605	-3.6750	0.020*
2010 2018	0.725	0.0590	-3.9522	0.007*
2010 2021	0.704	0.0569	-4.3410	0.001*

** : P<0.10'da anlamlı ; * : P<0.05'de anlamlı

2020’de kazalarda bir azalış sözkonusu iken 2021’de tekrar bir artış gözlenmektedir (Şekil 3). Ardışık gelen yılların hiçbirisinde istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmezken en az 5 yıl sonraki zaman diliminde kaza sayılarında bir değişim olduğu görülmektedir. Bu değişim sürekli düşüş şeklinde gerçekleşmemiş zaman zamanda artışlar gözlenmiştir. Artışların nedeni trafiğe her yıl kayıt olan araç sayısının artması ve nüfus artışı ile orantılıdır. Kusurlarda ise birinci sırada açık ara ile sürücü kusuru gelmektedir. İkinci sırada ise yaya kusuru gelmektedir (Şekil 4).



Şekil 3. Yıllara göre toplam kaza sayısı.



Şekil 4. Kusura göre kazaların dağılımı.

4. Tartışma ve Sonuç

Trafik kazaları can ve mal kaybına neden olmasının yanında ekonomik, sosyolojik ve psikolojik açıdan da ciddi sorunlara yol açmaktadır. Yapılan çalışmalar kazalara sebebiyet veren bir numaralı faktörün sürücü kaynaklı kusurlar olduğunu göstermektedir. Bu çalışmada, Türkiye’de 2008-2021 yılları arasında meydana gelen ölümlü ve yaralanmalı trafik kazalarının incelenmesi amaçlanmıştır.

GDM ile kaza sayısı yanıt değişkeni; yıl ve kusur türleri de açıklayıcı değişkenler alınıp bir modelleme yapılmıştır. GDM sonucunda hem “Kusur” hem de “Yıl” değişkeni istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Kusurlara bakıldığında 2008 ile 2021 yılları arasında en büyük payı %88 - %90 ile (Çizelge 3) sürücü kaynaklı kusurların oluşturduğu görülmektedir. Bu gözlenen durum, model sonucunda post-hoc testinde de ortaya çıkmış, sürücü kaynaklı kusurlar diğerlerinden farklı bulunmuştur. Sürücü hatalarına bağlı kazalar; aşırı hız, hatalı sollama, takip mesafesine uymama, uykusuz ve yorgun araç kullanma, alkollü olarak araç kullanma, kırmızı ışık ihlali, emniyet kemerinin takılmaması ve diğer hayati trafik kurallarına uyulmaması gibi nedenlerden kaynaklanmaktadır. Tablo 6’deki sonuçlara bakıldığında sürücü kusurunun diğer kusurlara göre ciddi oranda kazayı arttırdığı odds oranlarından da görülmektedir. 1 Temmuz 2017 tarihinde uygulamaya geçen Elektronik Denetim Sistemleri ile de kazalarda bir azalış olduğu ifade edilsede yine de kaza sayılarında önemli bir düşüş olmadığı gözlenmektedir. Emniyet genel müdürlüğü tarafından yayınlanan Temmuz 2022 ayına ait trafik istatistik bülteninde trafik kazalarına neden olan unsurlar 2022’de yine Sürücü kusuru=107524; Yaya kusuru=12051; Araç kusuru=2931; Yol kusuru=486 ve Yolcu kusuru=1760 olarak verilmiştir.

Kazalarda en büyük payın sürücü kaynaklı kusurlardan kaynaklandığı gerçeği ile toplumda trafik ile ilgili farkındalığın artırılması, toplumun trafik konusunda eğitilmesi, bu bilincin çok küçük yaşlardan itibaren verilmesi önem kazanmaktadır. Ayrıca gelişen mühendislik teknolojileri ile yol ve araç güvenliğini arttıran ve hatta otonom araçların devreye girmesi ile insan faktörünün azaltılması kazaların azalmasında bir önlem olacaktır. Çalışmanın kısıtları olarak; daha uzun yıllar veri toplanabilmesi, incelenen zaman aralığında hem nüfus artışı hem de her yıl trafiğe yeni kayıt olan araç sayısının modele katılmaması olarak söylenebilir.

Kaynakça

- Akgüngör, A. P., & Doğan, E. (2010). Farklı yöntemler kullanılarak geliştirilen trafik kaza tahmin modelleri ve analizi. *International Journal of Engineering Research and Development*, 2(1), 16-22.
- Aktaş Altunay, S., Yılmaz, A. E., Bahcecitapar, M., & Bakacak Karabenli, L. (2021). *SPSS ve R Uygulamalı Kategorik Veri Çözümlemesi*. Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- Bayata, H., & Hattatoğlu, F. (2010). Yapay sinir ağları ve çok değişkenli istatistik yöntemlerle trafik kaza modellemesi. *Erzincan University Journal of Science and Technology*, 3(2), 207-219.
- Black, W. R. (1991). Highway accidents: A spatial and temporal analysis. *Transportation Research Record*, 1318, 75-82.
- Cameron, A. C., & Trivedi, P. K. (1998). *Regression Analysis of Count Data*. New York, USA: Cambridge University Press.
- Chang, L. Y., & Wang, H. W. (2006). Analysis of traffic injury severity: An application of non-parametric classification tree techniques. *Accident Analysis and Prevention*, 38(5), 1019-1027. doi:10.1016/j.aap.2006.04.009
- Çinicioğlu, E. N., Atalay, M., & Yorulmaz, H. (2013). Trafik kazaları analizi için bayes ağları modeli. *Bilişim Teknolojileri Dergisi*, 6(2), 41-52.
- Delice, M. (2012). Hız, alkol ve genel trafik denetimlerinin trafik kazaları üzerindeki etkilerinin incelenmesi. *Atatürk Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi*, 16(2), 27-44.
- EGM Trafik İstatistik Bülteni (2023). *EGM Trafik İstatistik Bülteni, 2023*. EGM Trafik Başkanlığı. <https://www.trafik.gov.tr/kurumlar/trafik.gov.tr/04-Istatistik/Aylik/202305/Mayis2023.pdf> Erişim tarihi: 03.12.2023.
- Gallucci, M. (2019). *GAMLj: General analyses for linear models*. [jamovi module]. Retrieved from <https://gamlj.github.io/>.
- IBM SPSS. (2021) IBM Corp. Released 2021. IBM SPSS Statistics for Windows, Version 28.0. Armonk, NY: IBM Corp.
- Jamovi (2021). *jamovi*. (Version 1.8) [Computer Software]. Retrieved from <https://www.jamovi.org>.
- Kockelman, K. M., & Kweon, Y. J. (2002). Driver injury severity: an application of ordered probit models. *Accident Analysis and Prevention*, 34(3), 313-321. doi:10.1016/S0001-4575(01)00028-8
- Madsen, H., & Thyregod, P. (2011). *Introduction to General and Generalized Linear Models*. Chapman & Hall.

- McCullagh, P., & Nelder, J. (1989). *Generalized Linear Models (2nd ed.)*. Boca Raton, FL: Chapman and Hall/CRC.
- Milton, J. C., Shankar, V.N. & Mannering F.L. (2008). Highway accident severities and the mixed logit model: An exploratory empirical analysis. *Accident Analysis and Prevention*, 40(1), 260-266. doi:10.1016/j.aap.2007.06.006
- Myers, R.H., Montgomery, D.C., Vining, G.G., & Robinson, T.J. (2010). *Generalized Linear Models with Applications in Engineering and the Sciences*, John Wiley & Sons.
- Özlü, T., Haybat, H., & Zerenöglu, H. (2021). Trafik kazalarının zamansal ve mekânsal incelenmesi: Eskişehir şehir örneği. *International Journal of Geography and Geography Education*, 43, 136-158. doi:10.32003/igge.746447
- R Core Team (2021). *R: A Language and environment for statistical computing*. (Version 4.0) [Computer software]. Retrieved from <https://cran.r-project.org>.
- Singh, S. K. (2017). Road traffic accidents in India: issues and challenges. *Transportation Research Procedia*, 25, 4708-4719. doi:10.1016/j.trpro.2017.05.484
- Siyavuş, A. E. (2022). Üsküdar'da meydana gelen trafik kazalarının coğrafi bilgi sistemleri yardımıyla analizi. *Trafik ve Ulaşım Araştırmaları Dergisi*, 5(1), 65–82. doi:10.38002/tuad.1097692
- Söylemez, İ., Doğan, A., & Özcan, U. (2016). Trafik kazalarında birliktelik kuralı analizi: Ankara ili örneği. *Ege Academic Review*, 16, 11-20.
- Sungur, İ., Akdur, R., & Piyal, B. (2014). Türkiye'deki trafik kazalarının analizi. *Ankara Medical Journal*, 14(3), 114-124.
- Temel, F., & Özcebe, H. (2006), Türkiye'de karayollarında trafik kazaları. *Sürekli Tıp Eğitimi Dergisi*, 15(11), 192-198.
- Ünlü, H., & Aktaş, S. (2015, Kasım), *Çok terimli dağılım varsayımı altında trafik kazalarının aylara ve günlere göre dağılımı*. 6. Karayolu Trafik Güvenliği Sempozyumu, Ankara.
- Yamamoto, T., & Shankar, V. N. (2004). Bivariate ordered-response probit model of driver's and passenger's injury severities in collisions with fixed objects. *Accident Analysis and Prevention*, 36(5), 869-876. doi:10.1016/j.aap.2003.09.002
- Yılmaz, İ., Erdoğan, S., Baybura, T., Güllü, M., & Uysal, M. (2009). Coğrafi Bilgi Sistemi yardımıyla trafik kazalarının analizi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 7(2), 135-150.



Research Article

LMI Approach for Asymptotical Stability of Riemann–Liouville Nonlinear Fractional Neutral Systems with Time-Varying Delays

Erdal KORKMAZ*, Abdulhamit ÖZDEMİR

Muş University, Faculty of Science and Literature, Department of Mathematics, 49250, Muş, Türkiye
Erdal KORKMAZ, ORCID No:0000-0002-6647-9312, Abdulhamit ÖZDEMİR, ORCID No:0000-0002-5310-6285

*Corresponding author e-mail: e.korkmaz@alparslan.edu.tr

Article Info

Received: 02.02.2023
Accepted: 19.06.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1246729

Keywords

Asymptotical stability,
Convex optimization
problem,
Fractional neutral systems,
Riemann-Liouville derivative

Abstract: In this paper, we have delivered asymptotic stability results for solutions to non-autonomous nonlinear neutral systems. The acquired stability results are independent of the delays, and the delays are also both time-variable and unbounded. Additionally, the results were described as a convex optimization problem, and an example was used to examine the results' feasibility and efficacy.

Zaman-Değişken Gecikmeli Riemann–Liouville Lineer Olmayan Kesirli Nötr Sistemlerin Asimptotik Kararlılığına LMI Yaklaşımı

Makale Bilgileri

Geliş: 02.02.2023
Kabul: 19.06.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1246729

Anahtar Kelimeler

Asimptotik kararlılık,
Kesir mertebeli nötr sistemler,
Konveks optimizasyon
problemi,
Riemann-Liouville türevi

Öz: Bu çalışmada, otonom olmayan ve lineer olmayan kesirli nötr sistemlerin asimptotik kararlılığı üzerine sonuçlar elde edilmiştir. Elde edilen kararlılık sonuçları gecikmeden bağımsızdır ve gecikmeler aynı zamanda hem zaman-değişken olup hem de sınırlı değildir. Ayrıca bu çalışmadaki sonuçlar birer konveks optimizasyon problemi olarak ifade edilmiştir ve sonuçların uygulanabilirliği ve etkinliğini araştırmak için bir örnek kullanılmıştır.

1. Introduction

Fractional calculus which has a past of over 300 years, is said to have begun with a question asked by L'hospital to Leibniz in 1695 (Podlubny, 1999). Fractional calculus, which has been the subject of many scientific studies until today, continues to exist as a popular field of study in recent years, especially since it has found a concrete response in fields such as biology, physics, the various fields of engineering (Hale, 1977; Kilbas et al., 2006). In general, Caputo fractional derivative has been used in

studies on fractional differential equations, few of these studies are fractional derivatives of Riemann Liouville (see references and their references). Lyapunov's second approach, which is employed by researchers, is one of the most effective ways for analyzing the behavior of fractional differential equation solutions (Duarte-Mermoud et al., 2015; Liu et al., 2016a and 2016b; Liu et al., 2017; Korkmaz & Özdemir, 2019; Altun & Tunç, 2020). Heymans & Podlubny (2006) demonstrated that Riemann-Liouville fractional derivatives with initial conditions can have physical meaning in a variety of viscoelasticity situations. Yang et al. (2017) worked on the Lyapunov stability analysis of nonlinear fractional systems with impulses. Deng et al. (2007) established a characteristic equation for multiple delayed fractional-order systems using the Laplace transform. Chen et al. (2016) discovered two novel delay-dependent sufficient conditions that ensure the stability of some fractional-order neural networks on a bounded-time interval by using the inequality approach. Chen et al. (2014) discovered a novel sufficient condition for guaranteeing local asymptotic stability of a variety of nonlinear fractional systems with fractional-order $\alpha: 1 < \alpha < 2$ by utilizing the Laplace transform, the generalized Gronwall inequality, and the Mittag-Leffler function. Li et al. (2015) obtained certain sufficient stability criteria by employing the relationship between the characteristic equations of integer order systems and fractional order systems. Qian et al. (2010) developed stability conditions for fractional-order systems with the Riemann-Liouville derivative, which includes linear systems, time-delayed systems, and perturbed systems.

What motivates us in this paper is that while most of the research done on Caputo fractional derivative has been used, the Riemann-Liouville fractional derivative has not been studied sufficiently, and on the other hand, delayed neutral nonlinear differential equation systems are still an open problem. The Caputo derivative is more useful to real-world issues since its initial conditions are physically well-understood. The major benefit of the Riemann-Liouville derivative, on the other hand, is the features of composition of the Riemann-Liouville derivative and the Riemann-Liouville integral. In fact, the Riemann-Liouville derivative is a continuous operator of order α .

2. Material and Methods

This section introduces several essential definitions of fractional calculus, as well as certain sufficient lemmas.

Notation. R^n indicates n -dimensional Euclidean space. $R^{n \times n}$ represents the set of all $n \times n$ real matrices. $\|x\|$ denotes the Euclidean norm of a real vector x . $\|A\|$ denotes the spectral norm of matrix A . $A > 0$ (or $A < 0$) indicates that the symmetric matrix A is positive definite (or negative definite).

Definition 1. The fractional-order integral and derivative of Riemann-Liouville are denoted by

$${}_{t_0}D_t^{-\alpha}x(t) = \frac{1}{\Gamma(\alpha)} \int_{t_0}^t (t-s)^{\alpha-1}x(s)ds, \quad (\alpha > 0) \tag{1}$$

$${}_{t_0}D_t^\alpha x(t) = \frac{1}{\Gamma(n-\alpha)} \frac{d^n}{dt^n} \int_{t_0}^t \frac{x(s)}{(t-s)^{\alpha+1-n}} ds, \quad (n-1 \leq \alpha < n), \tag{2}$$

respectively (Podlubny, 1999).

Lemma 1. Let $\alpha > \beta > 0$, then

$${}_{t_0}D_t^\beta \left({}_{t_0}D_t^{-\alpha}x(t) \right) = {}_{t_0}D_t^{\beta-\alpha}x(t) \tag{3}$$

holds for “sufficiently good” functions $x(t)$. This relationship holds especially if $x(t)$ is integrable (Kilbas et al., 2006).

Lemma 2. If $x(t) \in R^n$ is a real vector of a differentiable function, then

$$\frac{1}{2} {}_{t_0}D_t^\alpha (x^T(t)Px(t)) \leq x^T(t)P {}_{t_0}D_t^\alpha x(t), \quad \forall \alpha \in (0,1), \forall t \geq t_0, \tag{4}$$

inequality holds, where $P \in R^{n \times n}$ is a square, symmetric, positive semi-definite, and constant matrix (Liu et al., 2017).

3. Results

In this section, we obtain some stability criteria of nonlinear neutral fractional-order systems with time-dependent lags. For this, we employed the linear matrix inequality.

Consider the nonlinear neutral fractional-order system shown below:

$${}_{t_0}D_t^\alpha x(t) = Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + C {}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)), \tag{5}$$

where $x = [x_1, x_2, \dots, x_n]^T \in R^n$ is a real vector, $0 < \alpha < 1$ is a real number, for all $t > t_0$, $\tau_1(t), \tau_2(t) > 0$ are time-varying delays, $A, B_1, B_2, C \in R^{n \times n}$ are known constant matrices. $f_j(t, x(t))$ ($j = 1, 2$) are vector-valued time-varying nonlinear functions with $f_j(t, 0) = 0$ and satisfies the following Lipschitz condition for all $(t, x), (t, \hat{x}) \in R \times R^n$

$$\|f_j(t, x) - f_j(t, \hat{x})\| \leq a_j \|M_j(x - \hat{x})\|, \quad j = 1, 2 \tag{6}$$

where a_j are positive scalars, and M_j are constant matrices of the proper dimension. Consequently, due to $f_j(t, 0) = 0$, we have

$$\|f_j(t, x)\| \leq a_j \|M_j x\|, \quad j = 1, 2. \tag{7}$$

Thus, by satisfying the condition (7) of equation (5), we guarantee the uniqueness of the zero solution of (5).

Theorem 1. If $\|C\| < 1$, for all $t > t_0$, $\tau'_i(t) \leq d_i < 1$, ($i = 1, 2$) and there exist P, R and S symmetric positive matrices that satisfy

$$\Pi = \begin{pmatrix} \Pi_{11} & \Pi_{12} & \Pi_{13} & \Pi_{14} \\ \Pi_{12}^T & \Pi_{22} & \Pi_{23} & \Pi_{24} \\ \Pi_{13}^T & \Pi_{23}^T & \Pi_{33} & \Pi_{34} \\ \Pi_{14}^T & \Pi_{24}^T & \Pi_{34}^T & \Pi_{44} \end{pmatrix} < 0, \tag{8}$$

LMI condition, then the zero solution of nonlinear fractional-order neutral system (5) is asymptotically stable, where

$$\begin{aligned} \Pi_{11} &= A^T P + PA + A^T(R + mS)A + a_1^2 M_1^T M_1 + a_2^2 M_2^T M_2, \\ \Pi_{12} &= PB_1 + A^T(R + mS)B_1, \\ \Pi_{13} &= PB_2 + A^T(R + mS)B_2, \\ \Pi_{14} &= PC + A^T(R + mS)C, \\ \Pi_{22} &= B_1^T(R + mS)B_1 - I, \\ \Pi_{23} &= B_1^T(R + mS)B_2, \\ \Pi_{24} &= B_1^T(R + mS)C, \\ \Pi_{33} &= B_2^T(R + mS)B_2 - (1 - d_1)I, \\ \Pi_{34} &= B_2^T(R + mS)C, \\ \Pi_{44} &= C^T(R + mS)C - (1 - d_2)R, \end{aligned}$$

I unit matrix and m is a positive constant.

Proof. Consider the Lyapunov-Krasovskii functional, which is described as:

$$V(t) = {}_{t_0}D_t^{\alpha-1}(x^T(t)Px(t)) + \int_{t-\tau_2(t)}^t \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(s)\right)^T R \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(s)\right) ds + a_2^2 \int_{t-\tau_1(t)}^t x^T(s)M_2^T M_2 x(s) ds + \int_{t-m}^t \int_{\theta}^t \left({}_{t_0}D_s^\alpha x(s)\right)^T S \left({}_{t_0}D_s^\alpha x(s)\right) ds d\theta.$$

Because the matrices P, R and S are all positive definite, the functional $V(t)$ is also positive definite. Therefore, from Lemma 1 and Lemma 2, the derivative of $V(t)$ is derived by utilizing the trajectories of system (5) as stated below:

$$\begin{aligned} \dot{V}(t) &= {}_{t_0}D_t^\alpha(x^T(t)Px(t)) + a_1^2 x^T(t)M_1^T M_1 x(t) - a_1^2 x^T(t)M_1^T M_1 x(t) \\ &\quad + \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t)\right)^T R \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t)\right) - (1 - \tau_2'(t)) \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T R \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right) \\ &\quad + a_2^2 x^T(t)M_2^T M_2 x(t) - (1 - \tau_1'(t)) a_2^2 x^T(t - \tau_1(t))M_2^T M_2 x(t - \tau_1(t)) \\ &\quad + m \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t)\right)^T S \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t)\right) - \int_{t-m}^t \left({}_{t_0}D_s^\alpha x(s)\right)^T S \left({}_{t_0}D_s^\alpha x(s)\right) ds \\ &\leq 2x^T(t)PD_t^\alpha x(t) + a_1^2 x^T(t)M_1^T M_1 x(t) + a_2^2 x^T(t)M_2^T M_2 x(t) \\ &\quad + \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t)\right)^T (R + mS) \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t)\right) - (1 - d_1) f_2^T(t, x(t - \tau_1(t))) If_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad - f_1^T(t, x(t)) If_1(t, x(t)) - (1 - d_2) \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T R \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right) \\ &= 2x^T(t)P \left[Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \right] \\ &\quad + a_1^2 x^T(t)M_1^T M_1 x(t) + a_2^2 x^T(t)M_2^T M_2 x(t) \\ &\quad + \left[Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \right]^T \\ &\quad \times (R + mS) \left[Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \right] \\ &\quad - f_1^T(t, x(t)) If_1(t, x(t)) - (1 - d_1) f_2^T(t, x(t - \tau_1(t))) If_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad - (1 - d_2) \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T R \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right) \\ &= x^T(t) \left(A^T P + PA + a_1^2 M_1^T M_1 + a_2^2 M_2^T M_2 + A^T (R + mS) A \right) x(t) + 2x^T(t) P B_1 f_1(t, x(t)) \\ &\quad + 2x^T(t) P B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + 2x^T(t) P C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) + x^T(t) A^T (R + mS) B_1 f_1(t, x(t)) \\ &\quad + x^T(t) A^T (R + mS) B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + x^T(t) A^T (R + mS) C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \\ &\quad + \left(f_1(t, x(t)) \right)^T B_1^T (R + mS) A x(t) + \left(f_1(t, x(t)) \right)^T B_1^T (R + mS) B_1 f_1(t, x(t)) \\ &\quad + \left(f_1(t, x(t)) \right)^T B_1^T (R + mS) B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad + \left(f_1(t, x(t)) \right)^T B_1^T (R + mS) C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \\ &\quad + \left(f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right)^T B_2^T (R + mS) A x(t) + \left(f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right)^T B_2^T (R + mS) B_1 f_1(t, x(t)) \\ &\quad + \left(f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right)^T B_2^T (R + mS) B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad + \left(f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right)^T B_2^T (R + mS) C_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \\ &\quad + \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T C^T (R + mS) A x(t) + \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T C^T (R + mS) B_1 f_1(t, x(t)) \\ &\quad + \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T C^T (R + mS) B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad + \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T C^T (R + mS) C \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right) \\ &\quad - f_1^T(t, x(t)) If_1(t, x(t)) - (1 - d_1) f_2^T(t, x(t - \tau_1(t))) If_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad - (1 - d_2) \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right)^T R \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t))\right). \end{aligned}$$

So, we can estimate

$$\dot{V}(t) \leq \eta^T \Pi \eta, \tag{9}$$

where

$$\Pi = \begin{pmatrix} \Pi_{11} & \Pi_{12} & \Pi_{13} & \Pi_{14} \\ \Pi_{12}^T & \Pi_{22} & \Pi_{23} & \Pi_{24} \\ \Pi_{13}^T & \Pi_{23}^T & \Pi_{33} & \Pi_{34} \\ \Pi_{14}^T & \Pi_{24}^T & \Pi_{34}^T & \Pi_{44} \end{pmatrix},$$

and

$$\begin{aligned} \Pi_{11} &= A^T P + PA + A^T(R + mS)A + a_1^2 M_1^T M_1 + a_2^2 M_2^T M_2, \\ \Pi_{12} &= PB_1 + A^T(R + mS)B_1, \\ \Pi_{13} &= PB_2 + A^T(R + mS)B_2, \\ \Pi_{14} &= PC + A^T(R + mS)C, \\ \Pi_{22} &= B_1^T(R + mS)B_1 - I, \\ \Pi_{23} &= B_1^T(R + mS)B_2, \\ \Pi_{24} &= B_1^T(R + mS)C, \\ \Pi_{33} &= B_2^T(R + mS)B_2 - (1 - d_1)I, \\ \Pi_{34} &= B_2^T(R + mS)C, \\ \Pi_{44} &= C^T(R + mS)C - (1 - d_2)R, \end{aligned}$$

$$\eta = \left(x^T(t), f_1^T(t, x(t)), f_2^T(t, -x^T(t - \tau_1(t))), \left({}_{t_0}D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)) \right)^T \right)^T.$$

It is clear that $\dot{V}(t)$ is negative definite, due to the axiom of the Theorem 1. Then the zero solution of nonlinear fractional-order neutral system (5) is asymptotically stable, which completes the proof.

Theorem 2. If $\|C\| < 1$, for all $t > t_0$, $\tau_i'(t) \leq d_i < 1$, ($i = 1, 2$) and there exist P, Q and R symmetric positive matrices that satisfy

$$\Omega = \begin{pmatrix} \Omega_{11} & \Omega_{12} & \Omega_{13} & \Omega_{14} \\ \Omega_{12}^T & \Omega_{22} & \Omega_{23} & \Omega_{24} \\ \Omega_{13}^T & \Omega_{23}^T & \Omega_{33} & \Omega_{34} \\ \Omega_{14}^T & \Omega_{24}^T & \Omega_{34}^T & \Omega_{44} \end{pmatrix} < 0, \tag{10}$$

LMI condition, then the zero solution of nonlinear fractional-order neutral system (5) is asymptotically stable, where

$$\begin{aligned} \Omega_{11} &= PA + A^T P + a_1^2 M_1^T M_1 + a_2^2 M_2^T M_2 + Q + mA^T R A, \\ \Omega_{12} &= -A^T P C, \\ \Omega_{13} &= P B_1 + mA^T R B_1, \\ \Omega_{14} &= P B_2 + mA^T R B_2, \\ \Omega_{22} &= -(1 - d_2) Q, \\ \Omega_{23} &= -C^T P B_1, \\ \Omega_{24} &= -C^T P B_2, \\ \Omega_{33} &= m B_1^T R B_1 - I, \\ \Omega_{34} &= m B_1^T R B_2, \\ \Omega_{44} &= m B_2^T R B_2 - (1 - d_1) I, \end{aligned}$$

I unit matrix and m is a positive constant.

Proof. Consider the Lyapunov-Krasovskii functional, which is described as:

$$\begin{aligned} V(t) &= {}_{t_0} D_t^{\alpha-1} \left((x(t) - Cx(t - \tau_2(t)))^T P (x(t) - Cx(t - \tau_2(t))) \right) \\ &\quad + a_2^2 \int_{t-\tau_1(t)}^t x^T(s) M_2^T M_2 x(s) ds + \int_{t-\tau_2(t)}^t x^T(s) Q x(s) ds \\ &\quad + \int_{t-m}^t \int_{\theta}^t \left({}_{t_0} D_s^{\alpha} (x(s) - Cx(s - \tau_2(s))) \right)^T R \left({}_{t_0} D_s^{\alpha} (x(s) - Cx(s - \tau_2(s))) \right) ds d\theta. \end{aligned}$$

Because the matrices P, Q and R are all positive definite, the functional $V(t)$ is also positive definite. Therefore, from Lemma 1 and Lemma 2, the derivative of $V(t)$ is derived by utilizing the trajectories of system (5) as stated below:

$$\begin{aligned} \dot{V}(t) &= {}_{t_0} D_t^{\alpha} \left((x(t) - Cx(t - \tau_2(t)))^T P (x(t) - Cx(t - \tau_2(t))) \right) + a_1^2 x^T(t) M_1^T M_1 x(t) \\ &\quad - a_1^2 x^T(t) M_1^T M_1 x(t) + a_2^2 x^T(t) M_2^T M_2 x(t) - (1 - \tau_1'(t)) a_2^2 x^T(t - \tau_1(t)) M_2^T M_2 x(t - \tau_1(t)) \\ &\quad + x^T(t) Q x(t) - (1 - \tau_2'(t)) x^T(t - \tau_2(t)) Q x(t - \tau_2(t)) \\ &\quad + m ({}_{t_0} D_t^{\alpha} (x(t) - Cx(t - \tau_2(t))))^T R ({}_{t_0} D_t^{\alpha} (x(t) - Cx(t - \tau_2(t)))) \\ &\quad - \int_{t-m}^t \left({}_{t_0} D_s^{\alpha} (x(s) - Cx(s - \tau_2(s))) \right)^T R \left({}_{t_0} D_s^{\alpha} (x(s) - Cx(s - \tau_2(s))) \right) ds \\ &\leq 2 (x(t) - Cx(t - \tau_2(t)))^T P {}_{t_0} D_t^{\alpha} (x(t) - Cx(t - \tau_2(t))) \\ &\quad + a_1^2 x^T(t) M_1^T M_1 x(t) + a_2^2 x^T(t) M_2^T M_2 x(t) + x^T(t) Q x(t) \\ &\quad + m \left({}_{t_0} D_s^{\alpha} (x(s) - Cx(s - \tau_2(s))) \right)^T R \left({}_{t_0} D_t^{\alpha} (x(t) - Cx(t - \tau_2(t))) \right) \\ &\quad - f_1^T(t, x(t)) I f_1(t, x(t)) - (1 - d_1) f_2^T(t, x(t - \tau_1(t))) I f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad - (1 - d_2) x^T(t - \tau_2(t)) Q x(t - \tau_2(t)) \\ &= 2 (x(t) - Cx(t - \tau_2(t)))^T P \left[Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right] \\ &\quad + a_1^2 x^T(t) M_1^T M_1 x(t) + m \left[Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right]^T R \\ &\quad \times \left[Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \right] + x^T(t) M_2^T M_2 x(t) + a_2^2 x^T(t) Q x(t) \\ &\quad - f_1^T(t, x(t)) I f_1(t, x(t)) - (1 - d_1) f_2^T(t, x(t - \tau_1(t))) I f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad - (1 - d_2) x^T(t - \tau_2(t)) Q x(t - \tau_2(t)) \\ &= x^T(t) (PA + A^T P + a_1^2 M_1^T M_1 + a_2^2 M_2^T M_2 + mA^T R A + Q) x(t) \\ &\quad - 2x^T(t - \tau_2(t)) C^T P A x(t) + 2x^T(t) P B_1 f_1(t, x(t)) - 2x^T(t - \tau_2(t)) C^T P B_1 f_1(t, x(t)) \\ &\quad + 2x^T(t) P B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) - 2x^T(t - \tau_2(t)) C^T P B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\ &\quad + mx^T(t) A^T R B_1 f_1(t, x(t)) + mx^T(t) A^T R B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &+mf_1^T(t, x(t))B_1^T RAx(t) + mf_1^T(t, x(t))B_1^T RB_1 f_1(t, x(t)) \\
 &+mf_1^T(t, x(t))B_1^T RB_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + mf_2^T(t, x(t - \tau_1(t)))B_2^T RAx(t) \\
 &+mf_2^T(t, x(t - \tau_1(t)))B_2^T RB_1 f_1(t, x(t)) + mf_2^T(t, x(t - \tau_1(t)))B_2^T RB_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\
 &-f_1^T(t, x(t))If_1(t, x(t)) - (1 - d_1)f_2^T(t, x(t - \tau_1(t)))If_2(t, x(t - \tau_1(t))) \\
 &-(1 - d_2)x^T(t - \tau_2(t))Qx(t - \tau_2(t)).
 \end{aligned}$$

So, we can estimate

$$\dot{V}(t) \leq \eta^T \Omega \eta, \tag{11}$$

where

$$\Omega = \begin{pmatrix} \Omega_{11} & \Omega_{12} & \Omega_{13} & \Omega_{14} \\ \Omega_{12}^T & \Omega_{22} & \Omega_{23} & \Omega_{24} \\ \Omega_{13}^T & \Omega_{23}^T & \Omega_{33} & \Omega_{34} \\ \Omega_{14}^T & \Omega_{24}^T & \Omega_{34}^T & \Omega_{44} \end{pmatrix} < 0,$$

$$\begin{aligned}
 \Omega_{11} &= PA + A^T P + a_1^2 M_1^T M_1 + a_2^2 M_2^T M_2 + Q + mA^T RA, \\
 \Omega_{12} &= -A^T PC, \\
 \Omega_{13} &= PB_1 + mA^T RB_1, \\
 \Omega_{14} &= PB_2 + mA^T RB_2, \\
 \Omega_{22} &= -(1 - d_2)Q, \\
 \Omega_{23} &= -C^T PB_1, \\
 \Omega_{24} &= -C^T PB_2, \\
 \Omega_{33} &= mB_1^T RB_1 - I, \\
 \Omega_{34} &= mB_1^T RB_2, \\
 \Omega_{44} &= mB_2^T RB_2 - (1 - d_1)I,
 \end{aligned}$$

$$\eta = \left(x^T(t), x^T(t - \tau_2(t)), f_1^T(t, x(t)), f_2^T(t, x(t - \tau_1(t))) \right)^T.$$

It is clear that $\dot{V}(t)$ is negative definite, due to the axiom of the Theorem 2. Then the zero solution of the nonlinear fractional-order neutral system (5) is asymptotically stable, which completes proof.

Now, asymptotic stability conditions for nonlinear fractional-order neutral systems (5) are presented as a convex optimization problem. The efficacy of the obtained results is demonstrated through a practical example.

Corollary 1. If $\|C\| < 1$, for all $t > t_0$, $\tau_i'(t) \leq d_i < 1$, ($i = 1, 2$) and there exist P, R and S symmetric matrices and a_1^2 and a_2^2 scalars such that the following convex optimization problem in the variables P, R and S matrices and a_1^2 scalar:

$$\begin{aligned}
 \min \quad &-a_1^2 \\
 \text{s. t.} \quad &P > 0, \quad R > 0, \quad S > 0, \quad \Pi < 0.
 \end{aligned} \tag{12}$$

is feasible, then the zero solution of nonlinear fractional-order neutral system (5) is asymptotically stable, where Π is a matrix defined by (8).

Corollary 2. If $\|C\| < 1$, for all $t > t_0$, $\tau_i'(t) \leq d_i < 1$, ($i = 1, 2$) and there exist P, R and S symmetric matrices and a_1^2 and a_2^2 scalars such that the following convex optimization problem in the variables P, Q and R matrices and a_1^2 scalar:

$$\begin{aligned} \min \quad & -a_1^2 \\ \text{s. t.} \quad & P > 0, \quad Q > 0, \quad R > 0, \quad \Omega < 0 \end{aligned} \tag{13}$$

is feasible, then the zero solution of nonlinear fractional-order neutral system (5) is asymptotically stable, where Ω is a matrix defined by (10).

Let $f_2(t, x(t - \tau_1(t))) = x(t - \tau_1(t))$, then the nonlinear fractional-order neutral system (5) can write as stated below:

$${}_{t_0}D_t^\alpha x(t) = Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 x(t - \tau_1(t)) + C_0 D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)), \tag{14}$$

where $x = [x_1, x_2, \dots, x_n]^T \in R^n$ is the real vector, $0 < \alpha < 1$ is a real number, for all $t > t_0$, $\tau_1(t), \tau_2(t) > 0$ are time-varying delays, $A, B_1, B_2, C \in R^{n \times n}$ are known constant matrices. $f_1(t, x)$ is a vector-valued time-varying nonlinear function with $f_1(t, 0) = 0$ and satisfies the following Lipschitz condition for all $(t, x) \in R \times R^n$

$$\|f_1(t, x)\| \leq a_1 \|M_1 x\|,$$

where a_1 is a positive scalar, M_1 is a constant matrix of the proper dimension.

Corollary 3. If $\|C\| < 1$, for all $t > t_0$, $\tau'_i(t) \leq d_i < 1$, ($i = 1, 2$) and there exist P, Q, R and S symmetric matrices and a_1^2 scalar such that the following convex optimization problem in the variables P, Q, R and S matrices and a_1^2 scalar:

$$\begin{aligned} \min \quad & -a_1^2 \\ \text{s. t.} \quad & P > 0, \quad Q > 0, \quad R > 0, \quad S > 0, \\ & \Sigma = \begin{pmatrix} \Sigma_{11} & \Sigma_{12} & \Sigma_{13} & \Sigma_{14} \\ \Sigma_{12}^T & \Sigma_{22} & \Sigma_{23} & \Sigma_{24} \\ \Sigma_{13}^T & \Sigma_{23}^T & \Sigma_{33} & \Sigma_{34} \\ \Sigma_{14}^T & \Sigma_{24}^T & \Sigma_{34}^T & \Sigma_{44} \end{pmatrix} < 0, \end{aligned} \tag{15}$$

is feasible, then the zero solution of the nonlinear fractional-order neutral system (14) is asymptotically stable, where

$$\begin{aligned} \Sigma_{11} &= A^T P + PA + A^T (R + mS) A + Q + a_1^2 M_1^T M_1, \\ \Sigma_{12} &= P B_1 + A^T (R + mS) B_1, \\ \Sigma_{13} &= P B_2 + A^T (R + mS) B_2, \\ \Sigma_{14} &= P C + A^T (R + mS) C, \\ \Sigma_{22} &= B_1^T (R + mS) B_1 - I, \\ \Sigma_{23} &= B_1^T (R + mS) B_2, \\ \Sigma_{24} &= B_1^T (R + mS) C, \\ \Sigma_{33} &= B_2^T (R + mS) B_2 - (1 - d_1) Q, \\ \Sigma_{34} &= B_2^T (R + mS) C, \\ \Sigma_{44} &= C^T (R + mS) C - (1 - d_2) R, \end{aligned}$$

I unit matrix and m is a positive constant.

Corollary 4. If $\|C\| < 1$, for all $t > t_0$, $\tau'_i(t) \leq d_i < 1$, ($i = 1, 2$) and there exist P, Q_1, Q_2 and R symmetric matrices and a_1^2 scalar such that the following convex optimization problem in the variables P, Q_1, Q_2 and R matrices and a_1^2 scalar:

$$\min \quad -a_1^2 \tag{16}$$

$$\text{s. t. } P > 0, \quad Q_1 > 0, \quad Q_2 > 0, \quad R > 0,$$

$$\Delta = \begin{pmatrix} \Delta_{11} & \Delta_{12} & \Delta_{13} & \Delta_{14} \\ \Delta_{12}^T & \Delta_{22} & \Delta_{23} & \Delta_{24} \\ \Delta_{13}^T & \Delta_{23}^T & \Delta_{33} & \Delta_{34} \\ \Delta_{14}^T & \Delta_{24}^T & \Delta_{34}^T & \Delta_{44} \end{pmatrix} < 0,$$

is feasible, then the zero solution of the nonlinear fractional-order neutral system (14) is asymptotically stable, where

$$\begin{aligned} \Delta_{11} &= PA + A^T P + a_1^2 M_1^T M_1 + Q_1 + Q_2 + mA^T R A, \\ \Delta_{12} &= -A^T P C, \\ \Delta_{13} &= P B_2 + mA^T R B_2, \\ \Delta_{14} &= P B_1 + mA^T R B_1, \\ \Delta_{22} &= -(1 - d_2) Q_2, \\ \Delta_{23} &= -C^T P B_2, \\ \Delta_{24} &= -C^T P B_1, \\ \Delta_{33} &= m B_2^T R B_2 - (1 - d_1) Q_1, \\ \Delta_{34} &= m B_2^T R B_1, \\ \Delta_{44} &= m B_1^T R B_1 - I, \end{aligned}$$

I unit matrix and m is a positive constant.

Example 1. Consider the fractional neutral system given as:

$${}_{t_0} D_t^\alpha x(t) = Ax(t) + B_1 f_1(t, x(t)) + B_2 f_2(t, x(t - \tau_1(t))) + C {}_{t_0} D_t^\alpha x(t - \tau_2(t)), \tag{17}$$

where $\alpha \in (1,0)$, $\tau_1(t) = 0.5t + 0.3\sin(t)$, $\tau_2(t) = 0.3t + 0.1\cos(t)$,

$$f_1(t, x(t)) = a_1 \begin{pmatrix} \sin(x_2(t)) \\ \cos(x_1(t)) \end{pmatrix}, \quad f_2(t, x(t - \tau_1(t))) = 0.5 \begin{pmatrix} e^{-0.5t} \sin(x_2(t - \tau_1(t))) \\ e^{-0.3t} \cos(x_1(t - \tau_1(t))) \end{pmatrix}$$

$$A = \begin{bmatrix} -70 & 10 \\ 10 & -50 \end{bmatrix}, \quad B_1 = \begin{bmatrix} 10 & 0 \\ 0 & 10 \end{bmatrix}, \quad B_2 = \begin{bmatrix} 10 & 0 \\ 0 & 10 \end{bmatrix}, \quad C = \begin{bmatrix} 0.1 & 0 \\ 0 & 0.1 \end{bmatrix}.$$

For $f_1(t, x(t))$, we have

$$\begin{aligned} f_1(t, x(t))^2 &= a_1^2 (\sin^2(x_2(t)) + \cos^2(x_1(t))) \\ &\leq a_1^2 (x_1^2(t) + x_2^2(t)) \\ &= a_1^2 x^T(t) M_1^T M_1 x(t), \end{aligned}$$

where $M_1 = I_2$. For $f_2(t, x(t - \tau_1(t)))$, we have

$$\begin{aligned} \|f_2(t, x(t - \tau_1(t)))\|^2 &= 0.25 (e^{-t} \sin^2(x_2(t - \tau_1(t))) + e^{-0.6t} \cos^2(x_1(t - \tau_1(t)))) \\ &\leq 0.25 (x_1^2(t) + x_2^2(t)) \\ &= 0.25 x^T(t - \tau_1(t)) M_2^T M_2 x(t - \tau_1(t)), \end{aligned}$$

where $M_2 = I_2$.

Let us choose $d_1 = 0.8$, $d_2 = 0.4$, $m = 0.001$. Hence, we have a solution for the convex optimization problem (12) as $a_{1max} = 1.7796$, where

$$P = \begin{bmatrix} 0.0746 & 0 \\ 0 & 0.0746 \end{bmatrix}, \quad R = \begin{bmatrix} 0.0011 & 0 \\ 0 & 0.0011 \end{bmatrix}, \quad S = \begin{bmatrix} 0.0865 & 0 \\ 0 & 0.0865 \end{bmatrix},$$

and

$$\Pi = \begin{pmatrix} -1.0448 & 0.0557 & -0.0919 & 0.1198 & -0.0919 & 0.1198 & -0.0009 & 0.0012 \\ 0.0557 & -0.9334 & 0.1198 & 0.1476 & 0.1198 & 0.1476 & 0.0012 & 0.0015 \\ -0.0919 & 0.1198 & -0.8802 & 0 & 0.1198 & 0 & 0.0012 & 0 \\ 0.1198 & 0.1476 & 0 & -0.8802 & 0 & 0.1198 & 0 & 0.0012 \\ -0.0919 & 0.1198 & 0.1198 & 0 & -0.0802 & 0 & 0.0012 & 0 \\ 0.1198 & 0.1476 & 0 & 0.1198 & 0 & -0.0802 & 0 & 0.0012 \\ -0.0009 & 0.0012 & 0.0012 & 0 & 0.0012 & 0 & -0.0007 & 0 \\ 0.0012 & 0.0015 & 0 & 0.0012 & 0 & 0.0012 & 0 & -0.0007 \end{pmatrix}.$$

On the other hand, when all conditions are equal, we have that a solution for convex optimization problem (13) as $a_{1max} = 1.7802$, where

$$P = \begin{bmatrix} 0.0763 & 0 \\ 0 & 0.0763 \end{bmatrix}, \quad R = \begin{bmatrix} 0.0940 & 0 \\ 0 & 0.0940 \end{bmatrix}, \quad Q = \begin{bmatrix} 0.0825 & 0 \\ 0 & 0.0825 \end{bmatrix},$$

and

$$\Omega = \begin{pmatrix} -6.7873 & 1.4124 & 0.5338 & -0.0763 & 0.6968 & 0.0094 & 0.6968 & 0.0094 \\ 1.4124 & -3.9626 & -0.0763 & 0.3813 & 0.0094 & 0.7156 & 0.0094 & 0.7156 \\ 0.5338 & -0.0763 & -0.0495 & 0 & -0.0763 & 0 & -0.0763 & 0 \\ -0.0763 & 0.3813 & 0 & -0.0495 & 0 & -0.0763 & 0 & -0.0763 \\ 0.6968 & 0.0094 & -0.0763 & 0 & -0.9906 & 0 & 0.0094 & 0 \\ 0.0094 & 0.7156 & 0 & -0.0763 & 0 & -0.9906 & 0 & 0.0094 \\ 0.6968 & 0.0094 & -0.0763 & 0 & 0.0094 & 0 & -0.1906 & 0 \\ 0.0094 & 0.7156 & 0 & -0.0763 & 0 & 0.0094 & 0 & -0.1906 \end{pmatrix}.$$

When comparing Corollary 1 and 2, it can be observed that the tolerable bound $a_{1max} = 1.7802$ in Corollary 2 is greater than $a_{1max} = 1.7796$ in Corollary 1.

4. Discussion and Conclusion

In conclusion, two different theorems are provided to establish the asymptotic stability of solutions for some type of nonlinear fractional-order neutral systems having time delays. We've converted each of these theorems into a convex optimization problem to see which is more efficient. The effectiveness of the theorems is demonstrated using an example, and it is found that the efficiency of the two theorems differs only slightly. The solutions to the convex optimization problems were calculated using the LMI toolbox.

References

- Altun, Y., & Tunç, C. (2020). On the asymptotic stability of a nonlinear fractional-order system with multiple variable delays. *Applications and Applied Mathematics*, 15(1), 458-468.
- Chen, L. P., He, Y. G., Chai, Y., & Wu, R. C. (2014). New results on stability stabilization of a class of nonlinear fractional-order systems. *Nonlinear Dynamics*, 75, 633-641.
[doi:10.1007/s11071-013-1091-5](https://doi.org/10.1007/s11071-013-1091-5)
- Chen, L. P., Liu, C., Wu, R. C., He, Y. G., & Chai, Y. (2016). Finite-time stability criteria for a class of fractional-order neural networks with delay. *Neural Computing and Applications*, 27, 549-556.
[doi:10.1007/s00521-015-1876-1](https://doi.org/10.1007/s00521-015-1876-1)

- Deng, W. H., Li, C. P., & Lu, J. H. (2007). Stability analysis of linear fractional differential system with multiple time delays. *Nonlinear Dynamics*, 48, 409-416. doi:10.1007/s11071-006-9094-0
- Duarte-Mermoud, M. A., Aguila-Camacho, N., Gallegos, J. A., & Castro-Linares, R. (2015). Using general quadratic Lyapunov functions to prove Lyapunov uniform stability for fractional order systems. *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulation*, 22, 650-659. doi:10.1016/j.cnsns.2014.10.008
- Hale, J. (1977). *Theory of Functional Differential Equations*. New York, USA: Springer-Verlag.
- Heymans, N., & Podlubny, I. (2006). Physical interpretation of initial conditions for fractional differential equations with Riemann-Liouville fractional derivatives. *Rheologica Acta*, 45(5), 765-771. doi:10.1007/s00397-005-0043-5
- Kilbas, A. A., Srivastava, H. M., & Trujillo, J. J. (2006). *Theory and Application of Fractional Differential Equations*. New York, USA: Elsevier.
- Korkmaz, E., & Özdemir, A. (2019). On stability of fractional differential equations with Lyapunov functions. *MAUN Fen Bilimleri Dergisi*, 7(1), 635-638. doi:10.18586/msufbd.559400
- Li, H., Zhou, S., & Li, H. (2015). Asymptotic stability analysis of fractional-order neutral systems with time delay. *Advances in Continuous and Discrete Models*, 2015, 325-335.
- Liu, S., Jiang, W., Li, X., & Zhou, X. F. (2016a). Lyapunov stability analysis of fractional nonlinear systems. *Applied Mathematics Letters*, 51, 13-19. doi:10.1016/j.aml.2015.06.018
- Liu, S., Wu, X., Zhou, X. F., & Jiang, W. (2016b). Asymptotical stability of Riemann-Liouville fractional nonlinear systems. *Nonlinear Dynamics*, 86, 65-71. doi:10.1007/s11071-016-2872-4
- Liu, S., Wu, X., Zhang, Y. J., & Yang, R. (2017). Asymptotical stability of Riemann-Liouville fractional neutral systems. *Applied Mathematics Letters*, 69, 168-173. doi:10.1016/j.aml.2017.02.016
- Podlubny, I. (1999). *Fractional Differential Equations*. New York, USA: Academic Press.
- Qian, D., Li, C., Agarwal, R. P., & Wong, P. J. Y. (2010). Stability analysis of fractional differential system with Riemann-Liouville derivative. *Mathematical and Computer Modelling*, 52(5-6), 862-874. doi:10.1016/j.mcm.2010.05.016
- Yang, X., Li, C., Huang, T., & Song, Q. (2017). Mittag-Leffler stability analysis of nonlinear fractional-order systems with impulses. *Applied Mathematics and Computation*, 293, 416-422. doi:10.1016/j.amc.2016.08.039



Research Article

3D RNA Graph Representation Methods for Classification of RNA Molecules Using Graph Kernel and Graph Neural Network Methods

Enes ALGUL

Bingol University, School of Engineering and Architecture, Department of Computer Science, Bingöl, Türkiye

Enes ALGUL, ORCID No: [0000-0001-6597-4242](https://orcid.org/0000-0001-6597-4242)

Corresponding author e-mail: [eagul@bingol.edu.tr](mailto: eagul@bingol.edu.tr)

Article Info

Received: 24.02.2023

Accepted: 25.05.2023

Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1256154](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1256154)

Keywords

3D RNA graph representations,

Geometric measurements,

Graph classifications,

Graph kernels,

Graph neural networks

Abstract: Ribonucleic acids (RNAs) are nucleic acid types with 1D/2D/3D structural shapes and are essential for sustaining life. These structural shapes of the RNAs are highly correlated with their functions. While the primary and secondary structures of RNA have been extensively studied, the tertiary structure has received relatively less attention. In this article, we present novel approaches for representing 3D RNA structures as graph data, employing geometric measurements such as Base position, Square root velocity function (SRVF), Arc length, and Curvature. Then, we utilise kernel methods and neural network methods to predict RNA functions. Our findings demonstrate the effectiveness of these methodologies in unraveling the functional attributes of RNA molecules, thus enriching our understanding of their complex biological significance.

Graf Çekirdek ve Graf Sinir Ağı Yöntemlerini Kullanarak RNA Moleküllerini Sınıflandırılmak İçin 3D RNA Graf Temsili Yöntemleri

Makale Bilgileri

Geliş: 24.02.2023

Kabul: 25.05.2023

Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1256154](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1256154)

Anahtar Kelimeler

3B RNA graf temsilleri,

Geometrik ölçümler,

Graf çekirdekleri,

Graf sınıflandırmaları,

Graf sinir ağları

Öz: Ribonükleik asitler (RNA'lar), 1B/2B/3B yapısal şekillere sahip nükleik asit türleri olup, yaşamı sürdürmek için hayati öneme sahiptirler. RNA'ların bu yapısal şekilleri, fonksiyonlarıyla yüksek derecede ilişkilidir. RNA'nın birincil ve ikincil yapıları kapsamlı bir şekilde incelenirken, üçüncül yapı nispeten daha az dikkat çekmiştir. Bu makalede, Baz konumu, Karekök hız fonksiyonu (SRVF), Yay uzunluğu ve Eğrilik gibi geometrik ölçümler kullanarak 3B RNA yapılarını grafik verileri olarak temsil etmeye yönelik yeni yaklaşımlar sunuyoruz. Daha sonra, çekirdek (kernel) yöntemleri ve sinir ağı (neural network) yöntemleri kullanarak RNA fonksiyonlarını tahmin ediyoruz. Bulgularımız, bu metodolojilerin RNA moleküllerinin fonksiyonel özelliklerini çözmedeki etkinliğini gösteriyor ve böylece onların karmaşık biyolojik önemine dair anlayışımızı zenginleştiriyor.

1. Introduction

RNA plays significantly important functions in the cell, including protein synthesis, RNA splicing/modification/maturation, cell division, treatment of diseases (cancer and viral/bacterial infections), and other catalytic and regulatory roles (Ding, 2006; Chen et al., 2012; Hajiaghayi et al., 2012; Laing et al., 2013; Laborde et al., 2013; Purzycka et al., 2015; Huang & Lin, 2016; Carrasco-Hernandez et al., 2017; Balcerak et al., 2019). The RNAs' roles depend on their structural shapes.

The information contained in an RNA molecule consists of three different types. The sequence is simply a list of base types in RNA (1D). Paired bases in the RNA structure induce a topological structure (2D). RNA also has complex 3D shapes. 3D RNA shapes have been used in various studies (Laborde et al., 2011; Huang & Lin, 2016; Miao & Westhof, 2017) to find the function of RNA molecules. The shapes of the RNAs are in different sizes and structures. Computationally, extracting structural information from such biochemical components and using them in Machine Learning applications is a challenging problem. Currently, shape alignment methods are applied for RNA comparisons (Needleman & Wunsch, 1970; Lau & Ferré-D'Amaré, 2016).

Organizing and transforming biomolecules and chemical compounds into structured data forms for use in learning algorithms is a challenging problem due to the complexity of these molecules and compounds. Graphs ($G = (V, E, l)$) are flexible data structures that are defined as sets of vertices (V), edges (E), and labels (l); the labels are optional and represent vertex or edge attributes. Biomolecules and chemical compounds can be modelled as graphs, with atoms as vertices, hydrogen bonds as edges, and atom names as labels. Similarly, RNA structures can be represented as a graph with each nucleobase represented as a vertex, the relation between nucleobase pairs as edges, and RNA attributes encoded on the graph's node and edge labels. This graph-structured representation offers potential for graph learning applications.

This research aims to assess the potential of graph representation methods that combine 2D topology and 3D geometric information about RNA structures. We compare the effectiveness of these methods in the RNA classifications using the York RNA dataset (Algul & Wilson, 2019).

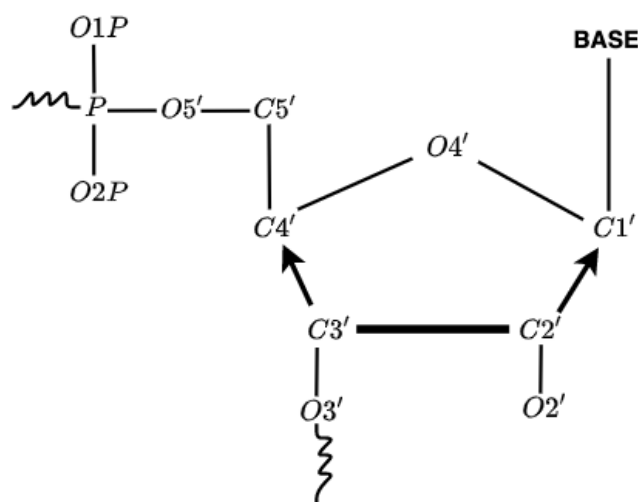


Figure 1. A representation of the nucleotide showing the $C3'$ (Pande & Nilsson, 2008).

Graph kernels compare the similarity between two graphs and have been widely used for structural pattern recognition and RNA classification. Examples include Shortest Path (Borgwardt & Kriegel, 2005), random walk (Kang et al., 2012), Weisfeiler-Lehmann (Shervashidze et al., 2011), and All Paths and Cycles kernels (Giscard & Wilson, 2017). These methods typically have some limitations in the application of graph representations, such as restrictions on negative edge labels and a constrained set of node labels. This restriction in the richness of the representation is investigated in this work, where we introduce various RNA graph representations with limited node labels and 1-dimensional node features.

Deep Learning (DL) methods can process multidimensional features as inputs and have been effectively used on structured data like grids or sequences represented in Cartesian Space. The Graph data, however, are dynamic and lack fixed node order and reference points. Graph neural networks (GNN) have been developed to address this (Dai et al., 2016; Kipf & Welling, 2017; Zhang et al., 2018; Xu et al., 2019). In GNNs, a novel graph convolutional layer has been added to extract local features, extending the capabilities of convolutional neural networks (Zhang & Chen, 2018). DL methods have found application in a range of tasks related to graphs, including the classification of nodes and graphs, prediction of edges or links, and detection of communities within structured data (Dai et al., 2016; Zhang et al., 2018; Zhang & Chen, 2018; Xu et al., 2019; Gao & Ji, 2019; Ren et al., 2021; Chen et al., 2017; Zhao et al., 2021). Node classification, crucial for social network analysis, involves using neighbours to identify node features in graphs (Zhao et al., 2021). The edge prediction aims to predict connections in the graph networks. Community detection discovers clusters or segments in a graph (Chen et al., 2017). GNNs are utilized to classify graph data based on their labels in graph classification tasks. Many GNN techniques have been developed in bioinformatics for classification problems (Dai et al., 2016; Zhang et al., 2018; Xu et al., 2019; Gao & Ji, 2019; Du et al., 2019; Zhang et al., 2019b; Zhao et al., 2021). In this article, the cutting-edge GNN methods are also analysed for classifying 3D RNA graphs.

In this paper, we explore graph representation techniques for 3D RNA structures and introduce multiple 3D RNA graph representations with continuous multi-dimensional node labels based on the geometric coordinates (x, y, z) of the RNA backbone sugar ($C3$ atom). These representations apply to all RNA strands available in our dataset and allow comparison between RNA molecules for classification. Our literature analysis and experiments show that RNA molecules with similar 3D shapes are typically classified under the same functional RNA group (Kerpedjiev et al., 2015; Purzycka et al., 2015; Miao & Westhof, 2017; Wilson & Algul, 2018; Algul & Wilson, 2019; Magnus et al., 2019). The geometric shape of the RNA's backbone sugar is an important factor in the prediction of RNA functions.

Therefore, we extract the x, y, z coordinates of each RNA nucleotide's $C3$ atom (See Figure 1) to provide the representations. We then utilize geometric measures (base position, SRVF, arc length, curvature) for representing RNA shapes. Each of these representations is in the form of feature matrices, where each row is being RNA nucleotide's $C3$ feature, and the matrix consists of continuous feature columns. We employ k-medoids and Learning Vector Quantization (LVQ) for clustering and labelling rows as nodes, as graph kernel methods require limited distinct node labels and only accept 1D node features.

2. Problem Statement

The 3D RNA shape, which is more complex than the 2D RNA shape, has received less attention than its 1D/2D structure in determining the biological tasks of RNA molecules (Laborde et al., 2013). The main issues are,

- Is it possible to transform 3D RNA structures into graph data with geometric measurement techniques?
- What are the most suitable methods to classify RNA graphs by RNA function?

The objective is to discover effective representations for converting the 3D RNA structures into graphs. Then, to classify RNA molecules according to their functional categories by applying machine learning techniques to these representations, along with the sequences and topological data.

3. Related Work

According to our review of available literature, there are currently two primary methods for representing the 3D structure of RNA in a graph data format. The first set of methods uses 2D RNA topologies and the coordinates (x, y, z) of RNA backbone sugar (Laing et al., 2013; Zahran et al., 2015; Kim et al., 2015). These techniques produce 2D topologies of RNA and obtain geometric structure information inferred from PDB files for providing corresponding 3D RNA shapes. This process involves encoding structural elements as nodes and connecting these nodes with edges. Additionally, geometric data is employed to set the helices, and an extra node is placed at the centre of the junctions to construct the 3D RNA graphs. The second set of approaches operates by grouping structural elements of the 2D RNAs (Petrov et al., 2013; Reinharz et al., 2018; Chen et al., 2017; Oliver et al., 2022). This approach

represents each cluster of elements as nodes and edges connecting clusters with shared/matched elements.

RNAJAG (RNA-Junction-As-Graph) (Laing et al., 2013) encodes RNA molecules by transforming helical regions and junctions into a tree graph, using 2D RNAs as input and predicting the junction topologies. RNAJAG estimates 3D structures by considering a collection of helical settings within the scope of the junctions. By leveraging geometric data ($C1$, $C6$, and $C8$) from RNA strands, RNAJAG constructs a tree graph to position the edges at the junctional region.

RAGTOP (RNA-As-Graph-Topologies) (Kim et al., 2015) encodes RNA molecules in a hierarchical structured data form for analysing the riboswitch's 3D topology. RAGTOP uses RNAJAG to determine junction topologies and puts geometrical data of the helical settings in 3D. It uses knowledge-based statistical potentials to represent the loops as nodes and helices as edges in pseudoknot-free structures. Furthermore, the vertices in RAGTOP are assigned 3D coordinates at the centres of loops and helices, and as extra edges, it adds pseudoknot interconnections.

RAG-3D (RNA as Graph 3D) (Zahrán et al., 2015) is an online tool and a dataset providing 3D RNA structures into tree graph data forms with a maximum of 10 nodes (approximately 240 nucleobases). The tool compares the tree graphs and their substructures to discover almost identical topologies using a Laplacian Matrix. RAG-3D identifies similar graphs by considering the number and label of nodes, as well as the eigenvalue of the Laplacian matrix. It uses RNAView (Yang et al., 2003) to generate pseudoknot-free 2D RNA structures and predicts the 3D RNA building components. It is important to note that RAG-3D can only represent graphs with a minimum of 2 nodes and does not include linear/straight strands.

The RNA 3D Motif Atlas (Petrov et al., 2013) introduces secondary RNA structures and their structural elements using VARNA (Darty et al., 2009) and generates 3D motif groups. These motifs consist of loops with similar structures and are represented as vertices with a weighted edge connecting groups of motifs with similar motifs. RNA Bricks (Chojnowski et al., 2013), VeRNAI (Oliver et al., 2022), and CaRNAval (Reinharz et al., 2018) also encode 3D RNA motifs as graphs.

RNAComposer (Purzycka et al., 2015) provides 3D RNA structures using 2D RNA tree graphs, but it faces significant challenges in predicting the 3D structures of large RNA sequences. It has a limitation of generating 3D RNA structures with a maximum length of 500 nucleotides (Purzycka et al., 2015).

However, these methods have limitations in their size and fail to consider straight/linear RNA strands. Therefore, to tackle this problem, it is necessary to develop graph representations of 3D RNA of any size. A new approach, Elastic Shape Analysis, as described in (Ding, 2006; Laborde et al., 2011; Chen et al., 2012; Laborde et al., 2013; Purzycka et al., 2015; Carrasco-Hernandez et al., 2017), considers RNA strands as 3D curves and characterizes it using a square root velocity function (SRVF), which is particularly useful for the geometric analysis of RNA shape.

Graph classification is currently an area of interest in machine learning, with many different approaches proposed. We focus on two recent approaches. The first is based on kernels. Graph kernels are organized for structural data and have shown promising performance. Indeed, a graph kernel is a similarity technique that assesses pairwise graph similarities. Various newer techniques have emerged, such as the All Paths and Cycles (APC) Embedding (Giscard & Wilson, 2017), which explores the similarity in paths and cycles between graph pairs. The Weisfeiler Lehman Optimal Assignment Kernel (WL-OA) (Kriege et al., 2016) is another advanced method for comparing labelled pairwise graphs. This method uses the Weisfeiler-Lehman label enrichment procedure, and additionally only measures the best match between the label sets. Furthermore, the Shortest-path kernel is also employed in our research to assess the similarity between the shortest paths in two graphs.

Graph Neural Networks (GNNs) are new techniques for graph classification that works similarly to convolutional neural networks (CNNs). In GNNs, convolution and aggregation operations are typically based on the local structures of the network. The process includes iterative computation of the features of neighbouring nodes of each node, aggregation of this information through message passing, and updating the features of the current node (Gilmer et al., 2017; Xu et al., 2018; Xu et al., 2019). This approach has similarities to the WL subtree kernel method. Early work in GNNs includes GCN (Kipf & Welling, 2017), which introduced the graph Laplacian approach for graph convolution. A relative example, gUNets (Gao & Ji, 2019), has a node computation process that is similar to graph kernels. Another deep learning method, such as DGCNN, has analogies with the graph kernels (Propagation

Kernel (Neumann et al., 2015), WL subtree kernel (Shervashidze et al., 2011). These kernels iteratively update node labels based on information from their node neighbours.

Using non-Euclidean data as input is challenging in traditional CNN architectures since they can only handle input data of the same size (Zhang et al., 2019a), and fixed-size arrays requires to use in the fully connected layer in CNN. To solve this problem, DGCNN resizes the graphs in the Sort Pooling layer, allowing the use of traditional CNNs. On the other hand, GIN does not include fully connected layers and employs the SoftMax function directly for minimizing the loss after convolution and pooling. The most crucial aspect of GNNs in a convolution layer is to train local features for the graph network embeddings.

4. 3D RNA Representation Methods

We begin with an RNA graph representation where nodes represent RNA bases, and the nodes are linked in sequence i.e., nodes representing two consecutive bases are linked by an edge. We used X3DNA (x3dna.org, n.d.) to identify base pairs, and these pairs are also linked by an edge in our representation. We can also include node labels that represent the base type, although, in the later experiments, these are not always used. This standard representation, therefore, encodes the sequence and 2D topology of the RNA. Treating 3D RNA as 2D structures and relying solely on their topology neglects a significant amount of information about their geometry. Furthermore, comparing small RNA strands which lack base pairs is not possible, where most information resides in the 3D shape. In this section, our objective is to explore 3D representations of RNA that take into account information inferred from the 3D structure of the RNAs. Since we have chosen to use a graph representation, this will take the form of additional geometry labels on the nodes or edges.

Initially, our focus is on Elastic Shape Analysis (ESA), where the RNA sequences are treated as 3D curves and reformed with the square root velocity function (SRVF) (Liu et al., 2010). Then, we test local geometric indicators such as arc length and curvature to characterise the compactness and bending of the strand. Finally, we investigate a direct 3D representation by utilizing the backbone position (the position of the C3 atom) and the RNA nucleobase's centroid position.

4.1. Elastic shape analysis (ESA)

Our approach involves utilizing Elastic Shape Analysis (ESA) to represent the geometry of RNA shapes. ESA method considers 3D RNA shapes as parameterized continuous 3D curves, represented as $\beta : [0, 1] \rightarrow R^3$. The primary purpose of the ESA method is to maintain the curve's essential characteristics during transformations such as rotation, scaling, and translation. To explore the stretching and bending of RNA strands, we further represent the 3D curves using the SRVF (Liu et al., 2010; Laborde et al., 2011). The 3D RNA curve is represented in Euclidean space (R^3) using the geometric information of RNA strands. We obtain the sequence of coordinates (x_i, y_i, z_i) of the C3 atom in each base and represent the sequence as a continuous curve $\beta : [0, 1] \rightarrow R^3$ with $\beta(t_i) = (x_i, y_i, z_i)$ where

$$t_1 = 0, t_{i+1} = t_i + \frac{1}{L} \|\beta_{i+1} - \beta_i\| \quad \forall 1 \leq i < n \quad (1)$$

Here, L indicates the total length of the RNA curve, n refers to the number of bases of RNA strands, and t_i corresponds to the time at the point β_i such that $\beta(t_i) = \beta_i$. Now we represent the geometry of β using SRVF ($q(t)$).

$$q(t) = \frac{\dot{\beta}(t)}{\sqrt{\|\dot{\beta}(t)\|}} \quad (2)$$

Where, $\|\cdot\|$ is the euclidean norm, and $\dot{\beta}(t) = \frac{d\beta(t)}{dt}$ re-adjust each curve β to a length of 1, and $\dot{\beta}(t)$ is calculated using the given sample points (t_i, β_i) as

$$\dot{\beta}(t) = \frac{\beta_{i+1} - \beta_i}{t_{i+1} - t_i} \quad (3)$$

$q(t)$, which comprises both directions ($q(t) / \|q(t)\| = \dot{\beta}(t) / \|\dot{\beta}(t)\|$) and speeds ($q(t)^2 = \|\dot{\beta}(t)\|^2$), is invariant to translation of β due to the time derivative (Liu et al., 2010). Thus, we represent RNA strands as curves with SRVF, derived from their geometric shapes (Laborde et al., 2011).

4.2. Arc length

Again, we consider the RNA strand to be a curve passing through the C3 atom on the base and want to encode the arc length between bases. Since the strand is bending differently in different locations. This is not simply the distance between bases. We divide the curve into sub-intervals, which are arcs between two nucleobases. We calculated the arc lengths (i.e., the length of the sub-intervals) by using (x_i, y_i, z_i) coordinates of the C3 atoms as below:

$$d_i = \sqrt{(x_i - x_{i-1})^2 + (y_i - y_{i-1})^2 + (z_i - z_{i-1})^2} \quad (4)$$

$$S_i = \frac{d_i - d_{i-1}}{2} \quad (5)$$

$$S_1 = d_1 \quad (6)$$

4.3. Curvature

Curvature is a geometry measurement technique that computes the speed and sharpness of changes in a curve direction (Verbeek & Vliet, 1993). However, the process of computing curvature is more complex than arc length. We assume that the curvature is approximately constant between three consecutive residues and fit an osculating circle through these points using the method of (Mjaavatten, 2020). The curvature is then the inverse radius of this circle, $\kappa_i = 1 / R_i$.

4.4. Base position

In (Wilson & Algul, 2018; Algul & Wilson, 2019), we presented 3D graph representations of RNA geometry using three labels (1, 2, and 3) to distinguish paired (label: 1) and unpaired bases (label: 2, within 6.5Å; label 3: otherwise), as well as bases located both inside and outside of the loops (label: 2, 3). Edges in the RNA graph connect paired and adjacent vertices.

Additionally, we developed a novel graph representation using the backbone and centroid positions to encode RNA geometry. First, we inferred the distances between any base pairs. Second, we keep the min distances between per RNA base and its nearest neighbour. Then, we cluster minimum distances using k-medoids and Learning Vector Quantisation (LVQ). The resulting vertex labels correspond to base positions.

Our explanation in Section 5 will cover the clustering of these geometric representations (base position, curvature, arc length, SRVF) values, as well as the encoding of each of these values in a graph-structured form.

5. Encoding RNA Representations as Graph

While graph kernels have produced excellent results in graph classification problems, one drawback is that they are typically restricted to limited/few numbers of discrete labels on the nodes and edges (Giscard & Wilson, 2017; Kriege et al., 2016). To overcome this limitation, we use LVQ for

clustering node labels and obtain 1- dimensional discrete labels for use in kernel methods. On the other hand, GNNs typically operate on a vector of continuous features. In this section, we describe both our discrete and continuous node features.

5.1. Label representation

A supervised data clustering method known as Learning Vector Quantization (LVQ) utilizes a group of codebook vectors (Schneider et al., 2009; Nova & Estévez, 2013). These vectors serve as reference points to determine the data point closest to them, thereby acting as suitable measures of distance (Schneider et al., 2009). In order to use LVQ effectively, it is essential to identify efficient measures of distances, and we achieved this by using k-medoids. Our approach involved applying base position, curvature, arc length, and SRVF to RNA strands, providing features for each nucleotide. We then combined these features of all nucleotides in the dataset to construct an $(n \times m)$ matrix where m indicates the number of feature channels and n indicates the total number of nucleobases. Subsequently, using k-medoids, we identified k suitable distance measures and used them as inputs in the LVQ as codebook vectors. To explore the most efficient discrete labels of nodes, we utilized LVQ. Consequently, we grouped each row of the RNA matrix $(n \times m)$ using k-medoids and LVQ for encoding each of these rows as node labels.

Thus, RNA graph representations are constructed with a distinct set of node labels, determined by the features used to represent the RNA strands. The labels correspond to 'A: arc-length', 'B: base-position', and 'C: curvature'. For each RNA representation, the optimal k values are selected by extensive trials.

- RNA_ABC: This representation uses all three features (A: arc-length, B: base-position, C: curvature) and constructs a joint representation $((n \times 3)$ matrix). The matrix is then processed using k-medoids with $k = 6$ and LVQ for encoding each row as a distinct node label. The resulting graph consists of nodes with one of six distinct labels.
- RNA_AB: This representation uses both arc-length and base-position to construct a graph, resulting in 5 distinct node labels. The encoding process is similar to RNA_ABC, but with $k = 5$.
- RNA_AC: This representation uses arc-length and curvature to construct a graph with $k = 5$ discrete node labels.
- RNA_A, RNA_B, RNA_C: These representations only utilise single features to construct the graph with 5, 6, and 5 discrete node labels, respectively.
- RNA_SRVF: These representations use SRVF to convert each RNA molecule with a vector feature $q(t_i)$ for each node. The features are encoded into $k = 4$ distinct node labels using k-medoids and LVQ.
- RNA_SRVF_P: The principal component analysis (PCA) is employed to three coordinates of the C3 atom of the RNA strands to pre-align the strands. The RNA strands are then encoded using the same method as RNA_SRVF to construct a graph with four distinct node labels.

5.2. Continuous feature representations

This section presents various representations for encoding 3D RNA structures to determine the optimal approach for classifying RNA molecules using geometric deep learning (GDL) applications. Our graph representations incorporate node labels with multi-dimensional continuous features, enabling learning algorithms to utilize these features while operating on graphs.

- RNA_A-II: This approach applies arc length to the RNA strands. Each node has a continuous feature corresponding to the calculated arc length.
- RNA_C-II: Similarly, this approach employs curvature as the single node feature.
- RNA_AC-II: This representation combines arc length with curvature to construct 2D node features.

- RNA_XYZ: This approach directly represents the spatial positions of the C3 atoms in each base via their (x, y, z) coordinates. This is similar to a point-cloud representation, although we retain the topological information in the graph.

6. Classification Methods

The task in the York RNA Dataset is to classify each RNA molecule into one of eight classes. In this article, one of our goals is to provide a comprehensive comparison of various graph-based classification methods for this problem. Here we briefly review the graph kernels and GNN-based methods we have applied.

6.1. Graph kernel methods

The *Weisfeiler-Lehman Optimal Assignment Kernel (WL-OA)* is an advanced technique for comparing labelled graphs. This technique utilises the Weisfeiler-Lehman label refinement approach. The WL kernel (de Vries, 2013) counts the number of label matches at each level of the refinement hierarchy. The optimal assignment method (Kriege et al., 2016) augments this by counting only the labels of the best match between the two graphs. For h refinement levels, the WL-OA kernel is described as

$$K(G_1, G_2) = \max_B \sum_{u, v \in B} \sum_{i=0}^h k_\delta(\tau_i(v), \tau_i(v')) \quad (7)$$

where k_δ denotes a base (Dirac) kernel, $\tau_i(\cdot)$ denotes the level- h label of a vertex, and B is a bijection between the two graphs. The max runs over all possible bijections.

The walk-based kernels calculate the number of similar walks between graph pairs (G_1, G_2) and measure their pairwise similarities. A walk is considered a path only when it doesn't involve replicated edges. The *Shortest Path (SP) kernel* (Borgwardt & Kriegel, 2005; Hermansson et al., 2015) is an example of the walk-based kernel that exclusively counts the shortest path between each node pair. It counts all the shortest distances between every possible pair of nodes in the graphs (G_1, G_2) . The paths can be characterized by their sequence of edge and node labels and their respective lengths. Here we use the length and the start and end-point labels (Kriege et al., 2020). The shortest paths can be calculated in $O(n^3)$ using the Floyd-Warshall algorithm, making this method quite computationally expensive for large graphs.

$$K(G_1, G_2) = \sum_{p_i \in SP(G_1)} \sum_{p_j \in SP(G_2)} k_\delta(\tau(p_i), \tau(p_j)) \quad (8)$$

Here, $SP(\cdot)$ refers to a collection of shortest paths, p_i is a shortest path between node pairs in (G_1) and likewise p_j for G_2 . $\tau(\cdot)$ is the path labelling function.

The *All Paths and Cycles kernel (APC)* (Giscard & Wilson, 2017) is designed to count all simple cycles and possible paths within a graph up to a predetermined maximum length instead of solely computing the shortest paths.

$$K_{APC}(G_1, G_2) = \sum_{p_i \in PC_h(G_1)} \sum_{p_j \in PC_h(G_2)} k_\delta(\tau(p_i), \tau(p_j)) \quad (9)$$

In this equation, $PC_h(G)$ refers to the collection of all simple cycles and possible paths on the graph G that have a length of at most h . Due to the complexity of counting all paths, the number of distinct node labels that can be used is restricted to a maximum of 3.

6.2. Graph convolutional networks

The *Deep Graph Convolutional Neural Network (DGCNN)* (Zhang et al., 2018) intends to be a graph analogue of the convolution neural network (CNN). It employs a graph convolutional and pooling layer, which respects the structure of the graph. The convolution operation is somewhat similar to the label refinement process in kernels (WL subtree (Kriege et al., 2016), PK (Neumann et al., 2015)). A Sort Pooling layer is used in DGCNN to arrange node feature descriptors in a specific order and ensure a uniform size across all input graphs. Thus, the gap between the traditional pattern vector and the graph-based representation is bridged.

The *Graph Isomorphism Network (GIN)* provides a straightforward convolution operation that is capable of capturing local features and providing a novel vector representation of nodes to address classification tasks for graphs (Xu et al., 2019). GIN iteratively updates nodes' feature vectors via an aggregation operation on information from the neighbours, by applying an aggregation function such as max, mean, and sum.

Structure2Vec is a graph embedding method (Ribeiro et al., 2017). The model is based on inferring latent variables to represent node information and then constructing discriminative information in a feature space for the particular problem at hand.

Graph U-Nets (Gao & Ji, 2019) is a network based on the U-net architecture. It utilises two operations (gPool and gUnpool) to downsample and upsample the network, and a trainable projection vector p to project the nodes from one layer to the next. The downsampling phase aims to compress the graph into a more compact form, and the upsampling checks the information is properly preserved. The gPool and gUnpool layers operate as an encoder-decoder mechanism where the gPool layers encode node features of higher order, and the gUnpool layers reconstruct the previous graph structure. Finally, a GCN layer is applied for final predictions, and then a soft-max function is applied to predict the class.

Label Contrastive Coding based Graph Neural Network (LCGNN) (Ren et al., 2021) uses a base graph encoder with an addition to the loss function to enhance the contrast between same-label and different-label pairs:

$$L_{total} = L_C + \beta L_{LC} \quad (10)$$

where L_C is the classification loss and L_{LC} is the label contrast loss. The method maintains a group of encoded labelled graphs, which aims to ensure that the graph embeddings are both similar to same-label examples in the set, as well as dissimilar to different-label examples.

7. Results and Discussion

In this part, we explore the efficacy of classical kernel methods and GNNs on this problem and the difference between discrete label encoding of properties vs. continuous features.

7.1. Data

We employed the RNA Graph Classification Data Set that includes 3178 RNA strands compiled by the University of York (Algul & Wilson, 2019). Another alternative dataset, the SCOR database of Klosterman et al. (2002), has 419 RNA structures and is too small to draw comparative conclusions about the methods.

7.2. Classification methodology

For the kernel-based methods, we first compute the all-pairs kernel values for the dataset. We then perform the kernel embedding to obtain a feature representation. Finally, we apply the subspace-kNN classification method, which produced the best results from our experiments. The training/test split was 85%/15%. The GNN methods are configured as described in section 6.2, with classification using the method described in the original work.

7.3. Kernel methods

We aim to assess the efficacy of various 3D RNA graph representation techniques in classifying RNA molecules. Based on our literature review, we have found that there are currently no original or standard graph representations available that specifically encode the geometric data of RNA. We evaluate introduced graph representations utilising advanced graph kernels.

In table 1, we show the outcomes of the graph kernel techniques (WL-OA, SP, and APC) on the shape representations using the sequence graph only, i.e., using the sequence but not the topological edges from base pairs. The graphs use discrete labels as described in section 5. We see an improvement in performance from using multiple shape labels (RNA-AB, RNA-BC, RNA-ABC). The elastic shape analysis features are not particularly effective, and R-ABC is the best overall representation. The APC kernel does not perform well, and SP is the most effective kernel overall. The best single result is SP+RNA-AB with 88.1% accuracy.

Table 1. The performance of Graph kernels on the introduced variety of RNA graph representations for Dataset Categorization

	RNA-A	RNA-C	RNA-B	RNA-AB	RNA-AC	RNA-BC	RNA-ABC	RNA-SRVF	RNA-SRVF-P	RNA-type
SP	81.9	84.9	87.8	88.1	82.7	87.7	87.5	82.9	83.3	86.7
APC	76.1	82.9	84.6	85.3	76.1	85.9	86.2	80.1	81.5	85.5
WL-OA	78.7	85.7	86.9	87.4	82.4	87.4	87.4	81.6	81.6	87.1

Table 1 presents the results of applying different graph kernels to a range of RNA graph representations in order to categorize the RNA dataset. The introduced representations consist of 1D distinct node characteristics. In the table, bold numbers highlight the best result achieved for each representation, while red indicates the best kernel method employed for that particular representation.

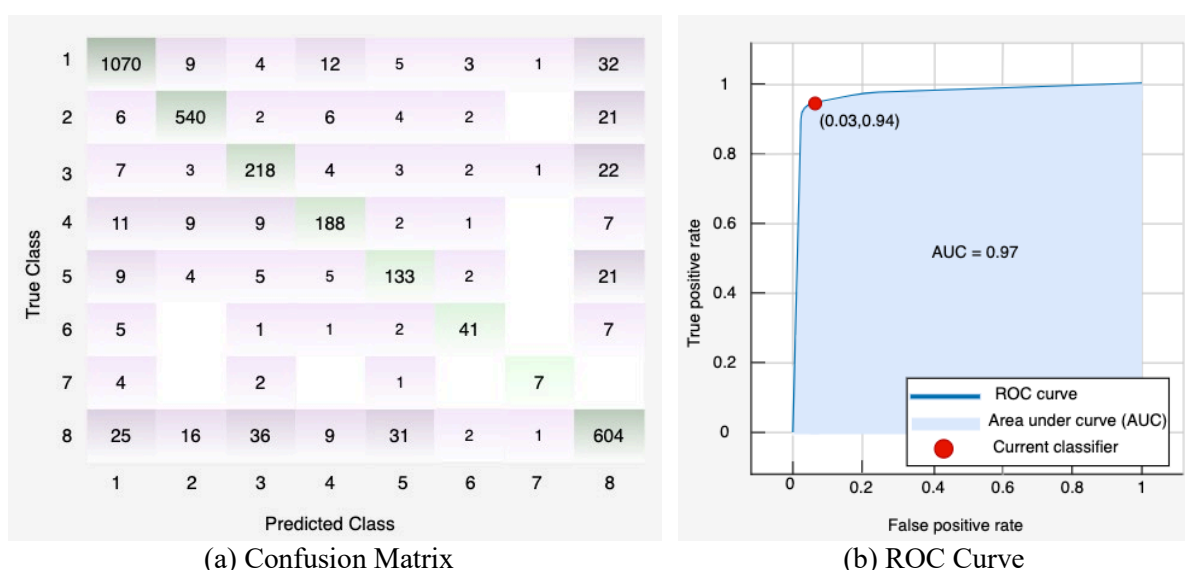


Figure 2. Confusion matrix and ROC curve generated by applying method SP+RNA-ABC.

We plotted a ROC curve and utilized the Subspace KNN classifier to assess the classification performance for SP+R-ABC. The resulting analysis showed a true positive rate (TPR) of 94% and 97% of an area under the curve (AUC).

Based on our observations, we conclude that using joint graph representations gives superior results compared to using single graph representations alone. As shown in Table 1, the most optimal result is achieved by employing the SP kernel to RNA-ABC, resulting in an 88.1% accuracy rate in three graph kernel methods. Furthermore, the SP method demonstrates superiority over other graph kernels in 8 out of 10 3D graph representations.

Table 2. The RNA dataset's classification accuracy utilising 3 kernel methods and 10 RNA graph representations. R-type is introduced in (Algul & Wilson, 2019) as a type

Full graph	RNA-A	RNA-C	RNA-B	RNA-AB	RNA-AC	RNA-BC	RNA-ABC	RNA-SRVF	RNA-SRVF-P	RNA-type
SP	83.4	85.1	87.2	87.8	81.0	87.6	88.1	80.9	82.6	86.7
APC	76.1	82.6	84.7	85.6	76.1	85.7	86.1	80.1	81.4	84.3
WLOA	82.3	85.0	87.0	87.4	79.0	87.5	87.6	81.2	81.7	86.8

In Table 2, we now add the base-pair edges to the graph to represent the 2D topology of the molecule. The addition of topology improves the majority (6 out of 10) of the representations, but in many cases only marginally. The previous best-performing method decreases slightly in performance, and now the best result is received from the RNA-ABC representation (88.1 percent) with the SP method. However, this is the same headline performance with no topology. We conclude that the kernel methods are highly dependent on label quality and not the connectivity of the representation.

7.4. Deep learning methods

We now investigate whether the deep learning architectures, which use graph learning and continuous features, are advantageous for classifying graph representations of RNA. In section 6.2, we described 5 graph neural network methods including DGCNN (Zhang et al., 2018), gUNets (Gao & Ji, 2019), structure2vec (Dai et al., 2016), GIN (Xu et al., 2019), and LCGNN_{GIN} (Ren et al., 2021) utilised in this work. Collectively we refer to these as graph deep learning (GDL) methods. Our implementation of the GDL methods involved the utilization of PyTorch in Python. For gradient descent, we employed the Adam optimizer in all models. To receive the best test results, we employed 10-fold cross-validation and trained each model for around 600 epochs, and recorded the optimal outcomes. Following several iterations for each technique, we have determined the optimal hyperparameters and the values.

Table 3. Selection of k and graph size for DGCNN. The numbers in parentheses indicate the graph sizes after fixed. These classification accuracy scores were achieved using the DGCNN on RNA-R graph representations

	$k = 0.9$	$k = 0.8$ (158)	$k = 0.75$ (122)	$k = 0.6$ (77)
DGCNN	93.063	94.006	91.798	92.744

Our implementation of the DGCNN model includes five convolutional layers with output channels of [16, 32, 32, 16, 1]. We configured the SortPooling with k by 0.8, which indicates that in 80% of the graphs, the number of vertices is less than k . We set the learning rate for our DGCNN model to

0.0001 and kept all other parameters of the original implementation. Based on the results shown in Table 3, the most outstanding results were achieved when the graph sizes were fixed at 158 nodes. Our GIN model implementation leveraged the sum aggregator function for node embedding and had four convolutional layers, a dropout proportion of 0.4, and a learning rate of 0.005. The remaining elements of the GIN model were identical to the original model. The Structure2Vec model performed the highest results when we utilized the identical hyperparameters found in the original Structure2Vec model implementation. We built our gUNets model using four gPool layers with gPool ratios [0.8 0.8 0.8 0.8], a layer dimension of 32, a hidden size of 128, a batch size of 32, and a learning rate of 0.004. All other parameters are identical to those in the original gUNets model.

Table 4. A range of methods (DGCNN, S2V, GIN, LCGNN, and G-U-Net) were applied to the RNA graph representations. These representations contain continuous node labels with dimensions of (1 - 2 - 3)

	RNA-XYZ	RNA-A-II	RNA-A-II	RNA-ABC-II	RNA-AC-II	RNA-C-II
DGCNN	84.277	83.596	83.596	85.174	80.757	82.019
GIN	66.038	62.264	62.264	64.151	64.151	64.151
S2V	...	81.073	81.073	82.650
gUNets	68.553	72.642	72.642	67.610	67.610	73.899

Table 5. The results are from a range of graph kernels (WL-OA, SP, APC) and deep learning methods (DGCNN, S2V, GIN, $LCGNN_{GIN}$, G-U-Net) on introduced a variety of graph representations. The nodes labels are discrete labels. RNA_R is described in (Algul and Wilson, 2019) as seq+top. Table 1 and Table 2 only represent the result obtained from 3D RNA representation

	RNA-A	RNA-B	RNA-C	RNA-AB	RNA-AC	RNA-BC	RNA-ABC	RNA-SRVF	RNA-SRVF-P	RNA-R	RNA-type
DGCNN	86.1	87.4	84.9	88.0	84.2	85.5	87.1	81.7	82.6	94.0	85.8
GIN	67.29	84.9	80.8	86.8	67.6	86.2	85.2	72.6	76.7	91.2	77.4
S2V	82.3	86.7	84.5	88.0	80.1	85.2	90.2	75.3	79.5	95.3	86.8
gUNets	74.21	86.5	79.9	85.8	74.2	85.2	86.5	73.0	74.8	89.9	75.5
$LCGNN_{GIN}$	72.64	86.2	83.3	85.2	74.5	86.2	85.8	73.0	76.1	93.1	78.0
SP	81.9	87.8	84.9	88.1	82.7	87.7	87.5	82.9	83.4	91.1	86.7
APC	76.1	84.6	82.9	85.3	76.1	85.9	86.2	80.1	81.5	89.9	85.5
WL-OA	78.7	86.9	85.7	87.4	82.4	87.4	87.4	81.6	81.6	92.4	87.1

Our results are presented in Table 4, for the continuous node features discussed in section 5.2. S2V model can only be able to consume graphs with one-dimensional node features. Based on our experiments, we found that the DGCNN method yielded the highest test accuracy results. This method outperformed other methods for all RNA graph representations shown in Table 4. We achieved the

highest accuracy of 84.277 using the RNA-XYZ graph representation. However, this is inferior to the 88.1% obtained by SP+R-ABC.

Then, we applied GNN methods to RNA graph representations that use distinct node labels. The results obtained by the GDL methods are similar to those for the kernel methods and better than the results in Table 4. The DGCNN and SP methods are superior and comparable to each other. The results for all representations are presented in Table 5. In the article (Xu et al., 2019), GIN claims that its method is comparable in effectiveness to WL in classification tasks. Nevertheless, our applications reveal that the GIN method, as shown in Table 5, did not outperform the WL methods. Moreover, in our extensive experiments, the graph kernels achieved the highest accuracy in 6 of the 11 RNA graph representations.

The data presented in Table 5, indicated by the red highlights, demonstrate that RNA-R outperforms all other representations. Furthermore, when utilizing the RNA-R representation, the Structure2Vec approach attains the highest performance, reaching 95.3%. RNA-R is the representation of a sequence of the RNA molecules added to the 2D RNA topology. The representation is explained in (Algul & Wilson, 2019) as (Sequence + Topology).

Our comprehensive empirical analysis employed a range of techniques, including classification methods (GNNs and graph kernels) and 3D RNA graph representations for predicting the biological tasks of RNA strands. Through our research, we explored that using discrete node labels was more successful than using continuous node labels for graph-based representations. When comparing graph kernel methods to the GNNs, we discovered that the GNNs generally performed better than the graph kernels in most cases.

8. Conclusion

In this article, we begin by discussing the representation issues and the challenges associated with non-Euclidean data in the context of GDL applications. Next, we review existing 3D RNA representations and introduce novel 3D RNA graph representations that utilize various techniques to encode the geometric RNA shape, including base position, curvature, arc length, and SRVF. We then present the outcomes generated from the 3D RNA graph representations employing graph kernels and compare these results with the ones received from the GNNs.

In the experiments, we successfully transformed the 3D RNA structure as a graph using various representations, where nodes reveal one to three-dimensional features. We applied advanced classification methods to our 3D RNA graph representation and discover that using the introduced graph representations is helpful in accurately predicting RNA functions in comparisons of the 3D RNA representations.

Furthermore, our experiments revealed that kernel methods are successful for RNA graph classification tasks, despite their limitation in using multi-dimensional continuous node labels as input. However, this does not seem to be an issue with RNA graphs, where classification is best using limited node labels. We applied the GNNs using this type of representation and found that graph neural networks provided the best results. GNNs is the most flexible methods as they can be applied to all introduced graph representations. In all our experiments, we achieved significant results on nucleobase sequences with the added 2D RNA topology, obtaining an accuracy of 95.3% in the use of Structure2Vec.

References

- Algul, E., & Wilson, R. C. (2019). A Database and Evaluation for Classification of RNA Molecules Using Graph Methods. In D. Conte, J.Y. Ramel & P. Foggia (Eds.), *Graph-Based Representations in Pattern Recognition: 12th IAPR-TC-15 International Workshop, GbRPR 2019. Lecture Notes in Computer Science, vol. 11510* (pp. 78-87). Springer, Cham. doi:10.1007/978-3-030-20081-7_8
- Balcerak, A., Trebinska-Stryjewska, A., Konopinski, R., Wakula, M., & Grzybowska, E. A. (2019). RNA-protein interactions: disorder, moonlighting and junk contribute to eukaryotic complexity. *Open Biology*, 9(6), 190096. doi:10.1098/rsob.190096
- Borgwardt, K. M., & Kriegel, H. P. (2005). *Shortest-path kernels on graphs*. Fifth IEEE International Conference on Data Mining (ICDM'05), Houston, TX, USA. doi:10.1109/ICDM.2005.132

- Carrasco-Hernandez, R., Jácome, R., López Vidal, Y., & Ponce de León, S. (2017). Are RNA viruses candidate agents for the next global pandemic? A review. *ILAR Journal*, 58(3), 343-358. doi:10.1093/ilar/ilx026
- Chen, L., Calin, G. A., & Zhang, S. (2012). Novel insights of structure-based modeling for RNA-targeted drug discovery. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 52(10), 2741-2753. doi:10.1021/ci300320t
- Chen, Z., Li, X., & Bruna, J. (2017). Supervised community detection with line graph neural networks. *arXiv preprint arXiv:1705.08415*. doi:10.48550/arXiv.1705.08415
- Chojnowski, G., Waleń, T., & Bujnicki, J. M. (2013). RNA Bricks-a database of RNA 3D motifs and their interactions. *Nucleic Acids Research*, 42(D1), D123-D131. doi:10.1093/nar/gkt1084
- Dai, H., Dai, B., & Song, L. (2016). Discriminative embeddings of latent variable models for structured data. *Proceedings of International Conference on Machine Learning*, PMLR, 48, 2702-2711.
- Darty, K., Denise, A., & Ponty, Y. (2009). VARNA: Interactive drawing and editing of the RNA secondary structure. *Bioinformatics*, 25(15), 1974-1975. doi:10.1093/bioinformatics/btp250
- de Vries, G. K. D. (2013). A fast approximation of the Weisfeiler-Lehman graph kernel for RDF data. In H. Blockeel, K. Kersting, S. Nijssen, F. Železný, (Eds.) *Machine Learning and Knowledge Discovery in Databases. ECML PKDD 2013. Lecture Notes in Computer Science()*, vol. 8188. Berlin, Germany: Springer. doi:10.1007/978-3-642-40988-2_39
- Ding, Y. (2006). Statistical and Bayesian approaches to RNA secondary structure prediction. *RNA*, 12(3), 323-331. doi:10.1261%2Frna.2274106
- Du, S. S., Hou, K., Póczos, B., Salakhutdinov, R., Wang, R., & Xu, K. (2019). Graph neural tangent kernel: Fusing graph neural networks with graph kernels. *Advances in Neural Information Processing Systems*, 32, *ArXiv, abs/1905.13192*. doi:10.48550/arXiv.1905.13192
- Gao, H., & Ji, S. (2019). Graph U-Nets. *Proceedings of the 36th International Conference on Machine Learning*, PMLR, 97, 2083-2092.
- Gilmer, J., Schoenholz, S. S., Riley, P. F., Vinyals, O., & Dahl, G. E. (2017). Neural message passing for quantum chemistry. *Proceedings of the 34th International Conference on Machine Learning*, PMLR, 70, 1263-1272.
- Giscard, P.-L., & Wilson, R. C. (2017). The all-paths and cycles graph kernel. *arXiv preprint arXiv:1708.01410*. doi:10.48550/arXiv.1708.01410
- Hajiaghayi, M., Condon, A., & Hoos, H. H. (2012). Analysis of energy-based algorithms for RNA secondary structure prediction. *BMC Bioinformatics*, 13(1), 22. doi:10.1186/1471-2105-13-22
- Hermansson, L., Johansson, F. D., & Watanabe, O. (2015). *Generalized shortest path kernel on graphs*. In Discovery Science, 18th International Conference, DS 2015, Banf, AB, Canada.
- Huang, H.-Y., & Lin, C.-J. (2016). Linear and kernel classification: When to use which? *Proceedings of the 2016 SIAM International Conference on Data Mining*, 216-224. doi:10.1137/1.9781611974348.25
- Kang, U., Tong, H., & Sun, J. (2012). Fast random walk graph kernel. *Proceedings of the 2012 SIAM International Conference on Data Mining*, 828-838. doi:10.1137/1.9781611972825.71
- Kerpedjiev, P., Höner zu Siederdisen, C., & Hofacker, I. L. (2015). Predicting RNA 3D structure using a coarse-grain helix-centered model. *RNA*, 21, 1110-1121. doi:10.1261%2Frna.047522.114
- Kim, N., Zahran, M., & Schlick, T. (2015). Computational prediction of riboswitch tertiary structures including pseudoknots by RAGTOP: a hierarchical graph sampling approach. *Methods in Enzymology*, 553, 115-135. doi:10.1016/bs.mie.2014.10.054
- Kipf, T. N., & Welling, M. (2017). Semi-supervised classification with graph convolutional networks. *arXiv:1609.02907*. doi:10.48550/arXiv.1609.02907
- Klosterman, P. S., Tamura, M., Holbrook, S. R., & Brenner, S. E. (2002). SCOR: A structural classification of RNA database. *Nucleic Acids Research*, 30(1), 392-394. doi:10.1093/nar/30.1.392
- Kriege, N. M., Giscard, P.-L., & Wilson, R. C. (2016). On valid optimal assignment kernels and applications to graph classification. In D. D. Lee, U. von Luxburg, R. Garnett, M. Sugiyama, & I. Guyon (Eds.), *Advances in Neural Information Processing Systems 29 (NIPS 2016)* (pp. 1623-1631). Curran Associates Inc.
- Kriege, N. M., Johansson, F. D., & Morris, C. (2020). A survey on graph kernels. *Applied Network Science*, 5(1), 1-42. doi:10.1007/s41109-019-0195-3

- Laborde, J., Srivastava, A., & Zhang, J. (2011). Structure-based RNA function prediction using elastic shape analysis. *IEEE International Conference on Bioinformatics and Biomedicine*, 16-21. doi:10.1109/BIBM.2011.119
- Laborde, J., Robinson, D., Srivastava, A., Klassen, E., & Zhang, J. (2013). RNA global alignment in the joint sequence–structure space using elastic shape analysis. *Nucleic Acids Research*, 41(11), e114. doi:10.1093/nar/gkt187
- Laing, C., Jung, S., Kim, N., Elmetwaly, S., Zahran, M., & Schlick, T. (2013). Predicting helical topologies in RNA junctions as tree graphs. *PLoS ONE*, 8(8), e71947. doi:10.1371/journal.pone.0071947
- Lau, M., & Ferré-D'Amaré, A. (2016). Many activities, one structure: Functional plasticity of ribozyme folds. *Molecules*, 21(11), 1570. doi:10.3390/molecules21111570
- Liu, W., Srivastava, A., & Zhang, J. (2010). Protein structure alignment using elastic shape analysis. *Proceedings of the First ACM International Conference on Bioinformatics and Computational Biology*, 62-70. doi:10.1145/1854776.1854790
- Magnus, M., Kappel, K., Das, R., & Bujnicki, J. M. (2019). RNA 3D structure prediction guided by independent folding of homologous sequences. *BMC Bioinformatics*, 20(1), 512. doi:10.1186/s12859-019-3120-y
- Miao, Z., & Westhof, E. (2017). RNA structure: Advances and assessment of 3D structure prediction. *Annual Review of Biophysics*, 46(1), 483-503. doi:10.1146/annurev-biophys-070816-034125
- Mjaavatten, A. (2020). *Curvature of a 1D curve in a 2D or 3D space*. MATLAB Central File Exchange. <https://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/69452-curvature-of-a-1d-curve-in-a-2d-or-3d-space> Access date: 20 March 2023.
- Needleman, S. B., & Wunsch, C. D. (1970). A general method applicable to the search for similarities in the amino acid sequence of two proteins. *Journal of Molecular Biology*, 48(3), 443-453. doi:10.1016/0022-2836(70)90057-4
- Neumann, M., Garnett, R., Bauckhage, C., & Kersting, K. (2015). Propagation kernels: efficient graph kernels from propagated information. *Machine Learning*, 102, 209-245. doi:10.1007/s10994-015-5517-9
- Nova, D., & Estévez, P. A. (2013). A review of learning vector quantization classifiers. *Neural Computing and Applications*, 25(3-4), 511-524. doi:10.1007/s00521-013-1535-3
- Oliver, C., Mallet, V., Philippopoulos, P., Hamilton, W. L., & Waldspühl, J. (2022). Vernal: a tool for mining fuzzy network motifs in RNA. *Bioinformatics*, 38(4), 970-976. doi:10.1093/bioinformatics/btab768
- Pande, V., & Nilsson, L. (2008). Insights into structure, dynamics and hydration of locked nucleic acid (LNA) strand-based duplexes from molecular dynamics simulations. *Nucleic Acids Research*, 36(5), 1508-1516. doi:10.1093/nar/gkm1182
- Petrov, A. I., Zirbel, C. L., & Leontis, N. B. (2013). Automated classification of RNA 3D motifs and the RNA 3D Motif Atlas. *RNA*, 19(10), 1327-1340. doi:10.1261/rna.039438.113
- Purzycka, K. J., Adamiak, R. W., Blazewicz, J., Pospolda, M., Szachniuk, M., Antczak, M., & Lukasiak, P. (2015). Automated 3D RNA structure prediction using the RNAComposer method for Riboswitches1. *Methods in Enzymology*, 553, 3-34. doi:10.1016/bs.mie.2014.10.050
- Reinharz, V., Soulé, A., Westhof, E., Waldspühl, J., & Denise, A. (2018). Mining for recurrent long-range interactions in RNA structures reveals embedded hierarchies in network families. *Nucleic Acids Research*, 46(8), 3841-3851. doi:10.1093/nar/gky197
- Ren, Y., Bai, J. & Zhang, J. (2021). Label contrastive coding based graph neural network for graph classification. *Database Systems for Advanced Applications*, 123-140. doi:10.1007/978-3-030-73194-6_10
- Ribeiro, L., Saverese, P., & Figueiredo, D. (2017). struc2vec: Learning node representations from structural identity. *Proceedings of the 23rd ACM SIGKDD International Conference on Knowledge Discovery and Data Mining*, 385-394. doi:10.1145/3097983.3098061
- Schneider, P., Biehl, M., & Hammer, B. (2009). Distance learning in discriminative vector quantization. *Neural Computation*, 21(10), 2942-2969. doi:10.1162/neco.2009.10-08-892
- Shervashidze, N., Schweitzer, P., Van Leeuwen, E. J., Mehlhorn, K., & Borgwardt, K. M. (2011). Weisfeiler-Lehman graph kernels. *Journal of Machine Learning Research*, 12, 2539-2561.

- Verbeek, P., & Vliet, L.V. (1993). *Curvature and bending energy in digitized 2D and 3D images*. In 8th Scandinavian Conference on Image Analysis, Tromso, Norway.
- Wilson, R. C., & Algul, E. (2018). Categorization of RNA Molecules Using Graph Methods. In: X. Bai, E. Hancock, T. Ho, R. Wilson, B. Biggio, & A. Robles-Kelly (Eds) *Structural, Syntactic, and Statistical Pattern Recognition. S+SSPR 2018. Lecture Notes in Computer Science*, vol 11004 (pp. 439-448). Springer, Cham. doi:10.1007/978-3-319-97785-0_42
- x3dna.org. (n.d.). *3dna: a suite of software programs for the analysis, rebuilding and visualization of 3-dimensional nucleic acid structures*. <http://x3dna.org/> Access date: 20 March 2023.
- Xu, K., Li, C., Tian, Y., Sonobe, T., Kawarabayashi, K., & Jegelka, S. (2018). Representation learning on graphs with jumping knowledge networks. *Proceedings of the 35th International Conference on Machine Learning, PMLR*, 80, 5453-5462.
- Xu, K., Hu, W., Leskovec, J., & Jegelka, S. (2019). How powerful are graph neural networks? *arXiv preprint*, 1810.00826. doi:10.48550/arXiv.1810.00826
- Yang, H., Jossinet, F., Leontis, N., Chen, L., Westbrook, J., Berman, H., & Westhof, E. (2003). Tools for the automatic identification and classification of RNA base pairs. *Nucleic Acids Research*, 31(13), 3450-3460. doi:10.1093/nar/gkg529
- Zahran, M., Sevim Bayrak, C., Elmetwaly, S., & Schlick, T. (2015). RAG-3D: a search tool for RNA 3D substructures. *Nucleic Acids Research*, 43(19), 9474-9488. doi:10.1093/nar/gkv823
- Zhang, M., & Chen, Y. (2018). *Link prediction based on graph neural networks*. Advances in Neural Information Processing Systems, Curran Associates, Inc.
- Zhang, M., Cui, Z., Neumann, M., & Chen, Y. (2018). An end-to-end deep learning architecture for graph classification. *Proceedings of the AAAI Conference on Artificial Intelligence*, 32(1), 4438-4445. doi:10.1609/aaai.v32i1.11782
- Zhang, S., Tong, H., Xu, J., & Maciejewski, R. (2019a). Graph convolutional networks: a comprehensive review. *Computational Social Networks*, 6(1), 11. doi:10.1186/s40649-019-0069-y
- Zhang, Z., Bu, J., Ester, M., Zhang, J., Yao, C., Yu, Z., & Wang, C. (2019b). Hierarchical graph pooling with structure learning. *arXiv:1911.05954*. doi:10.48550/arXiv.1911.05954
- Zhao, T., Zhang, X., & Wang, S. (2021). GraphSMOTE: Imbalanced node classification on graphs with graph neural networks. *Proceedings of the 14th ACM International Conference on Web Search and Data Mining*, 833-841. doi:10.1145/3437963.3441720



Research Article

Prediction of Financial Time Series with Deep Learning Algorithms

Dilara Elize PAMUKÇU¹, Yeşim AYGÜL², Onur UĞURLU^{*3}

¹ İzmir Bakırçay University, Smart Systems Engineering, 35665, İzmir, Türkiye

² Ege University, Faculty of Science, Department of Mathematics, 35040, İzmir, Türkiye

³ İzmir Bakırçay University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Fundamental Sciences, 35665, İzmir, Türkiye

Dilara Elize PAMUKÇU, ORCID No: [0000-0003-3713-286X](https://orcid.org/0000-0003-3713-286X), Yeşim AYGÜL, ORCID No: [0000-0003-0605-9604](https://orcid.org/0000-0003-0605-9604), Onur UĞURLU, ORCID No: [0000-0003-2743-5939](https://orcid.org/0000-0003-2743-5939)

*Corresponding author e-mail: onur.ugurlu@bakircay.edu.tr

Article Info

Received: 20.01.2023

Accepted: 27.06.2023

Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1240021](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1240021)

Keywords

Applied mathematics,
Data mining,
Deep learning,
Financial time series,
LSTM,
RNN

Abstract: Stock market index data, foreign currency, and gold have an important place in financial time series. Therefore, value or direction of movement estimation studies on this subject attracts the attention of both investors and researchers. This study aims to estimate the daily value of the US Dollar, Gold, and Borsa Istanbul (XU) 100 index using deep learning methods: Recurrent Neural Networks and Long-Short-Term Memory. A data set consisting of 2280 business days between 2013-2022, which includes the date, US Dollar, Gold, and XU 100 closing data, was used in the study. Mean absolute error, mean square error, root mean square error, and coefficient of determination were used to evaluate the performance of the developed prediction models. When the results were examined, it was seen that the Long-Short-Term Memory algorithm performs better than the Recurrent Neural Network algorithm and achieved a determination coefficient value of over 95% for the US Dollar, Gold, and XU 100 index. Moreover, the findings obtained in the study indicate that deep learning algorithms can show high prediction performance on financial time series without using extra independent variables.

Finansal Zaman Serilerinin Derin Öğrenme Algoritmaları ile Tahminlenmesi

Makale Bilgileri

Geliş: 20.01.2023

Kabul: 27.06.2023

Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1240021](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1240021)

Anahtar Kelimeler

Derin öğrenme,
Finansal zaman serileri,
LSTM,
RNN,
Uygulamalı matematik,
Veri madenciliği

Öz: Borsa endeks verileri, döviz ve altın finansal zaman serileri içerisinde önemli bir yere sahiptir. Bu konuda yapılacak değer ya da hareket yönü tahmini çalışmaları hem yatırımcıların hem de araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Bu çalışmada, derin öğrenme yöntemlerinden Tekrarlayan Sinir Ağları ve Uzun-Kısa Süreli Bellek algoritmaları ile; Dolar, Altın ve BİST 100 endeksinin günlük değer tahmini amaçlanmıştır. Çalışmada tarih, dolar, altın ve BİST 100 günlük kapanış verileri içeren 2013-2022 yılları arasındaki 2280 iş gününden oluşan bir veri seti kullanılmıştır. Geliştirilen tahmin modellerinin performanslarını değerlendirmek için ortalama mutlak hata, ortalama karesel hata, hata kareler ortalamasının karekökü ve belirlilik katsayısı değerlendirme ölçütleri kullanılmıştır. Tahmin sonuçları incelendiğinde Uzun-Kısa Süreli Bellek algoritmasının Tekrarlayan Sinir Ağı algoritmasına göre daha iyi performans gösterdiği ve Dolar, Altın ve BİST 100 endeksi için belirlilik katsayısı değerinin %95'in üzerinde olduğu görülmüştür. Ayrıca çalışmada elde edilen bulgular, derin öğrenme algoritmalarının finansal zaman serileri üzerinde ekstra bağımsız değişkenlere ihtiyaç duymadan yüksek tahmin başarımlarını gösterebileceğini belirtmektedir.

1. Introduction

In today's global world, with constantly changing conditions and ambiguous data, making decisions is challenging for companies and individual investors. Accordingly, following the price movements of financial instruments and predicting the upcoming trends is essential for making an investment decision. Therefore, accurate estimation of financial data with statistical methods based on data mining and machine learning is crucial for investors.

While making an investment decision, investors can convert their savings into values such as gold, foreign currency, or stocks according to the risk and return expectations. The prediction studies of stock market index data, foreign exchange, and gold values attract the attention of both investors and researchers as they have an important place in financial time series. Stock markets, which consist of dynamic and chaotic stocks, can be affected by several factors, such as political events, general economic situation, preferences of institutional investors, investor expectations, and investor psychology. Hence, due to uncertainty, stock markets carry more risk than all other investment areas.

XU is a remarkably active stock market since it is very sensitive to adverse market conditions, reacting quickly, increasing the number of companies traded, and increasing the total transaction volume daily. These advantages make XU solid and attractive for domestic and foreign investors. Investors need to reach some critical information about the stock they will invest in and predict the stock's future price expectations. The market value, trading amount, and trading volume of the stock are some of the information that plays a critical role in predicting the future price expectations of the stock. However, although this information is easily accessible, it is difficult to make accurate estimations because stock prices are affected by many other factors. Thus, a robust prediction model should be chosen to make accurate estimations.

The US dollar, which has become the universal currency, is used in the foreign trade of developing countries such as Turkey. Similar to stocks, forecasting studies for the US dollar attract the attention of both large and small-scale investors. Compared to other financial assets, gold is one of the investment instruments that attract the most attention as a traditional investment instrument in Turkey, as its transaction is simple, understandable, and reliable. Furthermore, it is observed that investors traditionally tend to invest in gold in times of crisis and uncertainty to protect themselves against the risk of a fall in the dollar or an increase in inflation. Therefore, prediction studies on XU, the US dollar, and gold have meaningful contributions to the literature.

Financial time series prediction is a popular research area for most researchers as it offers massive profit opportunities. With the developing computer technologies, deep learning algorithms allow the precise estimation of financial time series. Deep learning algorithms, which use hidden layers on the shallow structure consisting of input and output layers in traditional machine learning, are one of the most popular approaches for solving complex problems.

This study investigated the performances of deep learning algorithms on a financial time series containing US Dollar, Gold, and XU 100 values. The data set covers the period of 2013-2022 and consists of Dollar, Gold, and XU 100 values. To predict the daily values of Dollar, Gold, and XU 100 Long-Short Term Memory (LSTM) and Recurrent Neural Networks (RNN) algorithms, which are known to have high estimation performance on time series in the literature, were used. The main contribution of this study is that by using the optimized hyperparameters, deep learning algorithms such as RNN and LSTM can achieve high prediction performance in financial time series without multiple independent variables. The performances of the prediction models were evaluated by using Mean Squared Error (MSE), Root Mean Squared Error (RMSE), Mean Absolute Error (MAE), and coefficient of determination (R^2).

The applied methodology in this study is generalized and explained in Figure 1 with a flowchart. First, the daily values of the US Dollar, Gold, and XU 100 are gathered from investing.com. Subsequently, data preprocessing is performed to convert the time series data into a supervised learning problem and reshape it into a suitable format for RNN or LSTM algorithms. Then, the prediction model architecture is defined, specifying the number of layers, memory cells, and additional layers like Dropout or Batch Normalization. In the next step, the model is trained using the training data. Evaluation of the trained model is carried out on the testing set, using performance metrics such as mean squared error, root mean squared error, or mean absolute error. The model's predictions are analyzed and compared with actual values. Model optimization involves fine-tuning the hyperparameters of the

algorithms. Once the optimized hyperparameters are determined, the model is trained using the training data again, and final predictions are obtained.

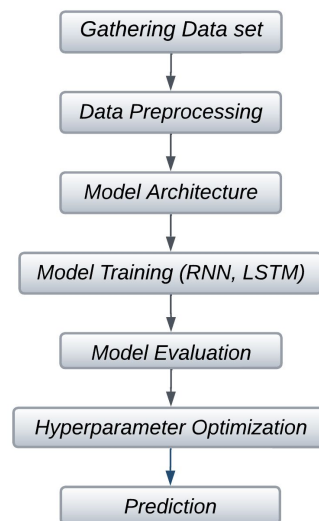


Figure 1. General overview of this study.

The remaining sections of the study are organized as follows; in the second section, a comprehensive literature review is presented. In the third section, deep learning algorithms applied in this study are introduced. Section 4 presents the prediction results. The last section gives general evaluations of the study and some remarks for future studies.

2. Literature

This section presents the prediction studies that used machine learning and deep learning methods on financial time series between 2011-2022 (in chronological order).

Akcan & Kartal (2011) predicted the stock prices of seven companies in the insurance sector using the Artificial Neural Networks model. Their data set consists of days between 05.01.2009-28.02.2011, and they used four macro and seven microeconomic variables as independent variables. It has been reported that the mean absolute percentage error in the 15-day estimation ranges from 0.85% to 2.36%, and the mean absolute error ranges from 2 cents to 27 cents.

Erdoğan & Özyürek (2012) aimed to predict the daily prices of white appliances companies in the Istanbul Stock Exchange (ISE) index using Artificial Neural Networks. They used Dollar Rate, ISE index, and stock closing values as independent variables in the data set consisting of 127 business days between 2011 and 2012. When the results from 5 different companies were examined, the mean percentage of errors was reported as the lowest at 0.43% and the highest at 2.56%.

Yakut et al. (2014) used Feed Forward Artificial Neural Networks and Support Vector Machines to predict the XU index. In the data set consisting of 1998 business days between 03.01.2005-31.12.2012, overnight interest rate, US dollar rate, and the stock market index values of the British Stock Exchange, the French Stock Exchange, the Japan Stock Exchange, the German Stock Exchange, and the Brazilian Stock Exchange were used as independent variables. It was reported that the R^2 values of the prediction models were 97% and 97.7%, respectively.

Özçalıcı (2016) predicted the price of 30 stocks listed in the Borsa Istanbul 30 index using Multilayer Artificial Neural Networks. The data set used in this study consists of 2760 working days between January 2010 and November 2015, and opening, closing, lowest, highest price, trading volume information, and fundamental and technical indicators are used as independent variables. As a result, it has been shown that stock price movements can be predicted with a success rate close to 72.88%.

Yüksel & Akkoç (2016) employed Artificial Neural Networks to predict gold prices. Seven independent variables were used in the data set of 2885 working days between 03.01.2002 and 31.10.2013. The results show that the artificial neural network algorithm could be used successfully for

predicting gold prices. The R^2 , RMSE, and MAE values of the developed prediction model have been reported as 99%, 16.61%, and 11.96%, respectively.

Onocak & Koç (2018) predicted monthly pension mutual fund stock prices using artificial neural networks. Five independent variables were used in the data set consisting of 154 monthly data between January 2003 and October 2017. As a result of the analysis, the R^2 value of the prediction model was reported as approximately 99%.

Çam & Kılıç (2018) used Markov chains and artificial neural network models together to estimate the daily returns of gold prices. They reported that their prediction model has a success of 70% in the gold price estimation.

Tuna (2019) conducted a gold price prediction study using artificial neural networks over 2608 working days between 01.07.2009 and 28.06.2019, and prediction performances were measured with two different approaches, in-sample and out-of-sample. The RMSE values of the artificial neural network model with 2 delayed 4 hidden neurons and 1 output neuron (2-4-1) were reported as 13.52% for in-sample estimation and 8.96% and 29.43% for out-of-sample estimation.

Akşehir & Kılıç (2019) employed Decision Tree, Multiple Regression, and Random Forest algorithms to predict the closing prices of some bank stocks. Two different sets of independent variables were used in the data set consisting of the data between 01.01.2016 and 09.05.2019. As a result, the highest R^2 value of 98% was obtained in the data set consisting of independent variables.

Şişmanoğlu et al. (2020) used three different deep learning algorithms, LSTM, Gated Recurrent Unit (GRU), and Bidirectional LSTM (BLSTM), to predict IBM stock. Five independent variables were used in the data set consisting of 12648 trading days between 02.01.1968 and 09.04.2018. It was reported that the prediction accuracy values for the 5-day input were 57.52%, 52.17%, and 63.54% for LSTM, GRU, and BLSTM, respectively.

Ustalı et al. (2020) aimed to predict the future prices of the stocks of the companies traded in the XU 30 index using Artificial Neural Networks, Random Forest Algorithm, and XGBoost Algorithm. The quarterly average of the monthly closing prices between 31.01.2010 and 31.12.2019 was used as the data set. As a result, the XGBoost algorithm (72.2%) showed better results than the Random Forest algorithm (69.5%), while the Artificial Neural Networks (68.6%) lagged behind these algorithms.

Söylemez (2020) estimated gold prices with multilayer artificial neural network using the independent variables of VIX index, Brent oil prices, US Dollar index, and Dow Jones index formed between 03.11.2014 and 31.10.2019. As a result, the R^2 of the developed model was reported as 98.44%.

Alpay (2020) used LSTM to predict the USD/TRY values on a data set between 01.01.2000 and 31.12.2017. As a result of the study, it was reported that the LSTM algorithm could make close estimations of the actual values.

Altunbaş (2021) used the Boruta algorithm and then the feed-forward deep neural network algorithm on the data set containing eight independent variables between 04.11.2015 and 04.11.2019. When the results were examined, the RMSE value was reported as 11203.49.

İlgin & Sarı (2021) tried to predict the XU 100 index movements with Artificial Neural Networks. In the data set consisting of 143 monthly data between 2008-2019, the indicator indices of the BRICS countries were used as the independent variables. As a result, the RMSE and R^2 values of the prediction model were reported as 0.182% and 93%, respectively.

Arslankaya & Toprak (2021) predicted the closing values of Ereğli Demir ve Çelik Fabrikaları T.A.Ş.'s stock prices by using Polynomial Regression, Random Forest Regression, Recurrent Neural Networks and Long-Short-Term Memory algorithms. The data set used in this study consists of 1619 business days between 01.01.2014 and 01.06.2020. When the results were examined, it was seen that the Random Forest Regression model gave the best result, while the Polynomial Regression model gave the worst result. The MSE, MAE, and RMSE values were reported as 0.14%, 2.4%, and 3.7% for Random Forest and 44%, 46%, and 66% for Polynomial Regression, respectively.

Gavcar & Metin (2021) aimed to predict the opening prices of Vestel's stocks with the LSTM algorithm. Four independent variables were used in the data set consisting of 1527 trading days between January 2016 and December 2021. As a result, a 95% accuracy rate was reported for the LSTM algorithm.

Taş et al. (2021) used the data from the S&P 500 index to predict the US dollar values. Estimations were made on the daily price data between 12.08.2000 and 13.8.2020 with LSTM and

Multi-Layer Perceptron. Training, testing, and all data RMSE values are \$17.3, \$65.3, and \$22 for the LSTM and \$16.1, \$61.2, and \$20.6 for multi-layer perceptron, respectively.

Aytekin (2021) tried to predict the closing prices of the stocks of 12 randomly selected companies in the XU 30 index with Artificial Neural Networks, Panel Regression Analysis, and Regression Analysis. The Market Value/Book Value ratio, Leverage Ratio, Return on Equity, Earnings Per Share, and Price/Earnings Ratio are used as independent variables in the data set consisting of quarterly data set for the years 2019-2020. As a result, it was reported that artificial neural networks gave more successful results than classical methods, with an R^2 value of 91.7%.

Sarıkoç & Çelik (2022) aimed to estimate the XU 100 index with LSTM. In the data set consisting of 4422 business days between 20.09.2002 and 24.07.2020, 49 different attributes were used as independent variables. As a result, R^2 and RMSE values were 88.2% and 2.7% for the PCA+LSTM hybrid prediction model and 92.6% and 2.1% for the LSTM.

When the literature is examined, it is seen that the studies for the estimation of financial data artificial neural network-based approaches have higher prediction accuracy. Due to these results and their compatibility with time series, it was preferred to employ RNN and LSTM algorithms on daily data sets in this study.

3. Material and Methods

In this section, the concept of deep learning is briefly mentioned, and the applied algorithms are explained.

3.1. Deep learning algorithms

Deep Learning, a subclass of Machine Learning, is inspired by layers of neural networks modeled according to the working logic of the human brain. As with biological neurons, artificial neurons receive their input, process it, and then deliver its output. This way, predictions can be made on the outputs of any data set. Information is gathered from multiple data sources in deep learning. By learning the distinctive features or their representations in these collected data, analysis can be performed without the need for human intervention. Sufficient training must be applied for the system to result in successful feature learning. Here, the feature learning phase consists of a hierarchical structure. While the distinctiveness of the features at the lower level of the structure is less, the features at the upper level derived from the features at this level are more distinctive. Low-level features play a significant role in generating meaningful features.

In this study, the RNN algorithm and the LSTM algorithm, which have been widely used in recent years, were preferred for the analysis of the data set because it has a structure that can remember essential information, can learn, and generalize through examples, and contains fewer assumptions compared to statistical methods.

3.1.1. Recurrent neural networks

In 1986, a study named “Learning representations by backpropagating errors” was presented by Rumelhart et al. (1986). RNNs are a class of artificial neural networks in which the interconnections of units form a directional loop. This loop creates an internal network state that allows it to behave dynamically. RNNs can use their own input memory to process random sequences of inputs. In other words, an RNN is an artificial neural network that transmits the output from the previous unit as the input of the next unit and creates a cyclic structure with new information from the outside. The main idea of this class is the sequential use of information. The RNN algorithm uses a hidden layer to calculate the activation value, taking the output from the previous step and the output from the lower layers as input. It uses self-renewal by combining new data with previous data to make decisions about the outputs. After the output is generated, it is copied and sent back to the input part of the RNN. The RNN uses this memory to process new inputs, but this memory is short-term. The most critical parameters of the RNN algorithm are epoch, batch size, embedding size, and learning rate.

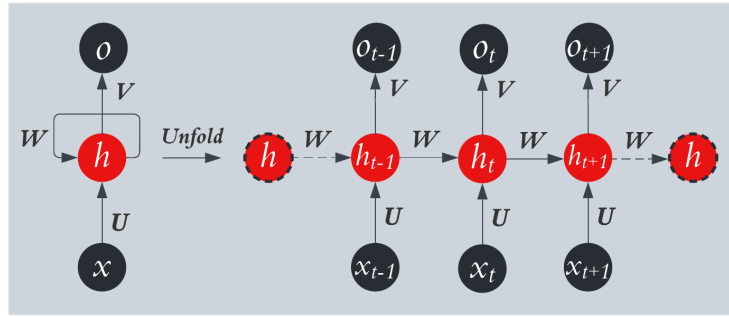


Figure 2. The structure of recurrent neural networks.

Figure 2 shows the RNN structure. In this figure, x and o represent the input and output vectors, respectively. The part defined as h represents the internal structure of the RNN algorithm. When the recurrent part of this structure is broken and opened, the structure in the direction of the unfold arrow is revealed. The structure with length $t + 1$ in the form of $x_{t-1} \dots x_{t+1}$ is distributed in the RNN, as shown in the figure, and an output h_i is obtained for each x_i .

3.1.2. Long-short term memory

LSTM, a sub-branch of RNNs, is a feedback neural network. LSTM networks were introduced by Hochreiter and Schmidhuber in 1997 (Hochreiter & Schmidhuber, 1997). It was created to solve the recall problem of RNNs. It is a type of neural network suitable for classifying, processing, and predicting time series. LSTMs are a special type of RNN that adds a cell state in addition to a hidden state to protect valuable information throughout the time series. It is also controlled by a special gate system that can handle many challenging situations much better than the ordinary RNN algorithm. Here, the gates are the structures where the decision is made whether the signal will pass or not.

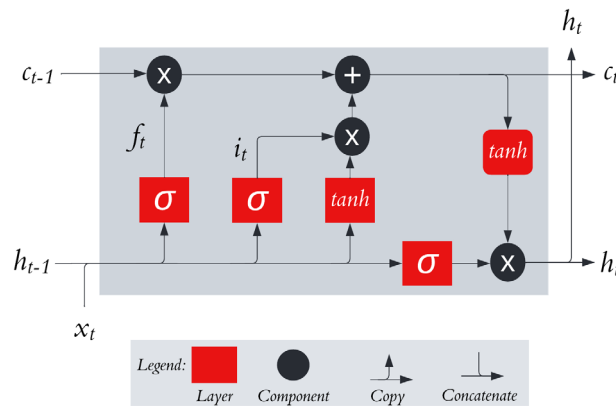


Figure 3. The structure of long-short term memory.

In the LSTM structure, the input, output, and forget gates serve the functions of reading, writing, and resetting, respectively. Changes in the cell's state are controlled through these gates. Thus, the control of the information added to the memory is the task of the input gate. It is the task of the forget gate to control how much of the old information is transferred to the new data. Controlling how much of the information in the memory will be used in the output stage is a task of the output gate. Parameters such as the number of hidden units, batch size, and previous data length in the LSTM algorithm have a major impact on prediction accuracy. In the last sigmoid layer, the output gate layer, what to send as output is obtained because of filtering (Figure 3).

A more detailed explanation of the working principle of LSTM can be given through its formulas. The LSTM equations can be summarized as follows:

$$f_t = \sigma(W_f \cdot [h_{t-1}, x_t] + b_f) \quad (1)$$

$$i_t = \sigma(W_i \cdot [h_{t-1}, x_t] + b_i) \quad (2)$$

$$o_t = \sigma(W_o \cdot [h_{t-1}, x_t] + b_o) \quad (3)$$

$$\tilde{C}_t = \tanh(W_C \cdot [h_{t-1}, x_t] + b_C) \quad (4)$$

$$C_t = f_t \odot C_{t-1} + i_t \odot \tilde{C}_t \quad (5)$$

$$h_t = o_t \odot \tanh(C_t) \quad (6)$$

The forget gate output (f_t), input gate output (i_t), and output gate output (o_t) are determined by applying sigmoid activation functions to linear combinations of the previous hidden state (h_{t-1}) and the current input (x_t), along with corresponding weight matrices (W_f, W_i, W_o) and bias vectors (b_f, b_i, b_o). The new candidate values (\tilde{C}_t) are computed by applying the hyperbolic tangent activation function to a linear combination of h_{t-1}, x_t , and a bias vector (b_C). The memory cell state (C_t) is updated by combining the previous state (C_{t-1}) with the candidate values (scaled by f_t and i_t). Finally, the hidden state (h_t) is calculated by applying the output gate values (o_t) to the hyperbolic tangent of the updated memory cell state (C_t). These equations demonstrate the intricate interplay between gates, memory cells, and hidden states, enabling LSTMs to effectively capture long-term dependencies in sequential data.

3.2. Statistical analysis

To evaluate the prediction performance of the models, mean squared error, mean absolute error, root mean squared error (RMSE), and coefficient of determination evaluation criteria were used in equations (7)-(10), respectively.

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{y}_i - y_i)^2 \quad (7)$$

$$MAE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |\bar{y}_i - y_i| \quad (8)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{y}_i - y_i)^2} \quad (9)$$

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y})^2} \quad (10)$$

where, \bar{y}_i is the i -th predicted value; y_i is the actual value of the i th sample, and \hat{y} is the mean of the y values; n represents the total number of samples.

4. Application

This section gives the prediction results of applied algorithms on real-life data. To perform algorithms, Python 3.9.7 programming language and packages were preferred since it facilitates the implementation of the necessary steps for solving artificial intelligence problems with the packages it contains. In addition, Microsoft Excel (Microsoft 365) was used as the database because it provides convenience in terms of operations and controllability that can be applied to the data.

4.1. Data set

The data set used in the study includes the observed values for the years between 2013-2022, which contains 2280 rows in total (consisting of only working days as the stock market is closed on weekends and holidays). The data set was obtained from the address *investing.com*. The minimum, maximum, mean, and standard deviation values of the data are given in Table 1.

Table 1. Variables used in the study

Variables	Minimum	Maximum	Mean	Standard Deviation
US Dollar	1.75	16.41	4.51	2.49
Gold	74.05	950.1	217.76	159.04
XU 100	611.89	2 278.55	983.31	267.1

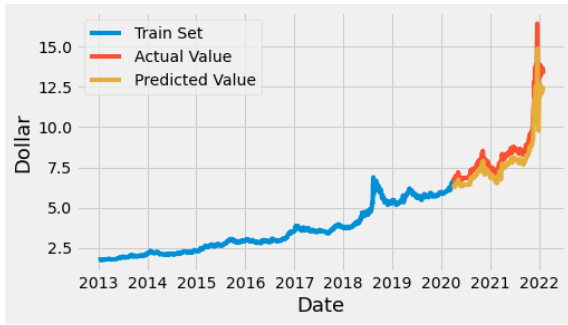
4.2. Prediction performance analysis of deep learning algorithms

The data set was divided into 80% training and 20% test data to examine the success of the algorithms. Training and test data did not shuffle in time series because the data is based on all previous days. Thus, the first 1824 rows were used as training data, and the remaining 456 rows were used as test data. The first and last 5 rows of the data set are given in Table 2. To obtain better performance from the algorithms, scaling was also performed on the data. Therefore, the variables in the data set were brought to the same metric by taking values between 0 and 1.

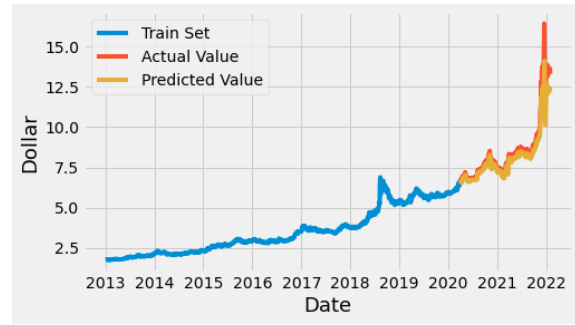
Table 2. The data set used in the study

	Date	Dollar	Gold	XU 100
0	02.01.2013	1.7787	98	796.4208
1	03.01.2013	1.7847	98.5	800.3333
2	04.01.2013	1.7818	98.5	795.6395
3	07.01.2013	1.7798	97	802.2441
4	08.01.2013	1.7783	96.5	801.6171
...
2275	25.01.2022	13.4769	801.87	1 945.07
2276	26.01.2022	13.5561	794.408	1 951.17
2277	27.01.2022	13.6470	786.936	1 997.69
2278	28.01.2022	13.5507	781.148	1 983.18
2279	31.01.2022	13.3074	769.081	2 003.20

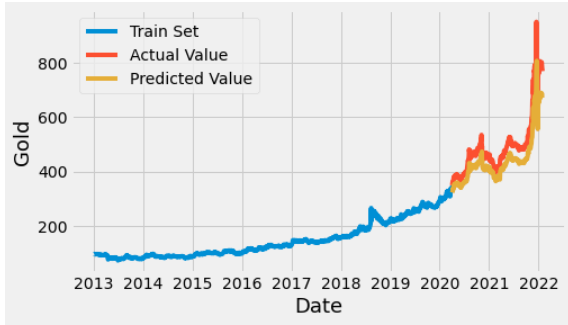
The RNN network used in the study includes 4 layers in total. It has been observed that the prediction values of RNN are close to the actual values when the number of blocks in the first 3 layers is given as 128. Giving the number of blocks more than 128 extended the processing time and did not make a significant difference in the results. The *relu* function, which can take 0 for negative and x for positive inputs, is used as the activation function. To avoid the overfitting problem, the Dropout layer, which is connected to the RNN layers, has been added. Since an output will be taken from the last layer, the number of blocks has been determined as 1. “*adam*” is used as the optimization function of the RNN network. For the RNN algorithm, Mean Squared Error was chosen as the loss function. The best results were obtained when the epoch was 100, and the number of data in a group (batch_size) was 20. The number of data in a group indicates how much data the forward and backward propagation algorithm will be applied to simultaneously. Figure 4a, Figure 4b, and Figure 4c show the actual and predicted values of the RNN algorithm for the US Dollar, Gold, and XU 100, respectively.



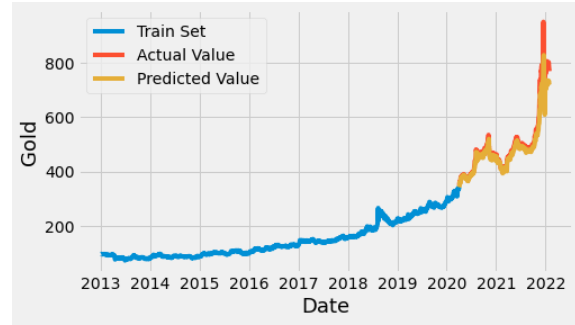
(a)



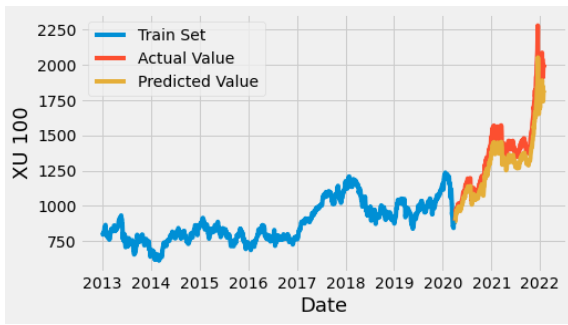
(a)



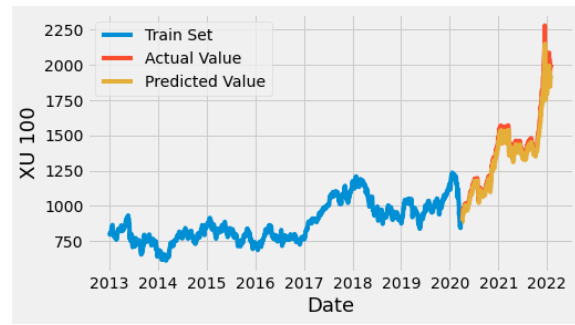
(b)



(b)



(c)



(c)

Figure 4. a) US Dollar b) Gold and c) XU 100 prediction results of RNN algorithm.

Figure 5. a) US Dollar b) Gold and c) XU 100 prediction results of LSTM algorithm.

The LSTM network used in the study consists of 4 layers in total. The LSTM algorithm gave the best results when the number of blocks in the first 3 layers is set to 64. Giving the number of blocks more than 64 extended the processing time and did not make a significant difference in the results. The *tanh* function, which can take values in the range of $[-1,1]$, is used as the activation function. The number of values in this range also contributes to learning. The Dropout layer, which depends on the LSTM layers, has been added to avoid the overfitting problem. Similarly, since there is an output to be taken from the last layer, the number of blocks is determined to be 1. “adam” is used as the optimization function of the LSTM network. In addition, momentum value and learning rate can be given in this function. For the LSTM model, Mean Squared Error was chosen as the loss function. The best results were obtained when the batch_size was 20 and the epoch was 100. Figure 5a, Figure 5b, and Figure 5c show the actual and predicted values of the LSTM for the US Dollar, Gold, and XU 100, respectively. To compare the prediction performance of the algorithms, MSE, MAE, RMSE, and R^2 measures were used. A low value of MSE, MAE, and RMSE and a high value of R^2 indicate the success of the prediction model. Accordingly, the results of the RNN and LSTM algorithms are reported in Table 3.

Table 3. Test data error values of deep learning algorithms

Error metrics	Dollar		Gold		XU 100	
	RNN	LSTM	RNN	LSTM	RNN	LSTM
MSE	0.43	0.17	2 387.75	655.29	7 098.79	1 884.84
MAE	0.57	0.24	46.55	14.26	75.37	32.80
RMSE	0.66	0.41	48.86	25.60	84.25	43.41
R ²	0.88	0.95	0.81	0.95	0.90	0.97

When Table 3 is examined, it is seen that the RNN algorithm has higher error values than the LSTM algorithm. When predicting US Dollar, MSE and MAE values of the LSTM algorithm are approximately 60% better than the RNN. Besides, the R² value of LSTM is 7% higher than the RNN. For predicting the Gold prices, the LSTM algorithm has approximately 70% better values of MSE and MAE than the RNN algorithm. In addition, the R² value of the RNN is 81%, while this value equals 95% for LSTM. When the error metrics of XU 100 index prediction are compared, the LSTM shows approximately four- and two-times better performance for MSE, MAE, and RMSE, respectively, than the RNN. The R² values of the RNN 7% lower than the LSTM.

Table 4. Error metric values of LSTM and RNN algorithms for the Price prediction in test data of THYAO, TUPRS, and MAVI data sets

Error metrics	THYAO		TUPRS		MAVI	
	RNN	LSTM	RNN	LSTM	RNN	LSTM
MSE	0.62	0.24	0.44	0.23	0.67	0.12
MAE	0.48	0.30	0.49	0.29	0.71	0.25
RMSE	0.78	0.49	0.66	0.48	0.82	0.35
R ²	0.95	0.98	0.96	0.98	0.89	0.97

In addition to the Dollar, Gold, and XU 100 analyses, the performance of the developed prediction model is tested on some different financial time series stocks from different work areas, such as THYAO, TUPRS, and MAVI. To create data sets for these stock prices, the same time period for US Dollar, Gold, and XU 100 datasets is selected. Thus, each data set consists of 2280 business days between 2013 and 2022. The THYAO data set is a collection of data related to the aviation industry, while the TUPRS data set focuses on the energy sector. Lastly, the MAVI data set is tailored for textile production analysis. THYAO, TUPRS, and MAVI stock prices were obtained from the address investing.com. Table 4 shows the values of the error metrics for RNN and LSTM algorithms using THYAO, TUPRS, and MAVI data sets. When the results are examined, it is seen that RNN and LSTM algorithms have R² values above 89% and 97%, respectively. Thus, these results indicate that the developed prediction model can achieve high accuracy for different time series from different work areas.

5. Conclusion

Making accurate predictions in financial time series benefits investors in terms of risk and return when making decisions. This study aims to predict financial time series with deep learning algorithms. In this context, first, a comprehensive literature review was conducted. Then, daily prediction performances of RNN and LSTM algorithms on financial time series containing US Dollar, Gold, and XU 100 values were examined. The data used for each application consists of the date and the considered value (Dollar/Gold/XU 100). Statistical analysis of the results was performed using the error metrics MSE, MAE, RMSE, and R². The R² values for the test data of the RNN algorithm are 88%, 81%, and 90% for US Dollar, Gold, and XU 100, respectively. These values are 95%, 95%, and 97% for the LSTM algorithm. The error metrics of the algorithms show that the LSTM algorithm has a higher prediction performance than the RNN algorithm. In addition, showing that the prediction on time series with deep learning algorithms can provide high accuracy without using extra independent variables is another contribution of this study to the literature.

References

- Akcan, A., & Kartal, C. (2011). İMKB sigorta endeksini oluşturan şirketlerin hisse senedi fiyatlarının yapay sinir ağları ile tahmini. *Muhasebe ve Finansman Dergisi*, 51, 27-40.
- Akşehir, Z. D., & Kılıç, E. (2019). Makine öğrenmesi teknikleri ile banka hisse senetlerinin fiyat tahmini. *Türkiye Bilişim Vakfı Bilgisayar Bilimleri ve Mühendisliği Dergisi*, 12(2), 30-39.
- Alpay, Ö. (2020). LSTM mimarisi kullanarak USD/TRY fiyat tahmini. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, Özel Sayı, 452-456. doi:10.31590/ejosat.araconf59
- Altunbaş, C. (2021). *Derin öğrenme ile hisse senedi piyasası tahmini*. (MSc), Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Aydın, Türkiye.
- Arsllankaya, S., & Toprak, Ş. (2021). Makine öğrenmesi ve derin öğrenme algoritmalarını kullanarak hisse senedi fiyat tahmini. *International Journal of Engineering Research and Development*, 13(1), 178-192. doi:10.29137/umagd.771671
- Aytekin, N. M. (2021). *Yapay Sinir Ağları ve Regresyon Yöntemleri ile Hisse Senedi Getirilerinin Tahmini: Bist-30 Üzerine Bir Uygulama*. (MSc), Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Çam, S., & Kılıç, S. B. (2018). Altın fiyatı günlük getirilerinin yapay sinir ağları algoritması ve Markov zincirleri modelleri ile tahmini. *Uluslararası İktisadi ve İdari İncelemeler Dergisi*, 18, EYİ Özel Sayısı, 681-694. doi:10.18092/ulikidince.347048
- Erdoğan, E., & Özyürek, H. (2012). Yapay sinir ağları ile fiyat tahminlemesi. *Sosyal ve Beşeri Bilimler Dergisi*, 4(1), 85-92.
- Gavcar, E., & Metin, H. M. (2021). Hisse senedi değerlerinin makine öğrenimi (derin öğrenme) ile tahmini. *Ekonomi ve Yönetim Araştırmaları Dergisi*, 10(2), 1-11.
- Hochreiter, S., & Schmidhuber, J. (1997). Long short-term memory. *Neural Computation*, 9(8), 1735-1780. doi:10.1162/neco.1997.9.8.1735
- İlgin, K. S., & Sarı, S. S. (2021). BIST-100 endeks hareketlerinin BRICS endeksleri aracılığıyla tahmin edilmesi: Yapay sinir ağları uygulaması. *Abant Sosyal Bilimler Dergisi*, 22(1), 350-366. doi:10.11616/asbi.1096346
- Onocak, D., & Koç, S. (2018). Yapay sinir ağları ile emeklilik yatırım fonu hisse senedi fiyatlarının tahmini. *Finans Ekonomi ve Sosyal Araştırmalar Dergisi*, 3(3), 590-600. doi:10.29106/fesa.450623
- Özçalıcı, M. (2016). Yapay sinir ağları ile çok aşamalı fiyat tahmini: BİST30 senetleri üzerine bir araştırma. *Dokuz Eylül Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi*, 31(2), 209-227. doi:10.24988/deuibf.2016312517
- Rumelhart, D. E., Hinton, G. E., & Williams, R. J. (1986). Learning representations by back-propagating errors. *Nature*, 323, 533-536. doi:10.1038/323533a0
- Sarıkoç, M., & Çelik, M. (2022). Boyut indirgeme teknikleri ve ILSTM derin öğrenme ağı ile BIST100 endeksi fiyat tahmini. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (34), 519-524. doi:10.31590/ejosat.1083255
- Söylemez, Y. (2020). Prediction of gold prices using multilayer artificial neural networks method. *Sosyoekonomi Journal*, 28(46), 271-291. doi:10.17233/sosyoekonomi.2020.04.13
- Şişmanoğlu, G., Koçer, F., Önde, M. A., & Şahingöz, O. K. (2020). Derin öğrenme yöntemleri ile borsada fiyat tahmini. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 9(1), 434-445. doi:10.17798/bitlisfen.571386
- Taş, A. İ., Gülüm, P., & Tulum, G. (2021). Finansal piyasalarda hisse fiyatlarının derin öğrenme ve yapay sinir ağı yöntemleri ile tahmin edilmesi; S&P 500 Endeksi Örneği. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 9(3), 446-460. doi:10.29130/dubited.820620
- Tuna, M. (2019). *Altın Fiyatlarının Yapay Sinir Ağları ve ARMA Modelleri ile Tahminlenmesi*. (MSc), Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Aydın.
- Ustalı, N. K., Tosun, N., & Tosun, Ö. (2020). Makine öğrenmesi teknikleri ile hisse senedi fiyat tahmini. *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Dergisi*, 16(1), 1-16. doi:10.17153/oguiibf.636017
- Yakut, E., Elmas, B., & Yavuz, S. (2014). Yapay sinir ağları ve destek vektör makineleri yöntemleriyle borsa endeksi tahmini. *Süleyman Demirel Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi*, 19(1), 139-157.

Yüksel, R., & Akkoç, S. (2016). Altın fiyatlarının yapay sinir ağı ile tahmini ve bir uygulama. *Doğuş Üniversitesi Dergisi*, 17(1), 39-50.



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Uyuşmazlık Mahkemesi Kararlarının Makine Öğrenmesi Yöntemleri ile Sınıflandırılması

Muhammed Burak GÖRENTAŞ^{*1}, Taner UÇKAN², Nuran BAYRAM ARLI³

¹ Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Başkale Meslek Yüksekokulu, Bilgisayar Programcılığı Bölümü, 65040, Van, Türkiye

² Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 65040, Van, Türkiye

³ Bursa Uludağ Üniversitesi, İktisadi İdari Bilimler Fakültesi, Ekonometri Bölümü, 16059, Bursa, Türkiye

Muhammed Burak GÖRENTAŞ, ORCID No: 0000-0001-8898-9631, Taner UÇKAN, ORCID No: 0000-0001-5385-6775, Nuran BAYRAM ARLI, ORCID No: 0000-0001-5492-184X

*Sorumlu yazar e-posta: burakgorentas@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 04.05.2023
Kabul: 14.07.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1292275

Anahtar Kelimeler

Hukuk,
Makine öğrenmesi,
Sanal yargıç,
Yapay zeka

Öz: Makine öğrenmesi ve doğal dil işleme alanındaki gelişmelerle birlikte her alanda olduğu gibi hukuk alanında da çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Makine öğrenmesi ve doğal dil işleme teknolojileri, hukuk alanındaki yazılı metinlerin otomatik olarak analiz edilmesine ve sınıflandırılmasına yardımcı olmuştur. Bu sayede, avukatların ve yargıçların büyük miktarda yasal metni hızlı bir şekilde okuyup anlamaları mümkün hale gelmiş ayrıca, makine öğrenmesi ve doğal dil işleme teknolojileri, hukuk alanında karar verme sürecinde de kullanılmaya başlanmıştır. Bu teknolojiler, hukuk davalarının sonuçlarını tahmin etmek ve olası sonuçları değerlendirmek için kullanılmış bunun yanı sıra, makine öğrenmesi ve doğal dil işleme teknolojileri, hukuk alanında daha önceki kararların analiz edilmesi ve bu kararlardan öğrenme yapılması için de kullanılmıştır. Bu sayede, benzer davalar için önceden verilmiş kararlar incelenerek yeni davalar için fikir yürütülebilir hale gelmiştir. Bu çalışmada da Uyuşmazlık Mahkemesinin olumsuz görev uyuşmazlığı davalarında vermiş olduğu kararlar adli ve idari olmak üzere iki sınıfa ayrılarak tahmin edilmeye çalışılmıştır. Doğal dil işleme yöntemleriyle veri ön işleme ve ardından TF-IDF öznitelik çıkarımı yapılan mahkeme kararları makine diline çevrilmiş ardından makine öğrenmesi algoritmalarından lojistik regresyon, destek vektör makineleri, karar ağaçları ve rassal orman algoritmalarıyla sınıflandırılmıştır. Kullanılan sınıflandırma tekniklerinin performans değerlendirmeleri yapılarak mahkeme kararları %87 oranında doğruluk değerleri ile tahmin edilmiştir. Çalışma sonuçlarının bilim dünyası ile birlikte hukuk aktörleri için de olumlu sonuçları olacağı görülmektedir.

Classification of Decisions of the Court of Jurisdictional Disputes of Türkiye Using Machine Learning Methods

Article Info

Received: 04.05.2023
Accepted: 14.07.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1292275

With the advancements in machine learning and natural language processing, studies have started to be conducted in the field of law, just like in every other field. Machine learning and natural language processing technologies have helped in automatically analyzing and classifying legal texts, enabling lawyers and judges to read and understand large amounts of legal text quickly. Additionally, these technologies have also started to be used in the decision-making process in law. They have been used to predict the outcomes of legal cases and evaluate possible outcomes. Furthermore, machine learning and natural language

Keywords

Artificial intelligence,
Artificial intelligence judge,
Law,
Machine Learning

processing technologies have been used to analyze previous legal decisions and learn from them. This has enabled the analysis of previous decisions to make informed decisions on new cases. In this study, negative jurisdictional dispute cases of the Court of Jurisdictional Disputes of Turkey were divided into two categories: judicial and administrative, and an attempt was made to predict them. The court decisions, after undergoing data preprocessing using natural language processing techniques and feature extraction using TF-IDF, were translated into machine language. They were then classified using machine learning algorithms such as logistic regression, support vector machines, decision trees, and random forest algorithms.. The performance evaluations of the classification techniques used resulted in predicting court decisions with 87% accuracy rates. The study's results are seen to have positive outcomes for the scientific community and legal actors alike.

1. Giriş

Büyük veri ve yapay zeka teknolojileri, hukuk alanında büyük bir etkiye sahiptir. Hukukun birçok farklı alanında bu teknolojilerin kullanımı yaygınlaşmıştır ve hukuk bilimine önemli katkılar sağlamıştır. Öncelikle, hukuk alanında büyük veri ve yapay zeka teknolojileri, hukuki süreçlerin daha etkili ve verimli bir şekilde yürütülmesini sağlamıştır. Büyük veri analitiği, hukukçuların daha kapsamlı verilere erişmelerini ve hukuki kararlarını daha iyi bilgilendirmelerini sağlar. Yapay zeka sistemleri ise hukukçulara hukuki belgeleri, mahkeme kararlarını ve Yargıtay içtihatlarını hızlı bir şekilde analiz etme, dava tahminleri yapma ve hukuki danışmanlık sunma gibi konularda yardımcı olur. Bu da hukuk süreçlerinin daha hızlı ve doğru bir şekilde yürütülmesine olanak tanır. Diğer yandan, hukuk alanında teknolojinin geliştirilmesi ve kullanılması, hukukun kendisi için de önemlidir. Yapay zeka sistemleri ve büyük veri analitiği gibi teknolojiler, hukukun gelişmesine ve dönüşmesine katkıda bulunur. Örneğin, hukukçular ve hukuk araştırmacıları, büyük veri analitiği kullanarak hukuki trendleri, davranışları ve sosyal etkileşimleri analiz edebilir, hukuki politika ve düzenlemelerin geliştirilmesinde daha bilgilendirici kararlar alabilirler. Yapay zeka sistemleri ise hukuki karar alma süreçlerini daha şeffaf ve güvenilir hale getirerek, hukukun adalet ve eşitlik ilkesine uygun olarak işlemesine yardımcı olabilir.

Her dilin kendi içinde farklı bir yapısı bulunmaktadır. Dil içerisinde verinin gürültüsü, çeşitliliği oldukça fazladır. Ayrıca hukuki metinler üzerine de çalışılıyorsa yapay zeka ve hukuk çalışmalarında disiplinler arası işbirliği kaçınılmazdır. Yapay zeka yöntemleri için en önemli konu doğru veri ile çalışmaktır. Hukuk üzerine yapılacak bir çalışmada hukuk biliminden yararlanmak gerekmektedir. Hukuki metinler insanların kullandığı dilden oluşmuştur. Bu doğal dilin bilgisayar tarafından anlaşılması için belirli bir süreçten geçirilmesi gerekmektedir. Bu, doğal dil işleme (DDİ) denilen bilgisayar bilimleri alanına giren bir süreçtir. Bu süreç sonrasında yapay zeka yöntemleri ile metinler üzerinde yapılacak analizler için de istatistik biliminden yararlanılmalıdır.

Bu çalışmada hukuki metinler veri olarak alınmış, ardından doğal dil işleme ve TF-IDF öznitelik çıkarımı süreçlerinden geçirilmiş sonrasında da yapay zeka yöntemleri ile analiz edilmiştir. Bu çalışmayla hem hukuk aktörlerine karar verme sürecinde destek olacak uygulamalarda hem de bir hukuk süjesi olabilecek potansiyele sahip sanal yargıç türü yapay zeka uygulamalarında kullanılacak çeşitli algoritma önerilerinde bulunmak ve bunun olası sonuçları üzerine tartışmak amaçlanmıştır.

1.1. Literatür

Yapay zeka, hukuk alanında bir dizi uygulama alanı bulmuştur ve hukukçuların çalışmalarını etkileyecek potansiyele sahiptir. Hukuki araştırma ve belge analitiği, dava sonuçları, mahkeme kararları ve yargıç davranışları gibi hukuk tahminlerinde bulunma, hukuki belgelerin otomatik oluşturulması, hukuki risk değerlendirmesi, kullanıcılara hukuk danışmanlığı hizmetleri sunma, hukuki doğruluk ve etik kontrolleri, otomatik uyuşmazlık çözümü, hukuk güvenliği ve veri koruma, suçlu profillemesi, suç öngörüsü ve suç analitiği gibi alanlarda da yapay zekanın kullanımını artmaktadır.

Her dilin kendi içinde farklı bir yapıya sahip olması, yapay zeka ve hukuk çalışmalarında disiplinler arası iş birliğinin önemini vurgular. Hukuki metinler, karmaşık ve özel bir dil kullanır ve hukuki terminoloji, ifadeler ve yapılar içerir. Bu nedenle, yapay zeka sistemlerinin hukuki metinleri

anlamak ve yorumlamak için dilbilim, DDİ ve hukuk alanlarında uzmanlaşmış bilim insanlarından oluşan disiplinler arası bir yaklaşım gerekmektedir.

Disiplinler arası iş birliği, hukuk ve teknoloji alanları arasındaki karşılıklı etkileşimin arttığı günümüzde daha da önemli hale gelmiştir. Yapay zeka, büyük veri analitiği, makine öğrenimi ve DDİ gibi teknolojiler, hukuk alanında daha etkili ve verimli çözümler sunma potansiyeline sahiptir. Metin sınıflandırma, DDİ alanında kullanılan bir makine öğrenimi yöntemidir. Metin sınıflandırma, bir metnin belirli bir sınıfa veya kategoriye atanması işlemidir. Örneğin, bir e-postanın spam veya spam olmayan olarak sınıflandırılması, bir haber makalesinin spor, politika veya ekonomi gibi kategorilere atanması, bir sosyal medya gönderisinin olumlu, olumsuz veya nötr olarak sınıflandırılması gibi uygulamalar metin sınıflandırma kullanabilir.

Hukuki metinlerle yapılan metin sınıflandırma konusunda birçok çalışma bulunmaktadır. Bu alanda çalışmalar çok günceldir. DDİ ve yapay zekâ yöntemleri ile Anayasa mahkemesi ve Temyiz mahkemeleri kararlarının sonuçlarını tahmin etmeye çalışan çalışmalar (Mumcuoğlu ve ark., 2021) olduğu gibi metin madenciliği uygulamaları ile mobbing içerikli yargı kararlarını inceleyip makine öğrenmesi algoritmaları ile sınıflandırmaya tabi tutan araştırmalar da (Aydın, 2020) bulunmaktadır.

Avrupa İnsan Mahkemesi Kararlarını makine öğrenmesi metotlarını kullanarak tahmin etmeye çalışan (Aletras ve ark., 2016; Liu & Chen, 2017; Visentin ve ark., 2019; Medvedeva ve ark., 2020) ve Amerika Birleşik Devletleri Yüksek Mahkemesi kararlarını makine öğrenmesi yöntemleri ile tahmin eden (Katz ve ark., 2017) çalışmalar da mevcuttur.

Çizelge 1. Hukuki metinler üzerine şu ana kadar yapılan çalışmalarda bulunan sınıflandırma algoritmaları doğruluk ve F1 değerleri

	Karar Ağaçları		Rassal Orman		Loj. Reg.		DVM	
	Doğ.	F1	Doğ.	F1	Doğ.	F1	Doğ.	F1
(Aletras ve ark., 2016)							0.79	
(Liu & Chen, 2017)			0.69		0.71		0.73	
(Katz ve ark., 2017)			0.70	0.69				
(Visentin ve ark., 2019)							0.86	
(Medvedeva ve ark., 2020)							0.75	
(Aydın, 2020)		0.81	0.73	0.73		0.87	0.82	0.80
(Mumcuoğlu ve ark., 2021)	0.61	0.60	0.68	0.67			0.64	0.64

Aletras ve ark. (2016) tarafından yapılan çalışma da sadece DVM algoritması kullanılmış ve doğruluk değeri 0.79 olarak bulunmuştur. En büyük doğruluk değeri Visentin ve ark. (2019) tarafından yapılan DVM algoritmasıyla yapılan çalışmada 0.86 olarak elde edilmiştir. Aydın (2020) tarafından temyiz kararlarının incelendiği çalışmada ise DVM algoritması sonuçlarına göre doğruluk değeri 0.82, lojistik regresyon algoritması sonuçlarına göre 0.87 F1 değeri elde edilmiştir. Mumcuoğlu ve ark. (2021), Anayasa Mahkemesi kararlarını karar ağaçları, rassal orman ve destek vektör makineleri (DVM) algoritmaları ile analiz etmiş ve en büyük değerleri, rassal orman algoritması analiziyle doğruluk 0.68, F1 skorunu ise 0.67 olarak bulmuşlardır.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Materyal

Yargı erkini Anayasa'nın kendilerine tanıdığı görev ve yetki alanlarıyla sınırlı olarak paylaşan, yüksek mahkemeler arasında yer alan Uyuşmazlık Mahkemesi, Anayasa'nın 158. (1961 Anayasası 142.) maddesiyle görevlendirilmiş, adli ve idari yargı mercileri arasındaki görev ve hüküm uyuşmazlıklarını kesin olarak çözmeye yetkili, bağımsız bir yüksek mahkemedir.

Uyuşmazlık Mahkemesi, yargı ayrılığı ilkesinin ortaya çıkardığı görev uyuşmazlıklarını çözmek suretiyle kişilerin askıda kalan hak arama hürriyetlerinin gerçekleşmesini sağlayan; hüküm uyuşmazlıklarını çözmek suretiyle de hakkın yerine getirilmesini olanaksız kılan hukuki engelleri gideren; yargı erkini paylaşan diğer yüksek mahkemelerden Yargıtay ve Danıştay'ın kararlarını kaldırıp

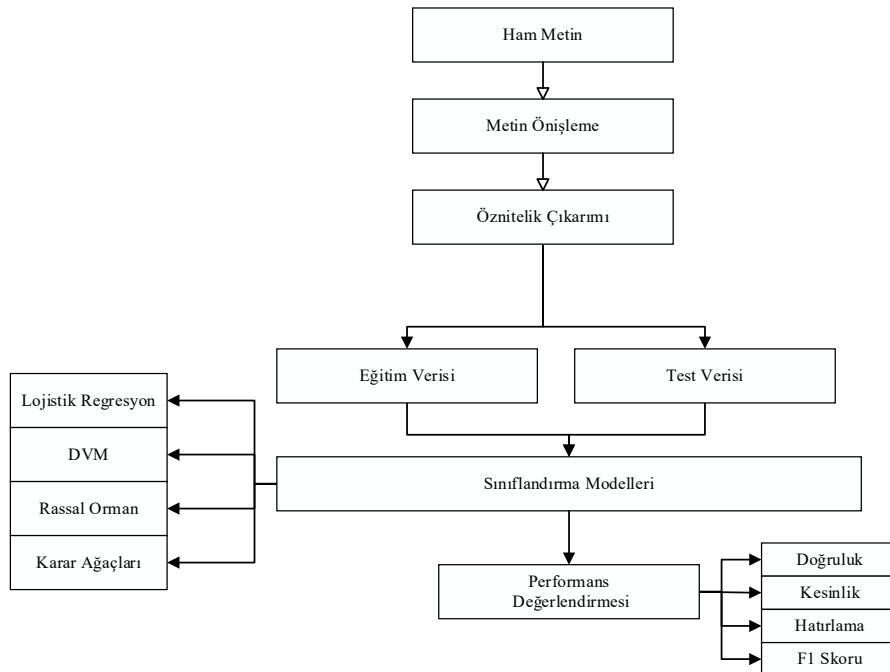
onların yerine hüküm tesis edebilen özel yetkili bir yüksek mahkeme, dolayısıyla, hukukumuzda kesin hükmü ortadan kaldıracı tek yargı organıdır.

Çalışmada veri olarak Uyuşmazlık Mahkemesi kararları kullanılmıştır. Uyuşmazlık Mahkemesi kararlarında, sınıflandırma (classification) tekniklerine uyacak şekilde hukuk bölümü kararları, karar sonucu olarak adli yargı-idari yargı ayrımı yapan ve çok sayıda veri bulunduran görev uyuşmazlığı kararları dikkate alınmıştır.

Çalışmada öncelikle kullanılacak verilerin düzenli bir formda elde edilmesi için Python selenium kütüphanesinden faydalanılarak kamuya açık platformdan ilgili verileri çekecek bir web bot uygulaması gerçekleştirilmiştir. İlgili verilerin alınacağı platformda veriler yapılandırılmamış halde bulunmaktadır. Bu yüzden veriler kullanılarak tutarlı ve anlamlı sonuçlar elde edebilmek için öncelikle bu veriler üzerinde çeşitli veri ön işleme adımları uygulanmıştır. Metin ön işleme adımları yapılırken Python kütüphanelerinden faydalanılacağı gibi literatürde daha etkin sonuçların elde edildiği görülen KUSH gibi metin ön işleme yöntemlerinden de faydalanılmıştır (Uçkan & Karıcı, 2020). Makine öğrenimi algoritmaları test verilerine doğru ve anlamlı sonuçlar üretebilmek için önceden tanımlanmış bir dizi veri kullanılarak eğitilmektedir. Ancak DDİ üzerinde çalışmanın en önemli problemlerinden biri makine öğrenme algoritmalarının doğrudan metin verileri üzerinde çalışmamasıdır. Bu problemin çözümü için verilerin matematiksel formda temsil edilmesi gerekmektedir. Verilerin bu formlara dönüştürülmesi için öznelik çıkarımı (Feature Extraction) yöntemlerinden TF-IDF yönteminden faydalanılacaktır. Belirtilen bu adımların tamamlanmasının ardından Doğal Dil İşlemeye uygun makine öğrenmesi algoritmalarından lojistik regresyon, destek vektör makineleri, karar ağaçları ve rassal orman algoritmaları kullanılarak sınıflandırma işlemleri yapılmıştır.

2.2. Yöntem

Metin analitiği, metin ön işleme, makine öğrenimi ve istatistik gibi farklı alanların kullanılarak, yapısal veya yapısal olmayan metin verilerinden anlaşılır bir formatta bilgi elde etme ve makinelerin anlayabileceği bir yapıya dönüştürme süreçlerine Doğal Dil İşleme (DDİ) denir (Tan, 1999). DDİ, bilgisayarların insanların kullandığı doğal dil olan dilin, yani sözlü veya yazılı olarak iletişim kurmak için kullanılan dillerin anlaşılır bir formata dönüştürüldüğü, analiz edildiği ve işlendiği bir bilgi işleme alanıdır. DDİ, metin verilerini anlamak, yorumlamak, çıkarımlar yapmak ve cevaplar üretmek gibi karmaşık dil tabanlı görevleri gerçekleştirme yeteneği sunar.



Şekil 1. Metin sınıflama süreci.

Metin sınıflandırma, bir dizi belgenin bir veya birden fazla kategoriye atanması olarak tanımlanabilir. Metin sınıflandırma, veri madenciliğinin bir alt alanı olarak tanımlanır ve bir belgede bulunan verilerin özelliklerine bakarak, önceden belirlenmiş kategorilerden birine dahil edilip edilmeyeceğini belirleme sürecini içerir (Yıldız ve ark., 2007). Metin sınıflandırma, bir kitabın türü ve yerinin belirlenmesi, e-postaların spam olup olmadığının karar verilmesi, yazarın üslubunun tespit edilmesi, konuşmaların tanınması gibi birçok farklı alanda kullanılan bir tekniktir (Tantuğ, 2016). Metin sınıflandırma uygulamaları, belge erişim ve organizasyonu, e-postaların sınıflandırılması ve istenmeyen e-postaların tespit edilmesi, haber organizasyonu ve filtrelenmesi gibi birçok alanda kullanılmaktadır ve bilgi alma, bilgi çıkarımı, bilgi filtreleme, duyarlılık analizi, öneri sistemleri, bilgi yönetimi, metin özetleme gibi çeşitli görevleri içermektedir.

Metin sınıflandırma sürecinde denetimli makine öğrenimi teknikleri kullanılarak, belirli bir belgenin hangi kategoriye ait olduğunu, kategoriye özgü kelimelere veya terimlere bakarak tespit etmek amaçlanmaktadır (Kadhim, 2019). Metin sınıflandırma süreci, Şekil 1'de gösterildiği gibi, verinin toplanması, metin ön işleme, eğitim ve test verisi olarak ayırma, farklı sınıflandırma teknikleri ve performans değerlendirmesini içeren aşamalar içermektedir.

Metin ön işleme adımları, tokenizasyon, anlamsız sözcük kaldırma (removing stop words), köklendirme (stemming) ve vektör uzayı modeli olarak dört adımdan oluşur. Tokenizasyon, metni parçalara ayırma işlemi iken anlamsız sözcük kaldırma, anlamsız veya az anlam taşıyan kelimelerin kaldırılmasıdır. Köklendirme, kelimelerin köklerini bulma işlemi iken vektör uzayı modeli, metindeki terimleri sayısal vektörlere dönüştüren bir modeldir (Kadhim, 2019).

Öznitelik çıkarımı, metin verilerinden anlamlı ve temsilci özelliklerin çıkarılma sürecidir. Metinler, genellikle karmaşık ve yüksek boyutlu verilerdir ve doğrudan kullanılamayacakları için, öznitelik çıkarımı adımı, metin verilerini daha düşük boyutlu ve daha anlamlı bir temsile dönüştürerek, makine öğrenimi veya diğer analiz yöntemlerine girdi olarak kullanılabilir veri özelliklerini elde etmeyi amaçlar.

Anahtar kelimelere metni temsil etmek üzere terim adı verilmektedir. Metinler terimlerin ağırlıklarından oluşan bir vektör ile temsil edilir. Terimlerin ağırlıklarının hesaplanmasında değişik yöntemler kullanılmaktadır. Terim ağırlıkları metni temsil ettiği ölçüde 0 ile 1 arasında değerler alır. Terim ağırlığının hesaplanması farklı şekillerde yapılmaktadır. İkili ağırlıklandırma denilen yöntemde, herhangi bir terim metinde geçiyorsa 1, geçmiyorsa 0 olarak hesaplanır.

Çizelge 2. Terim örnekleri ve ikili gösterimde belgelere ilişkin vektörler (Tantuğ, 2016)

Metin No	Metin	Terimler	$V = [\text{web, graph, net, page, complex}]$
b_1	web web graph	Web graph	$V_1 = [1 \ 1 \ 0 \ 0 \ 0]$
b_2	graph web net graph net	Graph web net	$V_2 = [1 \ 1 \ 1 \ 0 \ 0]$
b_3	page web complex	Page web complex	$V_3 = [1 \ 0 \ 0 \ 1 \ 1]$

TF-IDF

Ağırlıkların belirlenmesi için kullanılan bir diğer yöntem ise terim sıklığı – belge sıklığının tersi (TS-BST) anlamında (term frequency – inverse document frequency-TF-IDF) yöntemidir.

TS-BST hesabında aşağıdaki iki basit ilke temel alınmaktadır:

Bir belge içerisinde sayıca fazla olan bir terim, belgede sadece bir kez geçen bir diğer terimlere göre daha önemlidir. Buna Terim Sıklığı-TS (term frequency-TF) adı verilir ve aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$TS_{ij} = \frac{n_{ij}}{|b_j|} \quad (1)$$

Bu formülde herhangi bir b_j belgesinde (metninde) t_i teriminin kaç defa geçtiği n_{ij} bilgisidir. $|b_j|$ ise metin içerisindeki toplam (tekrarlı) terim sayısını göstermektedir.

Bir metinde az sayıda olan terimler, belgenin içeriği ile ilgili daha iyi bilgi verir. Bu mantıktan yola çıkılarak Belge Sıklığının Ters-BST (inverse document frequency-IDF) hesaplanır:

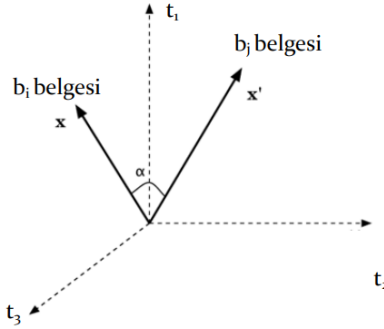
$$BST_{ij} = \log \frac{n}{n_i} \quad (2)$$

Bu formülde n_i sayısı, t_i teriminin geçtiği belge sayısını; n ise kümedeki toplam belge sayısını ifade etmektedir.

Yukarıda açıklanan iki bileşen birleştirilerek bir t_i teriminin b_j belgesi için ağırlığı a_{ij} aşağıdaki biçimde bulunur:

$$a_{ij} = (TS - BST)_{ij} = TS_{ij} \times BST_i \quad (3)$$

Belgeler vektörel biçime dönüştürüldüğünde artık her bir belge vektör uzayı modelinde (vector space model) bir vektör olarak temsil edilmektedir. Bu $|T|$ boyutlu uzayın her bir boyutu bir terimi göstermektedir. Aşağıdaki Şekilde 3 terim içeren bir vektör uzayı modelinde b_i ve b_j belgeleri x ve x' vektörleri ile ifade edilebilmektedir.



Şekil 2. Vektör uzayı modeli.

Ancak burada dikkat edilmesi gereken bir husus vardır. Belgelerde geçen bütün kelimeleri kullanmak uzayın boyutunu çok büyütme ve verilerin bilgisayarla işlenmesini zorlaştırmaktadır. Bu nedenle belgeler vektörlere dönüştürülürken, T kümesi daha az sayıda eleman içeren T' kümesine ($|T'| < |T|$) indirgenir. Bu işleme boyut indirgeme (dimensionality reduction) adı verilir.

DDİ teknikleri kullanılarak boyut indirgeme yapılmaktadır. En çok kullanılan yöntem dilde çok sık kullanılan terimleri çıkarma yöntemidir. Kelime köklerinin bulunması da vektör uzayının boyutunu azaltan bir yöntemdir (Peng ve ark., 2004). Türkçe'nin dil yapısı gereği kök bulma (stemming) işlemi yapılmaması metin sınıflamada ciddi problemlere yol açmaktadır.

Sınıflandırma teknikleri

Sınıflandırma tekniklerinde makine öğrenmesi yöntemleri kullanılmaktadır. Makine öğrenmesi, mevcut verilerden yararlanarak bir çıkarım modeli oluşturma işlemidir (Seyyarer ve ark., 2020). DDİ teknikleri ile hazır hale getirilen verilere makine öğrenmesi algoritmaları uygulanır. Literatürde makine öğrenimi teknikleri, olasılıksal modeller vb. kullanılarak birçok metin sınıflandırıcı önerilmiştir. Pek çok yaklaşım önerilmiş olmasına rağmen, otomatik metin sınıflandırması hala önemli bir araştırma alanıdır çünkü öncelikle mevcut otomatik metin sınıflandırıcıların etkinliği kusursuz değildir ve hala iyileştirmeye ihtiyaç duymaktadır (Ikonmakis ve ark., 2005).

Makine öğrenmesi veya yapay zeka tekniklerini kullanmanın ana fikri, verilerden belirli kalıpları öğrenerek süreçleri veya görevleri otomatikleştirmektir. Diğer bir ifade ile makine öğrenmesi terimi, verilerdeki anlamlı kalıpların (örüntü) algılanmasını ifade etmektedir. Makine öğrenmesi kullanılan algoritmalara sağlanan girdiler, elde edilen çıktılar ve bu doğrultuda kullanılan yöntemler

açısından düşünüldüğünde dört alt gruba ayrılmaktadır. Bunlar denetimli öğrenme, denetimsiz öğrenme, yarı-denetimli öğrenme ve pekiştirmeli öğrenme olarak sıralanabilir (Bayram Arlı ve ark., 2022b).

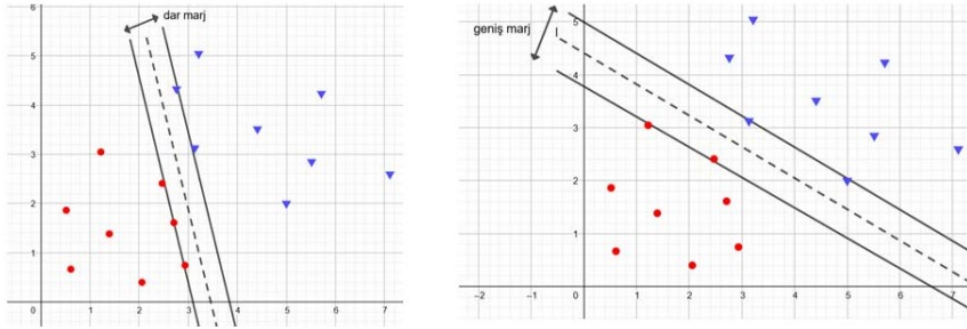
Denetimli öğrenme, veri seti içerisindeki girdiler için çıktı değerleri üreten öğrenme modeli elde edilmesidir. Denetimli öğrenmenin gerçekleştirilebilmesi için modelin eğitimi aşamasında kullanılacak eğitim veri setindeki girdilere karşılık gelen çıktı değerlerinin bilinmesi gerekmektedir. Denetimli öğrenmede veri kümeleri, verileri sınıflandırmak veya sonuçları doğru bir şekilde tahmin etmek için algoritmaları eğitmek veya denetlemek için tasarlanmıştır. Çoğunlukla tahmin için kullanılan denetimli öğrenme teknikleri, sınıflandırma ve regresyon algoritmalarıdır. Sınıflandırma algoritmaları ile regresyon algoritmaları arasındaki temel fark, regresyon algoritmalarında hedef değişken sürekli değişken, sınıflandırma algoritmalarında ise hedef değişken kategorik değişken olarak ele alınır (Bayram Arlı, 2021). Bu çalışma kapsamında lojistik regresyon, DVM, karar ağaçları ve rassal orman sınıflama algoritmaları kullanılmıştır.

Lojistik regresyon

Kategorik ve iki olası değer alan hedef değişkenlerin analizinde en sık kullanılan tekniklerden biri lojistik regresyon analizidir. Bu analiz, lojistik fonksiyondan yararlanarak hedef değişkenin herhangi bir kategorisine ait olma olasılığını tahmin etmeye çalışır. Lojistik regresyon analizi, hedef değişkenin ölçek türüne ve kategori sayısına göre ikili veya çoklu lojistik regresyon olarak adlandırılır (Gürsakar ve ark., 2022).

Destek vektör makineleri (DVM)

DVM, veri noktalarını bir uzayda gösteren ve sınıflandırma işlemi için, veri noktalarını iki sınıf arasındaki en geniş marjın (margin) bulunması esasına dayanan bir makine öğrenmesi algoritmasıdır (Ayata & Çavuş, 2022). Margin, iki sınıf arasındaki en yakın veri noktaları arasındaki mesafedir. Bu şekilde, DVM, sınıflar arasındaki ayrımı en iyi şekilde sağlamak için bir hiper düzlem (hyperplane) bulmaya çalışır. Ayrıca, sınıfların ayrılması için gerekli olan en uygun hiper düzlemi bulmak için bir optimizasyon problemi olarak formüle edilir (Bugday ve ark., 2023; Yildirim ve ark., 2023).



Şekil 3. Optimal hiperdüzlemin seçimi (Kartal, 2022).

Karar ağaçları

Karar ağaçları sınıflandırma problemlerinde çok tercih edilen algoritmalardandır. Geliştirilme amacı; çok sayıda veri içeren bir kümeyi, bazı teknikler kullanarak alt bölümlere ayırmak için geliştirilmiş bir algoritmadır. Sınıflandırma algoritmaları içinde anlaşılması ve kodlanması en kolay olanlardan biridir (Agrawal ve ark., 1993). Ağacın kök düğümünden başlayarak ve ara düğümler üzerinden gideceği yön belirlenir. Ağaç üzerinde her bir sınıf tek yaprak olarak gösterilmelidir ve bir sınıfa giden sadece tek bir yol vardır. Oluşturulan ağaçta yapraklar arasında bir bağ yoktur. Dallanma işlemi kökten başlar ve yaprak düğüme ulaşıncaya kadar devam eder (Utgoff, 1989). En sık kullanılan karar ağacı algoritmaları ID3, C4.5-C5.0, CART (Classification and Regression Trees) ve CHAID (Chi-squared Automatic Interaction Detector)dir.

Rassal orman

Birden fazla karar ağacını bir araya gelmesi ile oluşan Rassal Orman algoritması ağaç tabanlı bir topluluk öğrenme yaklaşımı şeklinde tanımlanabilir. Bu nedenle, Rassal Orman algoritması karar ağaçlarından daha iyi performans gösterir, karar ağaçlarındaki gibi budanma işlemi yapılmaz. Hem sınıflandırma hem de regresyon problemlerinin çözümünde kullanılır (Bayram Arlı ve ark., 2022a).

Performans değerlendirilmesi

Herhangi bir tekniğin etkinliğini değerlendirmek için kullanılan birkaç farklı ölçüm vardır. Doğruluk (Accuracy), hatırlama (recall), kesinlik (precision) ve F1 ölçüsü yaygın olarak kullanılır (Sadiq & Abdullah, 2012). Doğruluk (Accuracy), uygun şekilde kategorize edilen metinlerin tüm metinlere oranı olarak tanımlanabilir. Hatırlama (recall), uygun şekilde kategorize edilmiş metinlerin o sınıfa ait tüm metinler içindeki oranı olarak tanımlanır. Kesinlik (precision), uygun şekilde kategorize edilmiş metinlerin, sınıfa tanımlanabilen tüm metinler arasındaki oranı olarak belirtilir. F1 ölçüsü de, kesinlik ve geri çağırma için simetrik ortalamaya gösterilebilir. Bu ölçümler, herhangi bir teknik için nihai performans ölçümünü için kullanılır (Kadhim, 2019).

TP (True Positives): Sınıflandırıcı tarafından doğru şekilde etiketlenmiş pozitifler
TN (True Negatives): Sınıflandırıcı tarafından doğru şekilde etiketlenmiş negatifler
FP (False Positives): Yanlışlıkla pozitif olarak etiketlenen negatifler
FN (False Negatives): Yanlışlıkla negatif olarak etiketlenen pozitifler olmak üzere;

Doğruluk (Accuracy): Tanıma oranı olarak söylenebilir.

$$\text{Doğruluk} = \frac{TP + TN}{P + N} \quad (4)$$

Duyarlılık (Sensitivity- recall): Gerçek pozitif oranıdır.

$$\text{Duyarlılık} = \frac{TP}{P} \quad (5)$$

Kesinlik (Precision): tahmin edilen pozitiflerin gerçekte kaçının pozitif olduğunu gösterir.

$$\text{Kesinlik} = \frac{TP}{TP + FP} \quad (6)$$

F1 Skoru (F1-Score, F-measure): Kesinlik ve duyarlılığın harmonik ortalamasıdır.

$$F1 = 2 \times \frac{\text{Kesinlik} \times \text{Duyarlılık}}{\text{Kesinlik} + \text{Duyarlılık}} \quad (7)$$

3. Bulgular

Çalışmada kullanılan kararlar Uyuşmazlık Mahkemesinin kendi web sitesinden Python selenium marifetiyle çekilmiştir. Web sitesinde bölüm başlığı altında ceza bölümü, genel kurul kararları ve hukuk bölümü şeklinde 3 seçenek bulunmaktadır. Hukuk bölümünde bulunan ve sınıflandırma teknikleri açısından ideal bir veri seti oluşturan olumsuz görev uyuşmazlığı “adli” ve “idari” kararlarından 6020 adedi analiz için alınmıştır. Sonucu adli veya idari olan kararların en çok kullanıldığı kelimeler aşağıdaki şekillerde gösterildiği gibi bulunmuştur.

Adli Kararlar

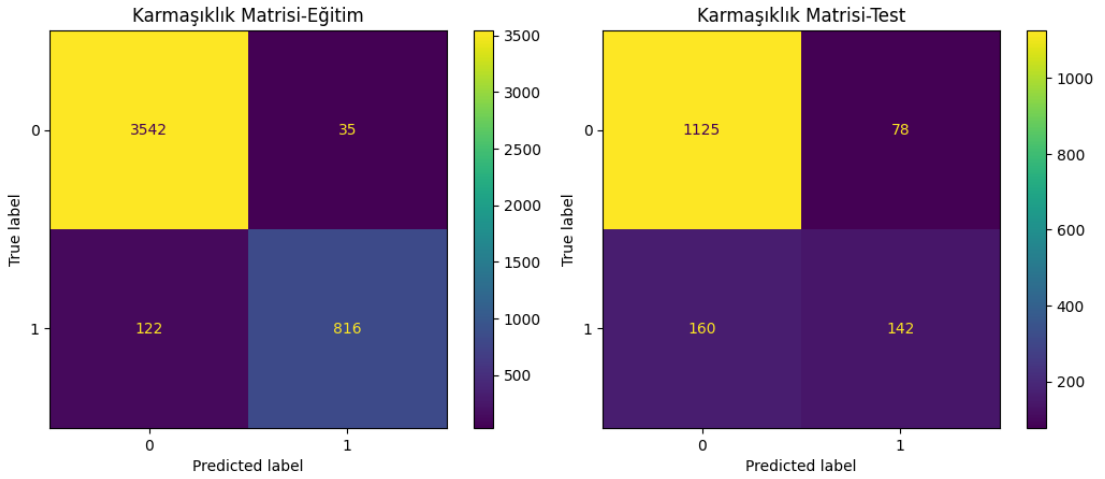


İdari Kararlar



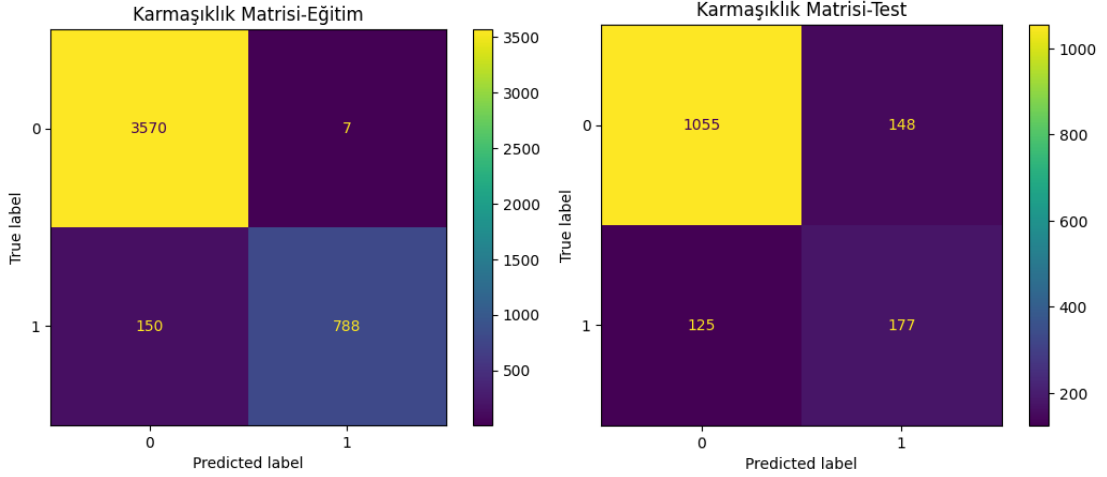
Şekil 4. Adli ve idari kararlarda en çok kullanılan kelimeler.

Bu kararların 4515 tanesi eğitim için ayrılmıştır. Geriye kalan 1505 adet mahkeme kararı eğitim verisi ile veriler arasındaki ilişkiyi öğrenen modelin testi için kullanılmıştır. Veri ön işleme adımından geçirilen kararlara sınıflandırma algoritmaları uygulanmıştır. Verilerin etiketlenilmesi için, adli kararlara 0, idari kararlara 1 değeri atanmıştır.



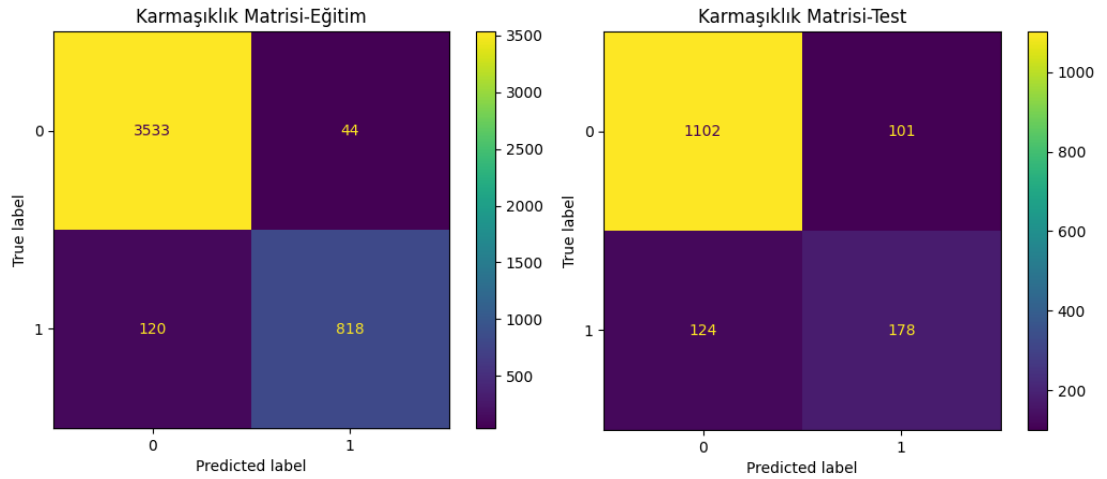
Şekil 5. Rassal orman algoritması karmaşıklık matrisi.

Eğitim seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 3577 tane adli kararın 3542 tanesi, 938 tane idari kararın 816 tanesi doğru tahmin edilmiştir. Test seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 1203 tane adli kararın 1125 tanesi, 302 tane idari kararın 142 tanesi doğru tahmin edilmiştir.



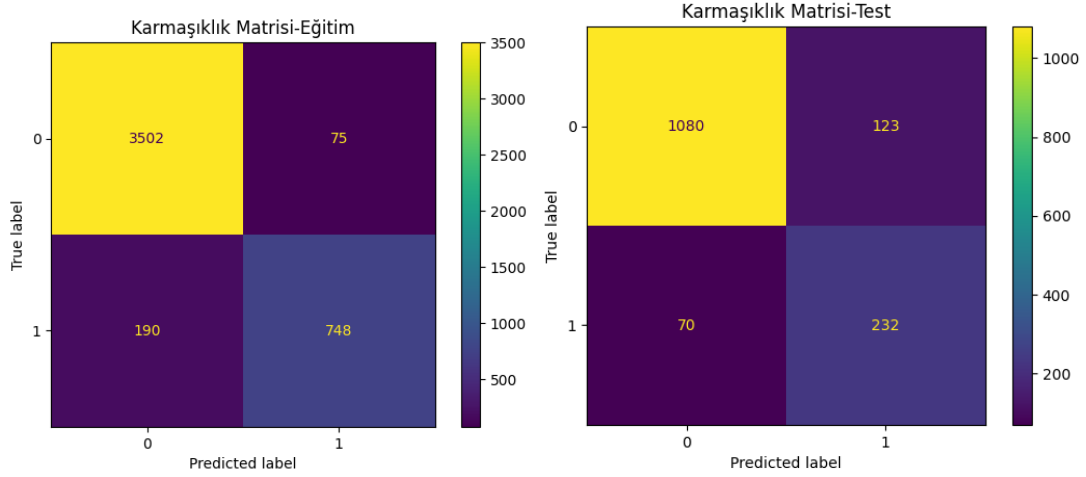
Şekil 6. Karar ağaçları algoritması karmaşıklık matrisi.

Eğitim seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 3577 tane adli kararın 3570 tanesi, 938 tane idari kararın 788 tanesi doğru tahmin edilmiştir. Test seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 1203 tane adli kararın 1055 tanesi, 302 tane idari kararın 177 tanesi doğru tahmin edilmiştir.



Şekil 7. Lojistik regresyon algoritması karmaşıklık matrisi.

Eğitim seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 3577 tane adli kararın 3533 tanesi, 938 tane idari kararın 818 tanesi doğru tahmin edilmiştir. Test seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 1203 tane adli kararın 1102 tanesi, 302 tane idari kararın 178 tanesi doğru tahmin edilmiştir.



Şekil 8. Destek vektör makineleri algoritması karmaşıklık matrisi.

Eğitim seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 3577 tane adli kararın 3502 tanesi, 938 tane idari kararın 748 tanesi doğru tahmin edilmiştir. Test seti karmaşıklık matrisinde de görüldüğü gibi 1203 tane adli kararın 1080 tanesi, 302 tane idari kararın 232 tanesi doğru tahmin edilmiştir.

Çizelge 3. Sınıflandırma algoritmaları karşılaştırması

	Doğruluk (Accuracy)	Kesinlik (Precision)	Duyarlılık (Recall)	F1-Skoru (F1-Score)
Karar Ağaçları	0.82	0.72	0.73	0.73
Rassal Orman	0.84	0.76	0.70	0.72
Lojistik	0.85	0.77	0.75	0.76
Regresyon				
Destek Vektör Makineleri	0.87	0.80	0.83	0.81

Çizelge 2’de görüldüğü gibi DVM algoritması 0.87 doğruluk, 0.80 kesinlik, 0.83 duyarlılık ve 0.81 F1 skoru ile bütün değerlerde en yüksek çıkmıştır. En düşük doğruluk ve kesinlik değerleri sırasıyla 0.82 ve 0.72 ile karar ağaçları algoritmasında, duyarlılık ve F1 skoru değerlerinde ise sırasıyla 0.70 ve 0.72 ile rassal orman algoritmasında bulunmuştur.

4. Tartışma ve Sonuç

Uyuşmazlık mahkemesi kararları ile modelleme yapılan mevcut bir çalışma bulunmamaktadır. Avrupa İnsan Hakları Mahkemesi kararları ile modelleme yapılan çalışmalara (Aletras ve ark., 2016; Liu & Chen, 2017; Visentin ve ark., 2019; Medvedeva ve ark., 2020; Mumcuoğlu ve ark., 2021) bakıldığında, çalışmamızda kullandığımız DVM algoritması doğruluk değerlerinin diğer çalışmalardan daha iyi olduğu görülmektedir.

Karar ağaçları ve rassal orman algoritmalarının kullanıldığı diğer çalışmalarda (Aydın, 2020; Mumcuoğlu ve ark., 2021) elde edilen bulgular ile çalışmamızdaki doğruluk ve F1 değerlerinin birbirine çok yakın olduğu görülmektedir.

Lojistik regresyon algoritmalarının kullanıldığı çalışmalarda (Liu & Chen, 2017; Aydın, 2020) elde edilen bulgulara bakıldığında çalışmamızdaki doğruluk değerinin yüksek, F1 değerinin ise düşük olduğu görülmektedir.

Medvedeva ve ark. (2023) tarafından yapılan bu sınıflandırma işleminin mahkeme kararlarını öngörmek ile eşdeğer olduğunu, makine öğrenmesi ile mahkemelerin geçmişte verdiği kararlar üzerinde sistemin eğitilerek gelecekteki mahkeme kararlarını tahmin etmek için kullanılabileceğini, hukuksal analizlerde bulunulabileceğini ve mahkeme kararlarını anlamak için bu algoritmaların kullanılabileceğini söylemektedir.

Çizelge 4. Önerilen çalışma ile yapılan çalışmaların doğruluk değerleri ve F1 skorları karşılaştırması

	Karar Ağaçları		Rassal Orman		Loj. Reg.		DVM	
	Doğ.	F1	Doğ.	F1	Doğ.	F1	Doğ.	F1
(Aletras ve ark., 2016)							0.79	
(Liu & Chen, 2017)			0.69		0.71		0.73	
(Katz ve ark., 2017)			0.70	0.69				
(Visentin ve ark., 2019)							0.86	
(Medvedeva ve ark., 2020)							0.75	
(Aydın, 2020)		0.81	0.73	0.73		0.87	0.82	0.80
(Mumcuoğlu ve ark., 2021)	0.61	0.60	0.68	0.67			0.64	0.64
Yapılan çalışma	0.82	0.73	0.84	0.72	0.85	0.76	0.87	0.81

Bu tip kararları verebilmek için hukuki bilgiye sahip olmak çok önemlidir. Yüksek yargı kararlarının sınıflandırıldığı bir çalışma yapılırken o mahkemede bulunan dairelerin görev ve yetkilerinin neler olduğu iyi bilinmeli ve buna göre sınıflandırma yapılmalıdır. Nitekim böyle bir çalışmada (Mumcuoğlu ve ark., 2021) Danıştay dairelerinin tüm hepsi alınmış Dava Daire Kurulları ve ilk derece mahkemesi sıfatındaki daire kararlarının sınıflandırılması hakkında bilgi verilmemiştir. Dava Daire Kurulları dairelerin, Dava Daireleri de ilk derece sıfatındaki dairenin kararlarını görüşebilmektedir. Bütün hepsinin kararlarının bir algoritma içine alınması aynı veriyi tekrar kullanmak anlamına gelmektedir. Bu da algoritmanın sağlıklı çalışmasını engelleyen bir faktör olarak karşımıza çıkmaktadır.

Medvedeva ve ark. (2023) çalışmalarında belirttiği gibi anlamlı görevler yürütmek için, teknik becerilere sahip araştırmacıların yanı sıra, anlamlı hukuk sorularının cevaplanmasını sağlamak için hukuk bilimcilerin de dahil olduğu disiplinler arası iş birliklerine ihtiyaç olduğu görülmektedir. Bu sayede, bu yeni ve ilginç alan ileriye doğru hareket edebilir.

Hukuk alanında yapay zeka çalışmalarında önemli konulardan biri olan yasal formalizm ve yasal realizm konusuna (Aletras ve ark., 2016) çalışmasında değinmiştir. Yasal realistlerin hukuki kararlar verilirken rasyonel süreçlerin etkili olmadığı iddiasına karşılık yasal formalistlerin iddia ettiği gibi hukuki kararların sınıflandırılması, yargı kararlarının hukuki modelini sunarak, hukukun rasyonel olarak belirlenebilir olduğunu göstermektedir. Ayrıca Aletras ve ark. (2016)'ın değindiği gibi hukuk alanında yapay zeka çalışmalarında veriye erişim sorunu bulunmaktadır. Bu sorun bilim insanlarının tüm hukuk verileri üzerinde çalışmasına bir engel oluşturmaktadır. Kolayca ulaşılabilecek büyük veri havuzları kurulmalıdır.

Algoritmalar arasındaki performans değerlendirmesi, kullanılan metriklere, veri kümesine, problemin karmaşıklığına ve gereksinimlere bağlı olarak değişebilir. Bu nedenle algoritmaların avantajları ve dezavantajları dikkate alınmalı ve spesifik bir probleme en uygun olanı seçilmelidir.

Bulgular da görüldüğü gibi performans değerlendirmelerinde en iyi sonucu destek vektör makineleri vermiştir. Destek vektör makinelerinden sonra en iyi sonucu lojistik regresyon analizi vermiştir. Çalışmamızdaki gibi iki kategoriye atama işlemlerinde ikili lojistik regresyon analizinin performansının iyi olduğu görülmüştür.

Rassal orman ve karar ağaçları algoritmaları diğer algoritmalara göre daha geride kalmıştır. Her iki algoritma da ağaç diyagramını kullanmaktadır. Karar ağaçları, basit ve anlaşılır bir model yapısı isteniyorsa tercih edilebilirken, rassal ormanlar daha karmaşık problemlerde, büyük veri kümelerinde ve daha yüksek doğruluk oranlarına ihtiyaç duyulan durumlarda daha etkili olabilir. Rassal ormanlar, aşırı uydurma riskini azaltma ve daha genel sonuçlar elde etme açısından da avantajlıdır. Ancak, karar ağaçları, düşük hesaplama maliyeti ve anlaşılır model yapısı gibi bazı avantajlara sahiptir. Çalışmamızda elde edilen sonuçlara bakıldığında rassal orman algoritmasının karar ağaçları algoritmasına göre daha iyi sonuç verdiği görülmektedir.

Mahkeme kararlarının sınıflandırılması, yapay zeka tarafından mahkeme kararlarının tahmin edilmesi anlamına gelmektedir. Bu da bir anlamda hakim gibi karar veren bir yapay zeka modeli olarak karşımıza çıkmaktadır. İnsanların hayatına önemli derecede etki edecek "sanal yargıç" türü bu tip uygulamalar için diğer yapay zeka teknik ve algoritmalarının da test edilmesi ve buna göre en doğru algoritmanın seçilmesi gerekmektedir.

Hayatın her alanında olduğu gibi hukuk alanında da yapay zeka insanlara çok yararlı bir araç konumundadır. Çalışmamızda da görüldüğü gibi bir yapay zeka modeli 6020 adet mahkeme kararını bir insana göre çok kısa bir sürede tarayıp, öğrenip sınıflandırma yapabilmıştır. Bu işlem ile uygulamamıza yüklenecek yeni bir mahkeme dosyasının “adli” veya “idari” yargı organından hangisine dahil olacağı tahmin edilebilir. Bu şekilde dava sonuçlarının tahminine yönelik yapay zeka uygulamalarında en önemli faktör hukuki verilerdir. Bu nedenle hukuki verilerin paylaşılması önem arz etmektedir. Ne kadar çok veri paylaşılırsa çalışmalar o kadar doğru sonuç verecektir. Daha çok hukuki veri ile mahkeme kararlarının tahmini ile gelecekte karşımıza çıkacak olan yapay zekaya sahip hâkimin yani “sanal yargıç”ın yolunu açılacaktır. Böyle bir sanal yargıç uygulamasının hukuk dünyasına ve doğal olarak tüm hayatımıza olumlu ve olumsuz sonuçları olacağı tahmin edilmektedir.

İnsanların hayatına yönelik kararlar veren yapay zeka sistemlerinde en çok korkulan önyargılı kararlar veren sistemlerdir. Bir sanal yargıcın önyargılı kararlar vermesi düşüncesi endişe vericidir. Bunun için yapılması gereken veri bilimini kullanarak önyargılı sistemleri doğru karar veren sistemler haline getirmektir.

Anayasamızın 138. maddesinde “Hakimler, görevlerinde bağımsızdırlar; Anayasaya, kanuna ve hukuka uygun olarak vicdani kanaatlerine göre hüküm verirler.” şeklinde belirtildiği gibi hakimler vicdani kanaat kullanırlar. Sanal yargıcın karar verirken vicdani kanaati kullanamaması bir sorundur. Aynı zamanda sanal yargıcın “takdir yetkisini” nasıl kullanacağı da başka bir sorundur.

Sanal yargıç ana karar mekanizması olarak mı kullanılacaktır yoksa yardımcı bir mekanizma mı olacaktır sorusu da yine tartışılması gereken konulardan biridir. Sanal yargıcın yargılama sürecinde diğer hukuki aktörlerle iletişiminin nasıl olacağı da önemlidir. Bunlarla beraber yapay zekanın hızlı karar vermeye yardımcı olması veya sanal yargıcın hızlıca karar vermesi yargının yükünün hafifleteceğinin göstergelerinden biridir. Böylece yargılama süreleri daha da kısalmaktadır.

Sanal yargıcın dış etkenlerden etkilenmemesi bir insana göre daha objektif karar alabileceğine bir işarettir. Yapay zeka sistemlerinin insanlara göre daha az hata yaptıkları bilinmektedir. Hukukta yapay zeka uygulamalarının ve özellikle sanal yargıç uygulamalarının insanlara (insan hakimlere) göre hata yapma oranı araştırılmaya değer bir konudur.

İnsanoğlu mevcut durumu değiştirecek gelişmelere hep korkuyla yaklaşır. Yeni sanal yargıç fikrine karşı çıkan çok olacaktır. Bu felsefi bir konu olmakla beraber yazılımcıların algoritmalarını geliştirmeleri açısından hukuk aktörlerinden tepkileri-dönütleri almaları çok önemlidir.

Teknolojinin ilerlemesinin önüne geçilemeyecektir. Yapılacak en doğru adım teknolojik gelişmelere ayak uydurmaktır. Bu anlamda yapay zeka teknolojisini bilen, anlayan ve hatta uygulayan hukukçulara ihtiyaç olacaktır. Hukuk fakültelerinde yapay zeka dersleri verilmesi bir gereklilik olarak karşımıza çıkmaktadır. Son olarak, çalışmamızda dava tabanlı sistem kullanılmıştır. Kural tabanlı sistem ve kelimelerin semantik anlamları ile ilgilenen çalışmalar yapılması bu alanda yapılacak çalışmalara güç katacaktır.

Kaynakça

- Agrawal, R., Imielinski, T., & Swami, A. (1993). Mining association rules between sets of items in large databases. *Proceedings of the 1993 ACM SIGMOD International Conference on Management of Data*, 207-216. doi:10.1145/170035.170072
- Aletras, N., Tsarapatsanis, D., Preoțiuc-Pietro, D., & Lampos, V. (2016). Predicting judicial decisions of the European court of human rights: A natural language processing perspective. *PeerJ Computer Science*, 2, e93. doi:10.7717/peerj-cs.93
- Ayata, F., & Çavuş, H. (2022). Yüz tanıma sistemlerinde kullanılan ESA, YGH-DVM ve DSA algoritmalarının performans testleri. *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 34(1), 39-48.
- Aydın, Ö. (2020). *Mobbing içerikli yargı kararlarının makine öğrenmesi algoritmaları ile sınıflandırılması*. (Yüksek Lisans Tezi), Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir, Türkiye.
- Bayram Arlı, N. (2021). *Çıkarımsal İstatistik*. Bursa: Ezgi Kitabevi.
- Bayram Arlı, N., Barca, O., & Görentaş, M. B. (2022). Rassal Orman. İçinde N. Bayram Arlı, S. Gürsakal, & M. Engin (Ed.), *Denetimli Makine Öğrenmesi Algoritmaları R ve Python Uygulamaları* (1. bs, ss. 119-148). Ankara: Nobel.

- Bayram Arlı, N., Gürsakal, S., & Öney Koçoğlu, F. (2022). Denetimli Makine Öğrenmesi Algoritmalarına Giriş. İçinde N. Bayram Arlı, S. Gürsakal, & M. Engin (Ed.), *Denetimli Makine Öğrenmesi Algoritmaları R ve Python Uygulamaları* (1. bs, ss. 1-8). Ankara: Nobel.
- Bugday, M. S., Akcicek, M., Bingol, H., & Yildirim, M. (2023). Automatic diagnosis of ureteral stone and degree of hydronephrosis with proposed convolutional neural network, ReliefF, and gradient-weighted class activation mapping based deep hybrid model. *International Journal of Imaging Systems and Technology*, 33(2), 760-769. doi:10.1002/ima.22847
- Gürsakal, S., Barca, O., & Tütüncü, T. E. (2022). Lojistik Regresyon Analizi. İçinde N. Bayram Arlı, S. Gürsakal, & M. Engin (Ed.), *Denetimli Makine Öğrenmesi Algoritmaları R ve Python Uygulamaları* (1. bs, ss. 53-83). Ankara: Nobel.
- Ikonmakis, M., Kotsiantis, S., & Tampakas, V. (2005). Text classification using machine learning techniques. *WSEAS Transactions on Computers*, 4(8), 966-974.
- Kadhim, A. I. (2019). Survey on supervised machine learning techniques for automatic text classification. *Artificial Intelligence Review*, 52(1), 273-292. doi:10.1007/s10462-018-09677-1
- Kartal, E. (2022). Destek Vektör Makineleri - Sınıflandırma. İçinde N. Bayram Arlı, S. Gürsakal, & M. Engin (Ed.), *Denetimli Makine Öğrenmesi Algoritmaları R ve Python Uygulamaları* (1. bs, ss. 171-214). Ankara: Nobel.
- Katz, M. D., Bommarito, M. J., & Blackman, J. (2017). A general approach for predicting the behavior of the Supreme Court of the United States. *PLoS ONE*, 12(4). doi:10.1371/journal.pone.0174698
- Liu, Z., & Chen, H. (2017). A predictive performance comparison of machine learning models for judicial cases. *2017 IEEE Symposium Series on Computational Intelligence (SSCI)*, 1-6. doi:10.1109/SSCI.2017.8285436
- Medvedeva, M., Vols, M., & Wieling, M. (2020). Using machine learning to predict decisions of the European Court of Human Rights. *Artificial Intelligence and Law*, 28(2), 237-266. doi:10.1007/s10506-019-09255-y
- Medvedeva, M., Wieling, M., & Vols, M. (2023). Rethinking the field of automatic prediction of court decisions. *Artificial Intelligence and Law*, 31(1), 195-212. doi:10.1007/s10506-021-09306-3
- Mumcuoğlu, E., Öztürk, C. E., Ozaktas, H. M., & Koç, A. (2021). Natural language processing in law: Prediction of outcomes in the higher courts of Turkey. *Information Processing and Management*, 58(5), 102684. doi:10.1016/j.ipm.2021.102684
- Peng, F., Schuurmans, D., & Wang, S. (2004). Augmenting naive bayes classifiers with statistical language models. *Information Retrieval*, 7, 317-345. doi:10.1023/B:INRT.0000011209.19643.e2
- Sadiq, A. T., & Abdullah, S. M. (2012). Hybrid intelligent technique for text categorization. *2012 International Conference on Advanced Computer Science Applications and Technologies, ACSAT 2012*, 238-245. doi:10.1109/ACSAT.2012.50
- Seyyarer, E., Ayata, F., Uçkan, T., & Karci, A. (2020). Derin öğrenmede kullanılan optimizasyon algoritmalarının uygulanması ve kıyaslanması. *Computer Science*, 5(2), 90-98.
- Tan, A.-H. (1999). Text Mining: The state of the art and the challenges. *Proceedings of the PAKDD 1999 Workshop on Knowledge Discovery From Advanced Databases*, 8, 65-70.
- Tantuğ, A. C. (2016). Metin sınıflandırma. *Türkiye Bilişim Vakfı Bilgisayar Bilimleri ve Mühendisliği Dergisi*, 5(2).
- Uçkan, T., & Karci, A. (2020). Extractive multi-document text summarization based on graph independent sets. *Egyptian Informatics Journal*, 21(3), 145-157. doi:10.1016/j.eij.2019.12.002
- Utgoft, P. E. (1989). Incremental induction of decision trees. *Machine Learning*, 4, 161-186. doi:10.1023/A:1022699900025
- Visentin, A., Nardotto, A., & Osullivan, B. (2019). Predicting judicial decisions: A statistically rigorous approach and a new ensemble classifier. *International Conference on Tools with Artificial Intelligence, ICTAI*, 1820-1824. doi:10.1109/ICTAI.2019.00275
- Yıldız, H. K., Gençtav, M., Usta, N., Diri, B., & Amasyalı, M. F. (2007). A new feature extraction method for text classification. *2007 IEEE 15th Signal Processing and Communication Applications*, 1-4. doi:10.1109/SIU.2007.4298870

Yildirim, M., Bingol, H., Cengil, E., Aslan, S., & Baykara, M. (2023). Automatic classification of particles in the urine sediment test with the developed artificial intelligence-based hybrid model. *Diagnostics, 13*(7), 1299. [doi:10.3390/diagnostics13071299](https://doi.org/10.3390/diagnostics13071299)



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Su Altı Görüntülerinin CVC Yöntemi Kullanılarak İyileştirilmesi

Arda ÜSTÜBİOĞLU¹, Beste ÜSTÜBİOĞLU^{*2}

¹ Trabzon Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Yönetim Bilişim Sistemleri Bölümü, 61080, Trabzon, Türkiye

² Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 61080, Trabzon, Türkiye

Arda ÜSTÜBİOĞLU, ORCID No: 0000-0002-8656-8697, Beste ÜSTÜBİOĞLU, ORCID No: 0000-0001-7451-0634

* Sorumlu yazar e-posta: bustubioglu@ktu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 08.02.2023
Kabul: 07.08.2023
Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1249102](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1249102)

Anahtar Kelimeler

Bağlamsal ve değişken
kontrast,
Entropi,
Kontrast sınırlı uyarlanabilir
histogram eşitleme

Öz: Su altı görüntülerinin, sudan geçen ışığın dalga boyuna bağlı olarak seçici zayıflama sonucunda kontrastı ve görünürlüğü oldukça düşük olmaktadır. Bu sebeple ilgili çalışmada sualtı görüntülerinde görüntü kontrastlarını iyileştirmek amacıyla literatürde ilk kez görüntünün parlaklık özelliklerini RGB uzayında değerlendiren Bağlamsal ve Değişken Kontrast (CVC) tabanlı bir yöntem önerilmiştir. Önerilen yöntem kontrastı iyileştirirken aynı zamanda sualtı görüntüsü üzerinde yerel renk düzeltmesi de yapmaktadır. Literatürde bu alandaki yöntemler kanalların global histogramı üzerinde çeşitli yaklaşımlar uygularken, önerilen yöntem HSV uzayında S ve V kanalındaki görüntüleri örtüşmeyen alt bloklara bölerek histogram eşitleme uygulamaktadır. Nitel analiz sonuçlarına bakıldığında, önerilen yöntemin diğer iyileştirme yöntemlerine kıyasla kontrast, renk ve ayrıntı bakımından çok iyi görüntüler ürettiği görülmektedir. Önerilen yöntem ayrıca çıktı görüntülerindeki mavi-yeşil efektini de azaltmaktadır. Nicel analiz olarak ise önerilen yöntem 200 sualtı görüntüsü için diğer çalışmalar arasında en yüksek ortalama entropi (7.86), EME (40.90), EMEE (32.13) ve Sobel (90982) değerini üretmektedir.

Underwater Image Enhancement using CVC Method

Article Info

Received: 08.02.2023
Accepted: 07.08.2023
Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1249102](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1249102)

Keywords

CVC,
CLAHE,
Entropy

Abstract: Contrast and visibility of underwater images become very low as a result of selective attenuation depending on the wavelength of light passing through the water. For this reason, a CVC-based method, which evaluates the brightness properties of the image in RGB space, is proposed for the first time in the literature to improve image contrasts in underwater images. While the proposed method improves the contrast, it also performs local color correction on the underwater image. While the methods in this field in the literature apply various approaches on the global histogram of the channels, the proposed method divides the images in the S and V channels into non-overlapping sub-blocks in the HSV space and applies histogram equalization to them. The qualitative analysis results show that the proposed method produces very good images in terms of contrast, color and detail compared to other enhancement methods. The proposed method also reduces the blue-green effect in the output image. As for quantitative analysis, the proposed method produces the highest mean entropy (7.86), EME (40.90), EMEE (32.13) and Sobel (90982) values among other studies for 200 underwater images.

1. Giriş

Günümüzde su altında herhangi bir insan etkileşimi gerektirmeden hareket eden otonom sualtı araçları ve uzaktan kumandalı araçlar, okyanus örnekleme, çevre izleme, afet önleme, denizaltı keşif vb. birçok amaç için kullanılmaktadır (Chiang & Chen, 2011). Birçok araştırmacı da bu araçların işlevini artırmak için araçların sensör özelliklerini geliştirmek üzere çalışmalar yapmaktadırlar (Çelebi & Ertürk, 2012). Bunun yanında su altı görüntüleri ışık zayıflaması ve saçılması, homojen olmayan aydınlatma, parlak artefaktlar, gürültü vb. gibi bazı spesifik özelliklere sahip olduğu için bu araçlar için optik görüntüleme sensörleri de geliştirilmesi gerekmektedir. Son yıllarda araştırmacıların bazıları, görüntü yakalama işlemi sırasında, sualtı görüntülerinin görsel kalitesini iyileştirmek için donanım tabanlı sistemler üzerinde çalışırken, bazıları da denizaltı görüntülerini iyileştirmek için görüntü renk düzeltme yöntemleri gibi yazılım tabanlı yöntemler önermektedir. İşlem maliyeti göz önünde bulundurulduğunda yazılım tabanlı düzeltme yöntemleri, donanım tabanlı yöntemlere göre daha cazip hale gelmiştir. Su altı görüntülerinin bir başka özelliği de derinlik ile ilgilidir. Kırmızı/sarı gibi en uzun dalga boyuna sahip renkler su altında önce emilirken, dalga boyları daha küçük olan mavi/mor ışıklar su altı renklerinin azalmasına karşı daha dayanıklıdır. Mavi renk, diğer renklere göre daha küçük dalga boyu ile daha derine inebilir. 60 m derinliğe kadar mavi renk algılanabilir ancak 5 m sonra kırmızı renk kaybolmaktadır. Bu tür bozulma, mavimsi-yeşil görünen sualtı görüntülerinde dengesiz renk yayılmasına neden olmaktadır. Tüm bu durumlar göz önünde bulundurulduğunda sualtı görüntüleri düzgün olmayan aydınlatma, sınırlı görünürlük, eksilmiş renkler, düşük karşıtlık ve bulanık görüntü etkilerine sahip olduğu görülmektedir. Literatürde, su altı görüntülerinde renk ayarı yapmak, görüntü kalitesini artırmak, karşıtlık geliştirmek, zayıflama etkilerini gidermek, gürültüyü azaltmak ve bulanıklığı telafi etmek için çeşitli görüntü iyileştirme teknikleri önerilmiştir. Sualtı görüntülerini geliştirmeye yönelik literatürde yapılan araştırmalar, görüntü iyileştirme ve görüntü restorasyon yöntemleri olmak üzere iki sınıfa ayrılmaktadır. Birinci kategorideki yöntemler, sualtı görüntüsünün bozulmasını yansıtacak bir model oluşturmayı amaçlarken, ikinci kategorideki yöntemler herhangi bir fiziksel model oluşturmayı gerektirmemekte ve sadece su altı görüntülerinin görünürlüğünü artırmak için görüntü iyileştirme tekniklerini kullanmaktadır. Görüntü iyileştirme teknikleri kullanan ikinci kategorideki yöntemler, su altı görüntülerinin sis ve bulanıklık efektlerinin ortadan kaldırılması, renklerin düzeltilmesi ve kontrastın ve görüntü kalitesinin iyileştirilmesini gerçekleştirmektedirler. Bu amaçla önerdikleri yöntemler genel olarak Kontrast ve Renk düzenleme olarak iki aşamadan oluşmaktadır.

Literatürdeki kontrast düzenleme teknikleri iki alt sınıfa ayrılabilir: Global ve Lokal yöntemler. Birinci sınıftaki yöntemlerde, girdi yoğunluklarını çıktı yoğunluklarına eşlemek için bütün görüntüye tek bir dönüştürme işlevi uygulanmakta ve görüntüdeki tüm pikseller için aynı global işlev kullanılmaktadır. Histogram belirtimi (Histogram specification-HS), global yöntemlere bir örnektir. Girdi yoğunluklarını çıktı yoğunluk değerlerine eşlemek için bir fonksiyonun kümülatif dağılımını kullanır. Kontrast geliştirme için kullanılan fonksiyon düzgün bir dağılım ise, HS histogram eşitleme (Histogram Equalization-HE) olarak adlandırılabilir (Garg ve ark., 2018). Global yöntemlerin kontrast artırımı için görüntülerin global histogramını kullanması hesaplama verimliliği getirirken, yöntemde pikseller arasındaki uzamsal bilginin dikkate alınmaması yöntem için dezavantaj oluşturmaktadır. Lokal yöntemlere örnek olarak ise Uyarlamalı histogram eşitleme yöntemi (Adaptive Histogram Equalization-AHE) verilebilir. Bu yöntemde her piksel, kendisini çevreleyen bölgedeki piksellere göre düzenlenmektedir. Ancak geleneksel uyarlanabilir histogram eşitleme (AHE) yöntemleri, görüntüde yer alan pürüzsüz bölgelerdeki kontrastı aşırı derecede yükseltmektedir. Bunun sonucunda bu bölgelerde gürültü artefaktları oluşabilmektedir. Bu artefaktların ortadan kaldırılabilmesi için Kontrast sınırlı AHE (CLAHE) önerilmiştir. Yöntemde, giriş görüntüsü örtüşmeyen alt bloklara ayrıştırılmakta ve elde edilen blokların yoğunluk histogramları hesaplanmaktadır. Yöntemde, alt histogramların kırılması için klip limiti parametresi kullanılmaktadır. Her histogram, bir dönüştürme işlevi kullanılarak değiştirilmektedir. Aynı zamanda her alt histogram yüksekliğinin de klip sınırını aşmaması gerekmektedir. Son aşama olarak ise yeni gri tonlama değerlerinin belirlenmesinde kullanılan değiştirilmiş bir histogram elde etmek için komşu bloklar enterpolasyonla birleştirilmektedir.

Literatürde sualtı görüntülerinin iyileştirilmesinde renk düzeltme tabanlı, kontrast düzeltme tabanlı ve hibrit yaklaşımlar mevcuttur. Eustice ve ark. (2002) optik görüntü işleme ve mozaikleme algoritması için MATLAB' in görüntü işleme araç kutusuna bir uzantı eklemiştir. Uzantı, su altı

görüntülerinin tekdüze olmayan renk dağılımı için önerilmiş Kontrast Sınırlı Uyarlanabilir Histogram Spesifikasyonunu (CLAHS) yöntemini içermektedir. CLAHS yönteminde görüntü birbiri ile örtüşmeyen bloklara ayrıştırılmakta ve her bir bloğa histogram belirtimi uygulanmaktadır. [Iqbal ve ark. \(2007\)](#) renk artefaktlarını azaltmak için kırmızı ve yeşil olmak üzere iki renk kanalını değiştirmek için Von Kries hipotezini kullanmıştır. Renk Modeli (ICM) olarak adlandırılan yöntem, S ve I kanallarında histogram germe işlemi uygulamıştır. Bir başka çalışmada [Iqbal ve ark. \(2010\)](#) su altı görüntüsünün tüm yoğunluk seviyesini genişleterek RGB görüntüsünü HSI renk modeline dönüştürmüştür. Denetimsiz Renk Düzeltme Yöntemi (UCM) olarak adlandırılan yöntem, iki farklı renk modeli üzerinde histogram germe işlemi kullanmıştır. [Hitam ve ark. \(2013\)](#) su altı görüntülerinin kalitesini artırmak için Karışım Kontrast Sınırlı Uyarlanabilir Histogram Eşitleme adlı bir yöntem önerdi. Yöntemde, RGB ve HSV renk uzaylarında CLAHE yöntemi kullanılmıştır. [Ghani & Isa \(2015a\)](#) su altı görüntü kalitesini artırmak için global ve yerel kontrast düzeltme yöntemlerini birleştirmişlerdir. Çalışmada yerel kontrast düzeltmesi için CLAHS kullanılırken, genel kontrast düzeltmesi için ise giriş görüntüsünün histogram özelliklerinden yararlanılmıştır. [Ghani & Isa \(2015b\)](#) bir diğer çalışmada histogram genişletme uygularken RGB ve HSV renk uzaylarını kullanmışlardır. Yöntem kırmızı ve mavi kanallar için tek taraflı kontrast düzeltmesi uygularken, yeşil kanalda çift taraflı düzeltme gerçekleştirilmiştir. Histogram genişletme, RGB' den HSV' ye dönüşümden sonra HSV renk modeline uygulanmıştır. [Ghani & Isa \(2017\)](#), sualtı görüntülerinin görsel kalitesini iyileştirmek için özyinelemeli uyarlamalı histogram modifikasyonu (RAHIM) adı verilen bir yöntem önermiştir. Görüntü histogramları sütun bazlı alınıp Rayleigh Distribution kullanılarak değiştirilmiştir. HSV renk modelinin S ve V bileşenleri alınmıştır. [Li ve ark. \(2017a\)](#), iki farklı yaklaşımı birleştiren hibrit bir yaklaşım önerdi: renk düzeltme ve görüntüdeki bulanıklığı giderme. Etkili bir renk düzeltme algoritması kullanılarak sualtı görüntülerinin rengi iyileştirilmiş ve ardından sualtı görüntüsünün görsel kalitesini iyileştirmek için görüntüdeki bulanıklık giderme yaklaşımı kullanılmıştır. Yine tarafımızdan 2021'de yapılan çalışmada ise sualtı görüntülerinde kontrastı iyileştirmek için global ve yerel kontrast geliştirme teknikleri birlikte kullanılmıştır ([Ulutas & Ustübioğlu, 2021](#)). Global teknik olarak LDR yöntemi görüntünün genel olarak iyileştirilmesini sağlamış, yerel teknik CLAHE görüntünün yerel parlaklık özelliklerini RGB renk uzayında değerlendirmiştir. Aynı zamanda yöntemde sualtı görüntüsü üzerinde yerel renk düzeltmesi de yapılmıştır.

Son zamanlarda ise literatürde, sualtı görüntülerinin iyileştirilmesinde derin öğrenme yöntemlerinden de oldukça fazla yararlanılmaktadır. Yapılan çalışmalarda bir ağ modeli tasarlanmakta ve bu ağ modeli su altı görüntülerinin özellikleri etkili bir şekilde öğrenebilmektedir. [Li ve ark. \(2020\)](#) CNN'ye dayanan UWCNN modelini önermiştir. Bir başka çalışmada [Li ve ark. \(2017b\)](#) GAN tabanlı bir su altı görüntü geliştirme modeli WaterGAN önerdi. [Guo ve ark. \(2020\)](#) ise, su altı görüntülerinde çok ölçekli bilgileri kullanabilen DenseGAN ağını önermiştir. Üretici optimize etmek ve GAN tarafından üretilen görüntülerde gürültü ve artefaktı gidermek için Sun ve ark. (2023) geri besleme mekanizması ve bir gürültü azaltma ağı UMGAN'ı önermişlerdir ([Sun ve ark., 2023](#)). Bir başka çalışmada ise [Zhang ve ark. \(2023\)](#) fiziksel model ve derin öğrenme yöntemlerini birleştirmiş ve hem uzay hem de kanal bazında su altı görüntülerinin özelliklerini kullanarak WaterFormer ağını önermişlerdir. Derin öğrenme tabanlı yöntemler, fiziksel faktörleri nadiren değerlendirmekte ve çoğunlukla tek aşamalı ağlardan oluşmaktadır. Önerilen ağların birçoğunun da genelleme yeteneği olmadığı için çeşitli su altı görüntülerinde bu ağlar yüksek performans gösterememektedirler.

Bu çalışmada sualtı görüntülerinde görüntü kontrastlarını iyileştirmek amacıyla literatürde ilk kez görüntünün parlaklık özelliklerini RGB uzayında değerlendiren CVC tabanlı bir yöntem önerilmiştir. Önerilen yöntem kontrastı iyileştirirken aynı zamanda sualtı görüntüsü üzerinde yerel renk düzeltmesi de yapmaktadır. Literatürde bu alandaki yöntemler kanalların global histogramı üzerinde çeşitli yaklaşımlar uygularken, önerilen yöntem HSV uzayında S ve V kanalındaki görüntüleri örtüşmeyen alt bloklara bölerek bunlara histogram eşitleme uygulamaktadır. Elde edilen nitel ve nicel analiz sonuçlarına bakıldığında önerilen yöntemin diğer iyileştirme yöntemlerine kıyasla sualtı görüntülerinde kontrast, renk ve ayrıntı bakımından çok iyi sonuçlar verdiği görülmektedir.

2. Materyal ve Yöntem

Bu bölümde kullanılan veri seti tanıtılmış, ardından önerilen yöntem ve kullanılan metrikler açıklanmıştır.

2.1. Veri seti

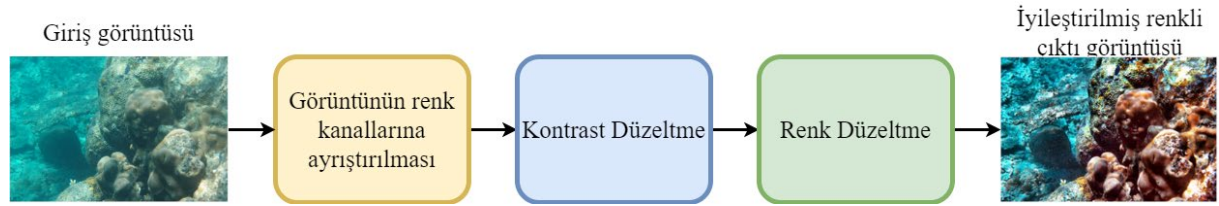
Önerilen yöntem 200 adet sualtı görüntüsü üzerinde test edilmiştir. Görüntüler Ghani veri setinden alınmıştır (Ghani & Isa, 2017). Bu veri seti, önerilen yöntemi alanda gelenekselleşen ve yeni olan histogram tabanlı yöntemlerle kıyaslamak ve üstünlüğünü göstermek için kullanılmıştır.

2.2. Görüntü kalitesi metrikleri

Önerilen yöntem diğer yöntemlerle entropi (Ye, 2009), EME (Agaian ve ark., 2000), EMEE (Agaian ve ark., 2000) ve Sobel kenar tespiti (Wu ve ark., 2005) metriklerinden faydalanılarak karşılaştırılmıştır. Görüntü kalitesinin değerlendirilmesinde kullanılan entropi, görüntü bilgisinin miktarını temsil eder. Entropi yüksekse, görüntü daha fazla bilgi ve ayrıntı içerir. Diğer bir kalite ölçütü olan EME ve EMEE, su altı görüntülerinin genel kalitesini entropi değerine göre ölçmektedir. Yüksek EME ve EMEE değerleri, görüntülerdeki iyileştirme derecesini gösterir. Ayrıca görüntüdeki toplam parlak piksel sayısını değerlendiren Sobel kenar algılama yöntemi, görüntü analizinde yaygın olarak kullanılan bir görüntü kalitesi metriğidir. Sobel kenarları ne kadar çoksa, görüntü de o kadar çok bilgi ve ayrıntı var demektir.

2.3. Önerilen yöntem

Önerilen yöntemde sualtı görüntülerinin görsel kalitesinin iyileştirilmesi amaçlanmaktadır. Yöntem, Şekil 1'de gösterildiği gibi Kontrast düzeltme ve Renk Düzeltme modülleri olmak üzere iki alt modülden oluşmaktadır.

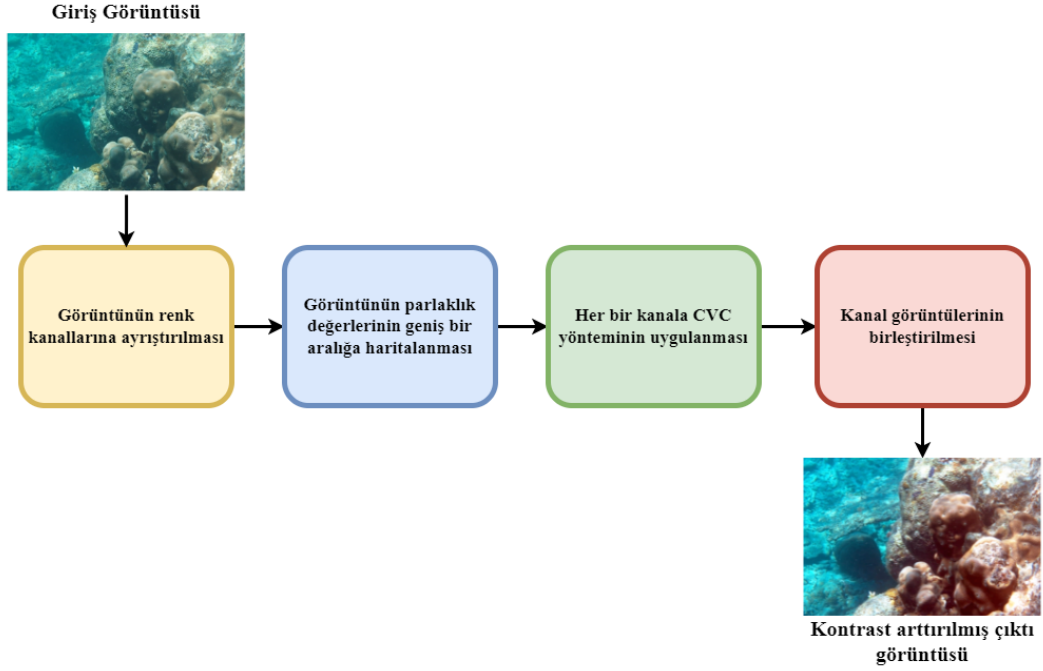


Şekil 1. Önerilen yöntemin akış diyagramı.

İlk aşamada, su altı görüntülerindeki düşük kontrastlı artefaktların giderilmesi hedeflenirken, ikinci aşamada ise eşit olmayan renk dağılımı dengelenecektir. İlk aşamada kontrastın iyileştirilmesi için histogram tabanlı Bağlamsal ve Değişken Kontrast geliştirme (Contextual and Variational Contrast enhancement – CVC) (Celik & Tjahjadi, 2011) yöntemi görüntüye uygulanmaktadır. Bunun için giriş görüntüsündeki parlaklık değerleri 0-255 aralığına haritalanır. Ardından her piksel ve komşuluğu arasındaki ilişkiye dayalı olarak giriş görüntüsünün iki boyutlu histogramı oluşturulur. Giriş histogramındaki köşegen elemanları, hedef histogramın köşegen elemanları ile eşlenerek giriş görüntüsünün kontrastı iyileştirilir. Genel kontrast düzeltmesinden sonra, ikinci aşama olarak önerilen yöntemde görüntünün renk düzeltilmesi gerçekleştirilir. Bu amaçla görüntü örtüşmeyen bloklara bölünür ve her bir bloğa ayrı ayrı renk düzeltilmesi uygulanır. Alt bölgelere histogram eşitleme uygulamak, tüm görüntünün renk dağılımını daha düzgün hale getirir. Aşağıdaki alt bölümlerde, bu aşamaların ayrıntıları verilecektir.

2.3.1. Kontrast iyileştirme

Önerilen yöntemin bu aşamasında giriş su altı görüntüsünün kontrastı iyileştirilecektir. Şekil 2'de gösterildiği gibi, giriş görüntüsü üç kanala ayrıştırılır ve bu kanallardaki her bir görüntünün parlaklık değerleri 0-255 aralığına haritalanır. Ardından her piksel ve komşuluğu arasındaki ilişkiye dayalı olarak bu görüntülerin iki boyutlu histogramı oluşturulur. Giriş histogramındaki köşegen elemanları, hedef histogramın köşegen elemanları ile eşlenerek giriş görüntülerinin kontrastı iyileştirilir. Kontrastı iyileştirilmiş kanallar daha sonra kontrastı arttırılmış görüntü elde etmek için birleştirilir. Algoritmanın detayları aşağıdaki gibi verilebilir.



Şekil 2. Önerilen kontrast düzeltme yönteminin akış diyagramı.

Giriş olarak verilen renkli su altı görüntüsü I , R , G ve B renk kanallarına ayrıştırılır. Her bir renk kanalındaki görüntülerin parlaklık değerleri 0-255 aralığına haritalanır. Tüm kanallardaki görüntülere ayrı ayrı histogram tabanlı Bağlamsal ve Değişken Kontrast geliştirme (Contextual and Variational Contrast enhancement-CVC) (Celik & Tjahjadi, 2011) yöntemi uygulanır. Bu görüntüler için histogram oluşturulur. Histogramlar bir pikselin $w \times w$ komşuluğunda hesaplanır. Hesaplanan histogramlar, iki gri seviye yoğunluğu arasındaki fark modülü ile ağırlıklandırılır ve normalize edilir. Normalize histogramların yanında bir de histogramın düzgün dağılmış formu da hesaplanır.

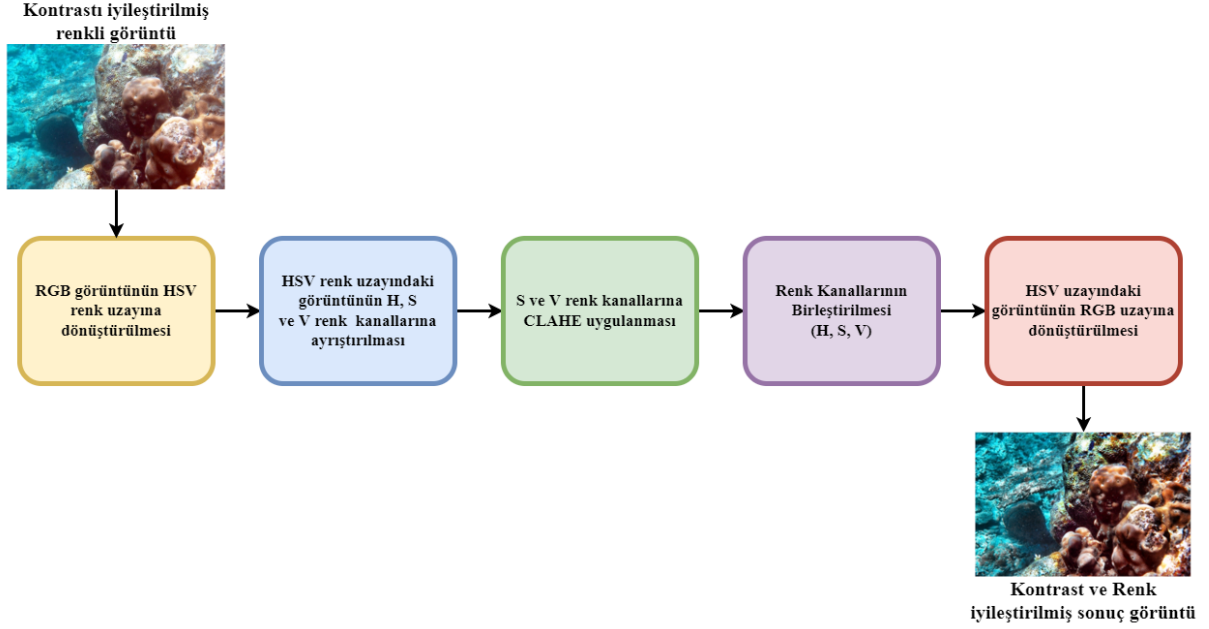
Hedef histogram ile giriş ve düzgün dağılmış histogramlar arasındaki uzaklığın minimum olması istenir. Bunun için belirlenen optimizasyon fonksiyonu ile giriş histogramı ve düzgün dağılmış histogramdan hedef histogram elde edilir. Giriş görüntüsündeki değerler hedef histograma göre haritalanarak çıktı görüntüsü oluşturulur. Her kanal için elde edilen çıktı görüntüleri birleştirilerek sonuç görüntü yani kontrastı iyileştirilmiş görüntü elde edilmiş olur.

2.3.2. Renk düzeltme

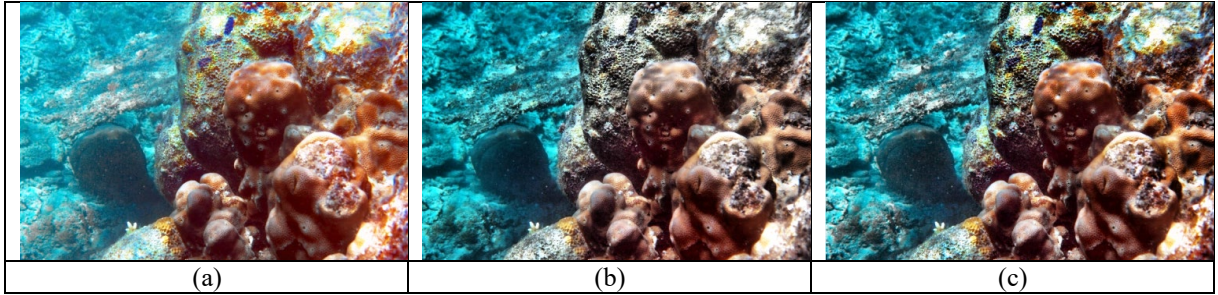
Sualtı görüntüsünde kontrast iyileştirme yapıldıktan sonra görüntüde azalan genel parlaklık ve doygunluk değerlerini iyileştirmek için bu aşamada renk düzeltmesi yapılacaktır. Bu amaçla RGB uzayındaki kontrastı artırılmış görüntü ilk olarak Şekil 3'te görüldüğü gibi HSV renk uzayına dönüştürülmektedir.

Daha sonra görüntünün S , V bileşenlerine CLAHE uygulanır. Görüntünün doygunluğunu ve parlaklığını temsil eden bu iki bileşen, görüntünün netliğini ve görünürlüğünü artırmak için kullanılır. Görüntünün renk parametresi olan hue bileşeni değiştirilirse, görüntüde anormal renk değişiklikleri oluşur (Iqbal ve ark., 2007). Şekil 4' te bu durum örneklenmiştir. Şekil 4(a)' da örnek su altı görüntüsünün sadece S kanalına 4(b)' de sadece V kanalına ve 4(c)' de ise S ve V kanalına birlikte renk düzeltme işlemi uygulanmıştır. Şekilden görüldüğü üzere 4(c) deki yani S ve V renk kanallarına uygulanan renk düzeltimi sonucunda elde edilen görüntünün kontrastı 4(a) ve 4(b) ye göre oldukça fazladır. Yine 4(c) deki görüntüde ön plan ve arka plan alanlarındaki nesnelere çok netlik. Bununla birlikte, görüntü renkleri oldukça iyileştirilmiştir. Ayrıca S ve V kanallarına uygulanan renk düzeltimi ile elde edilen görüntülerde hiçbir alanın çok karanlık veya çok parlak olmadığı görülmektedir. Bu nedenle S , V görüntüleri örtüşmeyen alt bloklara bölünür ve bu bloklara histogram eşitleme uygulanır. Literatürdeki diğer yöntemler görüntünün tamamında renk düzeltmesi yaparken, önerilen yöntem de

blok bazında renk düzeltilmesi yapılarak görüntünün renk değerleri iyileştirilmiştir. Bunun için (S, V) kanallarında lokal renk düzeltilmesi yapıldıktan sonra H kanalı ile (S, V) kanalı birleştirilerek HSV uzayındaki görüntü tekrar RGB uzayına dönüştürülmektedir. Elde edilen RGB çıktı görüntüsü kontrast ve renk açısından zenginleştirilmiş bir görüntü olacaktır.



Şekil 3. Önerilen renk düzeltme yönteminin akış diyagramı.



Şekil 4. (a) S kanalına (b) V kanalına (c) S ve V kanalına renk düzeltimi uygulanmış görüntüler.

3. Bulgular ve Tartışma

Önerilen yöntemin performansı nitel ve nicel sonuçlar olarak verilmiştir. Gerçekleştirilen çalışmanın üstün performansını göstermek için önerilen yöntem, histogram eşitleme (HE), ICM (Iqbal ve ark., 2007), UCM (Iqbal ve ark., 2010), CLAHS, CLAHE-Mix (Hitam ve ark., 2013), Percentile (Garg ve ark., 2018), ICM-RD (Ghani & Isa, 2015b), (Ulutas & Ustubioglu, 2021), UWCNN (Li ve ark., 2020), WaterGAN (Li ve ark., 2017a), UMGAN (Sun ve ark., 2023) ve WaterFormer (Zhang ve ark., 2023) önerdiği çalışmaları gibi geleneksel ve popüler olan çalışmalar ile karşılaştırılmıştır. Bu yöntemler su altı görüntülerinin iyileştirilmesinde önerilen histogram ve derin öğrenme tabanlı yöntemlerdir. Nitel sonuçlar, önerilen yöntemle elde edilen görüntülerin görsel iyileşmesini, nicel sonuçlar ise görüntü kalite metrikleri kullanılarak elde edilen çıktıları göstermektedir.

3.1. Nitel sonuçlar

Bu bölümde önerilen yöntemle elde edilen sonuç görüntüler, diğer yöntemlerle kontrast ve renk, görünürlük, mavi-yeşil aydınlatmanın etkisi ve az ve çok iyileştirilmiş alanların üretimi açısından

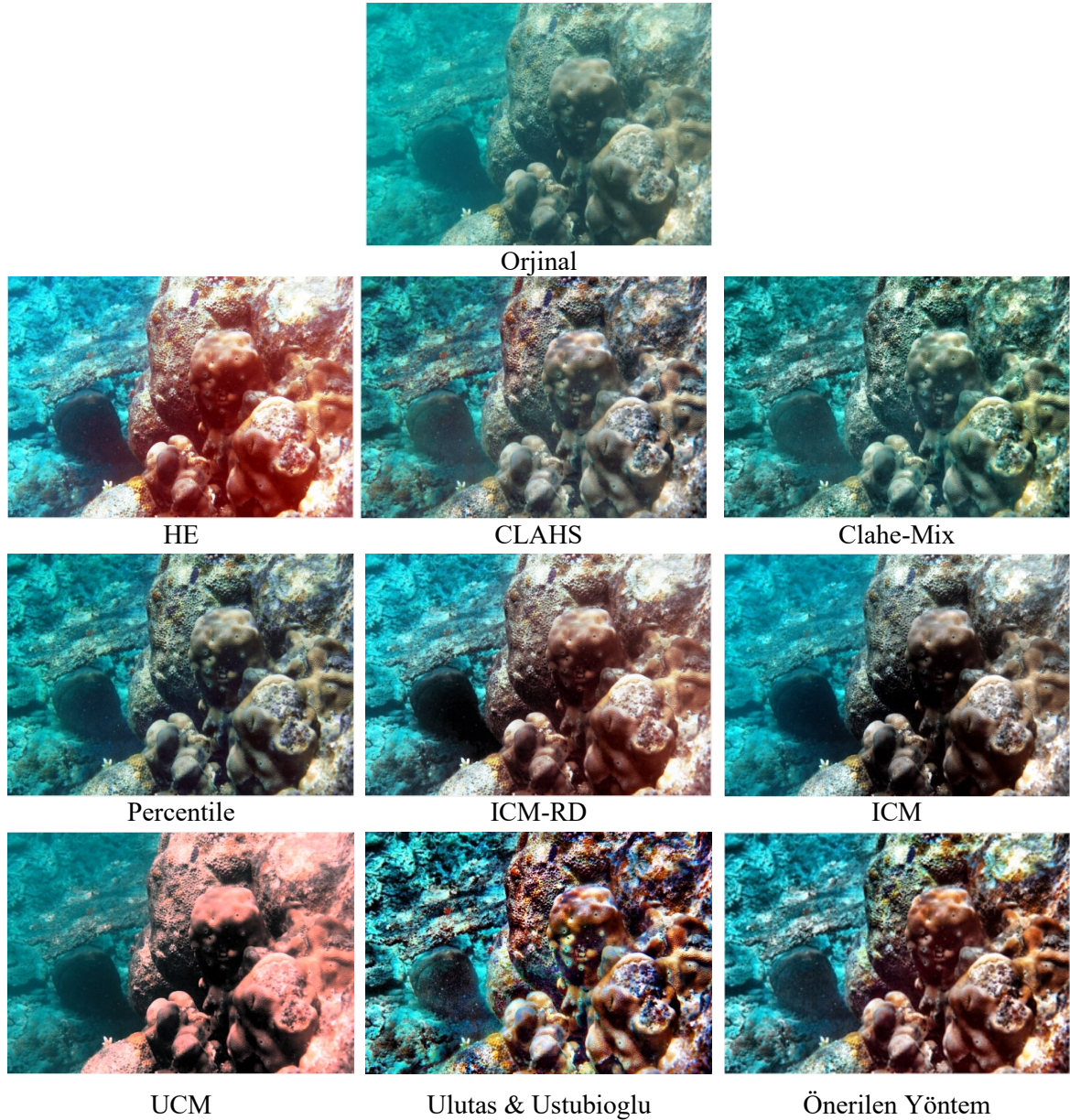
karşılaştırılmıştır. Önerilen yöntemin görsel sonuçlarını göstermek üzere veri setinden iki test görüntüsü seçilmiş ve elde edilen görüntüler Şekil 5 ve 6' da gösterilmiştir.

Şekil 5 ve 6' da seçilen orijinal görüntüler verilmiştir. Kırmızı renk kanalının su altı görüntülerine etkisi diğer iki renk kanalına göre daha düşük olduğu için bu görüntülerden Şekil 5' teki mavimsi, 6' daki ise yeşilimsi görünmektedir. Bu görüntülere dikkat edilirse nesnelere arka plandan ayırt edilememekte ve bazı alanlar siyah olarak görünmektedir.

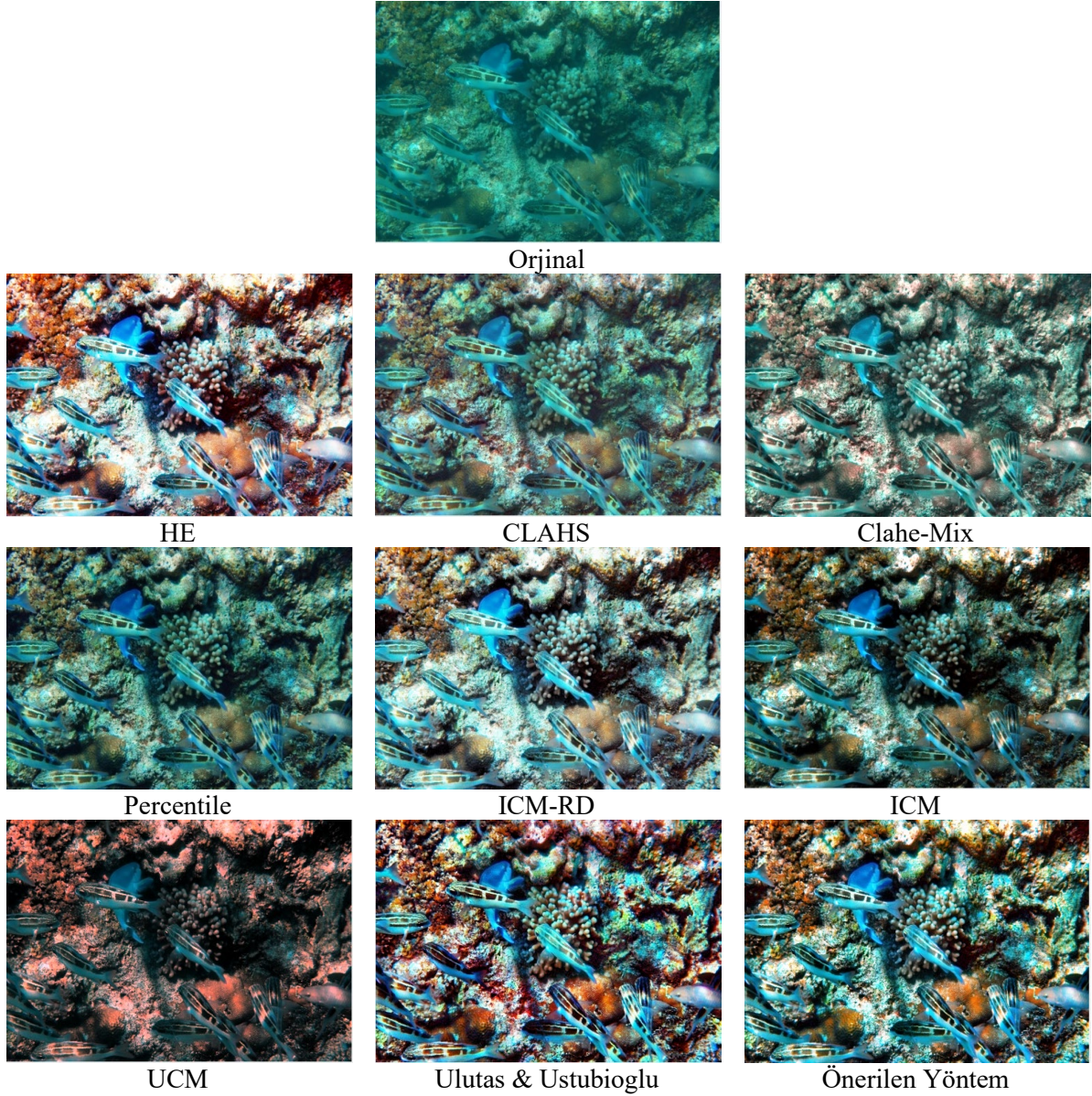
HE yöntemi ile bu görüntüler iyileştirildiğinde şekillerden görüldüğü gibi, görüntülerin ön ve arka planlarında karanlık alanlar oluşmaktadır. Aynı zamanda HE yöntemi uygulandıktan sonra Şekil 5' teki HE çıktı görüntüsü kırmızimsı hale gelir ve bu yöntem aşırı doygun alanlar oluşturur. Yine dikkat edilirse görüntülerde çok parlak ve aşırı doygun alanlar oluşmuştur.

CLAHS yöntemiyle üretilen tüm çıktı görüntülerinde mavi-yeşil aydınlatmanın etkisi azaltılmıştır. Ancak, görüntülerin arka planlarında nesnelere çok ayırt edilememektedir.

CLAHE-Mix ile elde edilen çıktı görüntülerine bakıldığında görüntüler yeşilimsi görünmektedir. Ancak tüm nesnelere hem ön planda hem de arka planda kolayca ayırt edilebilmektedir. Bu görüntülerden hareketle CLAHE-Mix yöntemi su altı görüntülerinde kontrastı arttırmış fakat mavi-yeşil aydınlatmanın etkisini azaltmamıştır.



Şekil 5. Önerilen yöntem ve diğer çalışmalardan elde edilen görsel sonuçlar.



Şekil 6. Önerilen yöntem ve diğer çalışmalardan elde edilen görsel sonuçlar.

Percentiles yöntemi ile üretilen çıktı görüntülerinde hem ön plan hem de arka plan nesnelere kolayca ayırt edilebildiğinden, kontrast büyük ölçüde artırıldığı görülmektedir. Ancak Şekil 5'teki görüntüde, arka plan alanının çok net olmadığı yani yetersiz kontrast artırımı yapıldığı görülmektedir.

ICM-RD yöntemi ile iyileştirme yapıldığında görüldüğü üzere görüntülerde özellikle ön planda aşırı doygun alanlar oluşmuştur. Aynı zamanda, Şekil 5'teki çıktı görüntüsünde arka plan alanlarının çok net olmadığı gözükmemektedir.

ICM ve UCM yöntemlerinin çıktı görüntüleri şekillerden görüldüğü gibi nesnelere kolayca görülebildiği HE yöntemiyle karşılaştırıldığında daha iyi kontrasta sahiptirler. UCM yöntemi ile kahverengimsi ve kırmızımsı görüntüler üretilmiştir. ICM tarafından üretilen çıktı görüntülerinde ise, koyu arka plan alanlar ve şekillerden de görüldüğü gibi aşırı doygun ön plan alanları mevcuttur.

Ulutas & Ustubioglu (2021) tarafından önerilen LDR tabanlı yöntem sonuçlarına bakıldığında ise gerek renk gerekse de kontrast bakımından diğer yöntemlere göre oldukça başarılı görüntüler elde edilmiştir. Ancak ön planın kontrastı arka plana göre daha fazla arttığından, görüldüğü gibi arka planda karanlık alanlar oluşmakta ve özellikle ön planda farklı renkler oluşmaktadır.



Önerilen yöntem ile elde edilen çıktı görüntüleri tüm bu yöntemlerle elde edilen görüntüler ile kıyaslandığında şekillerden de görüldüğü gibi görüntü kontrastını büyük ölçüde artırılmıştır. Ön plan ve arka plan alanlarındaki nesnelere çok nettir. Bununla birlikte, görüntü renkleri oldukça iyileştirilmiştir.

Yine görüntülerdeki mavi-yeşil aydınlatmanın etkisini de yeterince azaltmıştır. Ayrıca önerilen yöntem ile elde edilen görüntülerde hiçbir alanın çok karanlık veya çok parlak olmadığı görülmektedir.

3.2. Nicel sonuçlar

Nicel sonuç olarak öncelikle Şekil 5 ve 6'da verilen orijinal sualtı görüntüleri için önerilen yöntem ve diğer yöntemler sonucunda elde edilen görüntülerde Entropi, EME, EMEE, Ortalama Gradient ve Sobel sayım değerleri hesaplanmıştır. Bu değerler Çizelge 1'de verilmiş ve elde edilen en iyi sonuçlar koyu renkli değerlerle gösterilmiştir. Çizelgede görüldüğü gibi önerilen yöntem ile ilk görüntünün EME değeri dışında iki görüntü için de en yüksek entropi, EME, EMEE ve Sobel sayısı değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 1. Önerilen yöntem ve diğer çalışmaların görüntüler için elde ettiği nicel sonuçlar

Görüntü	Yöntem	Nicel Sonuçlar			
		Entropy	EME	EMEE	Sobel
	Önerilen Yöntem	7.87	29.38	15.70	35878
	HE	5.98	19.34	2.55	25505
	CLAHS	7.57	21.81	2.58	29596
	CLAHE-Mix	7.68	34.87	8.22	30594
	Percentile	7.76	40.45	19.73	27935
	ICM-RD	7.87	35.09	12.72	27644
	ICM	7.65	21.07	6.63	23659
	UCM	7.53	23.14	8.35	20235
	Önerilen Yöntem	7.89	48.56	51.75	41914
	HE	5.96	45.33	25.25	39764
	CLAHS	7.59	28.46	4.64	36678
	CLAHE-Mix	7.70	72.33	1.11	39467
	Percentile	7.59	57.08	51.48	35988
	ICM-RD	7.89	44.23	26.18	39546
	ICM	7.57	28.85	12.72	36192
	UCM	7.25	35.37	31.65	33752

Çizelge 2' de ise 200 sualtı görüntüsü için önerilen yöntem ve karşılaştırılan yöntemler için kalite metrikleri açısından elde edilen ortalama değerler verilmektedir. Çizelgede kalın olarak gösterilen değerler, karşılaştırma sonucundaki en yüksek değerleri temsil etmektedir. Çizelge 2'den de görüldüğü üzere sonuçlardan, önerilen yöntemin en yüksek entropi (7.86), EMEE (32.13), EME (40.90) ve Sobel sayısı (90982) değerlerini üretmiştir. Bu da önerilen yöntemin sualtı görüntülerini iyileştirmede diğer yöntemlere kıyasla oldukça yüksek performans verdiğini göstermektedir.

Çizelge 2. Önerilen yöntem ve diğer çalışmaların tüm veri seti üzerindeki ortalama nicel sonuçları

Yöntem	Nicel Sonuçlar			
	Entropy	EME	EMEE	Sobel
Orjinal	7	11.96	1.98	13596
HE	5.88	19.94	4.54	63311
ICM	7.53	20.06	5.42	35782
UCM	7.19	20.11	6.66	24664
CLAHS	7.01	15.28	1.84	32796
CLAHE-Mix	7.30	31.82	1.27	41106

Çizelge 2. Önerilen yöntem ve diğer çalışmaların tüm veri seti üzerindeki ortalama nicel sonuçları (devamı)

Yöntem	Nicel Sonuçlar			
	Entropy	EME	EMEE	Sobel
Percentile	7.35	22.26	7.35	32059
ICM-RD	7.75	23.57	11.13	43807
Ulutas & Ustubioglu	7.83	40.97	32.06	15255
UWCNN	7.28	35.12	30.10	80850
WaterNet	7.70	37.34	30.89	83780
UWGAN	7.83	38.99	31.20	90010
WaterFormer	7.84	39.60	31.10	90000
Önerilen Yöntem	7.86	40.90	32.13	90982

4. Sonuç

Su altı görüntülerini iyileştirmek için önerilen yöntem iki modülden oluşmaktadır: kontrast ve renk düzeltme. Kontrast düzeltme modülünde, RGB uzayında test görüntüsünde CVC ile lokal ve global kontrast düzeltilmesi yapılmış ve görüntü kontrastı oldukça artırılmıştır. Renk performansını iyileştirmek için önerilen renk düzeltme modülünde ise kontrastı artırılmış görüntü HSV uzayına dönüştürülür ve görüntünün S, V bileşenlerinin renk değerleri CLAHE ile iyileştirilir. Hem nitel hem de nicel sonuçlardan da görülebileceği gibi, önerilen yöntem diğer yöntemlere göre kontrast, renk ve detay açısından çok iyi sonuçlar vermektedir. Önerilen yöntem aynı zamanda çıktı görüntüsündeki yetersiz ve aşırı geliştirilmiş alanların etkisini de azaltmaktadır. Aynı zamanda önerilen renk düzeltmesi yöntemi ile görüntüdeki hem mavi-yeşil etkisi azaltılmış hem de görüntüdeki nesnelere görünürlüğü artırılmıştır.

Kaynakça

- Agaian, S. S., Panetta, K., & Grigoryan, A. M. (2000, January). *A new measure of image enhancement*. IASTED International Conference on Signal Processing & Communication, Rhodes, Greece.
- Celik, T., & Tjahjadi, T. (2011). Contextual and variational contrast enhancement. *IEEE Transactions on Image Processing*, 20(12), 3431-3441. doi:10.1109/TIP.2011.2157513
- Chiang, J. Y., & Chen, Y. C. (2011). Underwater image enhancement by wavelength compensation and dehazing. *IEEE Transactions on Image Processing*, 21(4), 1756-1769. doi:10.1109/TIP.2011.2179666
- Çelebi, A. T., & Ertürk, S. (2012). Visual enhancement of underwater images using empirical mode decomposition. *Expert Systems with Applications*, 39(1), 800-805. doi:10.1016/j.eswa.2011.07.077
- Eustice, R., Pizarro, O., Singh, H., & Howland, J. (2002, Nisan). *UWIT: Underwater image toolbox for optical image processing and mosaicking in MATLAB*. In Proceedings of the 2002 International Symposium on Underwater Technology (Cat. No. 02EX556), Tokyo, Japonya. doi:10.1109/UT.2002.1002415
- Garg, D., Garg, N. K., & Kumar, M. (2018). Underwater image enhancement using blending of CLAHE and percentile methodologies. *Multimedia Tools and Applications*, 77, 26545-26561. doi:10.1007/s11042-018-5878-8
- Ghani, A. S. A., & Isa, N. A. M. (2015a). Enhancement of low quality underwater image through integrated global and local contrast correction. *Applied Soft Computing*, 37, 332-344. doi:10.1016/j.asoc.2015.08.033
- Ghani, A. S. A., & Isa, N. A. M. (2015b). Underwater image quality enhancement through integrated color model with Rayleigh distribution. *Applied Soft Computing*, 27, 219-230. doi:10.1016/j.asoc.2014.11.020
- Ghani, A. S. A., & Isa, N. A. M. (2017). Automatic system for improving underwater image contrast and color through recursive adaptive histogram modification. *Computers and Electronics in Agriculture*, 141, 181-195. doi:10.1016/j.compag.2017.07.021

- Guo, Y., Li, H., & Zhuang, P. (2020). Underwater image enhancement using a multiscale dense generative adversarial network. *IEEE Journal of Oceanic Engineering*, 45, 862-870. doi:10.1109/JOE.2019.2911447
- Hitam, M. S., Awalludin, E. A., Yussof, W. N. J. H. W., & Bachok, Z. (2013, Ocak). *Mixture contrast limited adaptive histogram equalization for underwater image enhancement*. International Conference on Computer Applications Technology (ICCAT). Sousse, Tunus. doi:10.1109/ICCAT.2013.6522017
- Iqbal, K., Salam, R. A., Osman, A., & Talib, A. Z. (2007). Underwater image enhancement using an integrated colour model. *IAENG International Journal of Computer Science*, 34(2).
- Iqbal, K., Odetayo, M., James, A., Salam, R. A., & Talib, A. Z. H. (2010, Ekim). *Enhancing the low quality images using unsupervised colour correction method*. IEEE International Conference on Systems, Man and Cybernetics, İstanbul.
- Li, C., Guo, J., Guo, C., Cong, R., & Gong, J. (2017a). A hybrid method for underwater image correction. *Pattern Recognition Letters*, 94, 62-67. doi:10.1016/j.patrec.2017.05.023
- Li, J., Skinner, K., Eustice, R., & Johnson-Roberson, M. (2017b). WaterGAN: Unsupervised generative network to enable real-time color correction of monocular underwater images. *IEEE Robotics and Automation Letters*, 3, 387-394. doi:10.1109/LRA.2017.2730363
- Li, C., Anwar, S., & Porikli, F. (2020). Underwater scene prior inspired deep underwater image and video enhancement. *Pattern Recognition*, 98, 107038. doi:10.1016/j.patcog.2019.107038
- Ulutas, G., & Ustubioglu, B. (2021). Underwater image enhancement using contrast limited adaptive histogram equalization and layered difference representation. *Multimedia Tools and Applications*, 80, 15067-15091. doi:10.1007/s11042-020-10426-2
- Sun, B., Mei, Y., Yan, N., & Chen, Y. (2023). UMGAN: Underwater image enhancement network for unpaired image-to-image translation. *Journal of Marine Science and Engineering*, 11(2), 447. doi:10.3390/jmse11020447
- Wu, J., Huang, H., Qiu, Y., Wu, H., Tian, J., & Liu, J. (2005, July). *Remote sensing image fusion based on average gradient of wavelet transform*. IEEE International Conference Mechatronics and Automation, Niagara Falls, Kanada.
- Ye, Z. (2009). Objective assessment of nonlinear segmentation approaches to gray level underwater images. *International Journal on Graphics, Vision, and Image Processing (GVIP)*, 9(2), 39-46.
- Zhang, Y., Chen, D., Zhang, Y., Shen, M., & Zhao, W. (2023). A two-stage network based on transformer and physical model for single underwater image enhancement. *Journal of Marine Science and Engineering*, 11(4), 787. doi:10.3390/jmse11040787



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Hidrolik Türbin Performans Testlerinin Yapılmasında Boya Seyreltme Metodunun Kullanılması-Saha Çalışması

Gökhan ÖZBEK*¹, Sabir RÜSTEMLİ²

¹ EÜAŞ Alpaslan-1 Hidroelektrik Santrali, Elektrik Bakım Başmühendisliği, 49600, Muş, Türkiye

² Bitlis Eren Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 13000, Bitlis, Türkiye

Gökhan ÖZBEK, ORCID No: [0000-0003-1160-1955](https://orcid.org/0000-0003-1160-1955), Sabir RÜSTEMLİ, ORCID No: [0000-0002-4957-1782](https://orcid.org/0000-0002-4957-1782)

*Sorumlu yazar e-posta: gokhanozbek1986@gmail.com

Makale Bilgileri

Geliş: 18.10.2022
Kabul: 12.07.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1190992](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1190992)

Anahtar Kelimeler

Boya seyreltme metodu,
Debi ölçümü,
Hidrolik türbinler,
Verimlilik testleri

Öz: Hidroelektrik santralleri suyun hidrolik gücünü kullanarak elektrik üreten, yüksek verimli enerji santralleridir. Santrallerde birçok nedene bağlı olarak oluşan tahribatlar zamanla teçhizatlardaki verimlilik kayıplarını artırmakta ve santralin performansını düşürmektedir. Santrallerde en fazla verimlilik kaybının gerçekleştiği kısım türbin ve türbin bileşenleridir. Santral verimliliğinin düzenli olarak izlenmesi, kestirimci bakımlarla teçhizatların korunması, santralin ekonomik işletme ömrünün uzatılması gibi amaçlar elektrik üretiminde temel politikalar haline gelmiştir. Hidrolik santrallerde farklı debi ölçüm metotları kullanılarak yapılan türbin performans testleri, bu amaçların gerçekleşmesinde büyük katkılar sunmaktadır. Bu çalışmada, Dikey Francis tipi türbinlerin kullanıldığı Alpaslan-1 HES'in bir ünitesinde boya seyreltme metodu kullanılarak debi ölçümü ve türbin performans testleri gerçekleştirilmiştir. Üniteye kurulumu yapılmış olan verim izleme sisteminden de yararlanılarak yapılan testlerde, santralin devreye alındığı 2012 yılından testlerin yapıldığı zamana kadar geçen sürede türbin veriminde %3.5'lük bir kaybın olduğu tespit edilmiştir.

Using Dye Dilution Method in Performing Hydraulic Turbine Performance Tests-Case Study

Article Info

Received: 18.10.2022
Accepted: 12.07.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1190992](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1190992)

Keywords

Dye dilution method,
Efficiency tests,
Flow measurement,
Hydraulic turbines

Abstract: Hydroelectric power plants are high-efficiency power plants that generate electricity using the hydraulic power of water. Destructions in power plants due to many reasons increase the efficiency losses in the equipment over time and decrease the performance of the power plant. The turbine and turbine components are the parts where the most efficient loss occurs in the power plants. Purposes such as regular monitoring of power plant efficiency, protection of equipment with predictive maintenance, and prolonging the economic operating life of the power plant have become the main policies in electricity generation. Turbine performance tests using different flow measurement methods in hydraulic power plants make great contributions to the realisation of these goals. In this study, flow measurement and turbine performance tests were carried out using the dye dilution method in a unit of Alpaslan-1 HEPP, where vertical Francis-type turbines are used. In the tests carried out using the efficiency monitoring system installed in the unit, it was determined that there was a 3.5% loss in turbine efficiency from the year the power plant was commissioned in 2012 until the tests were conducted.

1. Giriş

Enerji, modern dünyanın oluşmasında büyük etki göstermiştir. Hayatın her alanında etkisini gösteren enerji artık en temel ihtiyaçlar arasına girmiştir. Dünya, artan enerji talebini karşılamak için yeni ve alternatif enerji kaynakları bulma arayışlarına devam etmektedir (Yalılı Kılıç & Adalı, 2023). Yeryüzündeki en büyük enerji kaynakları olan fosil yakıtların, yeni rezervlerin bulunmaması halinde yakında tükenmesi (British Petroleum (BP), 2023) ve bu kaynakların çevre, doğa ve insan sağlığı açısından oluşturduğu olumsuz etkiler nedeni ile ülkeler temiz, güvenilir, kesintisiz, düşük maliyetli ve kaliteli enerji kaynaklarına yönelmektedirler (Esmer, 1996; Arcaklıoğlu & Özcan, 2022). Enerjide bağımsızlık ve sürdürülebilirlik, enerji yönetimi gibi meseleler enerji politikalarına yön veren önemli faktörler haline gelmiştir (Esen & Bayrak, 2015). Bu nedenle, enerji arzında yenilenebilir enerji kaynaklarına öncelik verilerek fosil yakıt kullanımının önüne geçilmesi ve var olan enerji kaynaklarının etkin ve verimli bir şekilde kullanılması öncelikli hedefler arasına girmiştir (Kavak, 2005; Finn ve ark., 2011).

Suyun yeryüzünde sürekli bir döngü içerisinde olması ve buna bağlı olarak yeryüzündeki su oranının hiçbir zaman değişmemesi, suya bağlı olarak oluşan hidrolik gücü tükenmez bir enerji kaynağı kılmakta, yenilenebilir enerji kaynakları arasına sokmaktadır. Suyun oluşturduğu hidrolik gücü kullanarak enerji üreten hidroelektrik santralleri (HES) ülkelerin enerji politikalarında önemli bir yer tutmaktadır. 2020 yılı verilerine göre dünya genelinde elektrik enerjisi talebinin yaklaşık %16'sını, Türkiye'nin elektrik enerjisi talebinin ise %25.6'sını hidrolik santral tesisleri karşılamıştır (Elektrik Üretim A.Ş. (EÜAŞ), 2021). Hidrolik santral tesislerinin yerli üretim kaynağı olması, enerjide dışa bağımlılığı azaltması, işletme maliyetlerinin düşük olması, uzun ömürlü olması, fosil yakıtlara alternatif olması ve çevreye zarar verecek atıklar barındırmaması gibi etkenler, bu tesisleri vazgeçilmez elektrik üretim kaynakları haline getirmektedir (Özgören ve ark., 2012). Santrallerin ilk kurulum maliyetlerinin yüksek olmasına karşın verimliliklerinin yüksek olması, tarım, sulama, balıkçılık, taşkın önleme gibi alanlar için de kullanılması bu tesislerin diğer avantajları arasındadır. Coğrafik yapısı, akarsu oranı elverişli olan ülkelerin en çok faydalandığı kaynak hidroelektrik enerjisidir (Dinçer ve ark., 2017).

1882 yılında kurulan ilk hidroelektrik santralinin üzerinden 140 yıllık bir zaman geçmiş bulunmaktadır (Güler, 2001). Geçen süre zarfında bu tesislerin teknolojik alt yapılarında büyük bir gelişme kaydedilmiştir. Santrallerde kullanılan türbin, generatör, transformatör gibi kritik teçhizatların imalat verimliliklerinde büyük artışlar sağlanmış ve bu teçhizatlardan büyük güçlerde üretim yapılmıştır. Günümüzde, yük-frekans dengesini sağlaması ve uzaktan kontrol imkanları sunması gibi nedenlerle en çok tercih edilen türbin tiplerinden olan Francis tipi türbinler yaklaşık %97, Kaplan tipi türbinler yaklaşık %96, Pelton tipi türbinler ise yaklaşık %95 verim ile imal edilebilmektedir. İmal edilen generatörlerin verimi ise %98'in üstüne çıkabilmektedir (Özbek, 2022). Dünya genelindeki santrallerin yaklaşık %60'ında kullanılan Francis tipi türbinlerin 1 000 MW gücünde olanları üretilmiştir (Linguip, 2020; Yicaiglobal, 2020).

Hidroelektrik santrallerinde santral verimliliği, santralin kurulu gücü ile generatör çıkış gücünün birbirine oranlanması ile bulunur. Suyun hidrolik gücünün önce mekanik, sonra elektrik enerjisine dönüştürüldüğü bu tesislerde, suyun türbini döndürmek üzere gönderilmesi ile başlayan elektrik üretim sürecinin her aşamasında enerji kayıpları oluşmaktadır. Bu nedenle santrallerin girişindeki hidrolik enerji generatör çıkışında üretilen elektrik enerjisinden daha büyüktür. Teoride enerjinin korunumu bir kanun olarak kabul edilmiş olsa da (Dinçer, 2022) pratikte enerji dönüşümlerinde ısı kaynaklı enerji kayıplarının olmaması mümkün değildir. Diğer taraftan santralin işletme şartları, santrallerde kullanılan malzemelerin yapısı, ünitelerde oluşan kavitezyon, vorteks gibi olaylar santrallerde enerji kayıplarının oluşmasına ve kayıpların zamanla artmasına sebep olmaktadır. Bu nedenle kayıpları minimize etmek, santralin ömrünü uzatıp verimliliğini koruyabilmek için santrallerde düzenli bakım ve revizyon çalışmaları yapılmaktadır (Özbek, 2022).

Ülkemizde ilk elektrik üretimi 1902 yılında inşa edilen 2 MW gücündeki su türbini ile oluşmuştur (Erol, 2007). Günümüzde Türkiye'de irili ufaklı 744 adet HES bulunmaktadır ve bunların toplam kurulu gücü 2022 yılı itibarı ile 31498 MW'tır. Bu kurulu güç değeri ile ülkemiz, Dünyada 9, Avrupa'da ise 2. sırada yer almaktadır (AA, 2021; GENSED, 2022). Kamuya ait santrallerin bağlı olduğu Elektrik Üretim A.Ş.'nin (EÜAŞ) bünyesinde 2022 yılı itibarı ile toplam 48 tane hidroelektrik santrali bulunmakta ve bu santrallerin Türkiye HES kurulu güç içerisindeki payı 14003 MW'tır. Bu da ülkemizdeki toplam HES kurulu gücün yaklaşık %44.5'e denk gelmektedir (EÜAŞ, 2022).

Hidroelektrik santralleri genellikle 50-100 yıl arasında çalışacak şekilde inşa edilir. Santrallerin yaşlarına bağlı olarak teçhizatlarında zamanla metal yorgunluğu, yıpranma gibi olumsuzluklar meydana gelmektedir. Ülkemizde de özellikle kamuya bağlı santraller incelendiğinde, yaşlarının çok büyük olduğu görülmektedir. Türkiye'nin 2 405 MW kurulu gücü ile en büyük santrali olan Atatürk HES'in yaşı 30 iken, ondan sonra gelen 1 800 MW kurulu gücündeki Karakaya HES'in yaşı 35, 1 330 MW kurulu gücündeki KEBAN HES'in yaşı 48, 702.55 MW kurulu gücündeki Altunkaya HES'in yaşı 35'tir. EÜAŞ'a bağlı santrallerin yarısı 30 yaşından büyüktür ve bu oran 8 302.55 MW'lık bir kurulu güce, yani toplam Türkiye HES kurulu gücünün %26.3'üne tekabül etmektedir (Özbek & Rüstemli, 2022a). Türkiye'nin hidrolik potansiyelinin yaklaşık %60'ını enerji üretiminde gerçekleştirdiği düşünüldüğünde (DSİ, 2020), enerji talebinin karşılanması, enerjide dışa bağımlılığın azalması ve sürdürülebilir enerji politikaları bağlamında mevcut santrallerin verimliliklerinin korunmasının ne kadar önemli olduğu daha iyi anlaşılacaktır.

Hidroelektrik santrallerinde gerçekleşen kayıpları genel hatlarıyla su alma ağız yapılarındaki kayıplar, türbin ve türbin bileşenlerindeki kayıplar, generatör kayıpları, şalt ve diğer elektrik tesislerindeki kayıplar şeklinde sınıflandırabiliriz (Kafalı, 2020). Bunlar içinde kayıpların en fazla gerçekleştiği ve santral verimliliğinin düşmesinde daha çok etkisi olan kısım türbin ve türbin bileşenleridir. Kavitasyon, vorteks, tortu erozyonu, vibrasyon, korozyon gibi birçok olay nedeni ile türbinlerde ve diğer bileşenlerinde süngerleşme, aşınma, delinme, kırılma, çatlama gibi problemler gerçekleşmektedir (Göğüş ve ark., 2013; Thapa ve ark., 2015; Gögebakan, 2019). Diğer taraftan hidroelektrik santralleri şebeke kararsızlıklarının giderilmesi, dengeleme, şebekeyi ani ve hızlı bir şekilde besleme çalışmaları gibi nedenlerle normal işletme programı dışında sık sık devreye alınıp çıkarılmak, yük alıp-vermek, acil durdurmaya gitmek gibi manevralara zorlanabilmektedirler. Bu çalışma koşulları da türbinlerde çeşitli hidrolik kararsızlıkların oluşmasına sebebiyet vermektedir. Özellikle kısmi yük ve aşırı yük gibi tasarım dışı işlemler vorteks, kavitasyon gibi olayları artırarak, ünitelerde yüksek ve düşük frekanslı basınç dalgalanmalarına, generatör-türbin balans bozukluklarına veya vibrasyona neden olmaktadır (Goyal & Gandhi, 2018).

Çeşitli nedenler ile performans kayıpları yaşayan santrallerde verimliliği artıracak büyük rehabilitasyon çalışmaları yapılmaktadır. Bu çalışmalarla santral verimliliği optimum seviyeye getirilmek istenmektedir. EÜAŞ bünyesinde 2007 yılında yapılan bir çalışmada santrallerde verimlilik artışı analizleri yapılmış ve yapılacak doğru müdahaleler ile performans kaybına uğramış olan türbinlerin verimliliklerinin %0.7-%6 arasında arttırılabileceği görülmüştür. Elbette doğru bir çalışmanın yapılabilmesi için santral teçhizatının mevcut durumunun bilinmesi ve iyi analiz edilmesi gerekmektedir (Sav, 2010).

Bu çalışmada, 2012 yılında EÜAŞ'a bağlı olarak devreye alınan, Dikey Francis tipi reaksiyoner türbinlerinden oluşan dört üniteye sahip ve baraj tipi santral olan Alpaslan-1 HES'in bir ünitesinde yapılan performans testleri ile türbinin ve santralin mevcut durumu incelenmiştir. Üzerinde verim izleme sistemi (VİS) kurulmuş olan ünite-3'te yapılan testlerde, boya seyreltme (dye dilution) metodu kullanılarak doğrudan debi ölçümleri gerçekleştirilmiş, bu metot ile farklı ayar kanatlarında mutlak testler yapılarak türbinin, generatörün, ünitenin ve santralin mevcut verimliliği tespit edilmiştir.

Verimlilik testlerinde, ünitenin debisinin ölçülmesi ve bu ölçüm için kullanılacak olan metodun belirlenmesi en önemli kriterlerdendir. Debi ölçüm metotları, doğrudan ölçüm metotları ve bağıl ölçüm metotları olmak üzere iki ana gruba ayrılırlar. Mutlak testlerde doğrudan debi ölçümü yapılırken, endeks testlerinde ise mutlak testlerde ölçülen debi ve salyangozdaki Winter-Kennedy tapalarından ölçülen diferansiyel basınç (DP) kullanılarak bağıl debi hesaplaması yapılır. Alpaslan-1 HES'te doğrudan bir debi ölçüm yöntemi olan boya seyreltme metodu kullanılarak yapılan performans testlerinin yanı sıra bağıl bir debi hesaplama yöntemi olan Winter-Kennedy metodu kullanılarak da performans testleri yapıldı. Doğrudan debi ölçümünde bulunan debi değeri, Winter-Kennedy akış sabitinin bulunmasında kullanıldı (Özbek & Rüstemli, 2022a). Yapılan bu çalışmalarla, iki ayrı metot kullanılarak yapılan performans testlerinin sonuçlarının kıyaslanması yapıldı. Her iki testte de benzer sonuçlar elde edildi ve türbinde tasarım değerine göre %3,5'lik bir verimlilik kaybının olduğu görüldü.

1.1. Boya seyreltme metodu ile debi ölçümü

Yüzey veya yer altı sularında, kapalı veya açık kanallarda akış halinde olan suyun debisinin belirlenmesinde doğal ve yapay olmak üzere iki çeşit izleme tekniği (tracers) kullanılır. Suyun içerisinde

kendiliğinden bulunan mikroorganizmalar, iyonlar ve çevresel izotopların izlenmesi ile debi ölçümü yapılması, doğal izleme tekniğinde. Yapay izleme tekniğinde ise izlenecek veya ölçülecek sisteme dışarıdan, harici olarak izleyici verilmektedir.

Yapay izleyicilerin genel özellikleri şu şekildedir (Doğdu & Yiğitler, 2010);

- Zehirli etkisi olmadığı için çevreye, insanlara ve diğer canlılara zarar vermezler.
- Suda kolaylıkla çözünebilirler.
- Su ile hızlı bir şekilde ve yüksek oranlarda karışım gösterebilirler.
- Su içerisinde hiçbir şekilde kendiliğinden bulunmazlar. Çalışmalar için dışarıdan yapay olarak suya karıştırılmaları gerekir.
- Su içerisindeki yoğunlukları, milyarda bir mertebesinde dahi olsa kolayca tespit edilebilirler.
- Su içerisinde doğal olarak bulunan diğer iyonlarla herhangi bir tepkimeye girmezler. Böylelikle kimyasal tepkimeler neticesinde oluşan çökmeler, burada gerçekleşmemektedir. Buna bağlı olarak debi ölçümlerinde yoğunluktan kaynaklı kayıplar meydana gelmez.
- Su içerisinde bulunan tortular, mineraller vs. gibi küçük partiküller tarafından da tutulamazlar. İdealde bu özelliğe sahip olacak şekilde imal edilse de pratikte dikkate alınmayacak oranlarda kayıpların oluşma ihtimali vardır.

Yapay izleyici metotla debi ölçümü daha çok bazı özel boyalar ve tuzlar aracılığı ile yapılmaktadır. Debi ölçümünde izleyici olarak özel boyanın kullanıldığı metoda boya seyreltme metodu (dye dilution metot) denilmektedir. Bu metot, ölçümlerin basit ekipmanlar ile kolay bir şekilde yapılabilmesi, karmaşık olmayan uygulaması ve ölçümlerin belirsizlik değerinin düşük olması nedeni ile sıklıkla tercih edilen bir metottur.

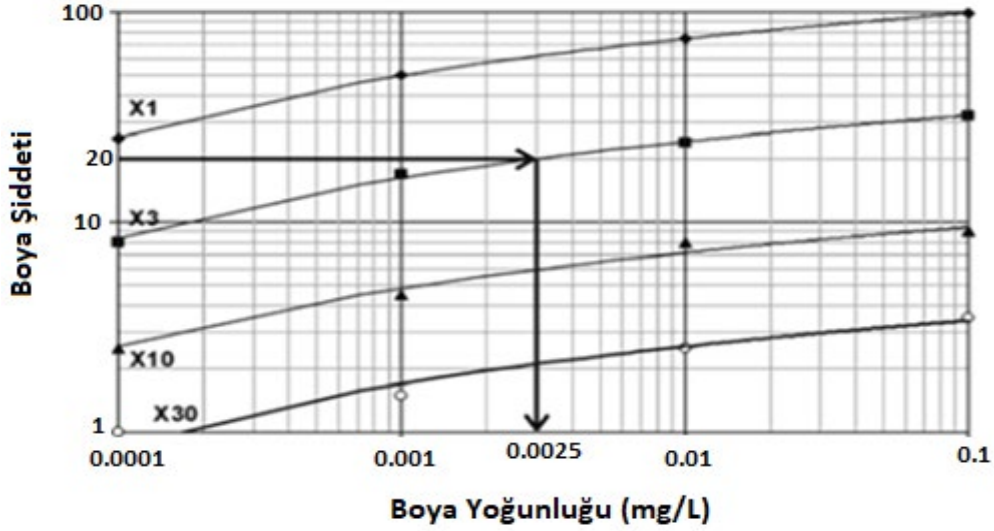
1.1.1. Ölçümlerde kullanılan ekipmanlar

Floresan Boya ve Rhodamine-WT: Floresan boyalar, parlak veya parlak yapıya sahip boyalardır. Parlaklıklarının ortaya çıkması için uzun dalga ultraviyole ışınlarına veya mavi viyola ışınlarına tutulmaları gerekmektedir. Geniş bir spektrumda pigment sunan bu boyalar, yansıtıkları veya yaydıkları ışınlar ile kolayca fark edilebilirler. Çeşitli amaçlar için kullanılan birçok floresan boya vardır. Boya seyreltme metodu ile debi ölçümünde kullanılan floresans boya, özel olarak üretilmiş Rhodamine-WT (Rodamin) boyasıdır. Boya-su karışımı bir örnekte, boyanın yoğunluğu sudaki boyanın floresan seviyesi ile doğru orantılıdır ve boya milyon parçacık seviyesinde (PPB) tespit edilebilir.

Sabit Sıcaklık Banyosu: Rhodamine WT boyasının floresan seviyesi sıcaklık değişimine son derece duyarlıdır ve sıcaklıkla ters orantılı olarak santigrat derece başına yaklaşık %2.6 oranında seviye değişim yaşanabilir. Boya testinde, test numuneleri ile test için hazırlanan standart çözeltiler analiz aşamasında aynı sıcaklıkta olmalıdır. Bu değer iki numunenin florometrik analizden önce daldırıldığı sabit sıcaklık banyosu ile sağlanır (Liang & Richardson, 1969).

Enjeksiyon Pompası: Boya enjeksiyonu su alma ağzında, cebri boru girişinden yapılmaktadır. Burada enjekte edilen boya çözeltisinin konsantrasyon değeri ve miktarı bilinmektedir. Bu boya çözeltisinin sabit hız ve oranda enjekte edilmesi için sabit deplasmanlı pompalar kullanılmaktadır. Bu pompalar enjeksiyon sırasında oluşan basınç değişiminden etkilenmeksizin sabit bir akışta boya çözeltisinin suya karışımını sağlamaktadır.

Florometre: Boya seyreltme yönteminde, boyanın floresan seviyesini analiz eden alete fluorometre (florometre) denilmektedir. Boya-su çözeltisinde floresansın yani boyanın şiddetinin belirlenmesinde kullanılan bu cihaz, öncelikle hazırlanan standart çözeltilerle kalibre edilerek boyaya ait optimal aralıkların belirlenmesini sağlar. Ayrıca bu cihaz, numune alma noktasında, boya çözeltisinin geçtiği anı yakalamak ve numune toplamak için de kullanılır. Bütün floresan boya renklerinin farklı seviyelerde uyarılma ve yayılma dalga boyları (λ) vardır ve bundan dolayı da suya farklı renk verirler. Boya seyreltme metodunda kullanılan ve suya kırmızı renk veren rodamin WT boyası 558 nm uyarılma, 583 nm yayılma dalga boylarına sahip olduğu için su-boya çözeltisindeki ışık şiddeti florometre cihazı ile rahatlıkla ölçülebilmektedir. Florometre cihazında ölçülen ışığın bağıl şiddeti, boya-su karışımındaki boyanın yoğunluğunu, dolayısı ile boyanın miktarını belirler. Işık şiddeti ne kadar fazla ise boyanın miktarı da o kadar fazladır. Standart çözeltilere göre hazırlanmış tipik bir yoğunluk-boya şiddeti grafiği Şekil 1'de sunulmuştur (Doğdu & Yiğitler, 2010).



Şekil 1. Boya şiddeti-boya derişimi florometre okumaları (Doğdu & Yiğitler, 2010).

1.1.2. Ölçüm standartları ve yapılan hesaplamalar

Enjeksiyon Çözeltisinin Hazırlanması: Bu metodun temel denklemi aşağıdaki gibidir;

$$Q_1 C_1 = Q_2 C_2 \quad (1)$$

Burada;

- Q_1 : Enjekte edilen boya çözeltisinin debisi
- C_1 : Enjekte edilen boya çözeltisinin konsantrasyonu
- Q_2 : Belirlenecek olan debi
- C_2 : Su akışı içerisindeki boya-su karışımının konsantrasyonu

Teoride, enjeksiyon için herhangi bir boya çözeltisi konsantrasyonu kullanılabilir. Ancak uygulamada, florometre için iyi çalışma aralığı yaklaşık 5-10 ppb'lik bir konsantrasyondur. Enjeksiyon çözeltisi, sisteme enjeksiyondan sonra çözeltinin nihai konsantrasyonunu yaklaşık 5-10 ppb olacak şekilde hazırlanır. Çözelti, Rhodamine WT boyasının sistemden test edilen suyla seyreltilmesi ile hazırlanır. Klorlu olması nedeni ile musluk suyu ve başka bir yerden alınmış su, çözelti hazırlandığında kullanılmaz. Seyreltme şu şekilde hesaplanır (Cyrenne, 2002);

$$C_1 = C_2 \frac{Q_2}{Q_1} \quad (2)$$

Burada;

- C_1 : Enjeksiyon çözeltisi konsantrasyonu (ppb)
- C_2 : Enjeksiyondan sonra istenen konsantrasyon (5-10ppb, $\mu\text{g/L}$)
- Q_1 : Enjeksiyon çözeltisi debisi (litre/sn)
- Q_2 : Ölçülmekte olan beklenen debi (litre/sn)

Test Numunesinin Toplanması: Debi ölçümü için alınacak test numunesinin toplandığı mesafe, bu metotta önemli bir kriterdir. Ölçümlerin doğru sonuçlar vermesi için numune, standartlara göre belirlenmiş olan bir mesafeden ve boya çözeltisinin su ile yeteri kadar karıştığı bir noktadan alınmalıdır. Numune alımı için florometre cihazı sürekli akış izleme modunda tutularak cebri boruya bir sensör/tapa aracılığı ile bağlanır. Suya tam karışmış halde bulunan boya-su karışımı çözelti, sensörün/basınç tapasının olduğu bölgeden geçmeye başladığında florometre cihazı uyarı vermeye başlar. Böylece boya çözeltisinin örnek alma noktasından ne zaman geçtiği ve numunenin ne zaman alınması gerektiği belirlenir (Özbek & Rüstemli, 2022b). Enjekte edilen boya çözeltisi, numune alma noktasından

geçtiğinde florometrenin sinyal çıkışına bağlanan grafik/veri kaydedicide floresan seviyesinde bir artış gözlenir. Bu artış bilgisayarda (PC) anlık olarak izlenebilir. Boya seviyesi, tek tip boya konsantrasyonunu gösteren bir platoda stabilize hale geldiğinde, homojen bir karışım halinin oluştuğu anlaşılır. Bu anlarda örnekleme testi için su-boya karışımı numune kabı ile alınır. Boya çözeltisinin florometreden izlenişi ve örnek toplama işlemi Şekil 3'te gösterilmiştir.

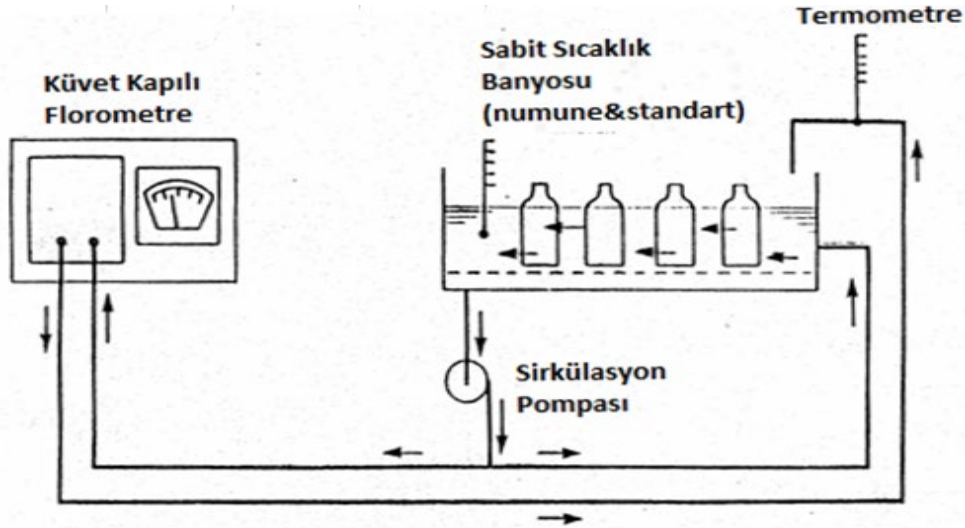
Standart Çözeltilerin Hazırlanması: Standart çözeltiler/solüsyonlar ideal haliyle laboratuvarda hazırlanır. Saha ölçümlerinde beklenen konsantrasyonlarda bir çözeltinin benzeri, çalışmanın yapılacağı sahanın şartları sağlanarak seyreltme işlemi ile yapılır. Her akışa uygun bir standart çözelti hazırlanır ve bu çözeltide kullanılan su, test edilen sistemden alınır. Böylece test numuneleri ile aynı bulanıklık, ph vb. değerlerine sahip su kullanılarak ölçümlerde hata yapılmamış olunur. Ancak pratikte, standart çözelti sahada da ayarlanabilmektedir. Standartları hazırlamak için kullanılan seyreltme faktörü (dilution factor) aşağıdaki gibidir.

$$DF = \frac{Q_2}{Q_1} \quad (3)$$

Burada; Q_1 : Enjeksiyon boyasının debisi,
 Q_2 : Ölçülecek debi

Bu faktör birkaç milyon mertebesinde çok büyük ölçekli olduğundan, standart çözeltiler seri seyreltme yöntemi kullanılarak yoğunlukları düşürülür. Genellikle ardışık dört seyreltme yapılır.

Analizlerin Yapılması: Test örnekleri ve standart çözeltiler tüm sıcaklıklar dengelenene kadar sıcaklık eşitleme banyosunda saklanır. Analizlerde, öncelikle florometrenin doğru sonuçlar vermesi için cihazın kalibre ayarlarının yapılması gerekmektedir. Bunun için daha öncesinde, bilinen miktarda ve bilinen konsantrasyonda hazırlanmış olan standart çözeltiler kullanılır. Standart çözeltilerin kullanılması ile boya şiddeti-konsantrasyon grafiği oluşturulur. Kalibre ayarları yapıldıktan sonra florometre cihazı ile test esnasında toplanan örnek boya çözeltilerinin floresan seviyeleri, dolayısı ile örnek çözeltinin/çözeltilerin konsantrasyonları ölçülür. Bu işlemlere florometrik analiz denir. Elde edilen değerler kullanılarak cebri borudan geçen suyun debisi ölçülür. Florometrik analiz için oluşturulan düzenek Şekil 2'de gösterilmiştir (Cyrenne, 2002).

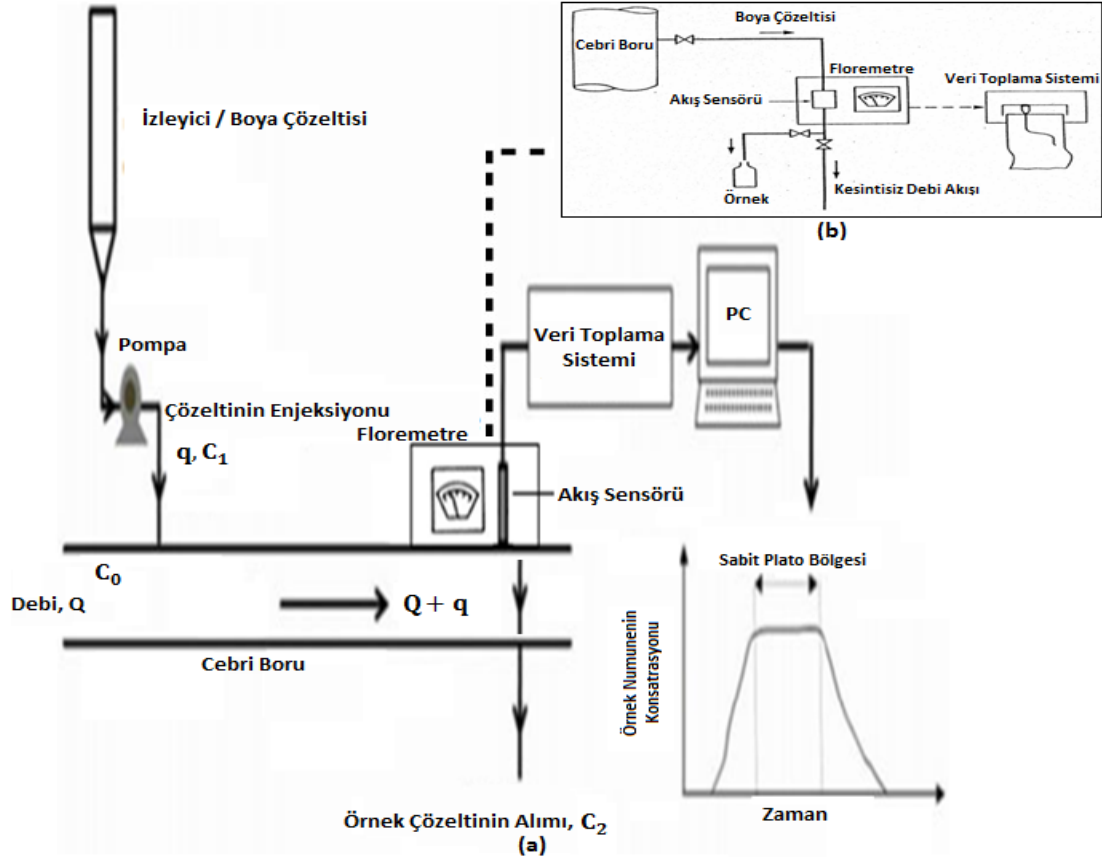


Şekil 2. Florometrik analiz uygulama şeması (Cyrenne, 2002).

1.2. Hidroelektrik santrallerinde boya seyreltme metodunun uygulama şematığı

Boya seyreltme metodu kullanılarak hidroelektrik santrallerinde debi ölçümünün yapılmasını genel hatları ile gösteren şema, testler sırasında florometrenin kullanılması şekli ve boya çözeltisi numunesinin alımı esnasında sabit plato bölgesinin oluşumunun grafiksel gösterimi Şekil 3'te verilmiştir (Cyrenne, 2002; Pant ve ark., 2017). Bu yöntemin hidrolik santrallerde seçilmesinde en önemli kriter

cebri boru uzunluğudur. Boya çözeltisinin yeteri kadar su ile karışımının sağlanması için yeterli mesafede akışının olması gerekmektedir (EÜAŞ, 2020).



Şekil 3. (a) Hidroelektrik santrallerinde boya seyreltme metodunu kullanarak debi ölçümü yapılmasını gösteren şema (Cyrenne, 2002; Pant ve ark., 2017), (b) Florometrenin ölçümlerde kullanılması şeklini (Cyrenne, 2002).

Bu metod hidroelektrik santrallerinde uygulanırken kullanılan boyanın debisi, belirli bir süre boyunca enjekte edilen boya çözeltisi miktarının hassas bir terazi ile tartılmasıyla veya boya çözeltisinin bulunduğu kavanozdaki hacim değişikliğinin kaydedilmesi ile ölçülebilir.

Buna göre denklem aşağıdaki gibidir (Kulin & Compton, 1975; USDA, 1997; Chang, 2003);

$$qC_1 + QC_0 = (Q + q)C_2 \quad (4)$$

Böylece santral debisinin ölçümü için kullanılacak denklem;

$$Q = \left(\frac{C_1 - C_2}{C_2 - C_0} \right) q \quad (5)$$

şeklinde olur (Liang & Richardson, 1969; Muthukumar ve ark., 2010).

Burada

q : Enjekte edilen boya çözeltisinin debisi

Q : Ölçülecek debi

C_1 : Enjekte edilen boya çözeltisinin konsantrasyonu

C_2 : Örnekleme noktasında alınan boya-su karışımının konsantrasyonu

C_0 : Boya çözeltisinin doğal sudaki başlangıç/arka plan konsantrasyonu (Muthukumar ve ark., 2010);

4 nolu denklemde, $C_2 \gggg C_0$ olduğu için C_0 değeri ihmal edildiğinde, enjekte edilecek boya çözeltisinin konsantrasyonu, aşağıdaki formül ile hesaplanabilir.

$$C_1 = \frac{(Q + q)}{q} C_2 \quad (6)$$

4 nolu denklemde, $Q \gggg q$ olduğundan $Q+q \approx Q$ olarak kabul edildiğinde, test için cebri borudan enjekte edilecek boyanın miktarı aşağıdaki denklem ile bulunur (Pant ve ark., 2017).

$$q = Q \frac{C_2}{C_1} \quad (7)$$

veya

$$q = Q \frac{c}{C} \quad (8)$$

Burada;

C_2, c : Enjekte edilecek boya çözeltisinin istenilen konsantrasyonu

C_1, C : Seyreltilecek boya çözeltisinin bilinen konsantrasyonu

Çözeltinin konsantrasyonunun ve miktarının belirlenmesi için yapılan hesaplamalarda kullanılan Q değeri, cebri borudan geçen ve santralin kurulu gücünün belirlenmesinde kullanılan nominal debi değeridir. IEC41 standartlarına göre ise hesaplamalarda kullanılmak üzere, karışım sonrası istenilen nihai boya çözeltisi konsantrasyonunun 5-10 $\mu\text{g/L}$ olması gerekmektedir (EÜAŞ, 2020).

2. Materyal ve Yöntem

Alpaslan-1 Hidroelektrik Santrali (HES) Murat Nehri üzerinde kurulmuş ve 2012 yılında enerji üretimine başlamıştır. Santral, Muş'un 50 km kuzeydoğusunda yer almaktadır ve T.C. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı Elektrik Üretim A.Ş. bünyesinde faaliyetlerini yürütmektedir. Santralde her biri 45 MVA gücünde olan dört ünite bulunmaktadır. Üniteler dikey Francis türbin-generatör tipindedir. Generatörlerin üretim tarihi 2004 iken, türbinlerin üretim tarihi 2005'tir. Alpaslan-1 HES, baraj tipi depolamalı santraller sınıfındadır. Santral yarı batık, orta düşülü olarak yapılmıştır. Barajın toplam yağış alanı yaklaşık olarak 15 460 km^2 , toplam göl hacmi ise yaklaşık 3 milyar m^3 seviyesindedir.

Santrale ait şalt sahası 154 kV gerilime uyumlu çift bara sistemine göre tasarlanmıştır. Şalt sahası çıkışında, farklı yerlerdeki TEİAŞ trafo merkezlerini besleyen 3 adet 154 kV enerji iletim hattı mevcuttur. Santralde iki adet iletim kanalı-cebri boru mevcuttur. Bu cebri borular santrale girişte pantolon tipine dönmektedir. Su alma ağzında bulunan giriş kapakları ile santral girişindeki ayrılma noktası arasındaki mesafeye göre cebri borunun uzunluğu yaklaşık olarak 270 m'dir (Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı (ETKB, 2020). Alpaslan-1 HES'te 2015-2021 yılları arasında üretilen brüt ve net enerji miktarları Çizelge 1'de sunulmuştur.

Çizelge 1. Alpaslan-1 HES üretim değerleri (2015 -2021)

	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021
Brüt Üretim (MWh)	542 710.73	462 132.30	409 675.00	419 578.91	621 768.80	483 099.80	392 413.100
Net Üretim (MWh)	538 030.19	445 571.60	405 439.49	413 837.27	616 320.19	478 965.94	388 633.630

Alpalsan-1 HES'in türbin ve senkron generatör tasarım değerleri aşağıdaki gibidir.

<u>Türbin</u>		<u>Generatör</u>	
Tipi	:Dikey Francis	Türü	:Çıkrık kutuplu,
Nominal Gücü	: 41.75 MW	Kutup sayısı	: 12
Brüt/Nominal Düşü	: 82.5 m	Çıkış Gerilim	: 13.8 kV
Net Düşü	: 80.6 m	Verim	: %98.3
Nominal Türbin Debisi	: 55.4 m ³ /s	Nominal Çıkış Gücü	: 0.9 PF'de 45 MVA
Hız	: 250 d/d		
Verim	: %95.4		

2.1. Performans testlerinin yapılması

Hidrolik türbin performans testleri 16 ve 20 Nisan 2019 tarihleri arasında ünite-3'te gerçekleştirildi. Testlerin noktaları/sıralaması Çizelge 2'de gösterilmektedir (ETKB, 2020).

Çizelge 2. Testlerin noktaları/sıralaması

Test Numarası	Ayar Kanadı Açıklığı (%)	Generatör Gücü (MW)	Yorumlama
0b	0	0	Devre Dışı Bırakma Kontrolü
3	85.3	43	Boya Testi
6	95.1	46.4	Boya Testi
8	75	38	Boya Testi
10	65	30.7	Boya Testi
0c	0.1	0	Devre Dışı Bırakma Kontrolü

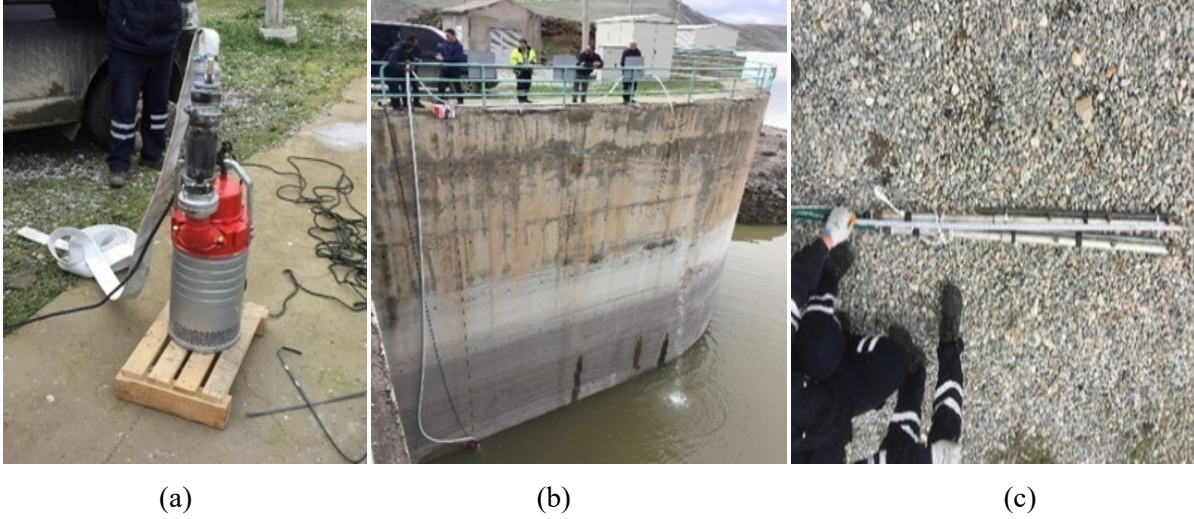
2.2. Boya seyreltme metodu ile debi ölçümü ve performans testlerinin yapılması

Alpalsan-1 HES'te yapılan testlerde;

- Cebri borudan enjekte edilen boya çözeltisi miktarı, çözeltinin ağırlığı tartılarak belirlendi.
- Yapay izleyici olarak hazırlanan boya çözeltisinde, yoğunluğu sudan %10 daha yüksek olan Rhodamine WT floresan boya kullanıldı.
- Farklı ayar kanat açıklıklarında toplamda 4 defa testler gerçekleştirildi. Testler %65-%95 ayar kanat açıklıkları arasında yapıldı. Ayar kanat açıklıkları ile ilgili ayarlamalar santral kumanda odasından yönetildi.
- Santraldeki testler, sabit enjeksiyon yolu kullanılarak testler yapıldı. Testlerdeki ölçümler normal işletme aralığında gerçekleştirildi.
- Ünitenin devreye alınması, çıkarılması vs. gibi manevralar santral kontrol kumanda odasından yapıldı. Testte verilerin toplanması ve santral, ünite gibi diğer verimliliklerin hesaplanması işlemleri ünite 3'te kurulu olan Verim İzleme Sistemi (Efficiency Monitoring System (EMS)) kullanılarak gerçekleştirildi.

2.2.1. Boya çözeltisinin enjekte edilmesi

Testlerde, boya çözeltisinin enjeksiyonunun cebri borunun girişinden gerçekleştirilebilmesi için sabit akışlı dalgıç tipi bir su pompası kullanıldı. Pompa, boya çözeltisi ile suyun ön karışımının olacağı monifolda baraj rezervuar alanındaki suyun gönderilmesini sağlayacak şekilde kuruldu. Sabit akışlı dalgıç tipi pompanın çıkışına 30 m uzunluğunda bir hortum yerleştirildi. Hortumun diğer ucu ise ön karışımın gerçekleşeceği monifolda bağlandı. Daha sonra pompa kontrollü bir şekilde baraj rezervuar seviyesinde suya daldırıldı. Burada pompa çalıştırılarak baraj gövdesindeki mevcut suyun monifolda gönderilmesi ve böylece ilk karışımın gerçekleştirilmesi sağlandı. Bu yöntem boya çözeltisinin daha hızlı ve kontrollü karışımını sağlamaktadır. Sabit akışlı dalgıç tipi pompa, pompanın ucuna yerleştirilmiş olan hortum ve pompanın rezervuar alanındaki yerleşim yeri Şekil 4'te gösterilmiştir (ETKB, 2020).



Şekil 4. (a) Dalgıç tipi pompa (EÜAŞ, 2020), (b) Pompanın yerleşim yeri (ETKB, 2020), (c) Boya enjeksiyon boruları (ETKB, 2020).

Enjeksiyon manifoldunun giriş uçlarından biri baraj rezervuar alanından su gönderen dalgıç tipi pompaya bağlı iken diğer ucu boya çözeltisinden gelen sabit akışlı pompaya bağlıdır. Manifoldun çıkış kısmında da iki adet uç vardır. Bu çıkışlara cebri borunun merkezine kadar indirilecek olan hortumlar bağlandı. Her hortumun başına enjeksiyon boruları yerleştirildi. Boruların boyları 1.5 m uzunluğundadır ve çözeltinin su ile iyice karışması için üzerinde birçok nozul bulunmaktadır. Boya enjeksiyon borusu Şekil 4'te gösterilmiştir. Enjeksiyon boruları cebri boru girişine enerji kapaklarının bulunduğu yerden gönderildi. Şekil 6(a)'da bu durum gösterilmiştir.

Test başlamadan önce 1 L'lik bir deney balon joesi içerisinde 1/3 oranında rodamin boya, 2/3 oranında su olacak şekilde karışım yapıldı. Bu karışımın suyun yoğunluğu 998 g/L, boyanın yoğunluğu ise 1 022 g/L olarak ölçüldü. Boya enjeksiyon oranının hassas olarak ölçülebilmesi için 20 L'lik bir boya çözeltisi kabı hazırlandı ve hassas bir tartıya oturtuldu. Kap içerisindeki boya çözeltisi ön karışımın olduğu manifolda sabit akışlı bir pompa aracılığı ile gönderildi. Hesaplamalarda kullanılan boya enjeksiyon debisi, birim zamana oranla enjekte edilen boyanın ağırlığının veya hacminin bilinmesi ile hesaplanmaktadır. Bu nedenle gözlem istasyonunda tartı üzerinde bulunan çözelti değeri, test aşamasında sürekli bir şekilde takip edildi. Cebri boru girişine enjekte edilen boya çözeltisinin enjeksiyonunu izlemek için kurulan istasyon ve çözeltinin sabit debide enjekte edilmesinde kullanılan yöntem Şekil 5'de gösterilmiştir (ETKB, 2020).

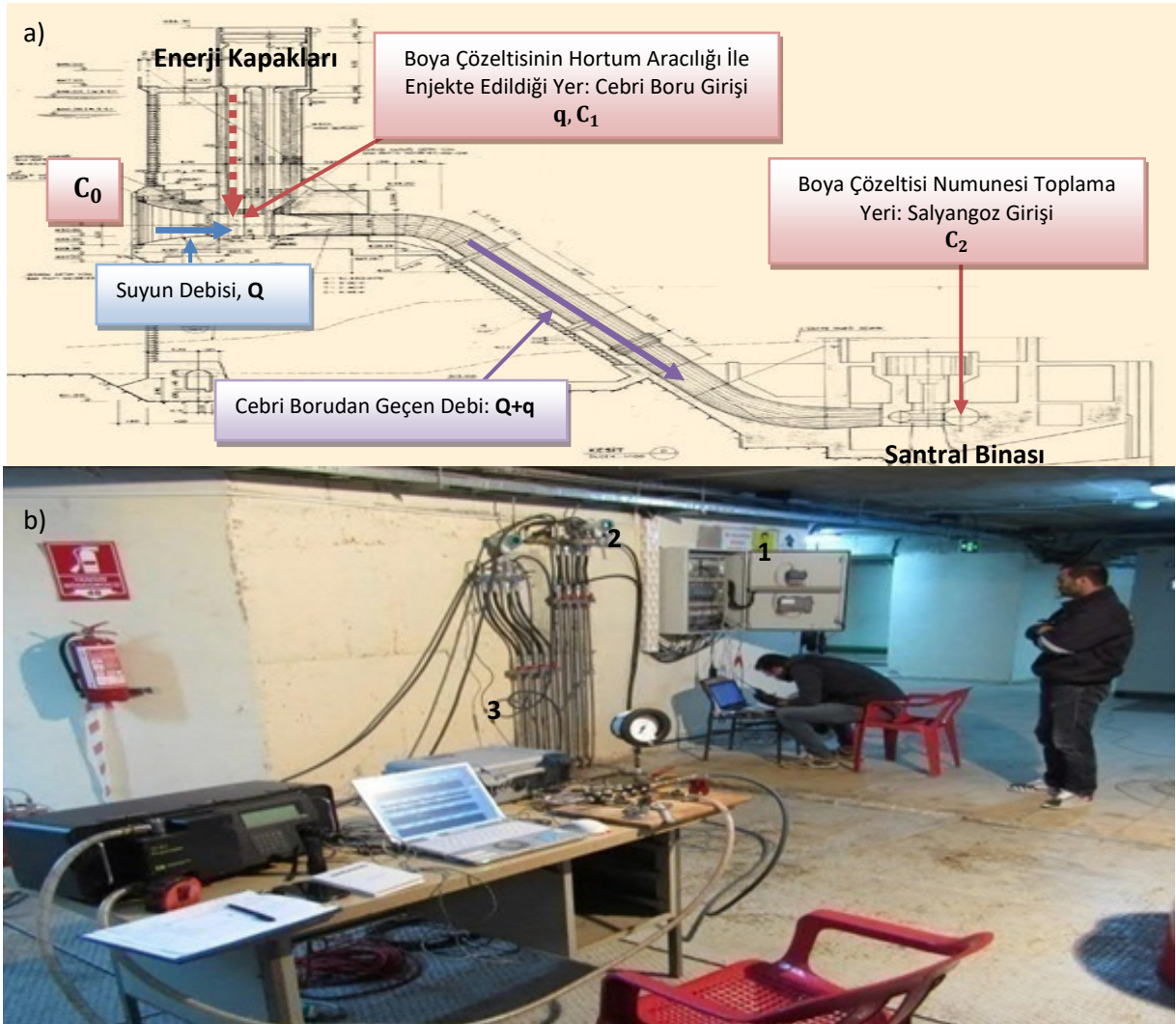


Şekil 5. (a) Boya çözeltisi enjeksiyonu izleme istasyonu, (b) Boya çözeltisi enjeksiyonu (ETKB, 2020).

2.2.2. Boya çözeltisi örneklerinin toplanması

Santraldeki mevcut düzende, cebri boru girişi ile pantolon kısmına kadar olan mesafe yaklaşık 270 m'dir. Boya seyreltme metodunda çözeltinin karşımı için bu mesafe, yeterli bir uzunluk olarak değerlendirilmiştir.

Genel bir tasarım modeli olarak, santrallerin kurulum aşamasında, salyangozun giriş kısmına aralarında 90 derecelik açı bulunacak şekilde 4 adet basınç tapası yerleştirilmektedir. Bu tapalardan çekilen hortumlar bir kolektör yardımı ile basınç sensörlerine bağlanmaktadır. Bu sensör salyangoz girişindeki basınç değerini bar seviyesinde ölçmektedir. Ölçülen bu değer, verim izleme sistemi için, özellikle de net düşünün hesaplanmasında kullanılmaktadır. Salyangoz girişinde basınç tapalarının olmadığı eski santrallerde ise, daha sonra yapılan çalışmalar ile bu tapalar yerleştirilebilmektedir. Salyangozun girişine yerleştirilmiş tapalar aracılığı ile salyangoz girişindeki basıncı ölçen sensör, ünite-3 üzerinde kurulmuş olan verim izleme sistemine ait pano, numune alma istasyonu (ETKB, 2020), boya çözeltisinin enjeksiyon noktası ve numune toplama yeri (Özbek, 2022) Şekil 6'de gösterilmiştir.



Şekil 6. (a) Boya çözeltisinin enjeksiyon noktası ve toplama yerinin gösterimi (Özbek, 2022), (b) Verim izleme sistemi panosu (1), basınç ölçüm sensörleri (2), numune toplama istasyonu (3) (ETKB, 2020).

Boya testlerinde salyangozun girişinde bulunan basınç tapaları kullanılarak hem rodamin-wt floresan boyanın geçişi izlendi, hem de ölçümlerde kullanılmak üzere örnek çözeltiler bu tapalar üzerinden toplandı. Testler esnasında, florometre cihazı salyangoz girişindeki tapalardan gelen hortumlara bağlandı ve test başlamadan önce cihaz sürekli akış izleme modunda çalışacak şekilde ayarlandı. Verilerin anlık ve gerçek zamanlı izlenebilmesi için bir PC kullanıldı. İlk etapta suyun

içerisindeki floresan seviyesinde bir artışın meydana geldiği gözlemlendi. İlerleyen dakikalarda, bu floresan seviyesinin sabit bir platoya ulaştığı görüldü. Sabit platonun oluşması boya çözeltisinin su içerisinde tam bir karışıma girdiğini gösterdiği için bu anlarda debi ölçümünde kullanılacak olan numuneler alınmaya başlandı. Yaklaşık 2 dakika içerisinde 8 şişe numune alındı. Daha sonra sudaki floresan seviyesinin düşmeye başladığı gözlemlendi. Floresan seviyesindeki düşüşün başlaması ile numune alımı durduruldu. Nihayetinde floresan boya çözeltisinin suyun içerisindeki karışımının tamamen bittiği görüldü. Florometre cihazı bu aşamada sadece sudaki floresansı yani boya çözeltisini tespit etmek ve numune alınacak olan anı belirlemek için kullanılmıştır.

2.2.3. Boya çözeltisi örneklerinin analizi

Toplanan örneklerin konsantrasyonlarının karşılaştırmalı bir analiz ile tespit edilmesi için florometrik analiz gerçekleştirildi. Alınan örneklerin sıcaklığının, daha önce hazırlanan standart çözeltiler ile aynı seviyede olması için örnek ve standart çözeltiler sıcaklık banyosu kabına yerleştirildi. Testlerden önce ve sonra alınan enjeksiyon solüsyonu örnekleri kullanılarak iki grup halinde bağımsız olarak standart solüsyonlar hazırlandı. Bu solüsyon bilinen miktarda ve bilinen seviyede boya (floresan) içermektedir. Standartlar kullanılarak florometre cihazı kalibre edildi. Daha sonra ise konsantrasyonlarını belirlemek üzere salyangoz girişinden alınan örnek boya-su karışımı çözeltilerinin analizleri yapıldı.

2.3. Verim izleme sistemindeki hesaplamalarda kullanılan ölçümler

Göl Suyu Seviyesi Ölçümü: Göl seviyesi kotunu belirlemek için santralin kurulumunda yerleştirilmiş olan cihaz kullanıldı.

Türbin Giriş Basıncı Ölçümü: Türbin giriş basıncı, türbin girişindeki dört basınç piezometre hattına bağlanmış olan EMS basınca duyarlı manifolda ölçüldü. EMS basınç sensörüne yedek olarak, Hatch, 200-psi basınca kalibre edilmiş bir geçici transdüser kullanıldı.

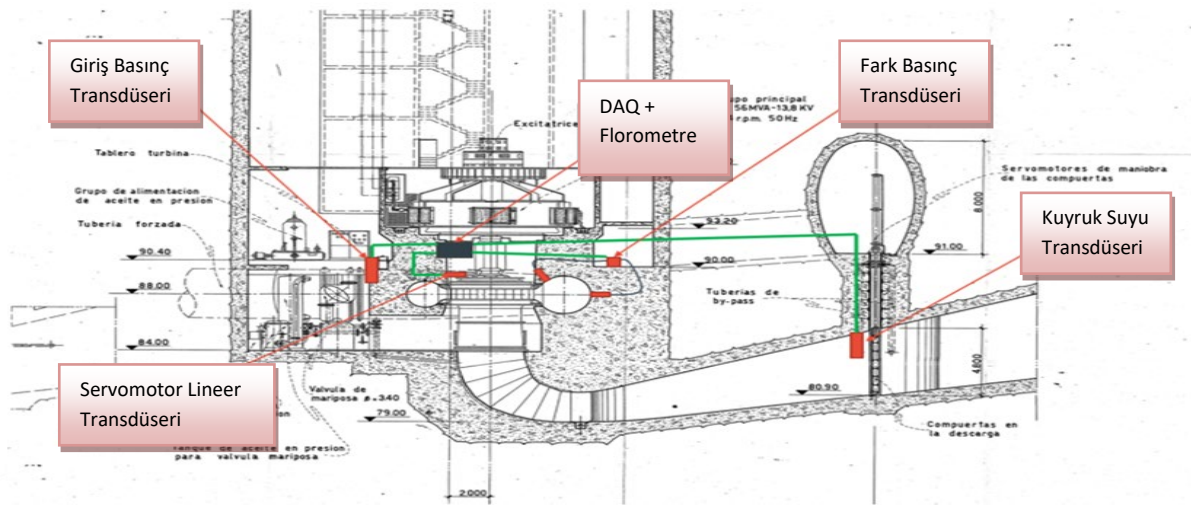
Kuyruk Suyu Seviyesi Ölçümü: Daldırılabilir tipi seviye sensörü kullanılarak, kuyruk suyu seviyesi ölçüldü.

Ayar Kanadı Pozisyon Ölçümü: Her test için verim ölçüm sistemi ile hız regülatörü kontrol panosunda bulunan panelden gerçek zamanlı ayar kanadı verileri alındı. Bu iki değer arasında uygunluk görüldü.

Çıkış Gücü Ölçümü: Her test için verimlilik izleme sisteminde alınan değerler ile hız regülatörü panosu panelinden alınan değerler kaydedildi. İki değer arasında uygunluk görüldü.

Debi Ölçümü: Türbin debisi, boya seyreltme yöntemi kullanılarak ölçüldü.

Winter-Kennedy Diferansiyel Fark Basıncı Ölçümü: Boya testlerinde bu değer kullanılmamıştır. Verim İzleme Sisteminde endeks testleri ile debi hesaplanmasında gerekli olan bir ölçümdür. Verilerin alındığı sensörlerin yerleri şema Şekil 7'de verilmiştir (Westermann, 2021).



Şekil 7. Verilerin alındığı sensörlerin yerlerini gösteren şema (Westermann, 2021).

Çıkış sinyalleri, LabView yazılımını kullanan bir veri toplama programının çalıştığı dizüstü bilgisayara bağlı bir analog-dijital dönüştürücü kullanılarak elektronik olarak kaydedilmiştir. Veriler 10 Hz hızda yaklaşık 12 saniye boyunca örneklenmiştir. Daha sonra test parametreleri hesabı için bu verilerin ortalaması alınmıştır. Testlerde kullanılan veri toplama cihazı (DAQ), biri sekiz 20-mA kanallı, diğeri 32 ± 200 -mV kanallı iki harici 16-bit analog-dijital modülden oluşmaktadır.

3. Bulgular

Alpaslan-1 HES'te ünite-3'te yapılan her boya testinde, salyangoz girişinden her seferinde 8 tane kap olacak şekilde alınan boya-su karışımı numunelerinin tamamı florometrik analizlere tabi tutuldu. Santralin debisinin ölçümü için yapılan ilk testte alınmış olan boya çözeltisi numunelerinin analiz sonuçları ve debi ölçümü Çizelge 3'te verilmiştir (ETKB, 2020).

Çizelge 3. İlk teste ait boya çözeltisinin florometrik analizi ve debi ölçümü (ETKB, 2020)

Test	Alpaslan-1 HES Ünite 3 /Boya Seyreltme Metodu ile Türbin Debi Ölçümü						
Analiz Tarihi	19-20 Nisan 2019						
Kalibrasyon Standardı	6.22 ug/L						
Numune	Konum	Analiz Zaman	Florometre Okumaları (ug/L)	Sıcaklık (°C)	*Kalibrasyon Düzeltmesi (ug/L)	**Net Okuma (ug/L)	Notlar
Standart	İlk		6.35				
Standartlar İçin Kullanılan Su			0.25				
	D/s arka planı		0.25				
1	S/C Giriş Musluğu 4	08:15	4.08	18.70	0.981	4.00	Başlama 09.15
2	S/C Giriş Musluğu 4	08:17	4.09	18.70	0.982	4.02	
3	S/C Giriş Musluğu 4	08:18	4.08	18.60	0.983	4.01	
4	S/C Giriş Musluğu 4	08:19	4.15	18.60	0.984	4.08	
5	S/C Giriş Musluğu 4	08:21	3.68	18.70	0.985	3.63	Aykırı Değer
6	S/C Giriş Musluğu 4	08:22	3.93	18.70	0.987	3.88	
7	S/C Giriş Musluğu 4	08:24	4.13	18.70	0.988	4.08	
8	S/C Giriş Musluğu 4	08:27	4.19	18.60	0.989	4.14	
Standart	Son	08:29	6.29	18.90			
	Ortalama Konsantrasyon					4.03 ug/L	
	%95 Güven Seviyesinde					0.08 ug/L	
	Güven Aralığı/Ortalama					1.92 %	
*Standarda göre kalibrasyon düzeltmesi							
**Net Okuma = (Florometre okuması x Kalibrasyon düzeltmesi) + Musluk suyu - D/S arka planı							
Debi Hesabı							
	q=	245.63	mL/min	+/-	0.50 %		
	C=	5.6500E+07	ug/L				
	c=	4.03	ug/L	+/-			
	Q=	2028.1	cfs	+/-	1.99 %		
		57.45	m ³ /s				
Enjeksiyon Çözeltisinin Yoğunluğu		1.0220					

Boya seyreltme metodu ile kullanılarak yapılan testlerde elde edilen örnek çözeltilerin analizi ile türbin debisi $57.45 \text{ m}^3/\text{s}$ olarak ölçüldü. Testlerde, kalibrasyon için kullanılan standart çözeltinin yoğunluğu 6.22 ug/L olarak alındı ve örnek çözeltinin yoğunluğunun ortalama değeri 4.03 ug/L olarak bulundu. Numune ve standart çözeltilerin sıcaklıkları yaklaşık $19 \text{ }^\circ\text{C}$ de tutulmuştur.

Ünite-3'te boya seyreltme metodu kullanılarak yapılan performans testlerinin sonuçları Şekil 8'de gösterilmiştir (ETKB, 2020).

Test No	Ayar Kanat Açıklığı (%)		Membra Su Seviyesi (m)	Türbin Giriş Basınç Tapası				Emme Borusu Çıkış				Ölçülen Ünite Debisi (m³/s)	Ölçülen Ünite Debisi (m³/s)	Ölçülen Ünite Verimi (%)	Ölçülen Net Dışı Brüt Dışı (m)	Nominal Net Dışıye Göre Dizeltme			Brüt Dışıye Göre Dizelt. Gen. Gücü (MW)	Santral Verimi (%)	Ünite Verimi (%)	Türbin Verimi (%)																		
	(T1)	(T2)		Statik Dışı (T3)	Hız Dışı (T4)	EG11 (T5)	Statik Dışı (T6)	Hız Dışı (T7)	EG12 (T8)	Ölçülen Generator Gücü (MW)	Ölçülen Net Dışı (T9)					Ölçülen Brüt Dışı (T10)	Generator Gücü (MW)	Ünite Debisi (m³/s)					Net Dışı (T11)	Brüt Dışı (T12)	Brüt Dışı (T13)	Net Dışı (T14)	Brüt Dışı (T15)	Gen. Gücü (MW)	Santral Verimi (%)	Ünite Verimi (%)	Türbin Verimi (%)									
Kapatma Kontrolü																																								
Test02.out	0.00	1442.68	1443.01	1443.01	1367.92	1367.92	1367.92	1367.92	75.09	74.76																														
Boya Seyreltme Testi																																								
Test1.out	84.59	1442.69	1439.61	2.30	1441.91	1368.22	0.28	1368.50	37.00	57.45	98.1%	74.41	74.47	42.57	60.20	80.60	43.14	88.5%	89.7%	91.5%																				
Test2.out	95.11	1442.69	1438.99	2.78	1441.77	1368.24	0.34	1368.58	40.00	63.07	98.2%	74.19	74.45	46.23	66.19	80.60	46.66	87.1%	88.6%	90.3%																				
Test3.out	74.96	1442.69	1440.34	1.82	1442.16	1368.12	0.22	1368.34	33.20	51.09	97.9%	74.81	74.57	37.88	53.39	80.60	38.63	89.1%	90.0%	91.9%																				
Test4.out	65.03	1442.71	1441.03	1.29	1442.32	1368.02	0.16	1368.18	27.00	42.96	97.5%	74.14	74.69	30.60	44.79	80.60	31.34	86.1%	86.7%	88.9%																				
Kapatma Kontrolü																																								
Test0c.out	0.07	1442.71	1442.71	1442.71	1368.12	1368.12	1368.12	1368.12	74.59	74.59																														

Şekil 8. Test sonuçları (ETKB, 2020).

Tablodaki sütunlarda belirtilen değerlerin hesaplamaları aşağıda gösterilmiştir;

1. Ayar kanadı (servomotor) açıklığı (%).
2. Membra su seviyesi (m).
3. Türbin girişindeki muslukların statik düşüsü, türbin girişindeki EMS basınç ile ölçülmüştür (m).
4. Türbin giriş musluklarındaki hız düşüsü, türbin deşarjı ve en kesit alanı kullanılarak hesaplanmıştır (m),

$$V^2/2g \quad (9)$$

5. Türbin girişindeki musluklardaki enerji çizgisi (m) = (T3) + (T4).
6. Emme borusu çıkışındaki statik düşü (m), elle mezura daldırılarak ölçülmüştür.
7. Emme borusu çıkışındaki hız düşüsü, türbin deşarjı ve en kesit alanı kullanılarak hesaplanmıştır (m).
8. Emme borusu çıkışındaki enerji çizgisi (m) = (T6) + (T7).
9. Generatör Gücü, santraldeki çok fonksiyonlu ölçüm cihazı kullanılarak ölçülmüştür (MW).
10. Türbin debisi (m³/s)
11. Benzer makinelerin performans garantilerinden alınan generatör verimi değeri (%)
12. Türbin Net düşüsü (m) = (T5) - (T8)
13. Türbin Brüt düşüsü (m) = (T2) - (T6)
14. Düzeltilmiş Generatör Gücü,

$$P_{\text{düzeltilmiş}} = P_{\text{gen}} \left(\frac{H_{\text{nominal net}}}{H_{\text{ölçülen net}}} \right)^{1.5} \quad (10)$$

formülü kullanılarak hesaplanmıştır.

15. Düzeltilmiş Türbin Debisi,

$$Q_{\text{düzeltilmiş}} = Q \left(\frac{H_{\text{nominal net}}}{H_{\text{ölçülen net}}} \right)^{0.5} \quad (11)$$

formülü kullanılarak hesaplanmıştır.

16. Düzeltilmiş Net Düşü (m), Hrated
17. Brüt Düşüye Göre Düzeltilmiş Generatör Gücü

$$P_{\text{düzeltilmiş}} = P_{\text{gen}} \left(\frac{H_{\text{nominal brüt}}}{H_{\text{ölçülen brüt}}} \right)^{1.5} \quad (12)$$

formülü kullanılarak hesaplanmıştır.

18. Santral verimi (%) - aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Santral verimi} = \frac{(T9)}{\rho g (T13)(T10)} \quad (13)$$

19. Ünite verimi (%) - aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Ünite verimi} = \frac{(T9)}{\rho g (T12)(T10)} \quad (14)$$

20. Türbin verimi (%) - aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Türbin Verimi} = \frac{(T19)}{(T11)} \quad (15)$$

Tablodaki hesaplamaları yapmak için kullanılan yukarıdaki denklemlerde (T9), (T10), (T11), (T12), (T13), (T19) olarak belirtilen numaralar, tablodaki sütün numaralarıdır.

Aşağıdaki formül kullanılarak generatörde meydana gelen kayıplar ve şaft milindeki aktif güç hesaplanmıştır.

$$P_{\text{şaft}} = P_{\text{gen}} + P_{\text{kayıp}} \quad (16)$$

Buna göre;

$$P_{\text{kayıp}} = AP_{\text{gen}}^2 + BP_{\text{gen}} + C \quad (17)$$

Burada, A, B, C santral kurulumunda elde edilmiş olan verim eğrisinden elde edilen sabitler olup, $A = -4.167 \times 10^{-4}$, $B = 8.583 \times 10^{-2}$, $C = 93.9$ olarak alınmıştır.

Boya testlerinde en yüksek türbin verim noktasına %74.96 ayar kanadı açıklığında, 51.09 m³/s debide, 73.81 m net düşüde ulaşılmıştır. Türbinin verimi bu noktada %91.9 iken, elde edilen generatör çıkış gücü ise 37.88 MW olmuştur. Her bir test çalışmasında elde edilen türbin test sonuçları, test kanununa göre yakınlık yasaları kullanılarak, ölçülen gerçek net düşü değerinden santralin nominal (tasarım) net düşü değeri olan 80.6 m nominal net düşü değerine düzenlenmiştir.

Testlerde en iyi türbin verimliliği değerinde ünite verimi %90.0, santral verimi %89.1, generatör verimi de %97.9 olarak hesaplanmıştır. En düşük ayar kanat açıklığında, yani %65.03 değerinde türbin verimliliğinde %3'lük bir kaybın olduğu; en yüksek ayar kanat açıklığında ise yani %95.11'de türbin verimliliğinde %1.6'lık bir kaybın olduğu gözlemlenmiştir. Santral ve ünite verimi türbin verimliliği ile doğrusal orantılıdır. Türbindeki verim artışı doğrudan ünite ve santral verimliliğinin de artması anlamına gelmektedir.

Generatör çıkış gücü ise debi ile dolayısı ile ayar kanat açıklığı ile doğru orantılıdır. En yüksek generatör çıkış gücü, en yüksek türbin, santral, ünite verimliliği anlamına gelmemektedir. Testlerde en yüksek generatör çıkış gücüne %95.11 ayar kanat açıklığında, 63.07 m³/s debide ulaşılmıştır. 80.6 m net düşüye göre düzenlenmiş sonuçlara göre generatör çıkış gücü 46.23 MW olmuştur. Burada generatör verimi %98.2 olarak hesaplanmıştır. Bu, %98.2 oranındaki bir generatör verimine göre türbin çıkışı şaftındaki türbin çıkış gücünün 47.07 MW olduğu anlamına gelir. Bu çıkış gücünde santral verimi %87.1, ünite verimi %88.6, türbin verimi %90.3 olarak ölçülmüştür. Düşü, nominal düşünün altında olduğundan ve türbin de hala nominal gücüne ulaşabildiğinden, türbinde gelecekte kullanılacak ek güç bulunmaktadır. Ancak generatör ve diğer bileşenlerin yükseltilmesi gerekebilir. Alpaslan-1 HES'te ünite-3'te yapılan türbin saha performans testleri sonuçlarının özeti Çizelge 4'te verilmiştir.

Çizelge 4. Türbin saha performans testlerinin sonuçlarının özeti

	En İyi Verimde (Tek Ünite)	En büyük Güçte
Türbin Verimi (%)	91.9	90.3
Kanat açıklığı (%)	74.96	95.11
Generatör Çıkış Gücü (MW)	37.88	46.23
Ünite Debisi (Normalleştirilmiş)	53.39	66.19
Ünite Debisi (Ortalama Ölçülen)	51.09	63.07
Net Düşü (normalleştirilmiş)	80.60	80.60
Net Düşü (Ortalama Ölçülen)	73.81	73.19
Generatör Verimi (%)	97.9	98.2
Ünite Verimi (%)	90.0	88.6
Santral Verimi (%)	89.1	87.1

Yapılan ölçümlerde generatör verimi %98.2 olarak hesaplanmıştır. Bu da 2012 yılında devreye alınmış olan ünitenin geçen süre zarfında sadece %0.1'lik gibi çok düşük bir kayıp yaşadığı anlamına gelmektedir. Generatör verimi genellikle %97.0 ila %98.5 arasında değişiklik göstermekte olup zaman içinde önemli bir düşüş sergilemez. Generatörün göstergeleri izlenerek genellikle yaklaşmakta olan sorunlar tespit edilir ve kaybı yakından izlemek yerine koruyucu bakım önlemleri uygulanır. Türbin performans testleri, türbinin mevcut veriminin orijinal ekipman üreticisinin belirlediği %95,4'lük tasarım pik performans değerinin yaklaşık %3.5 altında olduğunu göstermiştir. Salyangoz, emme borusu, türbin çarkı ve çark kanatları, ayar kanatları, sabit kanatlar kayıpların meydana geldiği yerlerdir. Emme borusu kayıpları genel olarak %1'in altında küçük oranlardadır. Ancak zaman içerisinde kayıplarda %0.3'lük bir artış olması beklenir. Genellikle santralin türbin kayıplarının yılda %0-0.15 arasında olması beklenir (ETKB, 2020). Santrallerde su giriş ağzındaki kayıplar genel olarak ihmal edilir. Ancak giriş ızgarasında organik madde veya çöp birikintisi düşü kayıplarına neden olabilmektedir. Trafo ve şalttaki kayıplar şiddet olarak nispeten düşüktür ve zaman içinde önemli bir ilerleme eğilimi göstermez.

3.1. Belirsizlik oranının değerlendirilmesi

Testin doğruluğunu tahmin etmek amacıyla bir belirsizlik analizi yapılmıştır. Verim ölçüm testlerindeki belirsizlik, ölçülen niceliklerin belirsizliklerinin kareleri toplamının karekökü alınarak hesaplanmaktadır.

$$F_{eff} = (F_q^2 + F_e^2 + F_p^2)^{0.5} \quad (18)$$

Burada;

- F_q: Deşarj ölçümündeki bağıl belirsizlik
- F_e: Spesifik hidrolik enerjideki bağıl belirsizlik
- F_p: Güç ölçümündeki bağıl belirsizlik

Sıralanan üç bileşen rastgele ve sistematik belirsizlik analizine tabi tutularak genel verim belirsizliği hesaplanmaktadır. Buna göre yapılan hesaplamalarda; F_q: %2, F_e:% 0.19, F_p: %1.33 olarak bulunmuştur. Böylece genel verim belirsizliği F_{eff}: %2.41 olarak tahmin edilmiştir (ETKB, 2020). En yüksek bileşen belirsizliği debi değerindedir. Belirsizliğin, boya testlerindeki kabul edilebilir belirsizlik aralığından yüksek çıkmasının başta boya karışımı için kullanılabilir cebri boru uzunluğu olmak üzere santralin fiziksel yerleşim düzenine ve taşıma sisteminin karmaşıklığına bağlı olduğunu belirtmek gerekir. Boya testlerinde genel olarak belirsizliğin %1-1.5 arasında olması istenmektedir.

4. Tartışma ve Sonuç

Ülkemizde bulunan HES'lerin yaşlarının artması ve santral teçhizatlarında çeşitli nedenlerle oluşan kayıplar, santralde verimlilik ve performans düşüşlerine neden olmaktadır. Santraldeki kayıplar su alma ağzında, generatörde, şalt tesislerinde ve türbinde meydana gelmektedir. En büyük kayıplar türbinde olmaktadır. Diğer kayıplar, olağanüstü bir gelişme yaşanmaması halinde, genellikle 20-30 yıllık işletme sürecinden sonra göz önüne alınmaktadır. Bu kapsamda, 2012 yılında devreye alınmış olan Alpaslan-1 HES'te boya seyreltme metodu kullanılarak yapılan performans testleriyle tesiste bulunan elektrik ve mekanik ekipmanın mevcut durumu, ünitelerin kapasitesi, enerji verimliliğini ve güvenilirliğini artırma fırsatları, tesislerinin hizmet ömürleri süresince enerji verimliliğinde yapılabilecek iyileştirmeler değerlendirilmiştir. Çalışmada santraldeki bir ünitenin performansı ölçülmüş, hidrolik enerjiden elektrik enerjisine dönüşümün bir incelemesini gerçekleştirilmiştir.

Ulaşılan sonuçlara göre, Alpaslan-1 santralindeki türbin-jeneratör üniteleri tamamen işlevseldir ve türbin çarklarının durumu genel olarak iyi durumdadır. Ancak Ünite-3'te türbinin hemen altındaki emme borusu üst bandında oldukça yaygın bir kavitasyon olduğu gözlemlenmiştir. Bu hasarın ilerlememesi için onarılması gerekmektedir. Türbinlerde bazı yağ kaçakları gözlemlenmişse de bu sorunların şu anda jeneratör çıkış gücünü etkilediği düşünülmektedir. Bu problemler, zorunlu kesintilerde ciddi bir artışa neden olmamakla birlikte, üretimi de olumsuz bir şekilde etkilememektedir. Hız regülatörü ciddi bir çalışma ya da bakım sorunu olmaksızın düzgün çalışmaya devam etmektedir. Jeneratörler ve yardımcı sistemler iyi durumdadır. Yapılan performans testlerinde, santralin devreye alındığı yıldan, testlerin yapıldığı 2019 yılına kadar geçen sürede santral ekipmanlarında verim kayıpları yaşandığı görülmüştür. Ünite-3'te yapılan testlerin sonuçları santralin tasarım değerleri ile kıyaslandığında, generatörde %0.1'lik bir kayıplar, Dikey Francis tipi türbinde ise %3.5'lik bir kayıplar meydana geldiği tespit edilmiştir. Bu sonuçların daha net anlaşılabilmesi için farklı metodların kullanıldığı mutlak veya endeks testleri ile teyit edilmesine ihtiyaç vardır.

Santralin veriminin korunması veya artırılması için, su alma ağzı yolunda bulunan ızgaraların sürekli temiz tutulması, su geçişinde zaman içinde oluşan düşü kayıplarının izlenmesi, generatörlerde yalıtımlardaki bozulmaları belirlemek, takip etmek, kısmi deşarj durumunu ölçmek için yıllık detaylı incelemelerin yapılması gibi çalışmalar yürütülmelidir. Verimliliğinin takibi için, santralde kaydedilen düşü, debi ve güç değerleri incelenerek santral verimliliği teorik olarak hesaplanmalı ve elde edilen sonuçlar santralin başlangıç değerleri ile kıyaslanarak analiz edilmelidir. Ayrıca periyodik aralıklarla saha da performans testleri yapılmalıdır. Verimliliği artırıcı faaliyetler için maliyet analizleri yapılmalı ve oluşan tabloya göre aksiyonlar geliştirilmelidir.

Sonuç olarak, yapılan bu saha çalışması ile mevcut hidrolik santralin bir ünitesinde boya seyreltme metodu kullanılarak debi ölçümü ve mutlak testler gerçekleştirilmiş, santralin performansı gözlemlenmiştir. Daha önce kurulumu yapılmış olan verim izleme sistemi de kullanılarak türbin, generatör, ünite, santral verimlilikleri hesaplanmıştır. Boya seyreltme metodu kullanılarak elde edilen debi ile Winter-Kennedy akış sabiti bulunmuş, böylece ünite-3'ün veriminin sürekli takibinin yapılması sağlanmıştır. Bu çalışmaların santraldeki diğer ünitelerde de yapılması önem taşımaktadır. Verimliliğinin anlık olarak ölçülebildiği ve izlenebildiği santrallerde, bakım ve onarım çalışmaları ile santral bileşenlerine doğru müdahaleler yapılabilecek olması, santraldeki kestirimci bakımlar için aksiyon geliştirmeyi kolaylaştıracak olması konunun önemini ortaya koymaktadır. Ülkemizde daha önce böyle bir çalışmaya rastlanılmadığı ifade edilmelidir. Bu çalışmanın, santrallerimizde boya testi veya diğer mutlak ve endeks testleri ile yapılan performans testlerinin yaygınlaşmasına öncülük etmesi ve bu testlerin daha etkin kullanılması için teşvik edici olması umulmaktadır.

Teşekkür

Bu çalışmaya vermiş olduğu desteklerden dolayı, EÜAŞ Genel Müdürlüğüne (Ankara) teşekkür ederiz.

Kaynakça

- Anadolu Ajansı (AA). (2021). Türkiye, hidroelektrik kurulu gücünde dünyada ilk 10 ülke arasında bulunuyor. <https://www.aa.com.tr/tr/ekonomi/turkiye-hidroelektrik-kurulu-gucunde-dunyada-ilk-10-ulke-arasinda-bulunuyor/2352223> Erişim tarihi: 20.04. 2022.
- Arcaklıoğlu, E., & Özcan, H. (2022). Enerji, Çevre ve Sürdürülebilirlik. İ. Dinçer & M. A. Ezan (Eds.), *Enerji: Kavramlar ve Uygulamalar* (s.849-910). Ankara: Türkiye Bilimler Akademisi Yayınları doi:10.53478/TUBA.978-625-8352-00-9
- British Petroleum (BP). (2023). BP Energy Outlook 2022 Edition. Britanya: British Petroleum <https://www.bp.com/content/dam/bp/business-sites/en/global/corporate/pdfs/energy-economics/energy-outlook/bp-energy-outlook-2022.pdf> Erişim tarihi: 01.07.2023.
- Chang, M. (2003). *Forest Hydrology: An Introduction to Water and Forests*. Boca Raton, USA: CRC Press.
- Cyrenne, M. (2002, July). *Flow measurement using the dye dilution technique*. IGHM 2002 International Conference, Toronto.
- Devlet Su İşleri (DSİ). (2021). 2020 Yılı Faaliyet Raporu. Ankara: Devlet Su İşleri <https://cdnys.tarimorman.gov.tr/api/File/GetFile/425/KonuIcerik/759/1107/DosyaGaleri/DS%C4%B0%202020-yili-faaliyet-raporu.pdf> Erişim tarihi: 14.10.2021.
- Dinçer, İ. (2022). Termodinamik Kavramlar ve Yöntemler. İ. Dinçer, & M. A. Ezan (Eds.), *Enerji: Kavramlar ve Uygulamalar* (s. 1-76). Ankara: Türkiye Bilimler Akademisi Yayınları. doi:10.53478/TUBA.978-625-8352-00-9.ch01
- Dinçer, F., Atik, İ., Yılmaz, Ş., & Çingı, A. (2017). Hidrolik enerjisinden yararlanmada ülkemiz ve gelişmiş ülkelerin mevcut durumlarının analizi. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 8(3), 555-561.
- Doğdu, M. Ş., & Yiğitler, O. (2010). Yüzey ve yeraltı suyu izleme teknikleri. *DSİ Teknik Bülteni*, 108, 1-12.
- Elektrik Üretim A.Ş. (EÜAŞ). (2020). *Enerji Verimliliğinde Temel Yaklaşımlar*. Ankara, Türkiye: EÜAŞ Yayınları.
- Elektrik Üretim A.Ş. (EÜAŞ). (2021). 2020 Yılı Faaliyet Raporu. Ankara: Elektrik Üretim A.Ş. <https://www.euas.gov.tr/yillik-raporlar> Erişim tarihi: 04.10.2021.
- Elektrik Üretim A.Ş. (EÜAŞ). (2022). Hidroelektrik santraller. <https://www.euas.gov.tr/santraller> Erişim tarihi: 20.04.2022.
- Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı (ETKB), Dünya Bankası & Hatcd Ltd. (2020). *Alpaslan-1 HES türbin performans test raporu*. Elektrik Üretiminde Enerji Verimliliği Enerji Sektör Programı Faz 2 Proje Mühendislik Raporu, Proje No: H358793, 73 s, Ankara.
- Erol, E. (2007). *Türkiye'de elektrik enerjisinin tarihi gelişimi: 1902-2000*. (PhD), İstanbul Üniversitesi, Sosyal Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.

- Esen, Ö., & Bayrak, M. (2015). Enerji açığının belirleyicilerinin teorik perspektiften incelenmesi. *Anemon Muş Alparslan Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi*, 3(1), 45-61.
- Esmer, O. (1996, Kasım). *Enerji Politikaları*. TMMOB 1. Enerji Sempozyumu, Ankara.
- Finn, P., Fitzpatrick, C., Connolly, D., Leahy, M., & Relihan, L. (2011). Facilitation of renewable electricity using price based appliance control in Ireland's electricity market. *Energy*, 36(5), 2952-2960. doi:10.1016/j.energy.2011.02.038
- Goyal, R., & Gandhi, B. K. (2018). Review of hydrodynamics instabilities in francis turbine during off-design and transient operations. *Renewable Energy*, 116, 697-709. doi:10.1016/j.renene.2017.10.012
- Gögebakan, M. E. (2019). *Hidrolik türbinlerin kanat yüzeylerinde kaviteasyon olayının incelenmesi*. (MSc), Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa, Türkiye.
- Göğüş, M., Köken, M., & Baykara, A. (2013). *Su alma yapılarında girdap oluşumu ve önlenmesi için gerekli düzeneklerin belirlenmesi*. TÜBİTAK MAG Proje Raporu, Rapor No: 110M676, 86 s, Ankara.
- Güler, E. (2001). *Türkiye'de elektrik*. (MSc), İstanbul Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Güneş Enerjisi Sanayicileri ve Endüstrisi Derneği (GENSED). (2022). TEİAŞ 2022 ocak ayı kurulu güç raporunu yayınladı. <https://www.gensed.org/basin/tei%CC%87as-2022-ocak-ayi-kurulu-guc-raporunu-yayinladi> Erişim tarihi: 20.04.2022.
- Kafalı, K. (2020). *Hidroelektrik bir santralin teorik ve gerçek performansının karşılaştırılması*. (MSc), Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Osmaniye, Türkiye.
- Kavak, K. (2005). *Dünyada ve Türkiye'de enerji verimliliği ve Türk sanayisinde enerji verimliliğinin incelenmesi*. (Uzmanlık Tezi), Devlet Planlama Teşkilatı İktisadi Sektörler ve Koordinasyon Genel Müdürlüğü, Ankara.
- Kulin, G., & Compton, P. R. (1975). *A Guide to Methods and Standards for the Measurement of Water Flow* (13th Ed.). Washington D.C., USA: U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards.
- Liang, W. S., & Richardson, E. V. (1969). *Dye dilution method of discharge measurement*. Colorado State University Water Management Technical Report, Report No: 3(CER 69/70-45), 26 p, Colorado.
- Linguip. (2020). What is francis turbine. <https://www.linquip.com/blog/what-is-francis-turbine/> Erişim Tarihi: 07.12.2021.
- Muthukumar, U., Chandapilli, J., & Sasendra, S. (2010, October). *Flow measurement in hydroelectric stations using tracer dilution method-case studies*. International Conference on Hydraulic Efficiency Measurement (IGHM), Roorkee.
- Özbek, G. (2022). *Hidroelektrik santrallerinde enerji verimliliğine türbinin etkisi*. (MSc), Bitlis Eren Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Bitlis, Türkiye.
- Özbek, G., & Rüstemli, S. (2022a). Hidrolik türbin performans testlerinin yapılmasında Winter-Kennedy metodunun kullanılması. *Euroasia Journal of Mathematics, Engineering, Natural & Medical Sciences*, 9(22), 41-61. doi:10.5281/zenodo.6948331
- Özbek, G., & Rüstemli, S. (2022b, Nisan). *Hidroelektrik santrallerinde boya seyreltme metodu ile debi ölçümü ve türbin verimlilik testleri*. Bakü Avrasya Üniversitesi 30. Kuruluş Yılı Münasebetiyle Uluslararası Bilimsel Araştırmalar Kongresi, Bakü.
- Özgören, M., Köse, F., Aksoy, M. H., Canlı, E., Solmaz, Ö., Doğan, S., & Yağmur, S. (2012). *Konya'da yenilenebilir enerji kaynakları malzeme üretilebilirlik araştırması*. Konya Sanayi Odası-Mevlana Kalkınma Ajansı Raporu, Proje No: KSO/MEVKA/DFD2011/Hizmet 1 projesi, Konya.
- Pant, H. J., Biswal, J., Goswami, S., Samantray, J. S., & Sharma, V. K., Sarma, K. S. S., & Shukla, S. (2017, May-June). Development and application of radiotracer dilution technique for flow rate measurements. *BARC Newsletter*, 1-9. https://www.barc.gov.in/barc_nl/2017/20170506.pdf
- Sav, M. (2010). *Francis tipi hidrolik türbinlerde kaviteasyonun etkisi*. (MSc), Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elâzığ, Türkiye.
- U.S. Department of the Interior, Bureau of Reclamation (USDA). (1997). *Water Measurement Manual* (3rd Ed.). Denver, USA: U.S. Government Printing Office

- Thapa, B. S., Dahlhaug, O. G., & Thapa, B. (2015). Sediment erosion in hydro turbines and its effect on the flow around guide vanes of francis turbine. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 49, 1100-1113. doi:10.1016/j.rser.2015.04.178
- Westermann, J. (2021, March). *Efficiency improvement*. EUAŞ IPA Training Program, Ankara.
- Yicaiglobal. (2020). China starts to install world's largest hydroelectric turbine. <https://www.yicaiglobal.com/news/china-starts-to-install-world-largest-hydroelectric-turbine>
Erişim tarihi: 19.01.2022.
- Yalılı Kılıç, M., & Adalı, S. (2023). Güneş enerjisi kullanarak bir villanın elektrik ihtiyacının karşılanması. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 28(1), 121-130. doi:10.53433/yyufbed.1122428



Research Article

A Clustering-based Approach for Maintenance Prioritization of Medical Devices in a New Hospital

Hülya GÜÇDEMİR*, Mehmet Ali ILGIN

Manisa Celal Bayar University, Faculty of Engineering, Department of Industrial Engineering, 45140, Manisa, Türkiye

Hülya GÜÇDEMİR, ORCID No: [0000-0002-1993-5848](https://orcid.org/0000-0002-1993-5848), Mehmet Ali ILGIN, ORCID No: [0000-0003-1765-2470](https://orcid.org/0000-0003-1765-2470)

*Corresponding author e-mail: hulya.gucdemir@cbu.edu.tr

Article Info

Received: 08.05.2023

Accepted: 24.07.2023

Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1294093](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1294093)

Keywords

Analytical hierarchy process,
Data clustering,
Maintenance prioritization,
Medical devices

Abstract: Medical devices are fundamental to preventing, diagnosing and treating disease and high availability of them is vital for the uninterrupted operation of a hospital. That is why hospitals should plan and carry out maintenance activities to keep their medical devices in a healthy operating condition. The effectiveness of these activities can be increased by determining the maintenance priorities of devices. On the other hand, setting individual priorities for each device becomes complicated when a hospital has hundreds of medical devices. In this concern, grouping medical devices and determining group-based maintenance priorities will be more advantageous for maintenance planning. In this study, a novel approach is proposed for the maintenance prioritization of medical devices in a new hospital. In the proposed approach, first prioritization attributes are defined and weighted using the analytical hierarchy process (AHP). Then, medical devices are grouped based on the predetermined attributes by using data clustering. Finally, maintenance priorities of medical device clusters are determined based on the weighted sum of cluster centers.

Yeni bir Hastaneye Ait Medikal Cihazların Bakım Önceliklendirmesine Yönelik Kümeleme Tabanlı bir Yaklaşım

Makale Bilgileri

Geliş: 08.05.2023

Kabul: 24.07.2023

Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1294093](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1294093)

Anahtar Kelimeler

Analitik hiyerarşi süreci,
Bakım önceliklendirmesi,
Medikal cihazlar,
Veri kümeleme

Öz: Medikal cihazlar hastalıkların önlenmesi, teşhisi ve tedavisinde oldukça önemli olup, bu cihazların ihtiyaç halinde kullanılabilir durumda olması bir hastanenin operasyonlarının sürekliliği için hayati önem teşkil etmektedir. Bu nedenle, hastaneler mevcut medikal cihazları çalışır durumda tutmak için bakım planları oluşturmalı ve uygulamalıdır. Bakım planlarının etkinliğinin artırılmasında ise cihazların bakım önceliklerinin belirlenmesi oldukça önemlidir. Öte yandan, bir hastanede yüzlerce medikal cihaz olduğu bir durumda her bir cihaz için ayrı bir bakım önceliği tayin etmek oldukça zordur. Bu anlamda, medikal cihazları gruplandırmak ve grup bazlı bakım öncelikleri oluşturmak bakım planlaması açısından daha faydalı olacaktır. Bu çalışmada yeni bir hastaneye ait medikal cihazların bakım önceliklendirmesine ilişkin yeni bir yaklaşım önerilmiştir. Bu kapsamda ilk olarak bakım önceliklendirmesinde kullanılacak nitelikler tanımlanmış ve analitik hiyerarşi süreci (AHS) ile ağırlıklandırılmıştır. Daha sonra, medikal cihazlar nitelikleri baz alınarak veri kümeleme ile gruplandırılmıştır. Son olarak, medikal cihaz kümelerine ilişkin bakım öncelikleri küme merkezlerinin ağırlıklı toplamı alınarak belirlenmiştir.

1. Introduction

The effectiveness of hospitals largely depends on the uninterrupted operation of medical devices. Breakdowns of medical devices may result in life-threatening complications and may lead to high repair costs. Hence maintenance activities must be planned and carried out for these devices. Since medical devices' characteristics and criticality levels are different, prioritization of medical devices for maintenance activities increases the effectiveness of maintenance activities and decreases the cost of maintenance operations.

There are several studies on the maintenance prioritization of medical devices. Multi-attribute-decision-making techniques are employed in some of these studies. [Taghipour et al. \(2011\)](#) and [Hutagalung & Hasibuan \(2019\)](#) use analytical hierarchy process (AHP) for maintenance prioritization of medical devices. [Tawfik et al. \(2013\)](#) develop a fuzzy inference model to classify medical devices into risk categories. [Mahfoud et al. \(2016\)](#) propose a two-step approach. First, the attribute weights are determined using AHP. Then, PROMETHEE multi-attribute-decision-making technique is used to prioritize medical devices for maintenance activities. [Houria et al. \(2016\)](#) first determine the ranking of maintenance strategies using AHP and TOPSIS. Then, the optimum maintenance strategy for each medical device is determined by using a mixed integer linear programming model.

Moreover, some studies determine the risk classes of medical devices and determine the maintenance prioritization based on risk class. The majority of these studies employ failure mode and effects analysis (FMEA). [Jamshidi et al. \(2015\)](#) develop a fuzzy FMEA-based approach for the prioritization of medical device maintenance activities and the determination of the most suitable maintenance strategy for these devices. [Azadi Parand et al. \(2021\)](#) calculate fuzzy risk priority numbers for medical device risk assessment. An ordered weighted averaging aggregation operator is employed to aggregate the opinions of experts. [Tavakoli et al. \(2022\)](#) develop a weighted FMEA approach for the risk assessment of medical devices. They use fuzzy DEMATEL and the fuzzy best-worst method to determine attribute weights.

From another point of view, device age ([Taghipour et al., 2011](#); [Jamshidi et al., 2015](#); [Houria et al., 2016](#); [Hutagalung & Hasibuan, 2019](#); [Zamzam et al., 2021](#)), device cost ([Taghipour et al., 2011](#); [Hutagalung & Hasibuan, 2019](#); [Zamzam et al., 2021](#)), device function ([Taghipour et al., 2011](#); [Jamshidi et al., 2015](#); [Houria et al., 2016](#); [Hutagalung & Hasibuan, 2019](#); [Zamzam et al., 2021](#)), risk class ([Taghipour et al., 2011](#); [Houria et al., 2016](#); [Hutagalung & Hasibuan, 2019](#)), maintenance complexity ([Houria et al., 2016](#); [Hutagalung & Hasibuan, 2019](#); [Zamzam et al., 2021](#)), maintenance requirements ([Taghipour et al., 2011](#); [Jamshidi et al., 2015](#); [Zamzam et al., 2021](#)) and the number of available identical devices ([Taghipour et al., 2011](#); [Houria et al., 2016](#); [Hutagalung & Hasibuan, 2019](#); [Zamzam et al., 2021](#)) are the most common attributes used in the literature for the maintenance prioritization of medical devices.

In the above studies, the maintenance priority level is determined for each medical device individually. This device-based approach to maintenance prioritization may be very time-consuming considering the high number of medical devices in a hospital. Hence, the determination of maintenance priority levels for device groups instead of individual devices is a more cost-effective approach. In the literature, only [Zamzam et al. \(2021\)](#) use cluster analysis in the maintenance prioritization of medical devices and they cluster devices based on device characteristics. They consider multiple devices from the same category in their study. However, grouping device categories is more important for maintenance prioritization. Therefore, we cluster device categories based on device characteristics and then determine the maintenance priorities of the obtained clusters in our study. On the other hand, [Zamzam et al. \(2021\)](#) present only cluster profiles and do not provide information on the determination of cluster priorities. To fill this gap, we employ AHP in our study to determine the cluster priorities. In addition, while [Zamzam et al. \(2021\)](#) present a case-specific approach, our proposed approach is more generic and can be applied to the maintenance prioritization problem of any hospital.

The remainder of this study is structured as follows. Brief information on the proposed medical device maintenance prioritization approach, AHP, and Ward's hierarchical clustering method is presented in Section 2. Device attributes that are used to cluster the medical devices are also explained in the same section. In Section 3, AHP and clustering analysis are applied to the medical device maintenance prioritization problem of a new hospital. Finally, conclusions and future research directions are presented in Section 4.

2. Material and Methods

The proposed approach for the maintenance prioritization of medical devices is presented in Figure 1. In the first stage of the proposed approach, attributes to be used in the clustering analysis are identified. Their measurement units and scales are also defined. In the following stage, attribute weights are determined. In this study, AHP is used for this purpose. Then, medical devices are grouped based on predetermined attributes by using clustering algorithms. We used Wards' method as a clustering technique in our study. Finally, maintenance priorities of medical device clusters are determined based on the weighted sum of cluster centers.

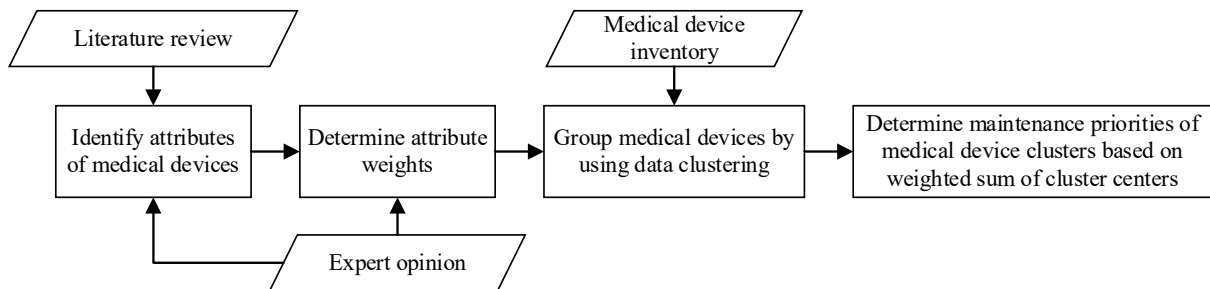


Figure 1. Proposed medical device maintenance prioritization approach.

2.1. Medical device attributes

In this section, six attributes that are used to cluster the medical devices are identified. Attributes related to device usage rate or age are not included in this study as we deal with the medical devices of a newly established hospital.

- Function (F1):** This attribute refers to the intended use of medical devices and can be evaluated in five grades (Taghipour et al., 2011). In the following grading, a higher value indicates higher maintenance priority.
 - 1: Other
 - 2: Analytical
 - 3: Diagnostic
 - 4: Therapeutic
 - 5: Life support
- Risk class (F2):** This attribute shows the risk level of medical equipment. According to the European Union, a piece of medical equipment falls into one of the following four risk classes depending on the level of harm it may pose to users or patients (Aronson et al., 2020). The risk class of medical equipment is determined based on the rules that consider various issues such as duration of use, degree of invasiveness, potential toxicity, part of the body affected, and energy transmission (Medical Device Coordination Group, 2021). For instance, class I covers equipment that is non-invasive and does not penetrate the human body (i.e. manual wheelchair, bandages, hospital beds, stethoscopes). If equipment is short-term invasive or causes energy transfer with the patient, then it is classified as class IIa. Equipment in this class is usually used for monitoring and diagnostics (i.e. suction equipment, centrifuge, ultrasound machine, magnetic resonance imaging machine). Class IIb refers to the most invasive equipment that is partially or completely introduced into the human body (i.e. ventilator, defibrillator, surgical laser). Finally, class III refers to implantable and long-term invasive equipment that are important to sustaining a patient's life (i.e. pacemaker, intra-aortic balloon pump, breast implants). As the risk level of medical equipment increases, the maintenance priority also increases.
 - 1: Class I (low risk)
 - 2: Class IIa (low to moderate risk)
 - 3: Class IIb (moderate to high risk)
 - 4: Class III (high risk)

- **Device cost (F3):** This attribute indicates the cost of the medical device in Turkish Lira. In this study, cost values are obtained from the website of the State Supply Office (DMO) of Turkey. It is obvious that, the device cost directly affects the repair cost of the device. Expensive medical devices have expensive spare parts and usually require extensive maintenance. Therefore, keeping those devices in healthy operating condition is very important for the hospitals in terms of time, money and effort. In this concern, the maintenance priority of a medical device increases, as its cost increases.
- **Maintenance complexity (F4):** Maintenance complexity defines the level of complexity of the maintenance operations required by a medical device. Fennigkoh & Smith (1989) classified the complexity level of medical device maintenance into three grades such as low, moderate, and high. Low-level maintenance usually includes visual inspection, cleaning, basic performance checks and battery replacement. Mid-level maintenance usually includes performance and safety tests, filter replacement and lubrication. High-level maintenance is carried out, especially for the mechanical, pneumatic, or hydraulic devices and it usually includes performance and safety tests, calibration, and spare part replacement. Complex maintenance operations require special tools, and specialized worker(s) and take longer time. Therefore, medical devices with high levels of maintenance complexity should be prioritized in maintenance plans.
1: Low
2: Moderate
3: High
- **The number of available identical devices (F5):** This attribute shows the number of identical devices in the hospital and consists of two grades as the following. In case of failure of insufficient devices, negative consequences such as patient death may occur. Therefore, we should give higher priority to devices that have no alternative in our maintenance plans.
0: There are multiple identical devices
1: There is only one device
- **Maintenance staff (F6):** Maintenance staff refers to whether the maintenance operations are performed by the internal staff or external staff. Maintenance of some medical devices must be carried out by authorized service providers. In this case, we have to make an appointment with the service provider. However, appointment availability may change during some peak periods and this can cause longer waiting time for maintenance. On the other hand, if the maintenance staff is inside the hospital (i.e. technician, biomedical engineer) maintenance operations are carried out in a short time. Therefore, a medical device that requires external maintenance staff should have a higher priority in maintenance plans.
0: Internal
1: External

2.2. AHP

AHP developed by Saaty (1980) is a commonly used multi-attribute-decision-making technique. It uses a hierarchical decision structure. The goal of the multi-attribute decision problem is located at the top of the decision hierarchy while the attributes are placed at the levels below the goal. Based on this hierarchy, pairwise comparison matrices are constructed using the scale provided in Table 1, and attribute weights are determined by using an appropriate technique. Among these techniques, the most used one is the eigenvalue method.

Table 1. Saaty's nine-point scale

Scale value	Short definition
1	Equal importance
3	Medium superiority
5	High superiority
7	Very high superiority
9	Absolute superiority
2,4,6,8	In-between judgment values

The eigenvalue method obtains the principal eigenvalue of a pairwise comparison matrix by solving the following system of equations (Lipušček et al., 2010):

$$(A - \lambda_{max}I)w = 0 \tag{1}$$

where A is the pairwise comparison matrix, I is the identity matrix, λ_{max} is the principal eigenvalue of A and w is the principal eigenvector of A (i.e., the vector of priorities).

Consistency of human judgments plays an important role in AHP. Therefore, a consistency ratio (CR) must be calculated for each pairwise comparison matrix to measure the consistency level. The formula of CR can be presented as follows:

$$CR = \frac{(\lambda_{max} - n)}{(n - 1)RI} \tag{2}$$

where n is the size of the pairwise comparison matrix, λ_{max} is the principal eigenvalue of the matrix and RI is the random index value. Table 2 presents RI values for each value of n . The comparisons in a pairwise comparison matrix are said to be consistent if the CR value of the matrix is less than or equal to 0.1.

Table 2. RI values for different matrix sizes

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10
RI	0	0.58	0.90	1.12	1.24	0.32	1.41	1.45	1.49

2.3. Ward’s hierarchical clustering method

Data clustering is a data mining technique that is used to divide a heterogeneous data set into more homogeneous groups. In this grouping, similarities between objects based on the selected attributes are taken into account and it is aimed to form clusters so that objects within the same cluster are similar and objects from different clusters are dissimilar.

Data clustering methods can be categorized as partitioning methods, hierarchical methods, density-based methods and grid-based methods (Han et al., 2022). Partitioning methods decompose data set into a predetermined number of clusters to achieve low inter-cluster and high intra-cluster variance. Those methods usually change the centers of clusters until the distance between the objects and the center of the cluster they belong to is minimized. Hierarchical methods build clusters based on hierarchy and can be divided into two categories namely agglomerative and divisive. In agglomerative methods, each object is initially treated as a single cluster, and then the most similar clusters are successively merged until the final clusters are formed. In divisive methods, all objects are initially in the same cluster and then the most dissimilar clusters are split recursively. Density-based methods consider object densities rather than the distance between objects and define a region with high object density as a cluster. Finally, grid-based methods create a grid structure by splitting the object space into a finite number of cells and performing clustering based on this grid structure.

In this study, we used Ward’s method which is an agglomerative hierarchical clustering algorithm proposed by Ward, 1963. This method handles data clustering as an ANOVA problem and generates clusters in a way that minimizes inter-cluster variance. Apart from other agglomerative methods, it uses a sum of squares instead of distance metrics. In agglomerative hierarchical clustering, the sum of squares is initially zero since each object forms its cluster and then this value grows as clusters are merged. Ward’s method tries to keep this growth as small as possible by merging two clusters with the smallest merging cost in each step (Vijaya et al., 2019). The cost of merging two clusters is calculated by using the formula given in Equation 3.

$$\Delta(A, B) = \frac{n_A n_B}{n_A + n_B} \|\overline{m}_A - \overline{m}_B\|^2 \tag{3}$$

where $\Delta(A, B)$ is the merging cost of clusters A and B. \vec{m}_A and \vec{m}_B are the centroids of clusters A and B, n_A and n_B are the number of objects in clusters A and B respectively. Cluster centroids are the vector mean of objects in each cluster. The norm of the difference between two vectors \vec{p} and \vec{q} also equals the Euclidean distance between those vectors and it is computed by using Equation 4 as follows:

$$\|\vec{p} - \vec{q}\| = \sqrt{\sum_{i=1}^N (p_i - q_i)^2} \tag{4}$$

where N is the dimension of vector space or in other words number of attributes.

3. Results

This section consists of two subsections. In the first subsection, importance weights of the device attributes are determined using AHP. In the second subsection, medical devices are clustered based on the identified attributes and then maintenance priorities of the obtained clusters are determined.

3.1. Attribute weights

The weights of medical device maintenance prioritization attributes are determined using AHP. First, the pairwise comparison matrix presented in Table 3 is constructed based on the consensus of the experts working in the different departments of the hospital. Then, the attribute weights presented in Table 4 are obtained by applying the eigenvalue method to the pairwise comparison matrix which has an acceptable level of consistency (i.e., $CR = 0.0313 < 0.1$). When the results given in Table 4 are evaluated, it can be concluded that the most important attribute is *F1* (function) with a weight of 0.328 while the least important one is *F6* (maintenance staff) with a weight of 0.07.

Table 3. Pair-wise comparison matrix for the attributes

Attribute	<i>F1</i>	<i>F2</i>	<i>F3</i>	<i>F4</i>	<i>F5</i>	<i>F6</i>
<i>F1</i>	1	2	3	4	2	3
<i>F2</i>	0.50	1	2	3	1	3
<i>F3</i>	0.33	0.50	1	2	0.50	3
<i>F4</i>	0.25	0.33	0.50	1	0.50	2
<i>F5</i>	0.50	1	2	2	1	2
<i>F6</i>	0.33	0.33	0.33	0.50	0.50	1

0 Table 4. Importance weights of the attributes

Attribute	Importance weight
<i>F1</i>	0.328
<i>F2</i>	0.205
<i>F3</i>	0.131
<i>F4</i>	0.087
<i>F5</i>	0.179
<i>F6</i>	0.070

3.2. Clustering results

In this section, 53 medical devices of a new hospital are clustered by using Ward’s hierarchical clustering algorithm to determine the maintenance priorities. Data normalization is applied before clustering to ensure that all attributes contribute equally to the result and Ward’s algorithm is terminated when the number of clusters reaches three. Cluster assignments are presented in Table 5 and cluster profiles are illustrated in Figure 2. From the total number of 53 devices, the number of devices assigned to clusters is as follows: 20 devices assigned to Cluster 1, 26 devices assigned to Cluster 2 and 7 devices assigned to Cluster 3. As a result of this grouping, inter-cluster variance which is also known as within

cluster sum of squares value is obtained as 17.327. We have also used the well-known clustering algorithm k-means, and obtained this value as 19.590. Since smaller inter-cluster variance indicates better clustering, we presented the results of Ward’s method in this section.

Table 5. Cluster assignments

Cluster 1 (C1)	Cluster 2 (C2)	Cluster 3 (C3)
Infant incubator	Ventilator	Infant radiant warmer
Defibrillator	Intra-aortic balloon pump	Pulmonary function testing machine
Syringe pump	Anesthesia machine	Holter system
Infusion pump	Surgical microscope	Autoclave
Patient monitor	Heart & lung machine	Laminar flow cabinet
Phototherapy unit	Treadmill test machine	X-ray machine
Blood & fluid warmer	Pacemaker	Echocardiography machine
Humidifier	Hematology analyzer	
Pulse oximeter	Urine analyzer	
Operating table	Microplate reader	
Operating light	Biochemistry analyzer	
Electrosurgical unit	Microscope	
Suction machine	Immunoassay analyzer	
Automatic tourniquet system	Incubator	
Electrocardiogram machine	Blood gas analyzer	
Centrifuge	Biosafety cabinet	
Ultrasound machine	CT scanner	
Fetal monitor	MRI scanner	
Blood pressure monitoring device	Cath lab system	
Nebulizer	Mammography unit	
	Electromyogram machine	
	Electroencephalogram machine	
	Bone densitometer	
	Lithotripsy machine	
	Hemodialysis machine	
	Endoscopic devices	

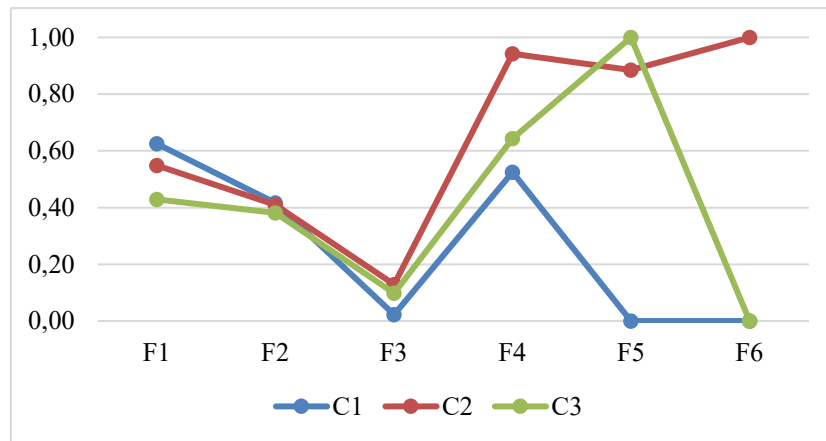


Figure 2. Cluster profiles.

Figure 2 displays the centers of three clusters. Cluster center is a N -dimensional vector where N is the number of attributes and it is obtained by computing the mean of each object over the attributes in a cluster. When we evaluate the results given in Figure 2, we can conclude that cluster C1 contains mostly class IIb or class III devices that used for therapeutic or life support purposes. Therefore, cluster C1 has the highest priority in maintenance with respect to attributes $F1$ and $F2$. Devices in cluster C2 are high-cost devices that require complex maintenance operations carried out by the service providers. That is why cluster C2 has the highest priority in maintenance with respect to attributes $F3$, $F4$ and $F6$. On the other hand, devices in cluster C3 have no alternatives and this makes cluster C3 the most

important cluster with respect to attribute *F5*. These results indicate that there is no cluster that has the highest maintenance priority for all attributes. Therefore, the obtained clusters are sorted as A, B and C in descending order of priority in maintenance by considering attribute weights and cluster centroids. Since we have designed our attributes as the maximum is better, larger values of weighted sum imply higher priority in maintenance.

As it is shown in Table 6, cluster C2 has the highest and cluster C1 has the lowest priority in maintenance. Cluster C2 contains medical devices that are quite expensive and usually used for therapeutic or life support purposes. In addition, most of these devices are unique in the hospital and fall into moderate or high-risk categories. From a maintenance perspective, we can see that these devices require complex maintenance operations which can only be performed by external staff. On the other hand, cluster C1 contains low-cost devices which require non-complex maintenance operations that can be performed by internal staff. Although these devices are commonly used for therapeutic or life support purposes, maintenance priority of them is low as there are many identical alternatives to these devices in the hospital.

Table 6. Cluster centers and maintenance priorities

Cluster	<i>F1</i>	<i>F2</i>	<i>F3</i>	<i>F4</i>	<i>F5</i>	<i>F6</i>	weighted sum	maintenance priority
C1	0.625	0.417	0.022	0.525	0.000	0.000	0.339	3 (low)
C2	0.548	0.410	0.129	0.942	0.885	1.000	0.591	1 (high)
C3	0.429	0.381	0.098	0.643	1.000	0.000	0.467	2 (medium)

4. Discussion and Conclusion

Maintenance management in the healthcare industry has an increasing importance considering the number and variety of medical devices in today’s hospitals. Costly and life-threatening medical device breakdowns can only be prevented by planning and carrying out maintenance operations based on device criticality. In this study, we developed a novel approach for the maintenance prioritization of medical devices. The proposed approach divides the medical devices into clusters based on device characteristics and then determines the maintenance priorities of clusters using AHP.

It is believed that the proposed approach will be more advantageous especially for hospitals with high number of medical devices. It will also provide information for maintenance budget allocation across the devices. On the other hand, the success of the proposed approach highly depends on the recording of data about the devices and the quality of the data set.

One of the limitation of this study is that, device age, which is an important issue in maintenance planning, was not considered since we dealt with a new hospital in our research. However, this attribute directly affects the maintenance requirements and reliability of a device. Therefore, it should be included in the future studies on medical device maintenance prioritization. Other issues for consideration by future researchers include that different device attributes, clustering algorithms and multi-attribute-decision-making methods can be used to determine the maintenance priorities of medical devices. Further, the development of maintenance schedules based on cluster-based maintenance priorities is another interesting future research direction.

References

Aronson, J. K., Heneghan, C., & Ferner, R. E. (2020). Medical devices: Definition, classification, and regulatory implications. *Drug Safety*, 43(2), 83-93. doi:10.1007/s40264-019-00878-3

Azadi Parand, F., Tavakoli-Golpaygani, A., & Rezvani, F. (2021). Medical device risk assessment based on ordered weighted averaging aggregation operator. *Journal of Biomedical Physics and Engineering*, 11(5), 621-628. doi:10.31661/jbpe.v0i0.1133

Fennigkoh, L., & Smith, B. (1989). Clinical equipment management. *JCAHO PTSM Series*, 2, 5-14.

Han, J., Pei, J., & Tong, H. (2022). *Data Mining: Concepts and Techniques*. Cambridge, MA, USA: Morgan Kaufmann.

- Houria, Z. B., Masmoudi, M., Hanbali, A. A., Khatrouch, I., & Masmoudi, F. (2016). Quantitative techniques for medical equipment maintenance management. *European journal of industrial engineering*, 10(6), 703-723. doi:10.1504/EJIE.2016.081017
- Hutagalung, A. O., & Hasibuan, S. (2019). Determining the priority of medical equipment maintenance with analytical hierarchy process. *International Journal of Online and Biomedical Engineering*, 15(10), 107-120. doi:10.3991/ijoe.v15i10.10920
- Jamshidi, A., Rahimi, S. A., Ait-kadi, D., & Ruiz, A. (2015). A comprehensive fuzzy risk-based maintenance framework for prioritization of medical devices. *Applied Soft Computing*, 32, 322-334. doi:10.1016/j.asoc.2015.03.054
- Lipušček, I., Bohanec, M., Oblak, L., & Zadnik Stirn, L. (2010). A multi-criteria decision-making model for classifying wood products with respect to their impact on environment. *The International Journal of Life Cycle Assessment*, 15(4), 359-367. doi:10.1007/s11367-010-0157-6
- Mahfoud, H., El Barkany, A., & El Biyaali, A. (2016). A hybrid decision-making model for maintenance prioritization in health care systems. *American Journal of Applied Sciences*, 13(4), 439-450.
- Medical Device Coordination Group. (2021). Guidance on classification of medical devices. https://health.ec.europa.eu/system/files/2021-10/mdcg_2021-24_en_0.pdf
- Saaty, T. L. (1980). *The Analytic Hierarchy Process*. New York: McGraw-Hill.
- Taghipour, S., Banjevic, D., & Jardine, A. K. S. (2011). Prioritization of medical equipment for maintenance decisions. *Journal of the Operational Research Society*, 62(9), 1666-1687. doi:10.1057/jors.2010.106
- Tavakoli, M., Mesbahi, R., Nayeri, S., & Jolai, F. (2022). Risk assessment of medical devices used for COVID-19 patients based on a Markovian-based Weighted Failure Mode Effects Analysis (WFMEA). *Scientia Iranica*, 1-30. doi:10.24200/sci.2022.57493.5266
- Tawfik, B., Ouda, B. K., & Abd El Samad, Y. M. (2013). A fuzzy logic model for medical equipment risk classification. *Journal of Clinical Engineering*, 38(4), 185-190. doi:10.1097/JCE.0b013e3182a90445
- Vijaya, V., Sharma, S., & Batra, N. (2019). *Comparative study of single linkage, complete linkage, and Ward method of agglomerative clustering*. Paper presented at the International Conference on Machine Learning, Big Data, Cloud and Parallel Computing, Faridabad, India.
- Ward, J. H. (1963). Hierarchical grouping to optimize an objective function. *Journal of the American Statistical Association*, 58(301), 236-244. doi:10.1080/01621459.1963.10500845
- Zamzam, A. H., Al-Ani, A. K. I., Wahab, A. K. A., Lai, K. W., Satapathy, S. C., Khalil, A., Azizan, M. M., & Hasikin, K. (2021). Prioritisation assessment and robust predictive system for medical equipment: A comprehensive strategic maintenance management. *Frontiers in Public Health*, 9, 782203. doi:10.3389/fpubh.2021.782203



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Bazı Fermente Ürünlerde Gastrointestinal Sindirim Koşulları Öncesi ve Sonrası Laktik Asit Bakteri Miktarının Belirlenmesi

Aslıhan ALAV¹, Raciye MERAL^{*2}

¹ Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği ABD, 65080, Van, Türkiye

² Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 65080, Van, Türkiye
Aslıhan ALAV, ORCID No: [0000-0002-0268-0666](https://orcid.org/0000-0002-0268-0666), Raciye MERAL, ORCID No: [0000-0002-4239-0735](https://orcid.org/0000-0002-4239-0735)

*Sorumlu yazar e-posta: racyemeral@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 08.03.2023
Kabul: 20.06.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1261980](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1261980)

Anahtar Kelimeler

Fermente gıdalar,
Laktik asit bakterileri,
Probiyotik mikroorganizmalar

Öz: Fermente gıdalar, konakçı canlının bağırsağında canlı ve yeterli sayıda bulduklarında konakçının sağlığını olumlu yönde etkileyen probiyotik mikroorganizmaları içeren gıdalardır. Bununla birlikte, bu gıdaların probiyotik mikroorganizma içermesi, “probiyotik gıda” olarak tanımlanmaları için yeterli değildir. Bu çalışma, yaygın olarak tüketilen bazı fermente ürünlerin laktik asit bakteri (LAB) sayısı ve simüle edilmiş gastrointestinal sindirim sonrası LAB sayılarını belirleyerek bu gıdaların probiyotik gıda olma potansiyellerini ortaya koymak ve tüketicilerde farkındalık oluşturmak için yapılmıştır. Çalışma sonucunda en yüksek LAB içeren fermente ürünler sırası ile endüstriyel kefir (7.52 log kob/g), geleneksel yapım kefir (6.99 log kob/g), geleneksel turşu (6.84 log kob/g), koyun sütünden yapılan ev yoğurdu (5.41 log kob/g), inek sütünden yapılan ev yoğurdu (4.76 log kob/g) olarak belirlenmiştir. Simüle edilmiş gastrointestinal sindirim sonrası LAB sayılarında en yüksek değerin ev yapımı kefir (5.01 log kob/g), endüstriyel kefir (4.1 log kob/g), koyun sütünden yapılmış ev yoğurdu (3.14 log kob/g) ve geleneksel turşu (2 log kob/g) olduğu ortaya konulmuştur. Sonuç olarak kefirin yüksek oranda LAB içerdiği tespit edilmiştir. Simüle edilmiş sindirim sonrasında da LAB miktarının büyük bir kısmının korunduğu belirlenmiştir. Kefirin probiyotik gıda olma potansiyelinin olduğu ve düzenli tüketildiğinde probiyotiklerden beklenen etkiyi sağlayabileceği düşünülmüştür.

Determination of Lactic Acid Bacteria Amount of Some Fermented Products Before and After Gastrointestinal Digestive Conditions

Article Info

Received: 08.03.2023
Accepted: 20.06.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1261980](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1261980)

Keywords

Fermented foods,
Lactic acid bacteria,
Probiotic microorganisms

Abstract: Probiotics are microorganisms that positively affect the health of the host when they are alive and in sufficient numbers in the gut of the host. The positive effects of fermented foods containing live microorganisms on health gain the popularity of these foods and give them the feature of being a food containing probiotic microorganisms, as well. In this study, pH analysis, enumeration of lactic acid bacteria (LAB), and enumeration of LAB after simulated gastrointestinal digestion were examined on samples of some fermented foods. As a result of the study, the fermented products containing the highest LAB were determined as industrial kefir (7.52 log cfu/g), homemade kefir (6.99 log cfu/g), homemade pickles (6.84 log cfu/g), homemade yogurt made from sheep's milk (5.41 log cfu/g), and homemade yogurt made from cow's milk (4.76 log cfu/g), respectively. As a result of sowing after simulated gastrointestinal digestion, when the enumeration of LAB was examined, it was determined that the highest value was homemade kefir, industrial kefir, homemade yogurt made from sheep's milk, and homemade pickles. As a result, it was determined that kefir food contains high LAB. Since

most of the LAB amount is preserved after simulated digestion, it is thought to be promising as food containing probiotic microorganisms, and may also have a positive effect on health when consumed regularly.

1. Giriş

Probiyotik kelimesi, “yaşam için” anlamına gelen “*pro-life*” veya “*for-life*” kelimelerinden üretilmiştir (Raghuwanshi ve ark., 2015). Terim başlangıçta bir mikroorganizma tarafından üretilen ve diğerlerinin büyümesini uyarıcı maddeleri tanımlamak için kullanılmıştır (Kechagia ve ark., 2013). Zaman içerisinde tanımlamada değişiklikler yapılmış ve nihayetinde 2001 yılında Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) ve DSÖ adına çalışan uluslararası bilim adamlarından oluşan bir Uzman Danışma kurulu, probiyotik tanımını şu şekilde yeniden düzenlemiştir: “*probiyotik mikroorganizmalar, yeterli miktarlarda uygulandığında konakçıya sağlık yararı sağlayan canlı mikroorganizmalardır*”. Probiyotik mikroorganizmaların sağlık üzerindeki olumlu etkilerinin bilimsel ve klinik kanıtlarla ortaya konulmasıyla probiyotik ürünlerin gelişmesi hızlanmış ve piyasaya probiyotik ürün olduğu iddiasıyla ek çok ürün sunulmuştur. Bu durum, ne yazık ki probiyotik teriminin yanlış kullanımını da önemli bir sorun haline getirmiş ve birçok üründe bu terim, gerekli kriterleri karşılamadan kullanılmaya başlanmıştır (Hill ve ark., 2014). Potansiyel bir probiyotik suşun yararlı etkilerini gösterebilmesi için bazı özelliklere sahip olması beklenir. Bu özellikler;

- Oral uygulama için çok önemli gibi görünen asit ve safra toleransı,
- Mukozal ve epitelyal yüzeylere tutunma ve kolonizasyon,
- Başarılı immün modülasyon,
- Patojenik bakterilere karşı antimikrobiyal aktivite,
- Safra tuzu hidrolaz aktivitesi
- Patojen mikroorganizmaların gastrointestinal sistemin duvarına yapışmasını engelleme (Adams, 2010; Kechagia ve ark., 2013) şeklinde sıralanmaktadır.

Tanımları göz önüne alındığında, probiyotik özellikler gösterebilen en önemli temsilcilerden bazıları Çizelge 1’de listelenmiştir (Kechagia ve ark., 2013). Probiyotiklerin, insan sağlığı üzerinde olumlu etkilerinin olması için vücutta etkili minimum konsantrasyonların belirlenmesinde gerekli olan bilgiler halen yetersizdir. Genel olarak probiyotik bakterilerinin canlı olarak gıda ürününde en az 10^6 - 10^9 kob/g-ml düzeyinde olması gerektiği bildirilmekte, içinde buldukları gıdaların raf ömrü süresince bu mikroorganizmaların canlılıklarını koruyabilmesinin önemli olduğu vurgulanmaktadır (Bilginer & Çetin, 2019). Bazı kaynaklar ise genel kabul gören görüşün, minimum 10^8 - 10^9 kob/g canlı hücre olduğu yönündedir (Ying ve ark., 2013; Haffner ve ark., 2016).

Fermentasyon, biyokimyacılar tarafından “organik bileşiklerin hem elektron vericisi hem de alıcısı olarak hareket ettiği ATP üreten bir süreç” olarak tanımlanmasına rağmen, bazı fermente gıdalar aerobik ortamlarda üretildiğinden, Uluslararası Bilimsel Probiyotikler ve Prebiyotikler Birliği (ISAPP), fermente gıdaları ve içecekleri “*istenilen mikrobiyal büyüme ve gıda bileşenlerinin enzimatik dönüşümleri yoluyla yapılan gıdalar*” olarak tanımlamaktadır. Tanım, mikroorganizmaların aktivitesini gerektirmektedir. Bitki, hayvan veya diğer kaynaklardan elde edilen endojen veya eksojen enzimler mevcut olabilese de, bu enzimlerin aktiviteleri, tek başına bir gıdanın fermente olarak kabul edilmesi için yeterli değildir (Marco ve ark., 2021). Fermente gıdalar, özellikle uzun süreli depolamadan sonra veya pastörizasyon (örneğin, soya sosu) veya fırınlama (örneğin, mayalı ekmek) gibi işlemlerden sonra önemli sayıda cansız mikrobiyal hücre içerebilir. Birçok fermentasyona, çeşitli hücre yüzey bileşenleri, laktik asit, kısa zincirli yağ asitleri ve diğer metabolitlerin yanı sıra biyoaktif peptidler dahil olmak üzere insan sağlığıyla ilişkilendirilen bir dizi hücre yapısı ve metabolit üretebilen laktik asit bakterileri (LAB) aracılık eder (Salminen ve ark., 2021).

LAB, fermentasyonda ana ürün olarak laktik asit üreten, gram pozitif, sporsuz, katalaz negatif, optimum gelişme sıcaklıkları 30-40°C ve optimum pH değeri 5.5-6.2 olan bakteri cinsinin oluşturduğu gruptur (Demircan, 2017; Taylan, 2017; Huang ve ark., 2018). Fermente gıdalar ve içecekler LAB içerdiklerinden dolayı bazen “probiyotik gıdalar” veya “probiyotikler içerir” şeklinde nitelendirilmekte veya etiketlenmektedir. Bu beyanlar, üreticilerin tüketicilere; üründe yaşayan, sağlığı geliştiren

mikroorganizmaların bulunduğunu iletme çabalarını yansıtmaktadır ancak 2013 yılında ISAPP, “probiyotik” teriminin yalnızca iyi tanımlanmış ve karakterize edilmiş canlı mikroorganizmalar tarafından sağlanan kanıtlanmış bir sağlık yararı olduğunda kullanılmasını gerektiğini bildirmiştir. ISAPP’ a göre probiyotik ürünün sağlık yararı, (en az birinde) canlı mikroorganizmalardan kaynaklanmalı ve gıdanın herhangi bir besinsel yararının ötesine geçmelidir. Bu nedenlerden dolayı "fermente gıda" ve “probiyotikler” terimlerinin birbirinin yerine kullanılmayacağı bildirilmiştir.

Çizelge 1. Probiyotik mikroorganizma olduğu düşünülen türler (Kechagia ve ark., 2013; Fakruddin ve ark., 2017; Paparo ve ark., 2020)

<i>Lactobacillus</i> türleri	<i>Bifidobacterium</i> türleri
<i>L. acidophilus</i>	<i>B. adolescentis</i>
<i>L. casei</i>	<i>B. animalis</i>
<i>L. crispatus</i>	<i>B. bifidum</i>
<i>L. gasseri</i>	<i>B. animalis</i> sub. <i>lactis</i>
<i>L. johnsonii</i>	<i>B. infantis</i>
<i>L. paracasei</i>	<i>B. longum</i>
<i>L. plantarum</i>	
<i>L. reuteri</i>	
<i>L. rhamnosus</i>	
Diğer LAB	LAB olmayan diğer türler
<i>Enterococcus faecalis</i>	<i>Bacillus cereus</i> var. <i>Toyoi</i>
<i>E. faecium</i>	<i>Escherichia coli</i> strain Nissle 1917
<i>Leuconostoc mesenteroides</i>	<i>Bacillus clausii</i>
	<i>Propionibacterium freudenreichii</i>
	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>
	<i>S. boulardii</i>

Bu bağlamda, bu çalışmada, sıklıkla tüketilen bazı fermente gıdaların probiyotik ürün olabilir potansiyeli araştırılmış ve tüketici farkındalığı oluşturulması hedeflenmiştir. Bu amaçla, LAB içeren bazı fermente gıdalarda, simüle edilmiş gastrointestinal sindirim öncesi ve sonrası toplam LAB sayıları belirlenmiştir.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Materyal

Çalışmada, analitik saflıkta kimyasal maddeler (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, Amerika; Merck Darmstadt, Almanya) kullanılmıştır. Endüstriyel kefir, endüstriyel yoğurt, endüstriyel şalgam suyu ve ekşi mayalı ekmek Van ve Ankara’ da bulunan yerel marketlerden temin edilmiştir. Karışık ev turşusu, inek ve koyun sütünden yapılan geleneksel yoğurt ve tarhana Van’ da bulunan yerel üreticilerden temin edilmiştir. Kefir üretimi YYÜ Gıda Mühendisliği laboratuvarında üretilmiştir. Kefir üretimi için inek sütü 87° C’de 6 dakika pastörize edilmiş ve 25° C’ye kadar soğutulmuştur. Daha sonra 1000 mL süte, 20 g kefir mayası inoküle edilmiş ve örnek 24 saat boyunca 25° C’de fermantasyona tabii tutulmuştur.

2.2. Toplam laktik asit bakterisi (TLAB) sayımı

TLAB sayımı analizi, yayma plak yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Tüm örneklerden 10 g alınarak steril poşetlere aktarılmıştır. Üzerine %0.85’lik 90 mL serum fizyolojik sıvısı eklenerek 10⁻⁶ ya kadar seri dilüsyonlar hazırlanmıştır. Man-Rogosa-Sharpe (MRS) agar içeren petri kutularına yayma plak yöntemine göre inokülasyon yapılmış ve bu petri kutuları, 30°C’ye ayarlanmış, inkübatörde, anaerobik koşullarda 72 saat süresince bekletilmiştir. Sonuçlar koloni oluşturan birim (kob) (log kob/g) bazında değerlendirilmiştir (Maturin, 2001).

2.3. Simüle edilmiş gastrointestinal sindirim ortamının oluşturulması

Steril koşullarda tüm örneklerden 1 g alınıp üzerine 9 ml steril %0.85'lik serum fizyolojik su eklenerek homojenize edilmiştir. Homojenize edilen örnek numunelerinin pH'sı 2.5-3 değerine 1 M HCl kullanılarak getirilmiştir. Bir membran filtre (0.45 µm) kullanılarak sterilize edilen pepsin çözeltisi, 1000 mL alınıp pH değeri ayarlanmış örneklere eklenmiştir. Örnekler, mide sıvısına maruz kalma simülasyonu için çalkalamalı etüvde, 37 °C'de 2 saat 150 rpm'de inkübe edilmiştir. Bu aşama bittikten sonra örnek pH'sı 1M NaHCO₃ ile 7.2'ye ayarlanmıştır. Ardından örneklerin içerisine 7.5 mL membran filtre (0.45 µm) ile sterilize edilen safra pankreatin solüsyonu ve 7.5 mL membran filtre (0.45 µm) ile sterilize edilen NaCl-KCl tuzları eklenmiş ve örnekler 37 °C'de 2 saat 150 rpm'de inkübe edilmiştir (Yılmaz ve ark., 2020).

İnkübasyondan alınan örneklerden %0.85'lik serum fizyolojik su ile seri dilüsyonlar hazırlanmıştır. MRS agara inokülasyon sonrası 30°C'ye ayarlanmış inkübatörde, anaerobik koşullarda 72 saat süresince inkübasyona bırakılmıştır. Sonuçlar log kob/g olarak ifade edilmiştir.

2.4. Canlılık oranlarının belirlenmesi

Örneklerde simüle edilmiş gastrointestinal sindirim öncesi ve sonrası toplam LAB sayısı belirlenmiş ve LAB canlılık oranları aşağıdaki formüle göre (1) verilmiştir.

$$\% \text{ Canlılık} = \frac{\text{Sindirim sonrası TLAB}}{\text{Sindirim öncesi TLAB}} \times 100 \quad (1)$$

2.5. pH analizi

Tüm örneklerden 2 g tartılıp üzerine 20 mL saf su eklenerek homojenize edilmiş ve pH metrenin (Hanna Instruments Digital, Bench-model pH Meter Model HI-2210) probu homojenize örnek numunelerinin içerisine daldırılarak ölçüm işlemi gerçekleştirilmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Simüle edilmiş gastrointestinal sindirim öncesi ve sonrası TLAB sayımı sonuçları

Analize alınan gıda örneklerin simüle edilmiş gastrointestinal in vitro sindirim öncesi ve sonrası TLAB sonuçları Çizelge 2'de sunulmuştur. Sindirim öncesi toplam LAB sayısı 4.76 kob/g ile 7.52 kob/g arasında değişmiştir. En yüksek LAB sayısı; endüstriyel kefir örneğinde saptanmıştır. Endüstriyel kefir; 6.99 kob/g ile ev kefir, 6.84 kob/g ile ev turşusu, 5.41 kob/g koyun sütünden yapılan geleneksel yoğurt, 4.76 kob/g ile inek sütünden yapılan geleneksel yoğurt takip etmiştir. Endüstriyel karışık turşu, endüstriyel şalgam, ev tarhanası ve ekşi mayalı hamurdan yapılan ekmek örneklerinde LAB bulunamamıştır.

Kefir, doğal probiyotik mikroorganizma içeren bir gıdadır. Kefir daneleri zengin bir bakteri topluluğuna sahiptir ve *Lactobacillus* türleri baskın bakteri türleri arasındadır. *Leuconostoc*, *Streptococcus* ve *Lactococcus* türleri de kefir LAB izolatları arasında olup LAB ile birlikte başlıca *Acetobacter* spp. kefir tanelerinde bulunduğu da gösterilmiştir (Purutoğlu ve ark., 2020). Tan ve Ertekin (2017), kefir örneklerinin LAB sayısının depolamanın ilk gününde, 10⁸ kob/g olduğunu, depolama ile LAB sayısının 1 log kob/g düştüğünü daha sonra ise bakteri miktarının tekrar aynı seviyeye ulaştığını belirlemişlerdir. Karabıyıklı ve Daştan (2016), piyasadan topladıkları endüstriyel kefir örneklerinde 1.14, 5.74 ve 7.86 log kob/g LAB bulunduğunu ifade etmişlerdir. Aynı çalışmada geleneksel olarak üretilen kefirlerde 6.54 ile 7.55 log kob/ml LAB bulunduğu belirlenmiştir. Bu anlamda bu çalışmada elde edilen LAB sayılarının, Karabıyıklı ve Daştan (2016) ve Tan ve Ertekin (2017) tarafından bildirilen sonuçlarla uyumlu olduğu görülmüştür.

Çizelge 2. TLAB sayımı sonuçları (log kob/g)

Ürünler	TLAB-1*	TLAB-2**	Canlılık oranı (%)
Geleneksel Kefir	6.99±0.14	5.01±0.03	71.67
Endüstriyel Kefir	7.52±0.23	4.1±0.08	54.52
İnek Sütünden Yapılan G***Yoğurt	4.76±0.36	TE	
Koyun Sütünden Yapılan G.Yoğurt	5.41±0.02	3.14±0.54	58.04
Endüstriyel Yoğurt-A	TE****	TE	
Endüstriyel Yoğurt-B	TE	TE	
G. Karışık Turşu	6.84±0.05	2±0	29.23
Endüstriyel Karışık Turşu	TE	TE	
Endüstriyel Şalgam	TE	TE	
G.Tarhana	TE	TE	
Endüstriyel Ekşi Ekmek	TE	TE	

*: Sindirim öncesi TLAB** Sindirim sonrası TLAB ***: Geleneksel ****TE: Tespit edilemedi

Geleneksel kefir numunesinde simüle edilmiş gastrointestinal sindirim sonrasında LAB miktarının yaklaşık 2 log kob/g düştüğü, endüstriyel kefir numunesinde 3,5 log kob/g düştüğü saptanmış, bu değerler geleneksel kefir örneğinde 5.01 log kob/g, endüstriyel kefir örneğinde ise 4.1 log kob/g olmuştur. [Yılmaz ve ark. \(2020\)](#), ürettikleri kefir örneklerinde simüle edilmiş gastrointestinal sindirim öncesi ve sonrası LAB sayımı analizi yapmışlardır. Kefir numunelerinin LAB sonucunun 9.79 log kob/g olduğu, simüle edilmiş gastrointestinal sindirim sonrası LAB sonucunun ise 6.65 log kob/g olduğu tespit edilmiştir. Çalışmada kefir numunelerinin simüle edilmiş gastrointestinal sindirimi sonrası laktik asit bakteri içeriğinin 2-3.5 log kob/g azaldığı görülmüştür.

Bu çalışmada, LAB'ların canlı kalma oranlarına bakıldığında her iki kefir örneğinde de %50'nin üzerinde canlılık olduğu ancak geleneksel kefirde bu oranın daha yüksek olduğu belirlenmiştir (%71.67). Bu durumun endüstriyel kefirdeki suşların sindirim koşullarına daha dayanıksız olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

İnek ve koyun sütünden yapılan geleneksel yoğurt örneklerinde laktik asit bakteri miktarının sırası ile 4.76 log kob/g ve 5.41 log kob/g olduğu belirlenmiştir. [Karacaoğlu ve Özdemir \(2021\)](#), tarafından yürütülen çalışmada, Erzurum çevresinde yoğurt üretiminin yapıldığı firmalardan toplanan numunelerde LAB sayımı analizi yapılmıştır. Analiz sonuçları incelendiğinde yoğurt örneklerinde LAB sayısının, 10^3 ve 10^7 kob/g aralığında olduğu tespit edilmiştir. [Durak ve ark. \(2008\)](#) tarafından yapılan başka bir çalışmada yoğurtlarda LAB sayısının 50×10^6 - 300×10^6 log kob/g arasında değiştiği belirlenmiştir. Sütün kaynağı, temin edildiği bölge, kullanılan kültürün mikroorganizma kompozisyonu mikrobiyal florayı etkilemektedir.

Endüstriyel yoğurt örneklerinde ise LAB tespit edilememiştir. Simüle edilmiş gastrointestinal sindirim sonrası yapılan laktik asit bakteri sayımında, inek sütünden yapılan geleneksel yoğurt örneğinde LAB tespit edilememiştir. Koyun sütünden yapılan örnekte LAB'ların bir kısmı canlı kalmış ve bu örnekte 3.14 log kob/g LAB tespit edilmiştir. Koyun sütünden yapılan yoğurtta LAB'ların canlı kalma oranı %58.4 olarak belirlenmiştir. Canlı mikroorganizmaların tüketilen üründe var olması yönünde bir tercih yapılacağı zaman, koyun sütünden yapılan yoğurdun daha iyi olabileceği bu çalışma ile belirlenmiştir.

Endüstriyel turşu örneğinde simüle edilmiş sindirim öncesi ve sonrası LAB bulunamamıştır. Geleneksel turşu örneğinde ise 6.84 log kob/g LAB belirlenmiştir. [Şenol ve ark. \(2019\)](#) tarafından yapılan çalışmada, endüstriyel turşu, limon tuzu ilaveli ve limon tuzu olmadan üretilen geleneksel turşu örneklerinde LAB sayımı yapılmıştır. Bu araştırmacılar endüstriyel turşu örneğinde laktik asit bakterisi bulunmadığını, limon tuzu ilaveli ve limon tuzu olmadan üretilen geleneksel üretim örneklerinde ise sırası ile 4.19 log kob/g ve 4.15 log kob/g LAB bulunduğunu ortaya koymuşlardır. Belirtilen bu değerler, bizim elde ettiğimiz değerlerden yüksektir. Aradaki farklılıklar muhtemelen sebzelerin mikroflora farklılığı ile turşunun bekletilme sürelerinin farklılığından kaynaklanmaktadır.

Turşu, laktik asit fermantasyonu ile üretilen bir ürün olduğundan potansiyel bir probiyotik mikroorganizma kaynağı olarak düşünülmektedir ki mevcut çalışmada belirlenen toplam LAB sayısı probiyotik gıdalarda bulunması gereken toplam probiyotik bakteri sayısı alt sınırı olan 10^6 değerinden yüksektir. Ancak, LAB'lar probiyotik mikroorganizmaların önemli bir gurubunu oluştursa da bütün LAB'lar probiyotik bakteri sınıfına dahil değildir. Bu nedenle, bu çalışmada toplam LAB sayısının, $6.84 \log \text{ kob/g}$ olması, bu mikroorganizmaların probiyotik mikroorganizma olarak nitelendirilmesi anlamına gelmemelidir. Nitekim, bu iddia Tokatlı ve ark. (2015) tarafından da doğrulanmıştır. Bu araştırmacılar, geleneksel çubuk turşularından izole edilen ve probiyotik olduğu düşünülen LAB'ların mide ortamında dayanıklılığını, safra tuzlarına karşı direncini ve pepsin-pankreatin varlığında canlılıklarını incelenmiştir. Elde edilen 39 suştan 22 tanesinin probiyotik mikroorganizma olma potansiyeline sahip olduğunu saptamışlardır.

Bir mikroorganizmanın probiyotik mikroorganizma olarak nitelendirilmesi koşullarından birisi bu mikroorganizmaların, bağırsaklarda canlılığını sürdürerek, çoğalarak ve kolonize olarak, patojen mikroorganizmalar ile besin gibi bileşenler için rekabete girmesidir. Bu çalışmada, geleneksel turşuda $6.84 \log \text{ kob/g}$ olan LAB sayısının simüle edilmiş gastrointestinal sindirim sonrası, $2 \log \text{ kob/g}$ ' a düşmüş olması turşudaki mevcut LAB'ların bağırsak sisteminde canlılıklarını önemli oranda yitirdiğinin delilidir. Nitekim geleneksel karışık turşuda LAB canlı kalma oranının %29.23 olduğu ortaya konulmuştur.

Turşu, meyve sebzelerin yüksek tuz içeren (%10 civarında) (Diker ve ark., 2021) salamura dayaaklılık kazandığı bir üründür. Aşırı tuz alımının kan basıncının yükselmesiyle ölüm ve sakatlık sorunlarına neden olan kardiyovasküler hastalık riskini arttırdığı bilinmektedir. DSÖ'ye göre yetişkinlerde günlük tuz miktarı tüketimi %5'in altına düşürülmelidir. Tuz alımını günde 1 g azaltmanın, iskemik kalp hastalığı riskini yaklaşık %4 ve inme riskini yaklaşık %6 azaltabileceği bildirilmektedir (Tan ve ark., 2022).

Sonuç olarak turşuda LAB bulunduğu ancak LAB'ların canlılıklarını önemli oranda yitirdiği ve canlılık oranının %29' a düştüğü belirlenmiştir. Bununla birlikte PCR gibi moleküler testler ve diğer probiyotik mikroorganizma varlığını ortaya koyacak kültürel sayımlar ile probiyotik mikroorganizma varlığı tam olarak ortaya koyacak ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

Endüstriyel şalgam suyu, ekşi mayalı hamurdan yapılan ekmek ve tarhana örneklerinde simüle edilmiş gastrointestinal sindirim öncesi ve sonrası yapılan laktik asit bakteri sayımında bu örneklerde LAB olmadığı tespit edilmiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda bu örneklerin LAB sayıları ile ilgili farklı sonuçlar rapor edilmiştir. Örneğin, Özer ve Çoksöyler (2015), geleneksel yolla üretilen 3 farklı şalgam suyu, piyasadan toplanan 14 farklı şalgam suyu ve bozulmuş veya bozulmakta olan 9 farklı şalgam suyu örneklerinde laktik asit bakteri tayini yapmışlardır. Üretilen 3 şalgam suyunda LAB sayısının; 1.8×10^6 , 1.1×10^6 ve $1.6 \times 10^7 \text{ kob/g}$ olduğu belirlenmiştir. Piyasadan toplanan 14 farklı şalgam suyunda LAB miktarı; en az $2.4 \times 10^4 \text{ kob/g}$ ve en yüksek ise $8.6 \times 10^7 \text{ kob/g}$, bozulmuş veya bozulmakta olan 9 farklı şalgam suyu örneklerinde laktik asit bakteri miktarı; en az $1.4 \times 10^6 \text{ kob/g}$ ve en yüksek $4.9 \times 10^8 \text{ kob/g}$ olarak saptanmıştır. Cetin ve Duru Arslan (2020), kontrol şalgam örneğinde $1.98 \log \text{ kob/g}$, %6 mısır kırma katkılı şalgam örneğinde $1.8 \log \text{ kob/g}$, %6 buğday kırma katkılı şalgam örneğinde $2.13 \log \text{ kob/g}$, %3 melas katkılı şalgam örneğinde $3.09 \log \text{ kob/g}$ LAB olduğunu ortaya koymuştur.

Benzer şekilde, Şenol ve ark. (2019), Trakya, Kahramanmaraş yörelerine ait tarhanalar ile endüstriyel tarhana numunelerinde LAB bulunmadığını rapor etmiştir. Kayseri, Kastamonu ve Antalya yörelerine ait tarhana numunelerinde ise sırası ile; 10^6 , 10^5 ve 10^4 kob/g LAB olduğu aynı çalışmada belirlenmiştir. Başka bir çalışmada Kivanc ve Funda (2017), 7 günlük fermantasyon sürecinin başında ve sonunda LAB sayısını incelemiştir. Fermantasyonun ilk gününde $1.32 \times 10^2 \text{ kob/g}$ olan LAB sayısının fermantasyonun son gününde $4.2 \times 10^4 \text{ kob/g}$ 'a yükseldiği tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, şalgam ve tarhanalarda LAB sayısının bölgeden bölgeye ve fermentasyon süresine göre değişebileceğini göstermekte ve bizim bulgularımızı doğrulamaktadır.

Ekşi mayalı ekmek numunesi laktik asit bakteri sayımı ve simüle edilmiş gastrik koşullar sonrası yapılan laktik asit bakteri sayımı sonucunda örneklerde LAB tespit edilememiştir veya $< 10^2$ olarak belirlenmiştir. Ekşi maya yüksek oranda LAB içermektedir. Bakırcı ve Ergun (2017), İzmir ilinde bulunan 10 farklı yerel fırından aldıkları ekşi hamur örneklerinde $1.2 \times 10^7 \text{ kob/g}$ - $2.5 \times 10^8 \text{ kob/g}$ LAB olduğunu tespit etmişlerdir. Ekşi mayada yüksek oranda LAB bulunmasına ve bunların probiyotik olma potansiyelleri yüksek olmasına rağmen (Li ve ark., 2019; Kaya ve ark., 2022) ekşi mayalı hamurdan

yapılan ve 220°C ve üzerindeki sıcaklıklarda pişirilen ekmeklerde LAB bulunmaması beklenen bir durumdur.

Sonuç olarak geleneksel turşu ve kefir örneklerinde LAB sayısının 6 log ve üzerinde olduğu diğer örneklerde ise 6 log altında LAB bulunduğu belirlenmiştir. Bütün örneklerde simüle edilmiş sindirim sonrası LAB miktarında önemli düşümler kaydedilmiş ve canlılık oranları geleneksel kefir için %71.67, endüstriyel kefir için %54.2, yoğurt (koyun sütünden yapılan) %58.04 ve geleneksel turşu için %29.23 olmuştur. Her iki kefir örneğinde ise yaklaşık 7 log kob/g LAB bulunduğu, in vitro sindirim sonucu LAB sayısında 2-3 log düşüş olduğu belirlenmiştir.

3.2. pH analizi

Örneklerin pH analiz sonuçları Çizelge 3’de verilmiştir. Çalışmada, geleneksel kefir örneğinin pH değeri 4.03 ve endüstriyel kefir örneğinin pH değeri 4.19 bulunmuştur. Sütün kefir taneleri ile aşılmasından sonra fermantasyon ile pH değeri kademeli olarak düşmekte, laktik asit bakterileri ve maya popülasyonları artmaktadır. Kefirin 22 saatlik fermantasyon sonunda pH değerinin 4.55, laktik asit bakteri miktarının ise 8.64 log kob/g olduğu bildirilmiştir (Guzel-Seydim ve ark., 2005).

Koyun sütünden yapılan ev yoğurdu, inek sütünden yapılan ev yoğurdu ve endüstriyel yoğurt numunelerinin pH değerleri sırası ile 3.58, 3.75, 3.99 olarak tespit edilmiştir. Çelikel Güngör ve ark. (2020), koyun sütünden yapılan yoğurt, inek sütünden yapılan yoğurt ve endüstriyel yoğurt örneklerinde pH analizi yapmış ve sonuçları sırası 3.66, 3.83, 4.41 olarak belirlemişlerdir.

Çizelge 3. pH değerindeki değişimler

Ürünler	pH Analizi
Geleneksel Kefiri	4.03
Endüstriyel Kefir	4.19
İnek Sütünden Yapılan G. Yoğurt	3.75
Koyun Sütünden Yapılan G. Yoğurt	3.58
Endüstriyel Yoğurt-A	3.99
Endüstriyel Yoğurt-B	4.01
Karışık Geleneksel Turşu	3.24
Karışık Endüstriyel Turşu	3.57
Endüstriyel Şalgam	3.27
Geleneksel Tarhana	5.01
Endüstriyel Ekşi Ekmek	5.44

Karışık ev turşusu ve endüstriyel turşu numunesinde pH değeri sırası ile 3.24, 3.57 olarak belirlenmiştir. Çetin (2011), depolamanın ilk gününde turşu örneğinde pH değerinin 3.58 olduğunu belirlemiştir.

Endüstriyel şalgam numunesinin pH değeri 3.27 olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar Bayram ve ark. (2014) tarafından bildirilen sonuçlar ile uyumludur.

Ev tarhanası örneğinin 5.01 pH değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Avcı ve ark. (2019), buğday unu+kefir, buğday unu+yoğurt, mısır unu+kefir, mısır unu+yoğurt formülasyonlarını kullanarak, üç farklı fermantasyon süresinde üretilen tarhana örneklerinin pH değerlerini incelemişlerdir. En düşük pH değeri, buğday unu+yoğurt fomülasyonu ile 24 saat fermente edilen tarhana örneğinde 6.67 pH olarak belirlenmiştir. En yüksek pH değerinin, mısır unu+kefir formülasyonu ile 48 saat fermente edilen tarhana örneğinde 5.88 pH olduğu tespit edilmiştir.

Laktik asit bakterilerinin ürettikleri laktik asit ile ortamın pH’sını düşürdükleri bilinmektedir. Bizim çalışmamızda pH değeri en düşük olan karışık geleneksel turşu örneğinin (3.24) en yüksek LAB değerlerine (6.84) sahip örneklerden biri olduğu belirlenmiştir. Diğer taraftan pH değeri en düşük örneklerden birisi olan endüstriyel şalgam örneklerinde (3.27) LAB bulunamamıştır. Bu durum, bu üründe koruyucu madde bulunması nedeniyle LAB’ların inhibe olması şeklinde açıklanabilir.

4. Sonuç

Bu çalışmada bazı fermente gıdaların, LAB sayıları ve LAB' ların simule edilmiş gastrointestinal sindirim sonrası canlı kalma oranları incelenmiştir. Bir gıdanın probiyotik olarak tanımlanabilmesi için sağlık yararlarından en az birinin canlı mikroorganizma tarafından sağlanması, bir mikroorganizmanın probiyotik olarak nitelendirilebilmesi için ise o mikroorganizmanın diğer pek çok özelliğe ilaveten bağırsaklarda canlı kalma ve kolonize olması özelliğine sahip olması gerekmektedir. Ayrıca bir gıdada en az 10^6 canlı probiyotik bakteri olması gerektiği de bildirilmektedir. Bu bağlamda bu çalışmada analize alınan örneklerin toplam LAB sayılarının, (kefir ve geleneksel turşu hariç) bu limitin altında kaldığı görülmüştür. Ayrıca bu gıdaların tamamında LAB' ların canlılığının bağırsak sisteminde önemli oranda yitirdiği de belirlenmiştir. Ancak probiyotik mikroorganizmaların tamamının LAB grubunda olmadığı ve bu çalışmada o grupların belirlenmediği de göz önünde bulundurulduğunda başka kültürel ve moleküler testler ile bu gıdalardaki probiyotik mikroorganizma sayısının kesin olarak ortaya konulması gerekmektedir. Bununla birlikte, LAB grubundaki mikroorganizmaların tamamının probiyotik özelliğe sahip olmadığı da unutulmamalıdır. Bu nedenle, yüksek tuz içeriği nedeniyle sağlık üzerindeki olumsuz etkilere sahip olduğu bilinen turşunun benzer şekilde yüksek oranda karbonhidrat içeren ekşi mayalı ekmeğin “probiyotik kaynağı” olduğu için tüketilmesinin bireylere faydadan çok zarar sağlayacağı düşünülmektedir. Probiyotik mikroorganizma kaynağı olarak turşu yerine, kefir ve koyun sütünden yapılan yoğurdun tüketilmesi, tüketici sağlığı açısından daha doğru bir tercih olacaktır. Yoğurt gibi sağlık üzerindeki etkileri çok sayıda klinik çalışma ile ortaya konan gıdaların sağlığa faydalı canlı ve aktif mikroorganizma içeren gıdalar olduğu, bu ürünlerin günlük diyetin bir parçası olarak düzenli olarak tüketilmesiyle probiyotik mikroorganizmalardan beklenen etkinin de elde edilebileceği bu çalışmadan çıkarılan sonuçlardan birisidir.

Kaynakça

- Adams, C. A. (2010). The probiotic paradox: live and dead cells are biological response modifiers. *Nutrition Research Reviews*, 23(1), 37-46. doi:10.1017/S0954422410000090
- Avcı, A., Akçay, F. A., Can, C., & Demir, S. (2019). Mısır unu ve kefir kullanılarak üretilen tarhanaların bazı özelliklerinin belirlenmesi. *Food and Health*, 5(3), 168-174. doi:10.3153/FH19018
- Bakırcı, F., & Köse, E. (2017). Ekşi hamurlardan laktik asit bakterileri ve mayaların izolasyonu ve tanımlanması. *Akademik Gıda*, 15(2), 149-154. doi:10.24323/akademik-gida.333670
- Bayram, M., Erdoğan, S., Esin, Y., Saraçoğlu, O., & Kaya, C. (2014). Farklı siyah havuç miktarlarının şalgam suyunun bileşimine ve duyuşal özellikleri üzerine etkisi. *Akademik Gıda*, 12(1), 29-34.
- Bilginer, H., & Çetin, B. (2019). Probiyotikler ve belirlenmelerinde kullanılan in vitro testler. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 50(3), 312-325. doi:10.17097/ataunizfd.549552
- Çelikel Güngör, A., Gürbüz, S., Akın, M. S., Akın, M. B., & Palabıçak, B. (2020). Mardin'de satılan çiğ sütlerin bazı fizikokimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri. *Harran Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 9(1), 1-5. doi:10.31196/huvfd.643972
- Çetin, B. (2011). Production of probiotic mixed pickles (Tursu) and microbiological properties. *African Journal of Biotechnology*, 10(66), 14926-14931. doi:10.5897/AJB11.2621
- Cetin, I., & Duru Arslan, A. (2020). Determination of some quality properties of ensiled forage turnip (*Brassica rapa*) with different additives. *Fresenius Environmental Bulletin*, 29(4), 2766-2771.
- Demircan, B. (2017). *Probiyotik laktik asit bakterileri kullanılarak bitkisel süt ikamelerinden fermente içecek tasarımı*. (MSc), İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü İstanbul, Türkiye.
- Diker, A., Akar, E., Akgün, R., & Tarhan, Ö. (2021). Farklı Sirke Türleri ile Yapılan Hıyar Turşularının Bazı Kalite Parametrelerinin İncelenmesi. *Gıda ve Yem Bilimi Teknolojisi Dergisi*, 26, 30-39.
- Durak, Y., Keleş, F., Uysal, A., & Aladağ, M. O. (2008). Konya yöresi taze ev yapımı yoğurtların mikrobiyolojik özelliklerinin araştırılması. *Selcuk Journal of Agriculture and Food Sciences*, 22(44), 113-117.
- Fakruddin, M. D., Hossain, M. N., & Ahmed, M. M. (2017). Antimicrobial and antioxidant activities of *Saccharomyces cerevisiae* IFST062013, a potential probiotic. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, 17, 1-11. doi:10.1186/s12906-017-1591-9
- Guzel-Seydim, Z., Wyffels, J. T., Seydim, A. C., & Greene, A. K. (2005). Turkish kefir and kefir grains:

- microbial enumeration and electron microscobic observation. *International Journal of Dairy Technology*, 58(1), 25-29. doi:10.1111/j.1471-0307.2005.00177.x
- Haffner, F. B., Diab, R., & Pasc, A. (2016). Encapsulation of probiotics: Insights into academic and industrial approaches. *AIMS Materials Science*, 3(1), 114-136. doi:10.3934/matricsci.2016.1.114
- Hill, C., Guarner, F., Reid, G., Gibson, G. R., Merenstein, D. J., Pot, B., ..., & Salminen, S. (2014). The International Scientific Association for Probiotics and Prebiotics consensus statement on the scope and appropriate use of the term probiotic. *Nature Reviews Gastroenterology & Hepatology*, 11(8), 506-514. doi:10.1038/nrgastro.2014.66
- Huang, C. H., Li, S. W., Huang, L., & Watanabe, K. (2018). Identification and classification for the *Lactobacillus casei* group. *Frontiers in Microbiology*, 9, 1974. doi:10.3389/fmicb.2018.01974
- Karabıyıklı, Ş., & Daştan, S. (2016). Geleneksel ve fonksiyonel bir gıda olan kefirin mikrobiyolojik profili. *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 33(1), 75-83.
- Karacaoğlu, Ş., & Özdemir, S. (2021). Mahalli ve ulusal düzeyde üretilerek Erzurum piyasasında tüketime sunulan yoğurtların bazı mikrobiyolojik, fiziksel ve kimyasal açısından karşılaştırılması. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 22, 381-392. doi:10.31590/ejosat.845025
- Kaya, Y., Erten, T., Vurmaz, M., İspirli, H., Şimşek, Ö., & Dertli, E. (2022). Comparison of the probiotic characteristics of Lactic Acid Bacteria (LAB) isolated from sourdough and infant feces. *Food Bioscience*, 47, 101722. doi:10.1016/j.fbio.2022.101722
- Kechagia, M., Basoulis, D., Konstantopoulou, S., Dimitriadi, D., Gyftopoulou, K., Skarmoutsou, N., & Fakiri, E. M. (2013). Health benefits of probiotics: a review. *ISRN Nutrition*, 2013, 481651. doi:10.1016/j.fbio.2022.101722
- Kivanc, M., & Funda, E. G. (2017). A functional food: a traditional Tarhana fermentation. *Food Science and Technology*, 37, 269-274. doi:10.1590/1678-457X.088
- Li, Y., Liu, T., Zhao, M., Zhong, H., Luo, W., & Feng, F. (2019). In vitro and in vivo investigations of probiotic properties of lactic acid bacteria isolated from Chinese traditional sourdough. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 103, 1893-1903. doi:10.1007/s00253-018-9554-8
- Marco, M. L., Sanders, M. E., Gänzle, M., Arrieta, M. C., Cotter, P. D., De Vuyst, L., ..., & Merenstein, D., Reid, G., Wolfe, B. E., Hutkins, R. (2021). The International Scientific Association for Probiotics and Prebiotics (ISAPP) consensus statement on fermented foods. *Nature Reviews Gastroenterology & Hepatology*, 18(3), 196-208. doi:10.1038/s41575-020-00390-5
- Maturin, L. J. (2001). Aerobic plate count. In: Bacteriological analytical manual online. [Http://www.cfsan.fda.gov/~Ebam/Bam-3.html](http://www.cfsan.fda.gov/~Ebam/Bam-3.html)
- Özer, N., & Çoksöyler, F. N. (2015). Şalgam suyunun bazı kimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri. *Gıda*, 40(1), 31-38. doi:10.15237/gida.GD14068
- Paparo, L., Tripodi, L., Bruno, C., Pisapia, L., Damiano, C., Pastore, L., & Berni Canani, R. (2020). Protective action of *Bacillus clausii* probiotic strains in an in vitro model of Rotavirus infection. *Scientific Reports*, 10(1), 12636. doi:10.1038/s41598-020-69533-7
- Purutoğlu, K., İspirli, H., Yüzer, M. O., Serencam, H., & Dertli, E. (2020). Diversity and functional characteristics of lactic acid bacteria from traditional kefir grains. *International Journal of Dairy Technology*, 73(1), 57-66. doi:10.1111/1471-0307.12633
- Raghuwanshi, S., Misra, S., Sharma, R., & Bisen, P. S. (2015). Indian perspective for probiotics: A review. *Indian Journal of Dairy Science*, 68(3), 195-205.
- Salminen, S., Collado, M. C., Endo, A., Hill, C., Lebeer, S., Quigley, E. M. M., ..., & Vinderola, G. (2021). The International Scientific Association of Probiotics and Prebiotics (ISAPP) consensus statement on the definition and scope of postbiotics. *Nature Reviews Gastroenterology & Hepatology*, 18(9), 649-667. doi:10.1038/s41575-021-00440-6
- Şenol, E., Halime, U., Kaynar, K., Güven, Ş. H., & Durak, M. Z. (2019). Farklı yörelerden toplanan geleneksel fermente ürünlerin (turşu suyu, tarhana ve ekşi maya) probiyotik içeriğinin fourier dönüşümlü infrared spektrofotometre (FTIR) ile belirlenmesi. *İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 1(3), 9-13.
- Tan, K., & Ertekin, Ö. (2017). Yerli ineklerden elde edilen sütlerden üretilen kefirin ph ve laktik asit bakteri değerleri. *Bilim ve Gençlik Dergisi*, 5(2), 155-159.
- Tan, M., He, F., Morris, J. K., & MacGregor, G. (2022). Reducing daily salt intake in China by 1 g could prevent almost 9 million cardiovascular events by 2030: a modelling study. *BMJ Nutrition*,

- Prevention & Health*, 5(2), 164-170. doi:10.1136/bmjnp-2021-000408
- Taylan, G. (2017). *Manda süt ürünlerinden izole edilen laktik asit bakterilerinin tanımlanması ve probiyotik özelliklerinin belirlenmesi*. (MSc), Çanakkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Çanakkale, Türkiye.
- Tokatlı, M., Gülgör, G., Bağder Elmacı, S., Arslankoz İşleyen, N., & Özçelik, F. (2015). In vitro properties of potential probiotic indigenous lactic acid bacteria originating from traditional pickles. *BioMed Research International*, 2015, 1-8. doi:10.1155/2015/315819
- Yıldız, B., Çakıcı, A., Uslu, D. Y., & Hasan, U. (2021). Ekmek üretiminde ekşi maya üzerine taze meyvelerin kullanımının etkisi. *Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 10(1), 150-159. doi:10.28948/ngumuh.756207
- Yılmaz, M. T., Taylan, O., Karakas, C. Y., & Dertli, E. (2020). An alternative way to encapsulate probiotics within electrospun alginate nanofibers as monitored under simulated gastrointestinal conditions and in kefir. *Carbohydrate Polymers*. 244, 116447. doi:10.1016/j.carbpol.2020.116447
- Ying, D., Schwander, S., Weerakkody, R., Sanguansri, L., Gantenbein-Demarchi, C., & Augustin, M. A. (2013). Microencapsulated *Lactobacillus rhamnosus* GG in whey protein and resistant starch matrices: Probiotic survival in fruit juice. *Journal of Functional Foods*, 5(1), 98-105. doi:10.1016/j.jff.2012.08.009



Research Article

Homogeneity and Change Point Detection Analysis of Seasonal and Annual Precipitation and Temperature Series Van, Türkiye

Islam YASA^{*1}, Mehmet Ishak YUCE², Musa ESIT³

¹ Ondokuz Mayıs University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, Samsun, Türkiye

² Adiyaman University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, Adiyaman, Türkiye

³ Gaziantep University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, Gaziantep, Türkiye

Islam YASA, ORCID No: [0000-0002-4809-9471](https://orcid.org/0000-0002-4809-9471) Mehmet Ishak YUCE, ORCID No: [0000-0002-6267-9528](https://orcid.org/0000-0002-6267-9528)

Musa ESIT, ORCID No: [0000-0003-4509-7283](https://orcid.org/0000-0003-4509-7283)

*Sorumlu yazar e-posta: islam.yasa@omu.edu.tr

Article Info

Received: 15.11.2022

Accepted: 07.04.2023

Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1204538](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1204538)

Keywords

Change-point,
Homogeneity test,
Precipitation,
Temperature,
Van

Abstract: The quality and consistency of historical temperature and precipitation records are extremely important to researchers who study water resources, hydrological processes, and climate change. In this regard, Homogeneity tests are helpful tools for managing the accuracy and consistency of the data. In this study, the homogeneity of long-term annual and seasonal precipitation and temperature records obtained from five meteorological stations located in Van, Turkey, is examined using Standard Normal Homogeneity (SNHT), Pettitt (PT), Buishand Range (BR), and Cumulative Deviation (CD) tests at a significance level of 0.05. Finally, change-points were determined for each station where the homogeneity was disturbed. As a result of the study, there is mostly homogeneity in the precipitation data, and the homogeneity in the temperature data is deteriorated. The results of this study constitute a source of information in terms of the reliability of the meteorological data series. As a result, the reliability of the data should be questioned in the hydrological studies to be carried out in the Van region and the data should be made reliable in the projects to be carried out.

Mevsimsel ve Yıllık Yağış ve Sıcaklık Serilerinin Homojenlik ve Değişim Noktası Tespit Analizi Van, Türkiye

Makale Bilgileri

Geliş: 15.11.2023

Kabul: 07.04.2023

Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1204538](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1204538)

Anahtar Kelimeler

Değişim noktası,
Homojenlik testi,
Sıcaklık,
Van,
Yağış

Öz: Su kaynakları, hidrolojik süreçler ve iklim değişikliği alanlarını inceleyen araştırmacılar, tarihsel sıcaklık ve yağış serilerinin doğruluğuna ve tutarlılığına büyük önem vermektedir. Bu bağlamda, homojenlik testleri, verilerin doğruluğunu ve tutarlılığını yönetmek için yararlı araçlardır. Bu çalışmada, Türkiye'nin Van ilinde bulunan beş meteoroloji istasyonundan alınan uzun süreli yıllık ve mevsimsel yağış ve sıcaklık kayıtlarının homojenliği, Standart Normal Homojenlik (SNHT), Pettitt (PT), Buishand Range (BR) ve Kümülatif Sapma (CD) testleri kullanılarak 0.05 anlamlılık düzeyinde incelenmiştir. Son olarak homojenliğin bozulduğu her istasyon için kırılma noktaları tespit edilmiştir. Çalışmanın sonucunda yağış verilerinde çoğunlukla homojenliğin olduğu sıcaklık verilerinde ise homojenliğinin bozulduğu söylenebilir. Bu çalışmanın sonuçları, meteorolojik veri serilerinin güvenilirliği açısından bir bilgi kaynağı oluşturmaktadır. Sonuç olarak Van bölgesinde yapılacak olan hidrolojik çalışmalarda verilerin güvenilirliği sorgulanmalı ve yapılacak projelerde verilerin güvenilir hale getirilmesi gerekmektedir.

1. Introduction

Analysis of climate change has become necessary given the possibility that the impact of extreme events such as heavy rainfall or rising temperatures in recent times is attributable to climate change, which causes danger and anxiety to communities, the natural environment, and human life (Yozgatlıgil & Yazıcı 2016; Yüce et al., 2019; Yıldırım & Rahman 2022). Climate analysis requires accurate measurement of climate data. However, issues resulting from a variety of parameters, such as the environment around the station, the accuracy of the measurement tool, the relocation of stations, equipment changes, equipment losses, equipment shifts, and changes in the collection method, have an impact on the climate data (Karl & Williams 1987; Khaliq & Ouarda 2007; Dikbas et al., 2010; Şahin & Cıgızoğlu 2010; Ho Ming & Yusof 2012; Yuce et al., 2022; Yuce & Esit 2021). These aspects need to be recognized and considered for scientific and meteorological analyses.

Hydrological time series, one of the climate data, are the outputs of certain natural conditions and may show irregular fluctuations. In addition, these series may show significant trends or jumps (Wong et al., 2006; Yüce et al., 2018; Elzeiny et al., 2019). The reliability and homogeneity of the data should be assessed before beginning a research study, climate analysis, water resources management, or project planning. The homogeneity analysis is a crucial component of this quality control. Once the series' homogeneity has been established, the non-homogeneous series should either be adjusted or excluded from the analysis (Ahmad & Deni 2013; Yozgatlıgil & Yazıcı 2016; Kazemzadeh & Malekian 2018). Consistency issues might arise when non-homogeneous climatological time series is used in the project and research study.

Ho Ming & Yusof (2012) examined the homogeneity of the daily rainfall series of 33 Damansara, Johor, and Kelantan stations in the Malaysian Peninsula using four methods: the SNHT, the BR test, the Pettitt test, and the VNR test. They observed that these 33 stations were homogeneous in their annual average and annual maximum rainfall, and there was no homogeneity in only 12.12% of their annual median. Agha et al. (2017) investigated the homogeneity of the recorded long-term precipitation data of 9 meteorological stations in northern Iraq, namely Mosul, Dohuk, Erbil, Suleimaniyah, Kirkuk, Telaffer, Sinjar, Dokan, and Derbandghan, with the Pettitt, SNHT, BR, and VNR tests at a significance level of 0.05. the SHNT test results based on annual data indicate that there was no homogeneity among the four stations. Mosul and Derbandghan stations also showed inhomogeneous Pettitt results. Elzeiny et al. (2019) obtained precipitation data from 30 meteorological stations along the Upper Blue Nile River Basin between 1901 and 2013. they determined the precipitation data homogeneity by using SNHT, BR, Pettitt, and VNR tests, frequently used in the literature. According to the SNHT and BR tests results, the annual series of all stations were homogeneous and classified as “useful” at the 95% significance level. However, in the Von Neumann ratio test, the homogeneous data of six stations were not homogeneous. It revealed that 14 stations were not homogeneous according to the Pettitt test, which confirmed that it was more sensitive in detecting inhomogeneity for time series. Şenocak & Emek (2019) examined the homogeneity of Monthly Precipitation data of 46 meteorological stations in the Eastern Anatolia Region with the Run and Pettitt tests. The results showed that the data of seven stations according to the Pettitt test and one station according to the Run test were not homogeneous. The results of the two tests determined the homogeneity of the precipitation data of 38 stations. In the study performed by Yılmaz (2021), homogeneity analysis was applied to the monthly average temperature (°C) and total precipitation (mm) data of 17 stations between 1961 and 2019 in the Black Sea Region. The analysis was conducted in annual, seasonal, and monthly time series. Von Neumann ratio test, Run, Pettitt, BR, and SNHT were used among the homogeneity methods. Considering the results of the study, while the annual precipitation data was found non-homogeneous at three stations according to the Buishand, SNHT, and Von Neumann tests, four stations showed as non-homogeneous according to the Pettitt in one station according to the Run test. Apart from these stations, no deterioration in homogeneity was observed at other stations. In the annual temperature data, it was observed that homogeneity was impaired at all stations according to the Pettitt, Buishand, and SNHT and at all stations except one station according to the Von Neumann test. Compared to these tests, the Run test determined that all stations were homogeneous except for four stations.

In this study, we examined the homogeneity of the annual and seasonal precipitation and temperature series of five meteorological stations in the Van Region by applying Standard Normal

Homogeneity (SNHT), Pettitt (PT), Buishand Range (BR), and Cumulative Deviation (CD) homogeneity tests and detecting the years of change when not homogeneous.

2. Material and Methods

2.1. Study area and data

Eastern Anatolia, one of Turkey's seven regions, has the highest elevation, with an average height of approximately 2000 meters. It was formed as a result of compression due to the collision of the Eurasian and Arabian plates about 13 million years ago (Şaroğlu & Yılmaz 1986). The study site is located in the east of Turkey, covering an area of 19069 km² which lies between the latitudes of 37° 43' and 39° 26' N and the longitudes of 42° 40' and 44° 30' E as shown in Figure 1. Lake Van, located in the Van region, is the largest lake in Turkey, with a surface area of 3602 km² and a maximum depth of 451 meters. It is the largest lake in the world as a soda lake, with a salinity of 21.7%, a water volume of 614 km³, and a pH value of 9.7.

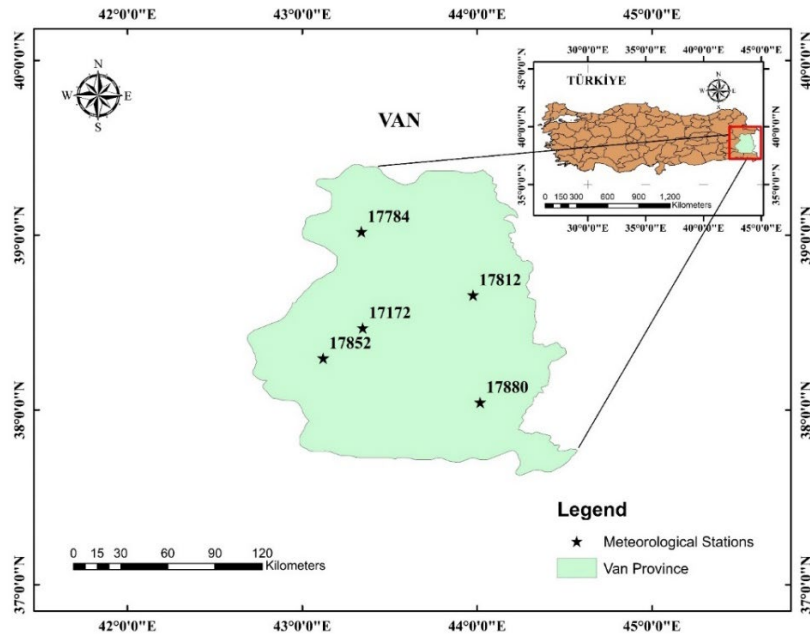


Figure 1. Location of meteorological stations in Van.

In this study, five meteorological stations including Van Bölge (17172), Erciş (17784), Özalp (17812), Gevaş (17852) and Başkale (17880) are performed. Figure 1 illustrates the province of Van's location in Turkey, along with the locations of its five meteorological stations, whose latitude and longitude values are listed in Table 1. Figure 1 also shows the location of the Van region in Turkey. While Van Bölge station is located in the centre of Van province, other stations are located around this station. Monthly average precipitation, and average temperature information of these five meteorological stations were obtained from the Turkish State Meteorological Service. The data ranges and descriptive statistics of precipitation and temperature records of stations are presented in Table 1.

Table 1. Descriptive statistics of precipitation and temperature data series. (St. Dev.: Standard Deviations, Cv: Coefficient of variation, Cs: Skewness, r1: kurtosis)

Station	Parameter	Earliest record year	Latest record year	Latitude	Longitude	Mean	St. Dev.	Cv	Cs	r1
17172	Precipitation (mm/yr)	1960	2021	38.4693	43.346	395.25	72.25	0.18	0.19	0.16
	Temperature (°C)					9.46	1.12	0.12	-0.18	0.57
17784	Precipitation (mm/yr)	1965	2021	39.0198	43.3386	433.74	113.78	0.26	0.46	0.36
	Temperature (°C)					8.16	1.07	0.13	0.08	0.39
17812	Precipitation (mm/yr)	1959	2021	38.6573	43.9767	455.32	174.38	0.38	1.77	0.61
	Temperature (°C)					5.84	1.30	0.22	-0.97	0.30
17852	Precipitation (mm/yr)	1982	2021	38.2963	43.1197	499.45	107.22	0.21	0.16	0.37
	Temperature (°C)					9.11	0.77	0.08	0.28	0.27
17880	Precipitation (mm/yr)	1959	2021	38.0435	44.0173	451.44	142.28	0.32	1.97	0.25
	Temperature (°C)					6.12	1.15	0.19	-0.63	0.36

2.2. Homogeneity tests

Four different homogeneity tests were selected to identify the inhomogeneity in the rainfall and temperature meteorological time series. These are SNHT (Alexandersson, 1986), the Pettitt test (Pettitt, 1979), BR (Buishand, 1982), and Cumulative Deviation tests (CD) (Buishand, 1982). These tests, which are homogeneity tests, can determine if a given set of time series data is homogeneous or not (Wijngaard et al., 2003; Ho Ming & Yusof 2012; Elzeiny et al., 2019; Yildirim & Rahman 2022). SNHT, Pettitt test, and BR test, the main advantage of which is the exact year of the breakout and which are commonly referred to as "location-specific tests" (Wijngaard et al., 2003), assumes that, under the alternative hypothesis, it contains a break in the mean and is classified as inhomogeneous (Elzeiny et al., 2019).

2.2.1. Standard normal homogeneity test (SHNT)

The SNHT, proposed by (Alexandersson, 1986), is more susceptible to time series breaks at the start and end. The null and alternative hypotheses are the same in both the Buishand range and Pettitt tests (Agha et al., 2017; Elzeiny et al., 2019). The statistic T_d is computed as:

$$T_d = D\bar{z}_1^2 + (n - d)\bar{z}_2^2, \quad d = 1, 2, \dots, n \tag{1}$$

$$\bar{z}_1 = \frac{1}{d} \sum_{i=1}^d (Y_i - \bar{Y})/s \text{ and } \bar{z}_2 = \frac{1}{n-d} \sum_{i=d+1}^n (Y_i - \bar{Y})/s \tag{2}$$

where \bar{z}_1 and \bar{z}_2 are the parameters of T_d statistic: k is the years of record; \bar{Y} is the mean of time series; Y_i is the annual series which will be tested, and s is the standard deviation.

When the records are broken at any year D , $T(d)$ reaches its maximum near the year $D = d$. As defined above, T_0 is the test statistic:

$$\max_{1 \leq d \leq n} T(d) \tag{3}$$

The critical values of T_0 statistics are given in Table 2. The null hypothesis is rejected if T_0 exceeds a critical value, which is based on the sample size.

Table 2. The 1% critical values (Jaruskova, 1996) and the 5% critical values of T_0 statistic in the standard normal homogeneity test (Alexandersson et al., 1997)

Critical value of T_0 statistic						
	$n = 20$	$n = 30$	$n = 40$	$n = 50$	$n = 70$	$n = 100$
99%	9.56	10.45	11.01	11.38	11.89	12.32
95%	6.95	7.65	8.10	8.45	8.80	9.15

2.2.2. Pettitt test

The Pettitt test is a nonparametric distribution predicated on the Mann-Whitney and Wilcoxon test used to assess categories of homogeneity in time series and can reveal the breakpoint (month or year) at a continuous data set (Pettitt, 1979). The ranks r_1, \dots, r_n , of the Y_n are used to calculate the statistics:

$$X_k = 2 \sum_{i=1}^k r_i - k(n + 1), \quad k = 1, 2, \dots, n \tag{4}$$

If a break is detected in year K, the absolute value of X_k approaches to the maximum value,

$$X_K = \max_{0 \leq x \leq 1} |X_k| \tag{5}$$

The critical values of X_k the statistic in the Pettitt test suggested by Pettitt (1979) is presented in Table 3.

Table 3. The 1% and 5% critical values of X_k statistic

The 1% and 5% critical values of X_k statistic						
	$n = 20$	$n = 30$	$n = 40$	$n = 50$	$n = 70$	$n = 100$
99%	71	133	208	293	488	841
95%	57	107	167	235	393	677

2.2.3. Buishand range test (BR)

A parametric test that is more susceptible to detecting breakpoints in the middle of a time series is the Buishand Range Test (Hawkins, 1977). Buishand (1982) introduced it to find breakpoints in time series assuming test values are independent and normally distributed (Wijngaard et al., 2003).

The following formula is used to determine the statistics-adjusted partial sums;

$$S_0^* = 0 \text{ and } S_k^* = \sum_{i=1}^k (Y_i - \bar{Y}) \quad k = 1, 2, \dots, n \tag{6}$$

When the series is homogeneous S_k^* of the given series will change around zero. When there is a break in the year K, the adjusted partial sums come to a maximum or minimum close to year $k = K$. The test statistic is defined as:

$$Range = [\max S_k^* - \min S_k^*] / s \tag{7}$$

where s is the sample standard deviation. Table 4 shows the crucial values for R/\sqrt{n} .

2.2.4. Cumulative deviation (CD) test

The adjusted partial sums or cumulative deviations (S^*) from the mean can be utilized to test the homogeneity of the data series in the following formula.

$$S_k^* = \sum_{i=1}^k (Y_i - \bar{Y}) \quad k = 1, 2, \dots, n \tag{8}$$

where Y_i is the climatic parameter's observed value i ; \bar{Y} is the sample mean; and the data series' number of records is n . Equation 9 indicates the scaled-adjusted partial sums S_k^* .

$$S_k^{**} = S_k^* / D_x \quad (k = 1, 2, \dots, n) \tag{9}$$

where D_x is the sample standard deviation, which may be determined using the formula below;

$$D_x^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \tag{10}$$

$$Q = \max_{0 \leq k \leq 1} |S_k^{**}| \tag{11}$$

Higher Q statistic values signify non-homogeneity in the time series (Kazemzadeh & Malekian 2018). Based on the 19,999 artificial Gaussian random number sequences, Buishand (1982) provided the crucial Q values for a few specified values of n. Table 4 displays the Q statistic's critical values for the cumulative deviation test.

Table 4. The 1% and 5% critical values of Q/\sqrt{n} statistic in the cumulative deviation test and R/\sqrt{n} statistic in the Buishand range test as a function of n (Buishand, 1982)

n	Q/\sqrt{n} statistic		R/\sqrt{n} statistic	
	95%	99%	95%	99%
10	1.14	1.29	1.28	1.38
20	1.22	1.42	1.43	1.60
30	1.24	1.46	1.50	1.70
40	1.26	1.50	1.53	1.74
50	1.27	1.52	1.55	1.78
100	1.29	1.55	1.62	1.86
∞	1.36	1.63	1.76	2

3. Results

The Pettitt, Standard Normal Homogeneity Test (SNHT), Buishand range test (BR), and Cumulative Deviation tests (CD) were used to determine the homogeneity of the annual and seasonal precipitation and temperature data for each station in the Van region. Homogeneity test results were assessed at a 5% level of significance. When the p-values fell below the 5% level, the data series were found to be inhomogeneous. Table 5 presents the results of the Pettitt test and SNHT homogeneity tests of the annual total precipitation and average temperature series. Furthermore, the results of BR and CD homogeneity tests of these station precipitation and temperature series are given in Figures 2-6. Series are handled with homogeneity states H_a and H_0 in the tables. H_0 indicates that the series are homogeneous, while H_a indicates non-homogeneous.

With a few exceptions, the tests give similar results, as shown by Table 5 and Figures 2-6. The results indicate that the annual total precipitation and average temperature series for the 17172-Van Bölge (Figure 2) and 17852-Gevaş (Figure 5) stations only demonstrate homogeneity in terms of precipitation. In addition to this, it was found that other series' homogeneity was impaired.

Table 5. Annual SHNT and Pettitt tests results (H_0 : Homogeneous, H_a : Nonhomogeneous)

Station Number	Meteorological Variables	SNHT			Pettitt Test		
		p-value	Tk	Decision	p-value	U	Decision
17172 Van Bölge	Annual total precipitation (mm/yr)	0.771	2.681436	H_0	0.545463	229	H_0
	Annual mean temperature (°C)	0	30.68493	H_a	8.75E-08	827	H_a
17784 Erciş	Annual total precipitation (mm/yr)	0.00025	17.50556	H_a	0.093792	310	H_a
	Annual mean temperature (°C)	0	21.18619	H_a	0.002303	461	H_a
17812 Özalp	Annual total precipitation (mm/yr)	0.05275	8.69628	H_a	0.057109	388	H_a
	Annual mean temperature (°C)	0.0005	16.61247	H_a	6.8E-05	660	H_a
17852 Gevaş	Annual total precipitation (mm/yr)	0.28635	5.017537	H_0	0.316282	142	H_0
	Annual mean temperature (°C)	0.0016	13.85905	H_a	0.009435	242	H_a
17880 Başkale	Annual total precipitation (mm)	0	21.81767	H_a	0.14802	332	H_0
	Annual mean temperature (°C)	0	21.88136	H_a	1.6E-06	771	H_a

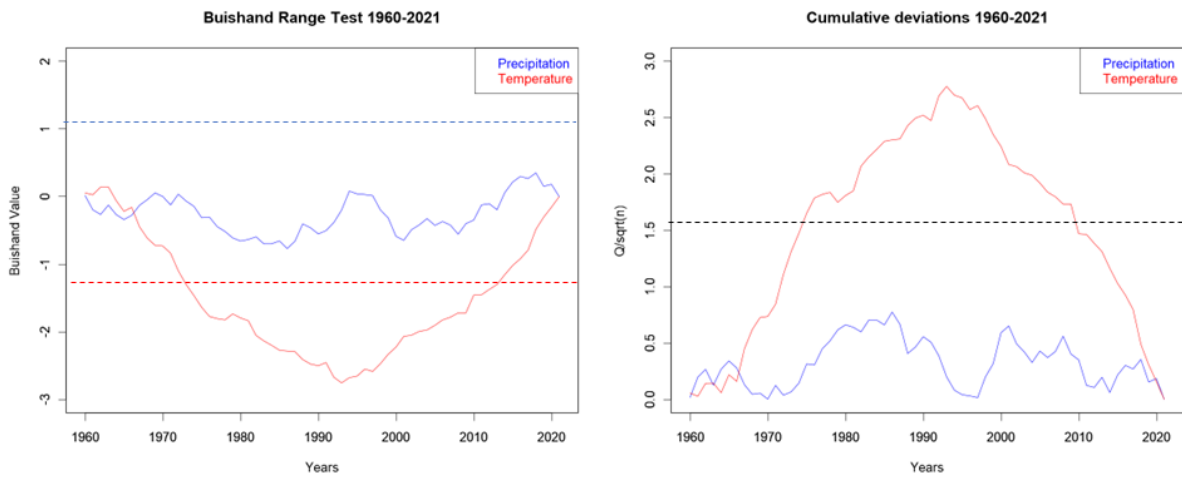


Figure 2. Annual buishand range and cumulative deviations test results of station 17172.

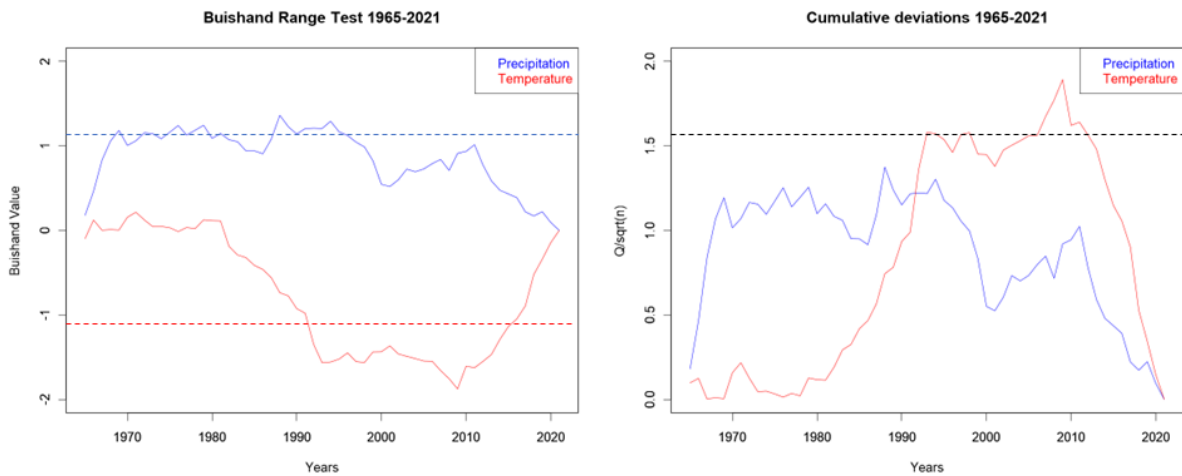


Figure 3. Annual buishand range and cumulative deviations test results of station 17784.

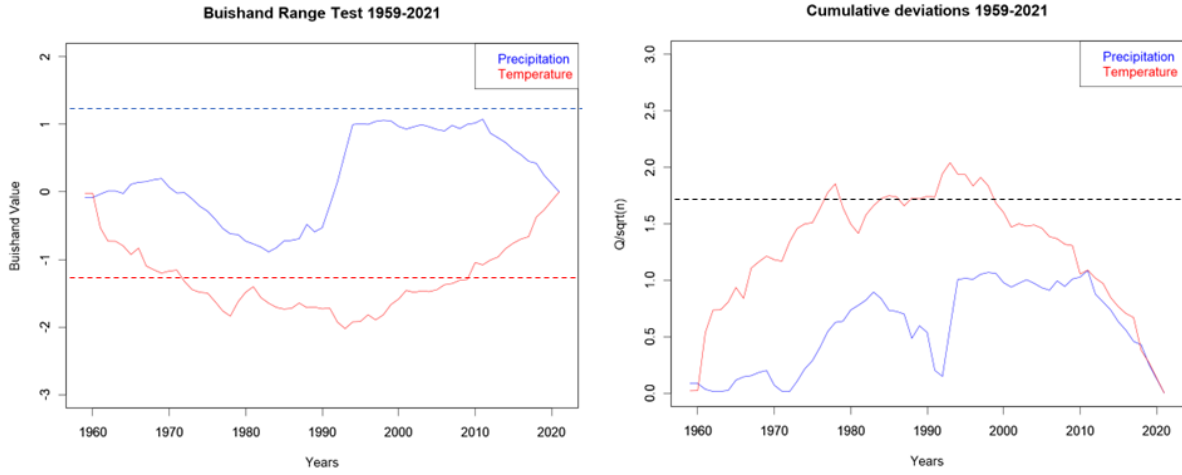


Figure 4. Annual buishand range and cumulative deviations test results of station 17812.

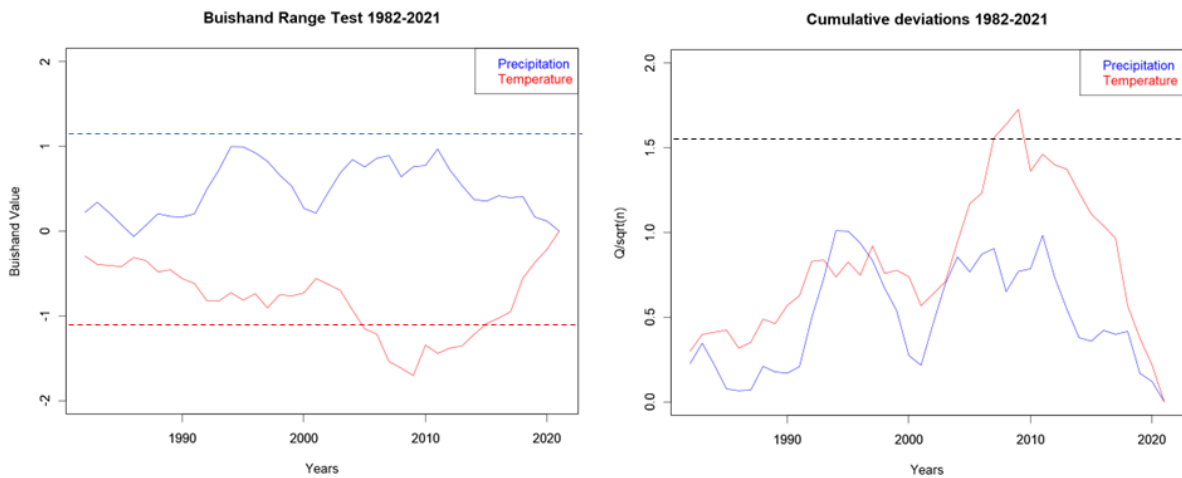


Figure 5. Annual buishand range and cumulative deviations test results of station 17852.

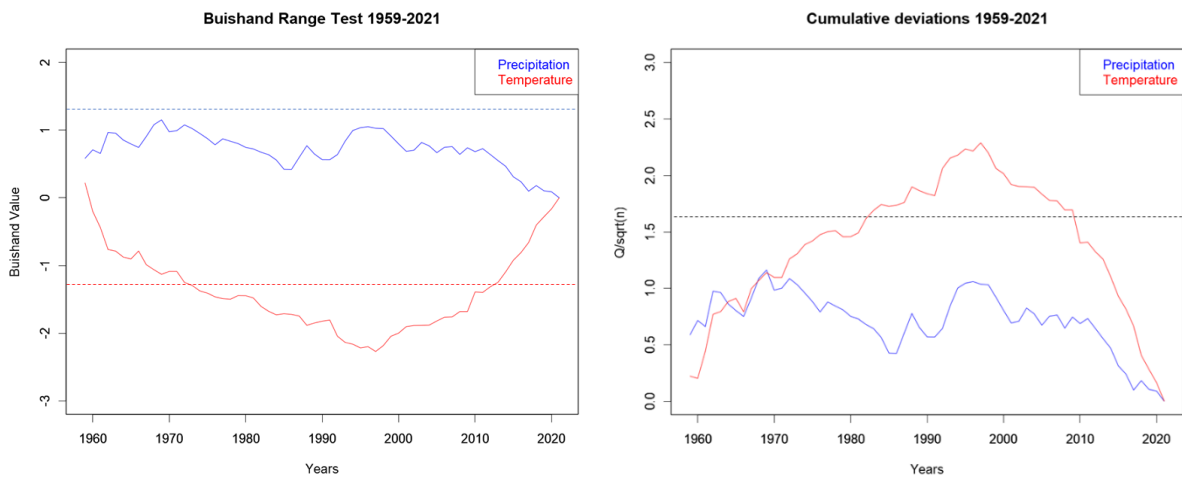


Figure 6. Annual buishand range and cumulative deviations test results of station 17880.

The Pettitt and SHN homogeneity tests results of seasonal time series of stations are given in Table 6. When Table 6 is examined, homogeneity is observed in the precipitation series in general in the fall, winter, spring, and summer seasons of the stations. In the temperature series, it was concluded that the homogeneity did not follow the precipitation series. Figures 7-10 show the seasonal results of 17172 station BR and CD homogeneity tests. The presence of the data set below the critical level in the figures showing the BR test results or above the critical level in the CD figures indicates that the

homogeneity has deteriorated in that series. When Figures 7-10 are examined the temperature series at station 17172 is not homogeneous across four seasons.

Table 6. Seasonal SHNT and Pettitt test results (H_0 : Homogeneous, H_a : Nonhomogeneous)

Station Number	Meteorological Variables	SNHT			Pettitt Test		
		p-value	Tk	Decision	p-value	U	Decision
17172	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.5107	3.91	H_0	0.2867	280	H_0
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0004	16.49	H_a	0.0008	563	H_a
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.8729	2.17	H_0	1	164	H_0
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.0000	29.13	H_a	0	774	H_a
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.7671	2.72	H_0	1	138	H_0
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0001	22.88	H_a	0	713	H_a
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.3826	4.65	H_0	1	137	H_0
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.0000	20.43	H_a	0	666	H_a
17784	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.0194	10.60	H_a	0.2564	254	H_0
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0052	12.68	H_a	0.0139	395	H_a
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.1451	6.71	H_0	0.0678	326	H_a
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.0003	16.61	H_a	0.0040	442	H_a
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.4478	4.17	H_0	0.9307	155	H_0
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0011	15.08	H_a	0.0233	374	H_a
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.0030	13.50	H_a	0.0370	354	H_a
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.0014	15.03	H_a	0.0370	354	H_a
17812	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.1574	6.55	H_0	0.1019	355	H_a
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0181	10.75	H_a	0.0141	458	H_a
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.5194	3.87	H_0	0.2287	303	H_0
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.0004	16.36	H_a	0.0002	626	H_a
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.3069	5.09	H_0	0.3439	273	H_0
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0027	13.78	H_a	0.0003	611	H_a
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.3248	4.99	H_0	0.5487	234	H_0
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.2208	5.87	H_0	0.0831	367	H_a
17852	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.6179	3.18	H_0	1	82	H_0
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0054	11.93	H_a	0.0099	241	H_a
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.1801	6.02	H_0	0.2222	155	H_0
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.8320	2.20	H_0	0.8609	96	H_0
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.7615	2.54	H_0	0.6350	112	H_0
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0205	9.96	H_a	0.0203	224	H_a
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.1208	6.77	H_0	0.0554	198	H_a
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.1931	5.80	H_0	0.2351	153	H_0
17880	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.4387	4.31	H_0	0.4357	254	H_0
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0013	15.01	H_a	0.0292	423	H_a
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.0367	9.36	H_a	1	147	H_0
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.0000	37.21	H_a	0.0006	588	H_a
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.0000	42.37	H_a	0.5487	234	H_0
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0003	18.35	H_a	0	679	H_a
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.1691	6.41	H_0	0.0684	378	H_a
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.0075	12.25	H_a	0.0028	527	H_a

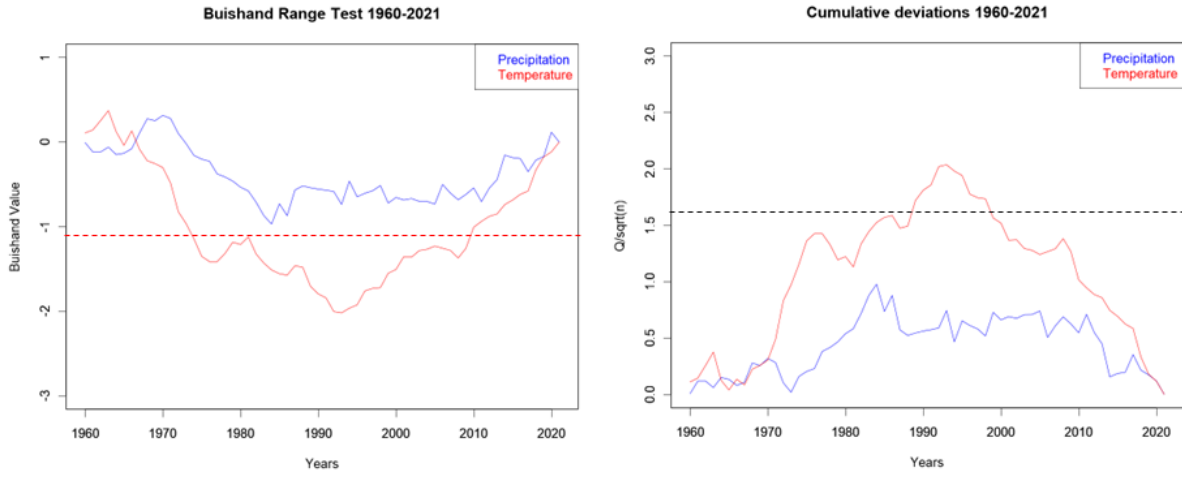


Figure 7. Buishand range and cumulative deviations test results of station 17172 on winter season.

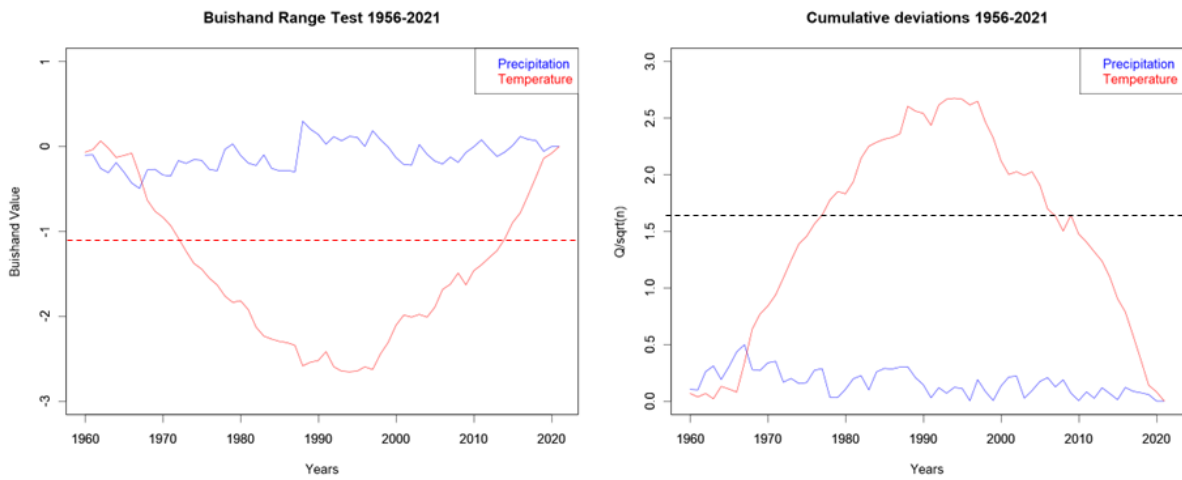


Figure 8. Buishand range and cumulative deviations test results of station 17172 on winter season.

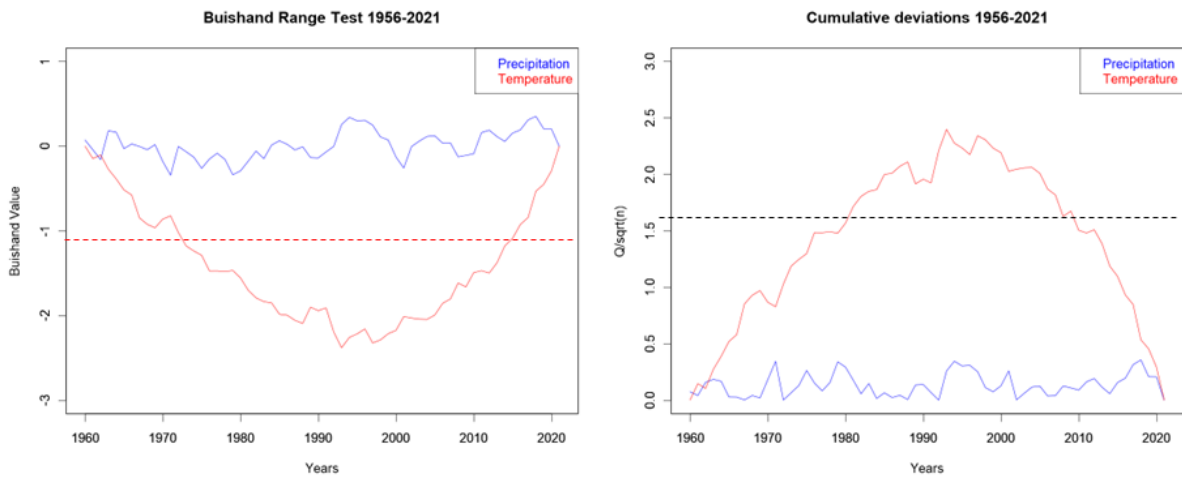


Figure 9. Buishand range and cumulative deviations test results of station 17172 summer season.

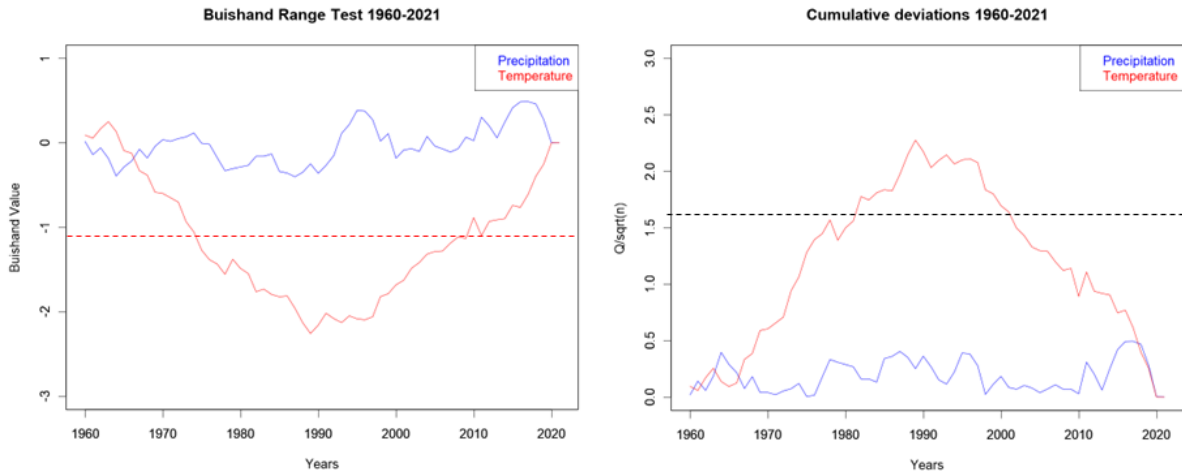


Figure 10. Buishand range and cumulative deviations test results of station 17172 fall season.

In Table 7 and Figures 11-15, critical years are given in the annual precipitation and temperature series, in which the break is seen in the non-homogeneous series. Since there is no change in the homogeneous series, it is classified as NC. The critical year in which the homogeneity deteriorated in the annual average temperature series of 17172 stations is 1993, as seen in Table 7 and Figure 11. The critical years of the annual temperature of the stations 17784, 17812, 17852, and 17880 are 2009, 1993, 2009, and 1997, respectively. The change point of precipitation and temperature at station 17784 is given in Figure 12, station 17812 in Figure 13, and the change point of the temperature at stations 17852 and 17880 gives in Figure 14 and Figure 15. SHNT and Pettitt tests determined the change-point as the same year at all stations, except for the annual total precipitation series of stations 17784 and 17880.

Table 7. Change-point detection critical year (annual)

Station Number	Meteorological Variables	SNHT				Pettitt Test			
		p-value	Tk	Decision	Year	p-value	U	Decision	Year
17172	Annual total precipitation (mm/yr)	0.771	2.68	H_0	NC	0.545463	229	H_0	NC
	Annual mean temperature (°C)	0	30.69	H_a	1993	8.75E-08	827	H_a	1993
17784	Annual total precipitation (mm/yr)	0.00025	17.51	H_a	1969	0.093792	310	H_a	1994
	Annual mean temperature (°C)	0	21.19	H_a	2009	0.002303	461	H_a	2009
17812	Annual total precipitation (mm/yr)	0.05275	8.70	H_a	2011	0.057109	388	H_a	2011
	Annual mean temperature (°C)	0.0005	16.61	H_a	1993	6.8E-05	660	H_a	1993
17852	Annual total precipitation (mm/yr)	0.28635	5.02	H_0	NC	0.316282	142	H_0	NC
	Annual mean temperature (°C)	0.0016	13.86	H_a	2009	0.009435	242	H_a	2009
17880	Annual total precipitation (mm/yr)	0	21.82	H_a	1959	0.14802	332	H_0	NC
	Annual mean temperature (°C)	0	21.88	H_a	1997	1.6E-06	771	H_a	1997

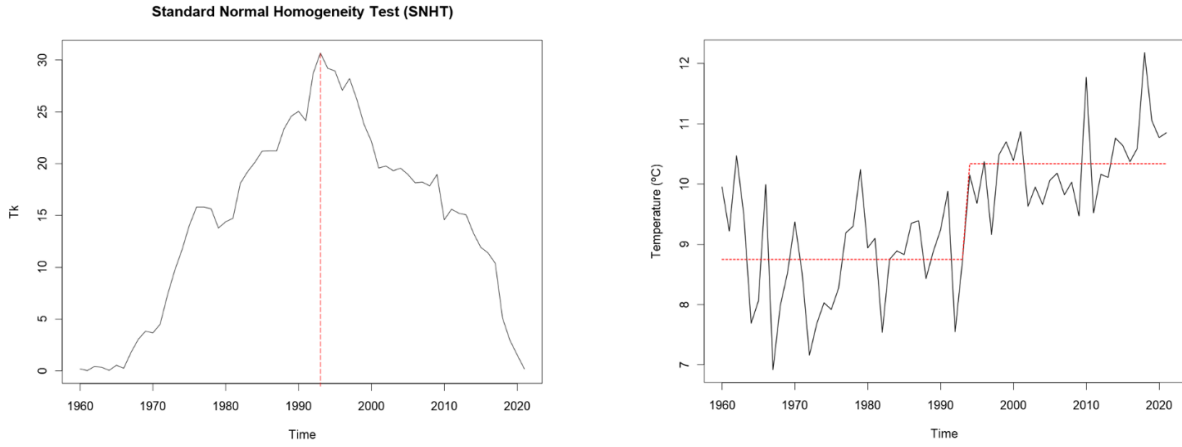


Figure 11. Annual SNHT and Pettitt test results for change-point detection critical year of station 17172.

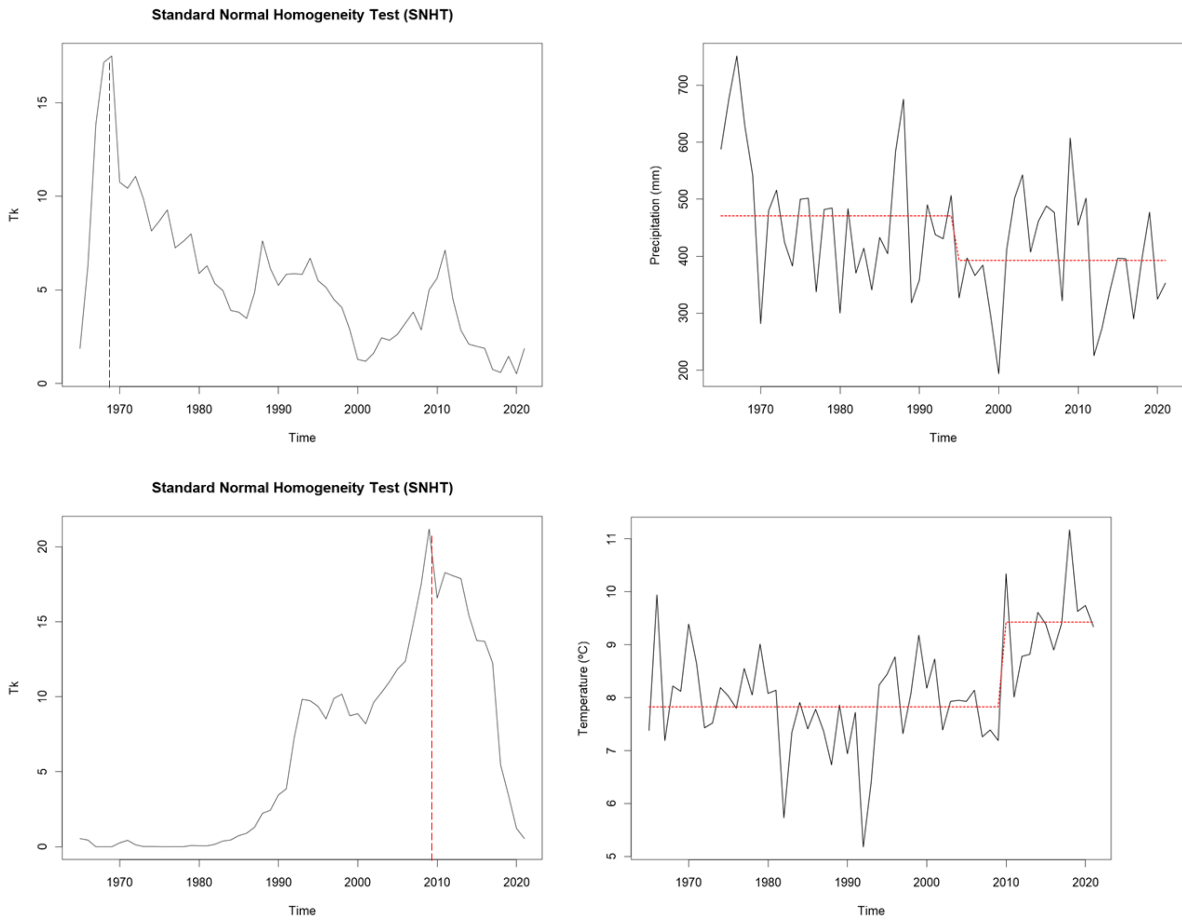


Figure 12. Annual SNHT and Pettitt test results for change-point detection critical year of station 17784.

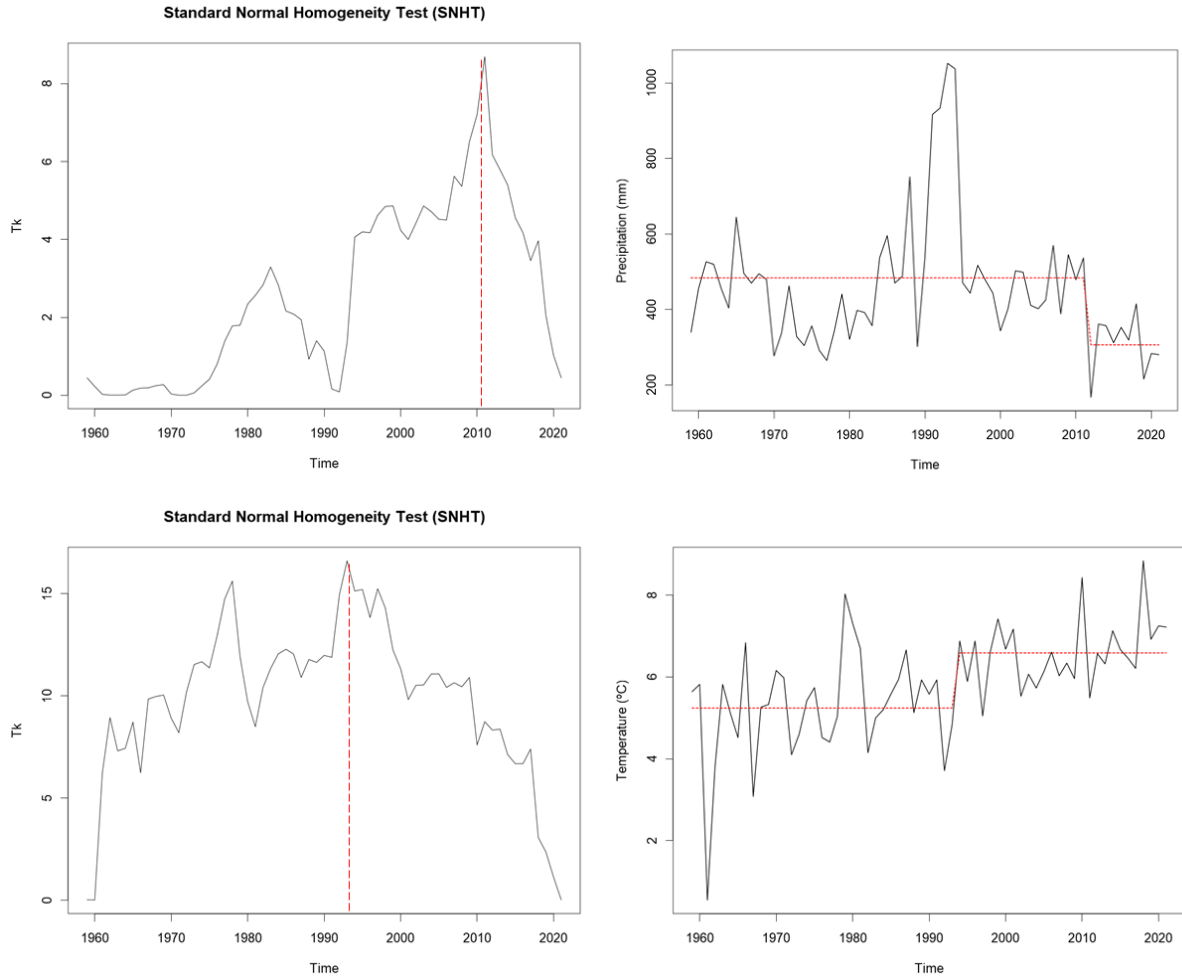


Figure 13. Annual SNHT and Pettitt test results for change-point detection critical year of station 17812.

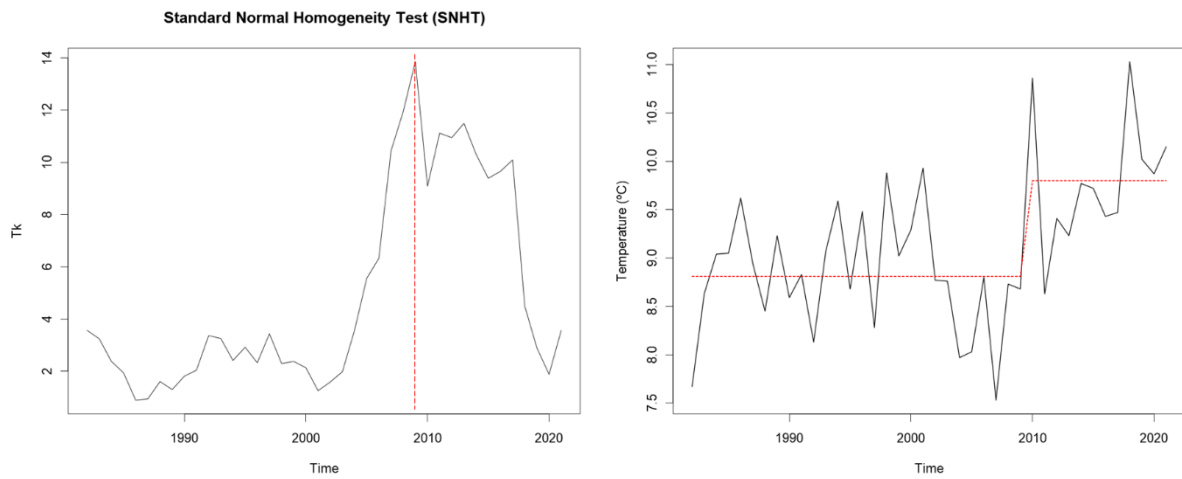


Figure 14. Annual SNHT and Pettitt test results for change-point detection critical year of station 17852.

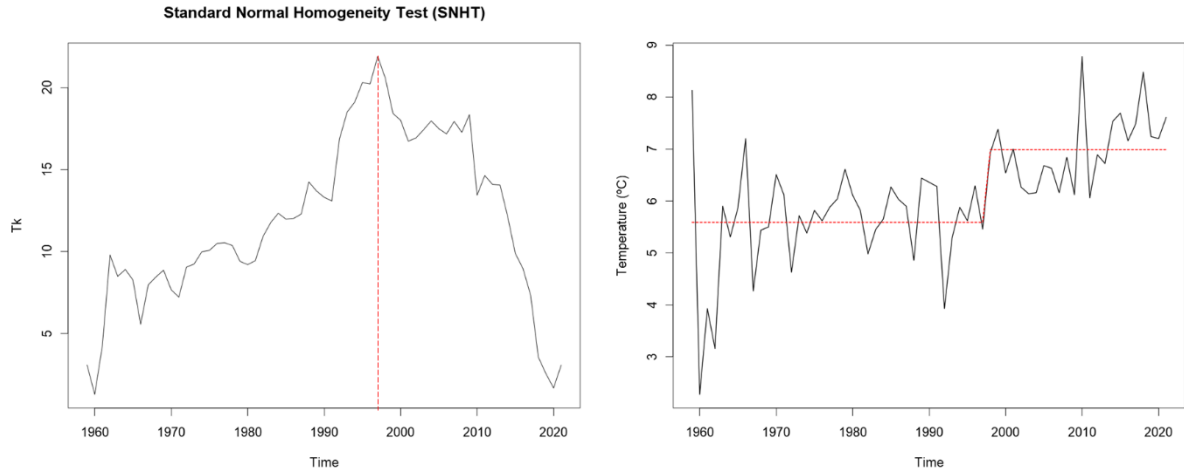


Figure 15. Annual SNHT and Pettitt test results for change-point detection critical year of station 17880.

The breaking years of the non-homogeneous series in the seasonal total precipitation and average temperature data series of 5 stations are shown in Table 8. When the table is examined, it has been determined that the years of change in the seasonal average temperatures of stations 17172, 17812, and 17880 occurred before the year 2000, but for stations 17784 and 17852 took place after 2000, according to SHNT and Pettitt tests.

Table 8. Change-point detection critical year (Seasonal)

Station Number	Meteorological Variables	SNHT				Pettitt Test			
		p-value	Tk	Decision	Year	p-value	U	Decision	Year
17172	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.51065	3.907388	H_0	NC	0.286713	280	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.00035	16.48691	H_a	1993	0.000777	563	H_a	1993
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.8729	2.170154	H_0	NC	1	164	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0	29.13425	H_a	1997	7.16E-07	774	H_a	1994
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.76705	2.721991	H_0	NC	1	138	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.00005	22.88197	H_a	1993	6.78E-06	713	H_a	1993
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.38255	4.65401	H_0	NC	1	137	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0	20.43327	H_a	1989	3.38E-05	666	H_a	1989
17784	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.01935	10.60395	H_a	1968	0.256393	254	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.00515	12.67976	H_a	2008	0.013916	395	H_a	2008
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.14505	6.712626	H_0	NC	0.067834	326	H_a	1998
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.0003	16.6123	H_a	2009	0.003977	442	H_a	2009
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.4478	4.174467	H_0	NC	0.930708	155	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.00105	15.07788	H_a	2012	0.023272	374	H_a	2009
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.003	13.50224	H_a	1967	0.036997	354	H_a	1994
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.0014	15.02594	H_a	2011	0.036997	354	H_a	2011
17812	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.15735	6.549335	H_0	NC	0.101913	355	H_a	2006
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0181	10.75479	H_a	1974	0.0141	458	H_a	1993
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.51935	3.874483	H_0	NC	0.22868	303	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.0004	16.35659	H_a	1988	0.000191	626	H_a	1983
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.30685	5.090589	H_0	NC	0.343946	273	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0027	13.77817	H_a	1998	0.000296	611	H_a	1998
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.32475	4.994811	H_0	NC	0.548691	234	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.22075	5.869274	H_0	NC	0.083053	367	H_a	1996
17852	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.6179	3.182257	H_0	NC	1	82	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.00535	11.93395	H_a	2008	0.009861	241	H_a	2008
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.18005	6.020096	H_0	NC	0.222181	155	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0.83195	2.196069	H_0	NC	0.860898	96	H_0	NC
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0.7615	2.53747	H_0	NC	0.634975	112	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.02045	9.962784	H_a	2012	0.020321	224	H_a	2007
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.1208	6.773716	H_0	NC	0.055433	198	H_a	1995
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.1931	5.798922	H_0	NC	0.235059	153	H_0	NC

Table 8. Change-Point Detection Critical Year (Seasonal) (continued)

Station	Meteorological Variables	SNHT				Pettitt Test			
		p-value	Tk	Decision	Year	p-value	U	Decision	Year
17880	Seasonal total precipitation in Fall Season (mm)	0.43865	4.309364	H_0	NC	0.435719	254	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Fall Season (°C)	0.0013	15.00843	H_a	1962	0.02921	423	H_a	2008
	Seasonal total precipitation in Winter Season (mm)	0.0367	9.357873	H_a	1962	1	147	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Winter Season (°C)	0	37.21032	H_a	1962	0.000568	588	H_a	1997
	Seasonal total precipitation in Spring Season (mm)	0	42.37101	H_a	1959	0.548691	234	H_0	NC
	Seasonal mean temperature in Spring Season (°C)	0.0003	18.34938	H_a	1998	3.73E-05	679	H_a	1997
	Seasonal total precipitation in Summer Season (mm)	0.16905	6.411269	H_0	NC	0.068436	378	H_a	1995
	Seasonal mean temperature in Summer Season(°C)	0.0075	12.25233	H_a	1997	0.002831	527	H_a	1997

4. Discussion and Conclusion

In this study, the homogeneity of seasonal and annual temperature and precipitation is examined using Standard Normal Homogeneity (SNHT), Pettitt (PT), Buishand Range (BR), and Cumulative Deviation (CD) tests at a significance level of 0.05. The four homogeneity tests are assessed using long-term annual and seasonal precipitation and temperature records obtained from five meteorological stations located in Van, Turkey. Finally, change point detection is investigated for each station. According to the results, In the annual average temperature, homogeneity was deteriorated at all stations, the homogeneity of stations 17172 and 17852, and 17880 was doubtful in annual total precipitation, and stations 17784 and 17812 showed homogeneity. It can be seen that stations 17784 and 17852 generally experienced changes after 2000, whereas stations 17172, 17812, and 17880 experienced changes before this year in the series. Seasonal results revealed that although it is rarely seen that there is homogeneity, it can be concluded that the homogeneity is broken in the precipitation and temperature data, especially in the temperature data. The results of most temperature series indicating non-homogeneity may be due to the effects of climate change in the Van Region. In past studies, homogeneity analysis was applied to the total precipitation, maximum, minimum, and average temperature series in different regions of Turkey. When we examine the studies conducted, we can observe that while the homogeneity of the temperature series has deteriorated (Ay, 2020; Yaman & Ertuğrul 2020), it is generally homogenous in the precipitation series (Hırca et al., 2022, Hırca ve Eryılmaz Türkkkan, 2020, Yaman & Ertuğrul 2020, Koycegiz & Buyukyıldız 2020). These studies were found to be similar to the results of our results regarding the Van region. This supported the accuracy of our study. As a result, the reliability of the data should be questioned in the studies to be carried out in the Van region. It is recommended to either eliminate from the analysis any stations having inhomogeneous series or to ensure the homogeneity of these stations.

References

Agha, O., Bağçacı, S. Ç., & Şarlak, N. (2017). Homogeneity analysis of precipitation series in North Iraq. *IOSR Journal of Applied Geology and Geophysics*, 5(3), 57-63. doi:10.9790/0990-0503025763

Ahmad, N. H., & Deni, S. M. (2013). Homogeneity test on daily rainfall series for Malaysia. *Matematika: Malaysian Journal of Industrial and Applied Mathematics*, 29, 141-150.

Alexandersson, H. (1986). A homogeneity test applied to precipitation data. *Journal of Climatology*, 6(6), 661-675. https://doi.org/10.1002/joc.3370060607

Alexandersson, H., & Moberg, A. (1997). Homogenization of Swedish temperature data. Part I: Homogeneity test for linear trends. *International Journal of Climatology: A Journal of the Royal Meteorological Society*, 17(1), 25-34. doi:10.1002/(SICI)1097-0088(199701)17:1<25::AID-JOC103>3.0.CO;2-J

Ay, M. (2020). Trend and homogeneity analysis in temperature and rainfall series in western Black Sea region, Turkey. *Theoretical and Applied Climatology*, 139(3-4), 837-848. doi:10.1007/s00704-019-03066-6

Buishand, T. A. (1982). Some methods for testing the homogeneity of rainfall records. *Journal of Hydrology*, 58(1-2), 11-27. doi:10.1016/0022-1694(82)90066-X

- Dikbas, F., Firat, M., Koc, A. C., & Güngör, M. (2010). *Homogeneity test for Turkish temperature series*. Paper presented at the 4th BALWOIS 2010 International Conference.
- Elzeiny, R., Khadr, M., Zahran, S., & Rashwan, E. (2019). Homogeneity analysis of rainfall series in the Upper Blue Nile River Basin, Ethiopia. *Journal of Engineering Research*, 3, 46-53. <https://doi.org/10.21608/erjeng.2019.125704>
- Hawkins, D. M. (1977). Testing a sequence of observations for a shift in location. *Journal of the American Statistical Association*, 72(357), 180-186. [doi:10.1080/01621459.1977.10479935](https://doi.org/10.1080/01621459.1977.10479935)
- Hırca, T., Eryılmaz Türkkkan, G. & Niazkar, M. (2022) Applications of innovative polygonal trend analyses to precipitation series of Eastern Black Sea Basin, Turkey. *Theoretical and Applied Climatology*, 147, 651-667. [doi:10.1007/s00704-021-03837-0](https://doi.org/10.1007/s00704-021-03837-0)
- Hırca, T., & Eryılmaz Türkkkan, G. (2022) Comparison of Statistical Methods to Graphical Method in Precipitation Trend Analysis, A Case Study: Coruh Basin, Turkey. *Iranian Journal of Science and Technology, Transactions of Civil Engineering*, 46, 4605-4617. [doi:10.1007/s40996-022-00869-y](https://doi.org/10.1007/s40996-022-00869-y)
- Ho Ming, K., & Yusof, F. (2012). Homogeneity tests on daily rainfall series in Peninsular Malaysia. *Int. Journal of Contemporary Mathematics and Sciences*, 7(1), 9-22.
- Jaruskova, D. (1996). Change-point detection in meteorological measurement. *Monthly Weather Review*, 124(7), 1535. [doi:10.1175/1520-0493\(1996\)124<1535:CPDIMM>2.0.CO;2](https://doi.org/10.1175/1520-0493(1996)124<1535:CPDIMM>2.0.CO;2)
- Karl, T. R., & Williams Jr, C. N. (1987). An approach to adjusting climatological time series for discontinuous inhomogeneities. *Journal of Applied Meteorology and Climatology*, 26(12), 1744-1763. [doi:10.1175/1520-0450\(1987\)026<1744:AATACT>2.0.CO;2](https://doi.org/10.1175/1520-0450(1987)026<1744:AATACT>2.0.CO;2)
- Kazemzadeh, M., & Malekian, A. (2018). Homogeneity analysis of streamflow records in arid and semi-arid regions of northwestern Iran. *Journal of Arid Land*, 10(4), 493-506. [doi:10.1007/s40333-018-0064-4](https://doi.org/10.1007/s40333-018-0064-4)
- Khaliq, M. N., & Ouarda, T. B. (2007). On the critical values of the standard normal homogeneity test (SNHT). *International Journal of Climatology: A Journal of the Royal Meteorological Society*, 27(5), 681-687. [doi:10.1002/joc.1438](https://doi.org/10.1002/joc.1438)
- Koycegiz, C., & Buyukyıldız, M. (2020). Determination of change point and trend analysis of annual temperature data in Konya closed basin (Turkey). *Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 9(1), 393-404. [doi:10.28948/ngumuh.598289](https://doi.org/10.28948/ngumuh.598289)
- Pettitt, A. N. (1979). A non-parametric approach to the change-point problem. *Journal of the Royal Statistical Society: Series C (Applied Statistics)*, 28(2), 126-135. [doi:10.2307/2346729](https://doi.org/10.2307/2346729)
- Şahin, S., & Cıgızoğlu, H. K. (2010). Homogeneity analysis of Turkish meteorological data set. *Hydrological Processes: An International Journal*, 24(8), 981-992. [doi:10.1002/hyp.7534](https://doi.org/10.1002/hyp.7534)
- Şaroğlu, F., & Yılmaz, Y. (1986). Doğu Anadolu'da neotektonik dönemdeki jeolojik evrim ve havza modelleri. *MTA dergisi*, 107, 73-94.
- Şenocak, S., & Emek, M. F. (2019). Trend analizi yöntemleri kullanılarak Doğu Anadolu Bölgesi aylık yağış miktarlarının değerlendirilmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 17, 807-822. [doi:10.31590/ejosat.646266](https://doi.org/10.31590/ejosat.646266)
- Wijngaard, J., Klein Tank, A., & Können, G. (2003). Homogeneity of 20th century European daily temperature and precipitation series. *International Journal of Climatology: A Journal of the Royal Meteorological Society*, 23(6), 679-692. [doi:10.1002/joc.906](https://doi.org/10.1002/joc.906)
- Wong, H., Hu, B., Ip, W., & Xia, J. (2006). Change-point analysis of hydrological time series using grey relational method. *Journal of Hydrology*, 324(1-4), 323-338. [doi:10.1016/j.jhydrol.2005.10.007](https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2005.10.007)
- Yaman, B., & Ertuğrul, M. (2020). Change-point detection and trend analysis in monthly, seasonal and annual air temperature and precipitation series in Bartın province in the western Black Sea region of Turkey. *Geology, Geophysics and Environment*, 46(3), 223-223. [doi:10.7494/geol.2020.46.3.223](https://doi.org/10.7494/geol.2020.46.3.223)
- Yılmaz. (2021). Kuzey Atlantik salınımının Karadeniz Bölgesi yağış ve sıcaklıkları üzerindeki etkisi. (M.Sc Thesis), KTO Karatay University, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Konya, Türkiye.
- Yildirim, G., & Rahman, A. (2022). Homogeneity and trend analysis of rainfall and droughts over Southeast Australia. *Natural Hazards*, 112(2), 1657-1683. [doi:10.1007/s11069-022-05243-9](https://doi.org/10.1007/s11069-022-05243-9)
- Yozgatligil, C., & Yazici, C. (2016). Comparison of homogeneity tests for temperature using a simulation study. *International Journal of Climatology*, 36(1), 62-81. [doi:10.1002/joc.4329](https://doi.org/10.1002/joc.4329)

- Yuce, M. I., Esit, M., & Kalaycioglu, V. (2022). Investigation of trends in extreme events: a case study of Ceyhan Basin, Turkey. *Journal of Applied Water Engineering and Research*, 11(3), 1-16. doi:10.1080/23249676.2022.2113462
- Yuce, M. I., & Esit, M. (2021). Drought monitoring in Ceyhan basin, Turkey. *Journal of Applied Water Engineering and Research*, 9(4), 293-314. doi:10.1080/23249676.2021.1932616
- Yüce, M. İ., Aksoy, H., Onoz, B., Çetin, M., Eriş, E., Eşit, M., ..., & Kalaci, V. (2019). *İklim değişikliğinin yağışlar üzerine etkisi: Kahramanmaraş ve Osmaniye örneği*. 10. Ulusal Hidroloji Kongresi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Muğla.
- Yüce, Ş., Ercan, B., Musa, E., Ünsal, M., & Yüce, M. İ. (2018). Seyhan Havzası yağış verilerinin eğilim analizi. *İklim Değişikliği ve Çevre*, 3(2), 47-54.



Research Article

Setting Time, Compressive Strength, and Photon Attenuation Properties of Cement Mortars Produced with Nano-SiO₂

Namık YALTAY

Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, 65040, Van, Türkiye

ORCID No: [0000-0002-0484-1275](https://orcid.org/0000-0002-0484-1275)

Corresponding author e-mail: namikyaltay@yyu.edu.tr

Article Info

Received: 31.07.2023
Accepted: 18.09.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1329695](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1329695)

Keywords

Cement mortar,
Compressive strength,
Mass attenuation coefficient,
Nano-SiO₂,
Setting time

Abstract: In this study, initial and final setting time, compressive strength, and photon attenuation properties of cement mortar samples produced with 0.5%, 1%, 2%, and 4% nano-scale SiO₂ addition were investigated. For this purpose, cement mortar samples were prepared and cured for 1, 2, 7, 28, and 90 days. Increases in compressive strength values were observed in the early curing ages, with a slight decrease of 3.17% and 0.33% for low nano-SiO₂ rates (0.5% and 1%) in later ages. In addition, these results were evaluated with Scanning Electron Microscope (SEM) images. In the samples added 4% nano-SiO₂, there was a 13.3% and 9.09% reduction in the initial and final setting times, respectively. Furthermore, mass attenuation coefficients were compared for different cure ages. It was aimed to determine the effect of the curing time on the photon attenuation property by adding nano-SiO₂ to the concrete.

Nano-SiO₂ ile Üretilen Çimento Harçlarının Priz Süresi Basınç Dayanımı ve Foton Zayıflatma Özellikleri

Makale Bilgileri

Geliş: 31.07.2023
Kabul: 18.09.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1329695](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1329695)

Anahtar Kelimeler

Basınç dayanımı,
Çimento harcı,
Kütle zayıflatma katsayısı,
Nano-SiO₂,
Priz süresi

Öz: Bu çalışmada, %0.5, %1, %2 ve %4 nano boyutlu SiO₂ ilavesi ile üretilen çimento harcı numunelerinin priz başlangıç ve bitiş süreleri, basınç dayanımları ve foton zayıflatma katsayıları incelenmiştir. Bu amaçla çimento harcı numuneleri hazırlanmış ve 1, 2, 7, 28 ve 90 gün kür edilmiştir. Erken kürlenme yaşlarında basınç dayanımı değerlerinde artışlar gözlenirken, ileri yaşlarda ve düşük nano-SiO₂ eklemelerinde (%0.5 ve %1) basınç dayanımları %3.17 ve %0.33 oranında azalmıştır. Ayrıca bu sonuçlar Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri ile değerlendirilmiştir. %4 nano-SiO₂ ilave edilen numunelerde priz başlangıç süresinde %13.3, priz bitiş süresinde ise %9.09 oranında azalma olmuştur. Ayrıca farklı kürlenme yaşları için kütle zayıflatma katsayıları karşılaştırılmıştır. Çalışmada kür süresinin, betona Nano SiO₂ eklenmesi ile foton zayıflatma özelliğine yapacağı etkinin belirlenmesi hedeflenmiştir.

1. Introduction

Concrete, used three tons per year by each person, is the most consumed material after water (Gagg, 2014). Due to cement production constituting 5-7% of the total CO₂ emissions in the world, reducing CO₂ emissions and energy costs has become an important issue for researchers (He et al., 2019). In order to reduce the CO₂ release and energy consumption in the production of concrete,

researchers have investigated materials that can partially replace cement to improve properties (e.g., fly ash, silica fume, granulated blast furnace slag) or alternatives to it, such as geopolymer (Singh et al., 2013).

Nanotechnology is the understanding, controlling, and restructuring of a substance at the nanometer level (less than 100 nm) to produce materials with new features and functions (Sanchez & Sobolev, 2006). Nano concrete is defined as concrete produced with nanomaterials or the addition of nanomaterials of less than 500 nm (Norhasri et al., 2017).

According to Givi et al. (2010), nano-SiO₂ addition in concrete increases the compressive flexural and tensile strength for all curing ages. Nano-SiO₂ of 15 nm and 80 nm size can be replaced by 2% maximum cement, and the optimum replacing percentage is 1% and 1.5% for the above sizes, respectively. The smaller size (15 nm) is better for enhancing early age strengths with respect to the larger size (80 nm), which gives good results in 90 days. In their study, Ltifi et al. (2011) used nano SiO₂ with an average size of 9 nm at 3 and 10% ratios in cement mortar mixtures. In their study, in which they examined the setting time and strength of 3, 7, 14, and 28 days, they reported that Nano SiO₂ made the cement paste thicker, accelerated the hydration process, and increased the compressive strength. Another study on cement replacement by nano-SiO₂ showed improved compressive strength and that the optimum content is 5% (Behfarnia & Salemi, 2013). On the other hand, Nik & Omran (2013) investigated the compressive strength of self-compacted concrete using fibers and nano-SiO₂. They reported that a 4% nano-SiO₂ percentage is appropriate. According to Hou et al. (2015), nano-SiO₂ increases the hydration process at early ages, and at later ages, the hydration rate decelerates because of the compact form of pozzolanic products by nano-SiO₂. Jankovic et al. (2016) reported that while 2% of nano-SiO₂ compressive and flexural strengths increase, between 2–5% decrease. According to Givi et al. (2011), 15-nm-sized nano-SiO₂ can be used up to 2% to replace cement to obtain low water permeability and initial and final setting times. In their studies, Fallah & Nematzadeh (2017) reported that 2% nano-SiO₂ improves mechanical properties.

Hassanzadeh & Sadat Kiai (2018) stated that adding nano-sized SiO₂ to concrete improves nuclear properties and can be helpful in radiation shielding. In the study, they reported that the average relative difference between the linear attenuation coefficient for specimens with nano-SiO₂ material between simulation and theoretical and experimental results was 6.4% and 5.5%, respectively. They also reported that when nano-SiO₂ was increased up to 1.5% and MnFe₂O₄ temperature was increased to 673 K, the “μ” value increased at all energies and the photon dose rate decreased to 9.2% and 3.7% for MnFe₂O₄ and SiO₂ at 0.511 and 1.274 MeV gamma ray energies, respectively. According to Elsharkawy & Sadawy (2016) adding nano-sized SiO₂ to concrete by up to 1.5% increased the total γ-ray attenuation coefficient μ for all energies. They applied a 28-day cure for the samples. Zaghoul & Elwan (2017) state that nano SiO₂ in concrete mix is effective in increasing γ radiation attenuation and reduces the required thickness for shielding. In this study, cure periods were applied as 7 and 28 days. They reported that they used 1%, 3%, 5% and 7% instead of cement in mixtures and that 3% nano-silica improved the physical, mechanical and radiation shielding properties.

In this study, nano-sized SiO₂ was replaced by cement to investigate compressive strength, setting time, and photon attenuation properties of cement mortars. Considering past studies above, a nano-SiO₂ content rate of 0–4% was chosen for a mixture. In addition, the results were interpreted with images taken by scanning electron microscopy (SEM).

The main aim of the study is to determine the effect of the curing time of the cement mortar on the photon attenuation property of the samples added nano-SiO₂. In past studies on photon attenuation of nano SiO₂, concrete curing times were generally taken as standard. This study aims to reveal the especially effect of curing time (1, 2, 7, 28, 90 days) on this property. In addition, since the most important mechanical property of concrete is compressive strength and nano-SiO₂ is known to affect the setting time of concrete, the variation of these two parameters was also investigated.

2. Material and Methods

2.1. Materials

The mixture was prepared using CEM I 42.5 Portland cement, CEN-Standard Sand, and tap water. In the mixtures, except for the control group, nano-sized Silica SiO₂ (30 nm average size) and

superplasticizer were used. The chemical and physical properties of the cement and nano-silica are given in Table 1, Table 2 and Table 3 respectively. A scanning electron microscope (SEM) view of the nano-SiO₂ is given in Figure 1.

Table 1. Chemical analysis of the cement

Material	Percentage (%)
SiO ₂	20.78
Al ₂ O ₃	5.10
Fe ₂ O ₃	3.15
CaO	60.67
SO ₃	2.79
Heat loss	2.10
Na ₂ O	0.35
K ₂ O	0.80
Free CaO	1.48

Table 2. Physical analysis of the cement

Physical Properties	
Fineness 45 µm test sieve residue (%)	1.5
Specific gravity (gr/cm ³)	3.09
Specific surface (cm ² /gr)	3739

Table 3. Physical properties of Nano-SiO₂

Average Size (nm)	Purity (%)	Colour	Shape	Bulk Density (gr/m ³)	True Density (gr/m ³)
30 nm	99.9	White	Almost spherical	~ 0.063	~ 2.2 – 2.6

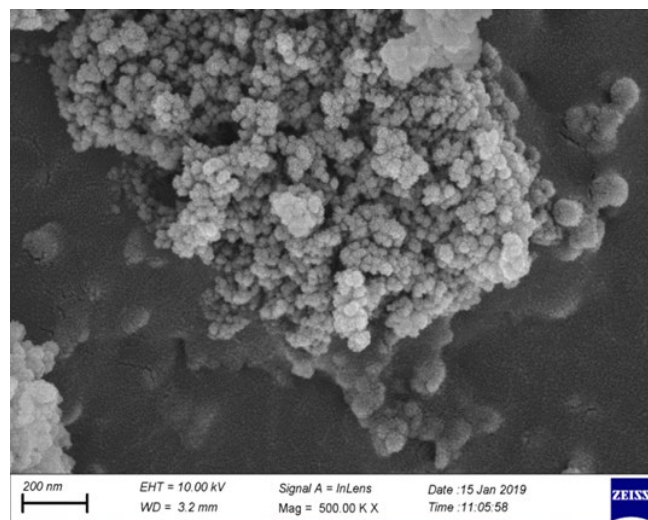


Figure 1. SEM view of the nano-SiO₂.

2.2. Method

2.2.1. Mixture preparation

All the mixtures were prepared according to TS-EN 197-1 (TSE, 2012) (Table 4). According to this standard, the mix proportions were constant. For the mixing process, a cement mixer in accordance with TS-EN 197-1 (TSE, 2012), shown in Figure 2 (a), was used. In this respect, water was put in the mixing vessel, and cement was subsequently added. The mixer was started immediately at low speed

for 30 s. The sand was added continuously for 30 s. The mixer was set to high speed and mixed for 30 s. The mixer was stopped after 1 min 30 s. The mortar that adhered to the walls and the base was scraped off with a rubber scraper, and then mixing continued at high speed for 60 s. This process was repeated for the mixtures with nano-silica addition. However, to disperse the nano-silica nicely, water, nano-silica, and superplasticizer were mixed at high speed (120 rpm) for 2 min before adding this mixture to the main mixture. After the mixture process, a fresh mortar was moulded in standard cement moulds (40x40x160 mm in size), which were fixed to a vibrating device (Figure 2(b)). Fresh mortar was placed in the moulds (Figure 2(b)) in two layers. Each layer was vibrated for 60 falls, and after finishing the surface, the layers were put in a moisture cabin (Figure 2(d)) for 24 hours. As seen in Figure 3, demoulded hardened mortar prisms were put in the curing water at 20 ± 1°C for 1, 2, 7, 28, and 90 days.

In the trial mixtures, it can be observed that the nano-silica addition reduces the workability of fresh mortars. This situation is consistent with the literature by [Ltifi et al. \(2011\)](#). In order to increase workability, a superplasticizer was used. The amount of superplasticizer was determined by trial and error method.

Table 4. Mixture proportions

Mixture	Sand (%)	Cement	Water	Nano-sized SiO ₂ by weight (%)	Nano-Sized Silica (gr)	Superplasticizer (gr)
M0	1350	450	225	0	0	0
M0.5	1350	447.75	225	0.5	2.25	0.45
M1	1350	445.5	225	1	4.5	1.35
M2	1350	441	225	2	9	2.70
M4	1350	432	225	4	18	7.20



Figure 2. Mixture process.

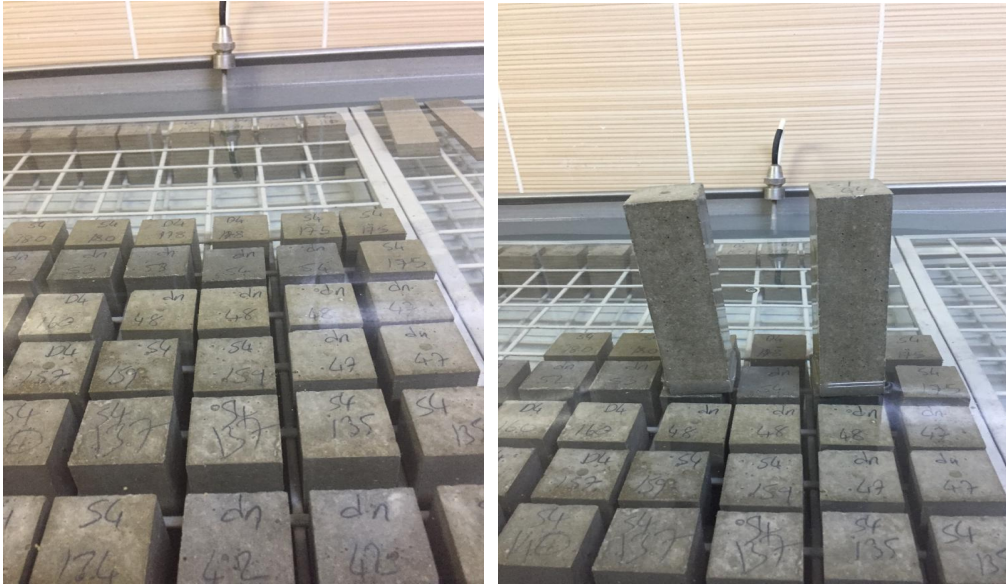


Figure 3. Curing of the samples.

2.2.2. Setting time experiment

For control samples, 500 gr of cement was measured and weighed to a sensitivity of 1 gr. Next, 125 gr. of water was weighed and placed in a mixing bowl. As seen in the Figure 2(a) the mixer was immediately run at low speed for 90 s. At the end of 90 s, it was stopped for 15 s; meanwhile, the cement paste which had adhered to the inner walls of the mixer container was peeled off and added to the mixture. This process was repeated for each nano addition percentage of replaced cement. The amount of superplasticizer, determined by trial and error, was added to the mixtures with nano addition. The mixer was rerun at low speed for 90 s. The total working time of the mixer was 3 min. Initial and final setting times were determined by a vicat tool (Figure 4) according to needle penetration depths. Penetration depths were determined by measuring in 10-minute periods.



Figure 4 Setting time experiment (Using Vicat Tool).

2.2.3. Compressive strength experiment

For compressive strength determination, as seen in Figure 5, a standard press was used. The load was increased smoothly (2400 ± 200 N/s) until the prism broke. The breaking load was saved, and the compressive strength values were calculated by dividing the force into the cross-section area.



Figure 5. Compressive strength experiment.

2.2.4. Imaging by scanning electron microscopy

Microstructures of the samples were examined using Scanning Electron Microscopy (Zeiss Sigma 300).

2.2.5. Radiation shielding experiment

Hardened samples were exposed to radiation by a ⁶⁰Co radiation source that emits 1250 keV photons as shown in Figure 6(a), the photon transmissions were measured using a farmer-type ion chamber (0.6 cc PTWTM), and as seen in Figure 6(b) Unidos Electrometer was used for dose readings. Without sample (I_0), readings were done first, and then readings with samples were made (I), using the formula (1)

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (1)$$

' μ ' (photon attenuation coefficient) values were calculated.

Mass attenuation values were calculated by dividing the photon attenuation coefficient into density as ' μ/ρ '.

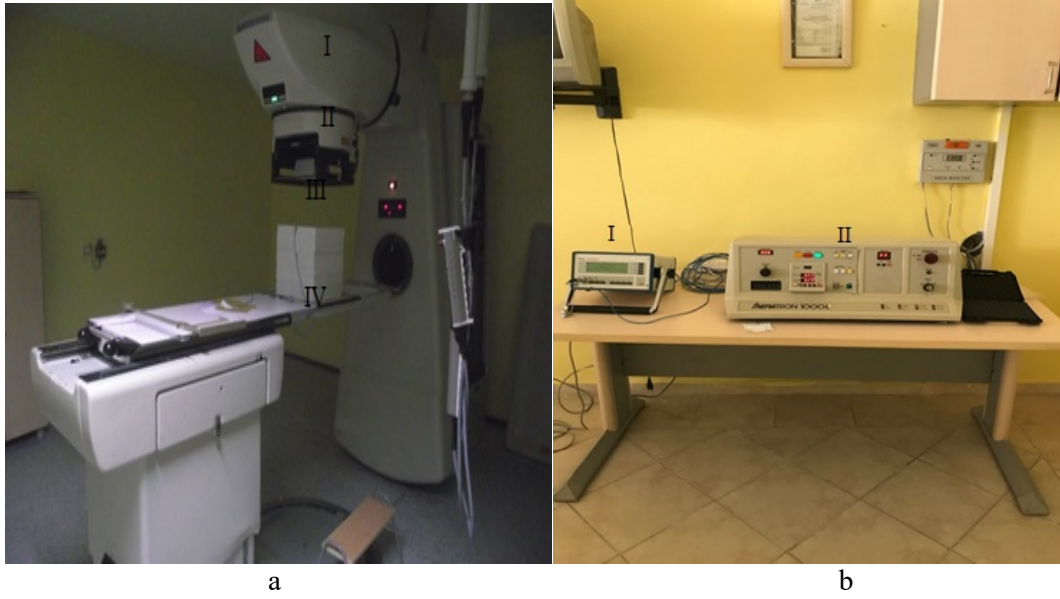


Figure 6. a) Radiation experiment (I-Radiation source, II-Collimator (5cmx5cm), III-Lead collimator with 1cm² opening, IV-Phantoms) b) Unidos E electrometer (I) and Control panel of the radiation source (II).

3. Results and Discussion

3.1. Setting time

Nano-silica content between 0.5 and 2% did not cause significant changes in start and finish setting time. However, 4% nano-silica content significantly decreased initial and final setting time, 13.33% and 9.09%, respectively (Table 5, Figure 7). This result is consistent with [Ltifi et al. \(2011\)](#) and [Qing et al. \(2007\)](#).

Table 5. Setting time results

	M0 (min)	M0.5 (min)	M1 (min)	M2 (min)	M4 (min)
Setting Time (Start)	225	220	225	230	195
Setting Time (Finish)	275	280	285	285	250

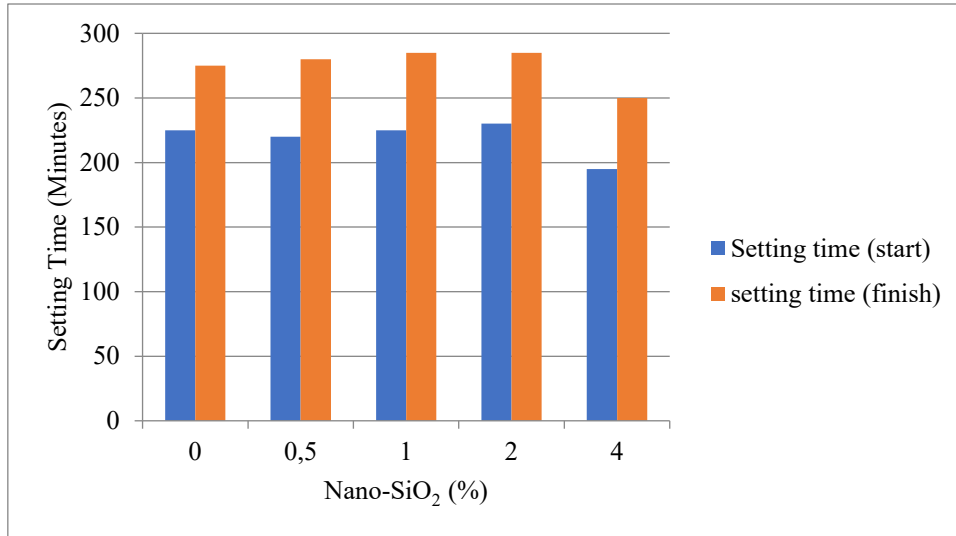


Figure 7. Setting time variation with Nano-SiO₂ content.

3.2. Compressive strength results

Compressive strength test results and change rates according to control samples are given in Tables 6 and 7. The graphical representation of the results is shown in Figure 8.

Table 6. Compressive strength results

Curing age(day)	M0 (MPa)	M0.5 (MPa)	M1 (MPa)	M2 (MPa)	M4 (MPa)
1	14.03	15.38	16.40	16.73	15.98
2	27.28	32.30	31.73	33.53	34.40
7	44.48	45.23	47.55	48.40	53.15
28	53.70	54.93	56.78	59.50	63.45
90	60.25	58.10	60.05	64.43	64.55

Table 7. Compressive strength difference versus control samples (%)

Curing age(day)	M0 (%)	M0.5 (%)	M1 (%)	M2 (%)	M4 (%)
1	-	9.63	16.93	19.25	13.9
2	-	18.42	16.32	22.91	21.25
7	-	1.69	6.91	8.83	19.51
28	-	2.28	5.73	10.80	18.16
90	-	-3.57	-0.33	6.93	7.14

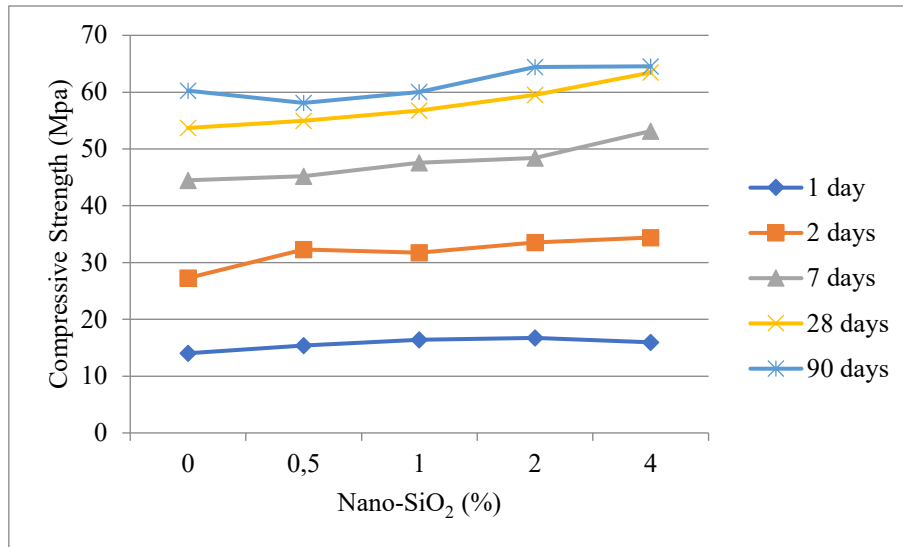


Figure 8. Compressive strength results.

When the results were examined, the following was found:

The mortars containing 0.5, 1, 2, and 4% nano-silica increased their compressive strengths in early curing ages (1 and 2 days) compared with control samples. The highest increase investigated was in the samples that contained 2% nano-silica with a 2-day curing age; the increase was 22.91% (Table 6, Table 7, Figure 8). When the 10000 and 50000 magnification SEM images of the samples cured for two days are examined (Figure 9), it is seen that the samples containing 2% Nano-SiO₂ have less voids and denser microstructure and have more calcium silicate hydrate (C-S-H) which could be due to high pozzolanic activity and the filler effect of the nano-sized SiO₂, which causes increasing in compressive strength (El-Gamal et al., 2017; Nik & Omran, 2013; Zhang et al., 2017; Wu et al., 2017; Shih et al., 2006; Behfarnia & Rostami, 2017; Beigi et al., 2013; Ltifi et al., 2011).

For early ages, in the 4% nano addition, the rate of increase of compressive strength was lower than for the 0.5%, 1%, and 2% samples.

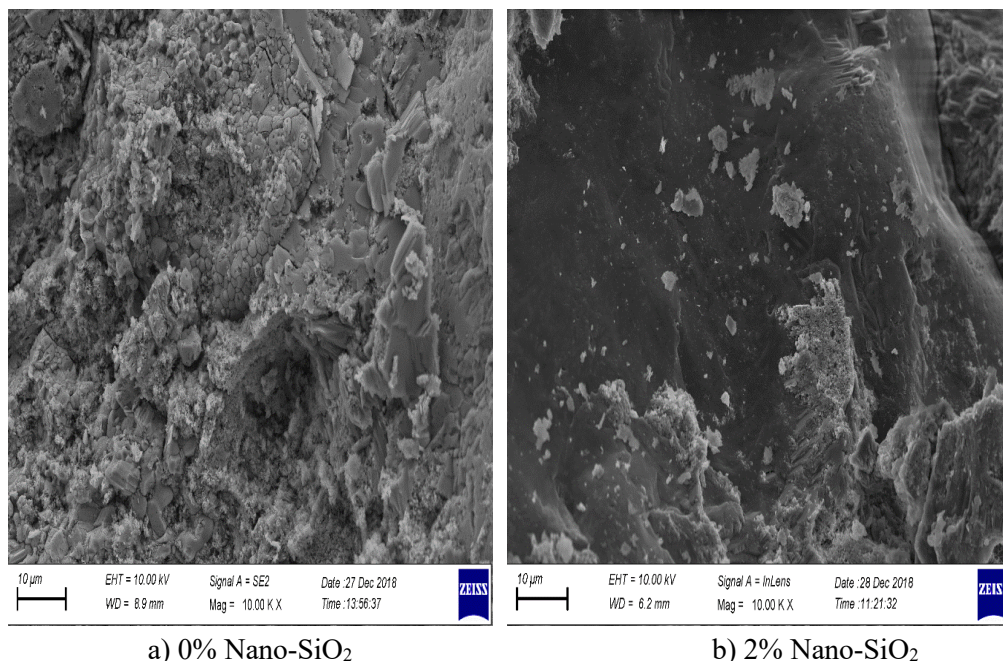
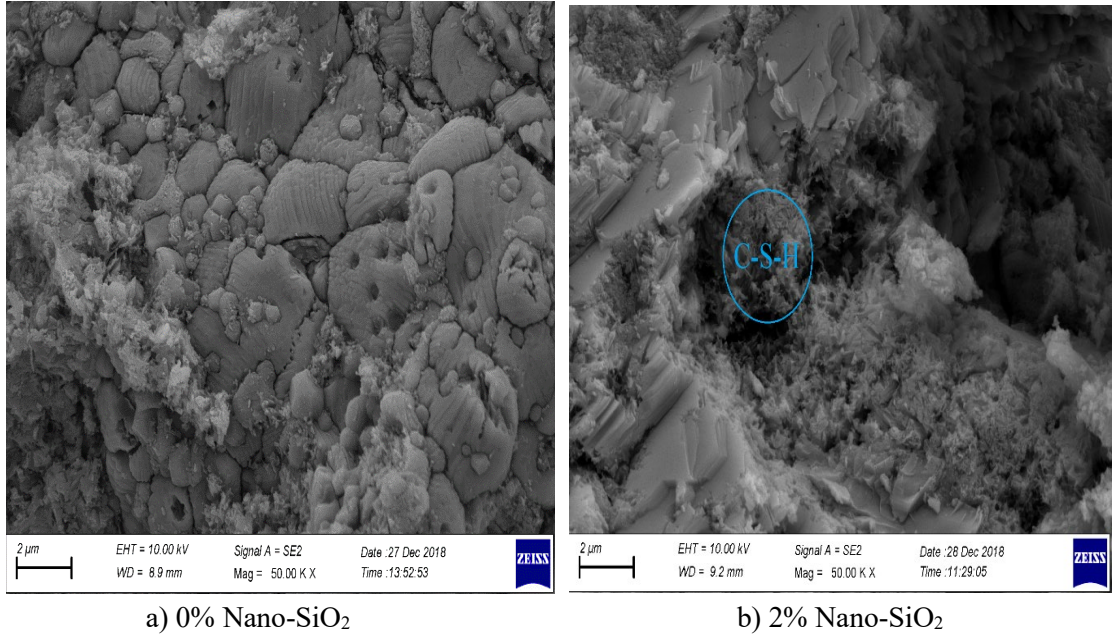


Figure 9. SEM images at 10000 magnification of samples cured for two days.



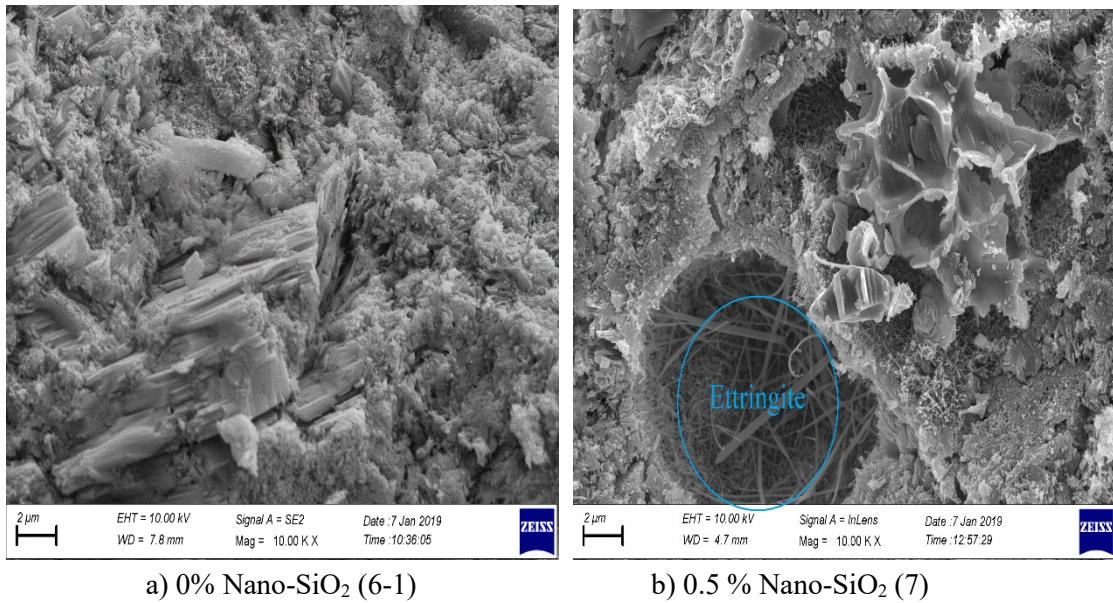
a) 0% Nano-SiO₂

b) 2% Nano-SiO₂

Figure 10. SEM images at 50000 magnification of samples cured for two days.

For the 7- and 28-day curing ages, increasing nano silica content from 0.5 to 4% increased the compressive strength values. The highest increase was found in samples with 4% nano content cured for seven days: 19.51 % (Table 6, Table 7).

For the later curing age (90 days), few decreases in compressive strength were obtained for the samples containing 0.5 and 1% nano-silica: 3.57% and 0.33%, respectively. When the 10000 magnification SEM images of the samples cured for 90 days were examined (Figure 11), microvoids and ettringite formation were observed in the sample containing 0.5% nano-silica. This could be the reason for the decrease in compressive strength.

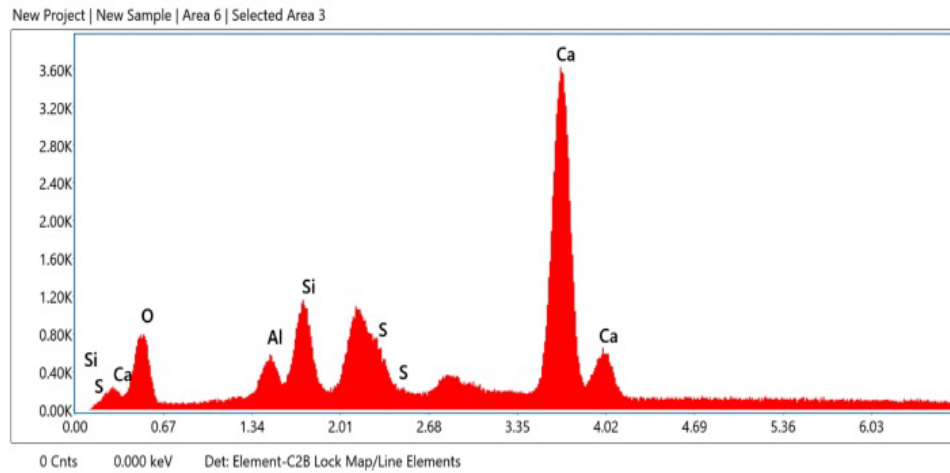
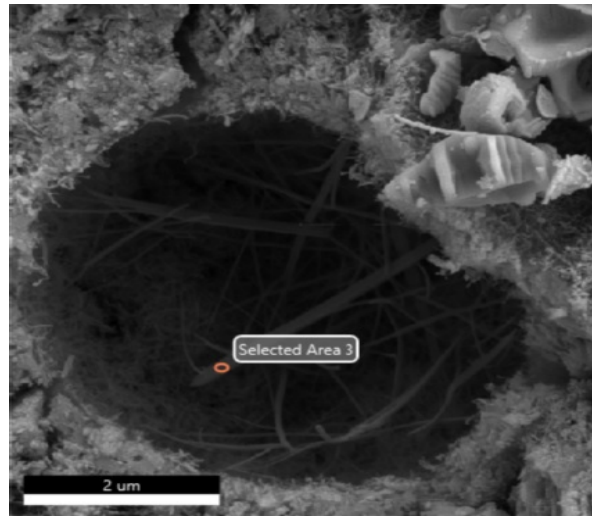


a) 0% Nano-SiO₂ (6-1)

b) 0.5 % Nano-SiO₂ (7)

Figure 11. SEM images at 10000 magnification of samples cured for 90 days.

In the 2 and 4% nano-silica content samples, increased compressive strength values were found at 6.93% and 7.14%, respectively. The compressive strength values of later curing ages were increased by nano-silica, but they were lower than those of earlier ages (Table 6, Table 7).



Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	10.59	21.69	205.58	11.26	0.0254	1.1635	0.2062	1.0000
AlK	2.47	3.00	137.44	6.02	0.0215	1.0192	0.8499	1.0048
SiK	5.27	6.14	296.16	4.20	0.0496	1.0391	0.8999	1.0069
S K	11.87	12.12	460.01	3.94	0.1160	1.0130	0.9526	1.0128
CaK	69.80	57.05	1160.69	3.48	0.6674	0.9674	0.9875	1.0009

Figure 12. EDX analysis result for the ettringite region.

Figure 12 shows the edx analysis of the region estimated to be ettringite. It is seen that there is 11.87% sulfur, 69.80% calcium and 5.27% silicon in the structure. This result supports the idea that the structure is ettringite.

3.3. Radiation shielding results

1. In the control samples, the mass attenuation coefficient values increased as the curing age increased. The highest values of mass attenuation coefficient were obtained for 90 days curing age at 2.67 %. The likely reason is that the curing of the concrete causes C-S-H formation, and the mass attenuation coefficient reaches higher values (Table 8, Table 9, Figure 13).

2. Adding 0.5% nano-Silica increased mass attenuation coefficient values at all curing ages compared with control samples by 0.6%, 1.24%, 1.16%, 0.002%, and 1.65%, respectively. This group obtained the most significant change at 90 days of curing age. However, the increase at 28 days is meager (Tables 8 and 9, Figure 13). In the literature, it has been reported that nano SiO₂ at rates such as 1.5% and 3% causes improvements in photon attenuation property of concrete (Hassanzadeh & Sadat Kiai, 2018; Elsharkawy & Sadawy, 2016; Zaghloul & Elwan, 2017). In this study, it can be said that the best result was obtained with 0.5% nano SiO₂ rate related to photon attenuation.

3. Adding 1% nano-SiO₂ increased 1, 2, 28, and 90 day samples by 0.12%, 0.42%, 0.004%, and 1.01%, respectively; however, there was a decrease of 0.16% for seven days.

4. Addition of 2% and 4% nano-SiO₂ decreased mass attenuation coefficient values for all curing ages, except for 1 and 2 days for the M2 group (Table 8, Table 9, Figure 13).

Generally, at a 1250 keV gamma energy level, even 0.5% nano-SiO₂ addition improved the mass attenuation coefficient; no linear relation could be found between the nano-SiO₂ rate and the mass attenuation coefficient. Similarly, except for control samples, there was no significant relation between the curing age and mass attenuation coefficient at 1250 keV gamma energy level.

Table 8. Photon attenuation coefficient (μ) of samples

Curing age(day)	M0 (cm ⁻¹)	M0.5 (cm ⁻¹)	M1 (cm ⁻¹)	M2 (cm ⁻¹)	M4 (cm ⁻¹)
1	0.091694	0.093115	0.091879	0.092682	0.091694
2	0.092126	0.094731	0.092867	0.093239	0.091079
7	0.092064	0.093487	0.092435	0.092311	0.089914
28	0.092867	0.092991	0.093363	0.092806	0.092435
90	0.092744	0.093735	0.093922	0.091202	0.092435

Table 9. Mass attenuation coefficient (μ_{ρ}) of samples

Curing age(day)	M0 (cm ⁻¹)	M0.5 (cm ⁻¹)	M1 (cm ⁻¹)	M2 (cm ⁻¹)	M4 (cm ⁻¹)
1	0.044665	0.044938	0.044725	0.045057	0.044221
2	0.044921	0.045475	0.045108	0.045106	0.044424
7	0.045058	0.045583	0.044989	0.044759	0.043276
28	0.045280	0.045383	0.045452	0.045082	0.045050
90	0.045864	0.046618	0.046321	0.044331	0.044887

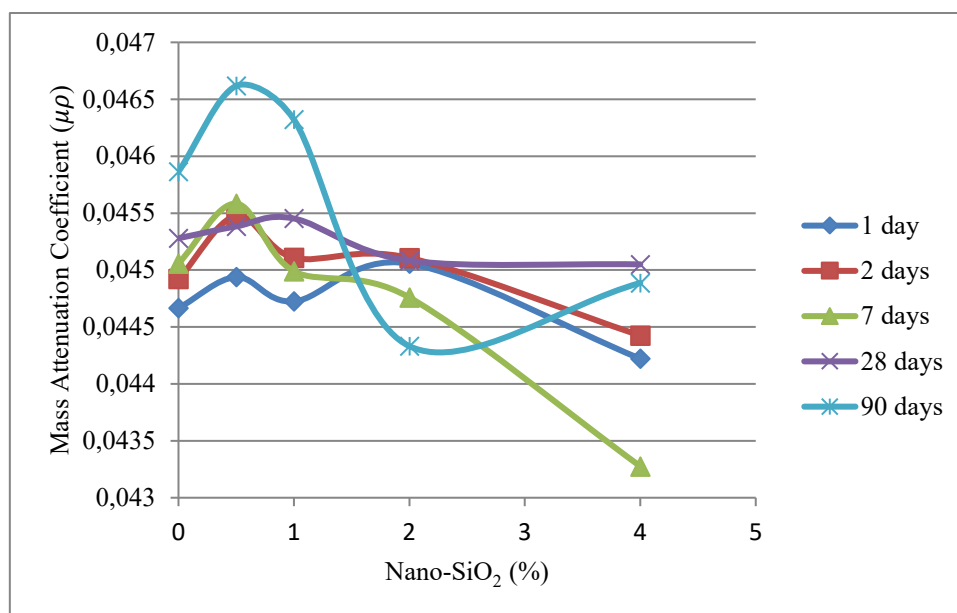


Figure 13. Mass attenuation coefficient versus nano silica addition rates.

4. Conclusion

The addition of 4% nano-silica decreases the setting time.

Even at low rates, nano addition increases the compressive strength values, especially in early curing ages. In later curing age (90 days) samples, low percentages (0.5–1%) of nano-silica decrease compressive strength at low rates, but 2% and 4% nano-silica addition increase the compressive strength with a rate less than for early ages.

The addition of 0.5% nano-silica improves the photon attenuation coefficient, but no linear relation can be found between the nano-SiO₂ rate and the mass attenuation coefficient.

References

- Beigi, M. H., Berenjian, J., Omran, O. L., Nik, A. S., & Nikbin, I. M. (2013). An experimental survey on combined effects of fibers and nano-silica on the mechanical, rheological, and durability properties of self-compacting concrete. *Materials & Design*, 50, 1019-1029. doi:10.1016/j.matdes.2013.03.046
- Behfarnia, K., & Rostami, M. (2017). Effects of micro and nanoparticles of SiO₂ on the permeability of alkali activated slag concrete. *Construction and Building Materials*, 131, 205-213. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.11.070
- Behfarnia, K., & Salemi, N. (2013). The effects of nano-silica and nano-alumina on frost resistance of normal concrete. *Construction and Building Materials*, 48, 580-584. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.07.088
- El-Gamal, S. M. A., Hashem, F. S., & Amin, M. S. (2017). Influence of carbon nanotubes, nanosilica and nanometakaolin on some morphological-mechanical properties of oil well cement pastes subjected to elevated water curing temperature and regular room air curing temperature. *Construction and Building Materials*, 146, 531-546. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.04.124
- Elsharkawy, E. R., & Sadawy, M. M. (2016). Effect of gamma ray energies and addition of nano-SiO₂ to cement on mechanical properties and mass attenuation coefficient. *IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering*, 13(6), 17-22.
- Fallah, S., & Nematzadeh, M. (2017). Mechanical properties and durability of high-strength concrete containing macro-polymeric and polypropylene fibers with nano-silica and silica fume. *Construction and Building Materials*, 132, 170-187. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.11.100

- Gagg, C. R. (2014). Cement and concrete as an engineering material: An historic appraisal and case study analysis. *Engineering Failure Analysis*, 40, 114-140. doi:10.1016/j.engfailanal.2014.02.004
- Givi, A. N., Rashid, S. A., Aziz, F. N. A., & Salleh, M. A. M. (2010). Experimental investigation of the size effects of SiO₂ nano-particles on the mechanical properties of binary blended concrete. *Composites Part B: Engineering*, 41(8), 673-677. doi:10.1016/j.compositesb.2010.08.003
- Givi, A. N., Rashid, S. A., Aziz, F. N. A., & Salleh, M. A. M. (2011). Investigations on the development of the permeability properties of binary blended concrete with nano-SiO₂ particles. *Journal of Composite Materials*, 45(19), 1931-1938. doi:10.1177/0021998310389091
- Hassanzadeh, M., & Sadat Kiai, S. M. (2018). Calculation of photon attenuation coefficient and dose rate in concrete with the addition of SiO₂ and MnFe₂O₄ nanoparticles using MCNPX code and comparison with experimental results. *Nuclear Science and Techniques*, 29, 1-7. doi:10.1007/s41365-018-0493-y
- He, Z., Zhu, X., Wang, J., Mu, M., & Wang, Y. (2019). Comparison of CO₂ emissions from OPC and recycled cement production. *Construction and Building Materials*, 211, 965-973.
- Hou, P., Qian, J., Cheng, X., & Shah, S. P. (2015). Effects of the pozzolanic reactivity of nano-SiO₂ on cement-based materials. *Cement and Concrete Composites*, 55, 250-258. doi:10.1016/j.cemconcomp.2014.09.014
- Janković, K., Stanković, S., Bojović, D., Stojanović, M., & Antić, L. (2016). The influence of nano-silica and barite aggregate on properties of ultra high performance concrete. *Construction and Building Materials*, 126, 147-156. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.09.026
- Ltifi, M., Guefrech, A., Mounanga, P., & Khelidj, A. (2011). Experimental study of the effect of addition of nano-silica on the behaviour of cement mortars. *Procedia Engineering*, 10, 900-905. doi:10.1016/j.proeng.2011.04.148
- Nik, A. S., & Omran, O. L. (2013). Estimation of compressive strength of self-compacted concrete with fibers consisting nano-SiO₂ using ultrasonic pulse velocity. *Construction and Building Materials*, 44, 654-662. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.03.082
- Norhasri, M. M., Hamidah, M. S., & Fadzil, A. M. (2017). Applications of using nano material in concrete: A review. *Construction and Building Materials*, 133, 91-97. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.12.005
- Qing, Y., Zenan, Z., Deyu, K., & Rongshen, C. (2007). Influence of nano-SiO₂ addition on properties of hardened cement paste as compared with silica fume. *Construction and Building Materials*, 21(3), 539-545. doi:10.1016/j.conbuildmat.2005.09.001
- Sanchez, F., & Sobolev, K. (2010). Nanotechnology in concrete-A review. *Construction and Building Materials*, 24(11), 2060-2071. doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.03.014
- Shih, J. Y., Chang, T. P., & Hsiao, T. C. (2006). Effect of nanosilica on characterization of Portland cement composite. *Materials Science and Engineering: A*, 424(1-2), 266-274. doi:10.1016/j.msea.2006.03.010
- Singh, L. P., Karade, S. R., Bhattacharyya, S. K., Yousuf, M. M., & Ahalawat, S. (2013). Beneficial role of nanosilica in cement based materials—A review. *Construction and Building Materials*, 47, 1069-1077. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.05.052
- TSE. (2012). (TS EN 197-1) Turkish Standard: Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements.
- Wu, Z., Khayat, K. H., & Shi, C. (2017). Effect of nano-SiO₂ particles and curing time on development of fiber-matrix bond properties and microstructure of ultra-high strength concrete. *Cement and Concrete Research*, 95, 247-256. doi:10.1016/j.cemconres.2017.02.031
- Zhang, P., Wan, J., Wang, K., & Li, Q. (2017). Influence of nano-SiO₂ on properties of fresh and hardened high performance concrete: A state-of-the-art review. *Construction and Building Materials*, 148, 648-658. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.05.059
- Zaghloul, Y. R., & Elwan, S. K. (2017). Characterization of nano-silica concrete for nuclear uses. *International Journal of Current Engineering and Technology*, 7(1), 207-212.



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Van İli Kanalizasyon Boru Hatlarının Deprem Performansının Coğrafi Bilgi Sistemleri Kullanılarak Değerlendirilmesi

Ülker Cem KAPLAN^{*1}, Osman Seyit ÖZDAMAR¹, Gamze ERKALAY¹, Ali ÖZVAN²,
Mücip TAPAN³, Levent SELÇUK²

¹Van Su ve Kanalizasyon İdaresi Genel Müdürlüğü, 65080, Van, Türkiye

²Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, 65080, Van, Türkiye

³Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 65080, Van, Türkiye
Ülker Cem KAPLAN, ORCID No: 0009-0005-1650-6641, Osman Seyit ÖZDAMAR, ORCID No: 0000-0003-1457-9116, Gamze ERKALAY, ORCID No: 0009-0002-6264-2810,

Ali ÖZVAN, ORCID No: 0000-0001-5459-3989, Mücip Tapan, ORCID No: 0000-0003-4403-4408,

Levent SELÇUK, ORCID No: 0000-0002-7060-8260

*Sorumlu yazar e-posta: ulkercem@hotmail.com

Makale Bilgileri

Geliş: 04.05.2023
Kabul: 14.05.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1291969

Anahtar Kelimeler

Alt yapı sistemleri,
Coğrafi bilgi sistemi (CBS),
Çok kriterli karar analizi
(ÇKKA),
Duyarlılık,
Van

Öz: Van ili depremlerin sıklıkla gözlemlendiği şehirlerimizden birisidir. Son 100 yıl içerisinde Van ili ve çevresinde beşten fazla yıkıcı deprem meydana gelmiş, önemli can ve mal kayıpları yaşanmıştır. Hem 2011 yılında Van ilinde yaşanan depremlerde hem de 2023 yılında yaşadığımız Pazarcık-Elbistan merkez üslü depremlerde kanalizasyon sistemlerinden meydana gelen deformasyonun afetin boyutunu ve etkisini çok fazla artırdığı görülmüştür. Bu çalışmanın amacı, Van merkez ilçelerinde yer alan kanalizasyon alt yapısındaki boruların deprem performansını coğrafi bilgi sistemlerinin kullanarak çok kriterli karar analizi ile değerlendirilmesidir. Çalışmada oluşturulan model üç ayrı faktörü içerir, bunlar; aktif fay hatlarına mesafe, boru tipleri ve zemin özellikleridir. Kanalizasyon boru sistemlerinin deprem duyarlılık haritası, tüm tanımlı faktörlerin birbiri ile kıyaslanmasından oluşan karşılaştırma matrisi kullanılarak elde edilmiştir. Duyarlılık haritasına göre, fay hattına 4 km'den daha yakın mesafede konumlanmış kanalizasyon alt yapısında yer alan boruların, fay hatları tarafından üretilen depremlerde %45'nin yüksek veya çok yüksek hasar görebileceği şeklindedir. Özellikle Van Gölü'ne yakın kesimlerde yer alan İskele Mahallesi ve Edremit ilçe sınırlarının kuzey kesimlerinde yer alan kanalizasyon sistemleri yüksek risk altındadır. En önemlisi kentleşmenin en yoğun olduğu İpekyolu ilçesinin batı kesimleri, Tuşba ilçesinin güney kesimleri ile Edremit ilçesinin kuzeydoğu alanları ise yüksek risk altında olup, bu alanlar toplam kanalizasyon alt yapısının %39'unu oluşturmaktadır. Çalışmada uygulanan yöntem deprem esnasında gelişen deformasyonlara karşı güvenilir ve doğru bilgilerin elde edilmesine imkân tanımıştır. Bu bağlamda üretilen duyarlılık modeli ile hasar görebilirlik analizi, özellikle yüksek duyarlı alanlarda, alt yapı borularının depremden önce yapılacak olan uygulamaların çok daha düzenli ve planlı bir şekilde yürütülmesinde önemli rolleri olacaktır.

Evaluation of Earthquake Performance of Van Sewer Pipelines Using Geographic Information Systems

Article Info

Received: 04.05.2023
Accepted: 14.05.2023
Online December 2023

Abstract: Van is one of the city that earthquakes has been observed frequently in Turkey. In the last century more than five earthquakes has happened around the city, and significant loss of life and property occurred. Earthquake that caused deformation of the sewage - drinking water systems, in Van at 2011, Pazarcık-Elbistan epicenters earthquakes at 2023, once again showed us importance of these

DOI:10.53433/yyufbed.1291969

Keywords

Geographic information system (GIS),
Infrastructure systems,
Multi-criteria decision analysis (MCCA),
Sensitivity,
Van

systems and negative effects during their losses. The aim of this study is to evaluate earthquake performance of the pipes in the sewerage infrastructure in the central districts of Van, by using geographic information system (GIS) based multi-criteria decision analysis (MCDA). The model created in the study includes three separate factors, these are; distance to active fault lines, pipe types and soil properties. The earthquake susceptibility map of the sewer pipe systems was obtained by using the comparison matrix, which consists of comparing all defined factors with each other. According to the susceptibility map, %45 of the pipe lines close up to 4 km to the fault lines, may suffer high or very high damage by earthquakes produced by these fault lines. Especially the sewerage systems located near to the Lake Van in İskeleköy, and close to Edremit district northern border are in high risk. Most importantly, the western parts of İpekyolu district, the southern parts of Tusba district, and the northeastern areas of Edremit district, where urbanization is most intense, and which contains constitute 39% of the total sewerage infrastructure are at high risk. The method applied in the study allowed to obtain reliable and healthy information against natural disasters. The vulnerability model produced in this context will play an important role in the implementation of the infrastructure pipes before the earthquake in a much more planned and healthy way, especially in highly sensitive areas.

1. Giriş

Yeraltı boru sistemleri, insanlar için hayati önem taşıyan petrol, gaz, elektrik, içme suyu ve kanalizasyon boru sistemlerini içerir ve yerleşim alanının yaşam hatları ve/veya can damarları olarak kabul edilir. İçme suyu ve kanalizasyon boru hatlarının diğer boru hatlarına göre en önemli özelliği, şehir alt yapısı içerisinde ağ şeklinde yayılmasıdır. Diğer petrol ve doğal gaz boruları ise genellikle doğrusaldır, dolayısıyla bu hattın herhangi bir yerindeki hasarın onarım maliyeti toplam maliyetin küçük bir kısmını oluşturur.

Boru hattı sistemlerinin gelecekte olası depremlere karşı değerlendirilmesi, depreme dayanıklı altyapılar oluşturma çabaları için ayrıca önemlidir. Yaşam alanları için boru hattı sistemlerinin sürekli hizmet vermesi ve/veya depremden hemen sonra işlevselliğinin hızla geri kazandırılması hayati bir konudur. Doğa kaynaklı afetler sonrası ağ şeklinde şehri besleyen bu kritik alt yapının hasar görmesi büyük ekonomik ve çevresel kayıplara neden olabilmektedir (Şekil 1). Ağustos 1999 İzmit depreminde çoğunlukla endüstriyel hasarlar nedeniyle yaklaşık 17 milyar dolar zarar meydana gelmiştir. Zararın en önemli nedeni boru hatlarındaki sıvı akışının devam etmemesi olarak öngörülmüştür. Su boru hattında ve pompa istasyonunda meydana gelen hasarlar su transferini engellediği için çıkan yangınlarla birlikte hasar boyutu çok daha fazla artmıştır. San Salvador 2001 depreminde, su rezervuarlarına bağlantı yoluyla şehir suyunu sağlayan ana boru hatları hasar gördüğü için, San Francisco 1906 depreminde olduğu gibi 21 milyon \$ üzerinde ekonomik kayıp yaşanmıştır (Manshoori, 2011). 6 Şubat 2023 Pazarcık depremi (Kahramanmaraş) konut dışında altyapı stoğunda büyük yıkıma ve deformasyona yol açmıştır. Bu örneklerde olduğu gibi, geçmişte yaşanan depremlerde zemin yapısı içerisinde gömülü boru hatlarında yüksek derecede hasarları meydana getirdiği iyi bilinmektedir. 1983 Coalinga, 1987 Norveç, 1989 Loma Prieta, 1994 Northridge ve 1995 Kobe depremlerinde olduğu gibi birçok depremde iyi tasarlanmış boru hatlarının genel yapılarını koruduğu, ancak afet sonrası içme suyu ve atık su kaçakları ve kısmi hasarlar nedeniyle şehir ve çevre yaşamının olumsuz yönde etkilendiği görülmüştür (O'Rourke ve ark., 1991; Shinozuka ve ark., 1995; Schiff, 1997; Manshoori, 2011) (Şekil 1).

Deprem kaynaklı tehlikelere bağlı olarak homojen ve yatay devamlılığı olmayan zeminlerde meydana gelen deformasyonların değerlendirilmesine yönelik çok sayıda çalışma mevcuttur. Bu davranışların değerlendirilmesinde deneysel çalışmalardan ve/veya sayısal analizlerden yararlanılmıştır (Bruton ve ark., 2006; Kokavessis & Anagnostidis, 2006; Lin ve ark., 2012). Sayısal analizler belirli deprem kuvveti içerisinde boru özelliklerine bağlı olarak tasarıma yönelik önemli bilgiler sağlamaktadır. Lin ve ark. (2012) gevşek ve sıkı kumlu zeminlerde ve farklı gömülme derinliklerinde fay hattına bağlı kalıcı deformasyonların boru hatları üzerindeki etkilerini incelemiştir. Çalışmada gömülü derinliğin artması, boru hattının deformasyonuna neden olan maksimum toprak basıncının artmasına neden olduğu ve sıkı kumun daha yüksek toprak basıncına katkıda bulunduğu görülmüştür.



Şekil 1. 1985 Meksika ve 1988 Tennant Creek depremlerinde gömülü içme suyu ve gaz boru hatlarının depremlerle ilişkili yapısal hasarları (Flores-Berrones & Liu, 2003; Maddocks & Dunlevie, 2016).

Tsai ve ark. (2001) 21 Eylül 1999'da meydana gelen güçlü deprem şoku ($M=7.3$) nedeniyle orta Tayvan bölgesindeki kamu su tedarik boru hatlarında meydana gelen hasarın nedenlerini şu şekilde özetlenmiştir: (1) yoğun faylanma hareketi boru hattı için karşı konulmazdı; (2) boru hattı hasarı, indüklenen yer sarsıntısı ile yakından ilişkiliyken, hasar derecesi esas olarak boru hattı çapının boyutuna bağlıydı; (3) hasar, zayıf yerel zemin koşullarından dolayı yer sarsıntısının ve sıvılaşmanın saha büyütmelerinden etkilenmiştir; (4) farklı boru hattı malzemeleri farklı hasar türleri sergilemiştir. Araştırma, boru bağlantı bağlantılarının hasar görmeye yatkın olduğunu ve boru bağlantısının depreme karşı dayanıklılığın kilit noktası olduğunu göstermiştir. Liang & Sun (2000) deprem sonrası incelemelerin önemli olduğunu ifade etmektedir. Araştırmacı yerel saha koşullarının boru hatlarının sismik davranışı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Gömülü boru hatlarına verilen neredeyse tüm sismik hasarlar ya fay hareketi, heyelan ve yanıl yayılma gibi kalıcı zemin deformasyonundan kaynaklanmıştır ya da zayıf zeminde bulunmuştur.

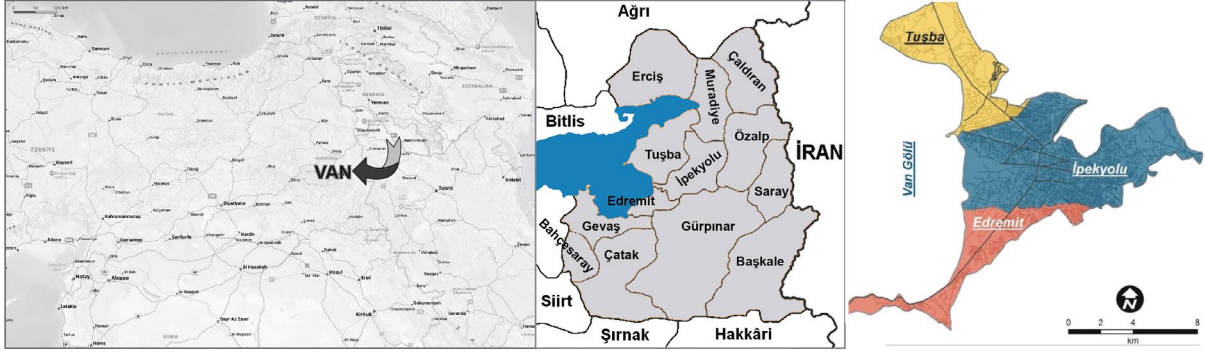
Depremi neden olduğu tekrarlı gerilmeler ve kalıcı deformasyonlar boru hatlarının kısmen hasar alması veya kullanılmamasına neden olmaktadır. Ayrıca afetler sonrası suyun kent alanlarına sürekli olarak sağlanamaması, sanitasyon problemleri, salgın hastalıklar ve kontrol edilemeyen yangınlar ile kent yaşamını dolaylı olarak olumsuz yönde etkilemektedir. Dolayısıyla olası bir afete yönelik olarak kentsel alanlarda yaşamı sürekli kılan yeraltı gömülü boru sistemlerinin performanslarının incelenmesi ve önceden tedbirlerin alınması esastır. Bu kapsamda zemin koşulları, aktif faylara olan uzaklık, bölgenin ivme değerleri gibi birçok faktör boru sistemlerinin dinamik koşullardaki etkisini değerlendirmek için birer kriterdir. Gömülü boruların zemin ile olan etkileşimini incelemek için zemin özelliklerinin belirlenmesi gerekir. Çünkü gömülü yapı ile etkileşimde bulunan zeminler dinamik şartlarda farklı tepkiler (zemin büyümesi, sıvılaşması gibi) sergilerler. Diğer taraftan, bir depremin neden olduğu yer değiştirme özelliklerinin esas olarak gömülü boru hatlarının tepkisini etkilediği sonucuna varılmıştır (Lee, 2010). Bu nedenle, gömülü boru hatları ile zemin arasındaki nispi sismik yer değiştirmelerin incelenmesi, hasar tahmini için uygulanan en etkin yöntemlerden biridir.

Bu çalışma yaklaşık nüfusu 1.000.000'nun üzerinde olan ve doğa kaynaklı afetlerin sıklıkla yaşandığı Van ili yerleşim alanı için planlanmıştır. Bu çalışmada, yukarıda vurgulandığı gibi gömülü kanalizasyon hatlarının olası deprem hasarlarını belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda Coğrafi Bilgi Sistemleri tabanlı deprem hasarlarını engellemek veya minimize etmek için il risk azaltma planlarında kullanılmak üzere taban bir harita üretilmiştir.

2. Materyal ve Yöntem

Van ili Doğu Anadolu Bölgesi'nin en doğusunda ve rakımı 1646 m ile 1850 m kotları arasında yer almaktadır. Karmaşık tektonik yapısı, topoğrafik yüksekliği ve son yıllarda bölgede yaşanan çığ, deprem vb. doğa kaynaklı afetler nedeniyle Van ili sıkça adını duyduğumuz bir yerleşim alanıdır. Van ilinin doğu ve güney kesimlerinde eğim değerleri 6° ile 16° arasında değişirken, batı sınırını oluşturan Van Gölü kıyısında doğru gelindikçe bu değer 1° ile 2° 'ye kadar düşmektedir. Van il merkez sınırları içerisinde yer alan merkez ilçeleri düşük eğimli geniş düzlüklerden oluşmaktadır. Çalışma alanı

İpekyolu, Edremit ve Tuşba merkez ilçelerini kapsamaktadır (Şekil 2). 2022 nüfus verilerine göre, ilçe merkezlerindeki toplam nüfus 639.166 olup, en kalabalık ilçe 348.046 ile İpekyolu ilçesidir (TİK, 2023). Nüfusun %54'i Van eski kent merkezinde yerleşim sağlamaktadır.



Şekil 2. Çalışma alanının yer bulduru haritası.

2.1. Materyal

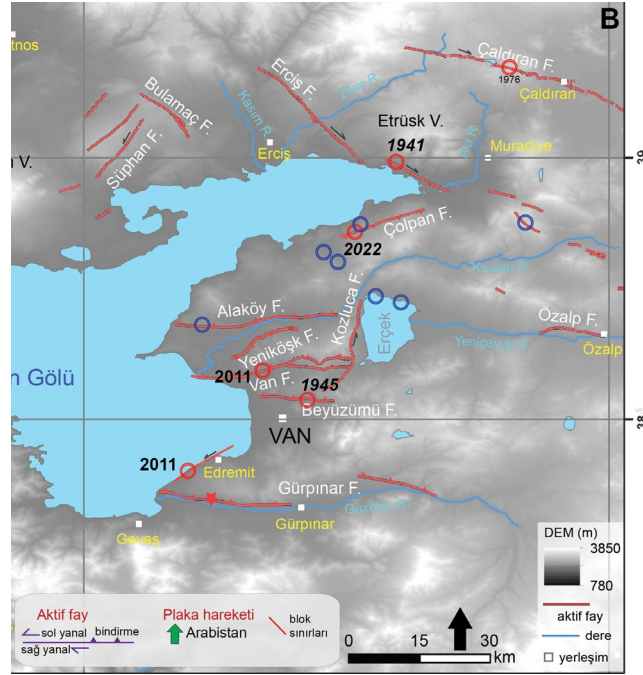
2.1.1. Aktif faylar

Gelişimini aktif tektonizma ve volkanizma belirleyiciliğinde sürdüren Van Gölü Havzası'nın da içinde bulunduğu Doğu Anadolu Yüksek Platosu'nda tektonik hatlar, kuzey-güney doğrultulu egemen sıkışma sonucunda doğu-batı doğrultulu ters, kuzeybatı-güneydoğu doğrultulu sağ yönlü ve kuzeydoğu-güneybatı yönelimli sol yönlü doğrultu atımlı faylar ile kuzey-güney doğrultulu genişleme yapıları tarafından temsil edilmektedir (Şaroğlu & Yılmaz, 1986; Bozkurt, 2001; Koçyiğit ve ark., 2001; Dhont & Chorowicz, 2006; Sağlam-Selçuk ve ark., 2020) (Şekil 3). Van Gölü Havzası'nın genel olarak doğu kesiminin deformasyonu güneyden kuzeye doğru Gürpınar, Beyüzümü, Van, Yeni köşk, Alaköy ve Çolpan bindirme fayları tarafından kontrol edilmektedir (Şekil 3). Havzanın kuzey ve batı kesimlerinde ise Erziş, Özalp, Çaldıran, Bulamaç ve Süphan gibi doğrultu atımlı faylar hakimdir (Şekil 3). Havza'nın kuzey sınırında yer alan sağ yönlü doğrultu atımlı Çaldıran Fayı üzerinde 1976 yılında gerçekleşen depremden (Mw 7.3; Toksöz ve ark., 1978) sonra göl çevresindeki en önemli sismik etkinlik olan 23 Ekim 2011 (Mw 7.2) depremi, gölün doğu kesiminde, kıyı ötesinden başlayıp kara alanına DKD doğrultu ile devam eden düşük açılı bir ters fay üzerinde gerçekleşmiştir (Doğan & Karakaş, 2013) (Şekil 3B). Yapılan modelleme çalışmalarında Van'ın kuzeyinde kalan tavan bloğun yaklaşık 55–70 cm arası yükseldiği belirtilmiştir (Toker, 2013; Utkucu, 2013). Bu depremin ardından, yakın geometride ancak sol yönlü doğrultu atımlı karakterde bir fay üzerinde Edremit Depremi (Mw 5.6) meydana gelmiştir.

Tektonik açıdan oldukça aktif olan Van Gölü havzası içerisinde tarihsel ve aletsel dönemde farklı büyüklüklerde yıkıcı birçok deprem kaydedilmiştir. Bu depremlerin can kayıpları ve yaralanmalara sebep olmasının yanı sıra, konut, hayvancılık ve altyapı stokunda büyük yıkımlara ve hasara yol açtığı görülmektedir. 2011 Van depreminde, Van'ın kuzeyinde bir su iletim ve atık su boru hattı boyunca boru hasarları gözlemlenmiştir (Şekil 4). Hasar, sıvılaşmanın neden olduğu yanal yayılmadan kaynaklanmıştır (Uçkan, 2013; Uçkan ve ark., 2016).

Havzanın güncel deformasyonu kontrol eden fayların farklı kayma hızlarına sahip olmaları ve deprem olay seviyesi zaman aralıklarının farklı olması oluşan deformasyonun boyutunu da değiştirmektedir. Bölge içerisinde yakın zamanlarda hasar yapıcı birden fazla deprem meydana gelmiştir. Zamansal olarak 1941 ile 2020 yılları arasında bu havza içerisinde geometrik özellikleri farklı 5 yıkıcı deprem meydana gelmiş ve 5700'den fazla insan hayatını kaybetmiştir. Bununla birlikte yaklaşık 60.000 yapı kullanılamaz hale gelmiştir. Bu çalışma kapsamında 2011 yılında deprem üretmiş Edremit ve Van Fayı, 1945 yılında deprem üretmiş Beyüzümü Fayı ve aletsel dönemde deprem kaydı bulunmayan Gürpınar Fayı dikkate alınmıştır. Bu fayların etken olarak kullanılmasının nedeni, Van il merkezinden direk veya kuzeyden/güneyden sınırlamalarından dolayıdır. Bununla birlikte, her ne kadar etken olarak kullanılan fayların deprem tekrarlanma aralıkları ile ilgili bir bilgi olmasa da, bu havza

içerisinde her 34-37 yılda bir kere büyük depremlerin yaşanması alt yapı borularının deformasyonu için risk oluşturmaktadır.



Şekil 3. Van Gölü Havzası ve yakın civarında yer alan aktif faylar (Koçyiğit ve ark., 2001; Emre ve ark., 2013; Doğan & Karakaş, 2013; Sağlam-Selçuk ve ark., 2020).



Şekil 4. 2011 Van depremlerinde gözlenen yer altı su ve atık su borularındaki hasarlar (Uçkan, 2013, Uçkan ve ark., 2016).

2.1.2. Boru tipleri

Kanalizasyon sistemleri kirli ve atık suların özel kanal ve borular yardımıyla toplanıp atılmasını sağlayan altyapı sistemleridir. Alt yapı sistemlerinde lağım ve yağmur suyu, atık sular taşınmaktadır. Bu sistemlerde künt boru olarak adlandırılan kalın borular kullanılmaktadır.

Alt yapı ve kanalizasyon sistemlerinde meydana gelebilecek temel sorunların sebebi doğal ve yapay yer hareketleridir. Bu hareketler kanalizasyon sistemlerinde kullanılan boruların ve bağlantı parçalarında meydana gelebilecek deformasyonlar sızıntılar gibi sorunlara yol açmaktadır. Özellikle Van bölgesi gibi I. Deprem bölgesi olan yerleşim yerlerinde oluşacak olan depremin farklı borular üzerindeki etkileri incelenmiştir. Bu çalışmada aşağıda özellikleri anlatılan üç farklı boru tipi kullanılmıştır.

Kanalizasyon sistemlerinde sağlamlık bakımından beton boru kullanılmaktaydı. Beton borular, farklı özellikteki malzemelerin bir araya getirilmesiyle oluşturulan çok güçlü borulardır. İç yüzeylerin

pürüzsüz ve yüksek basınç yüklerine ve su basıncına dayanıklıdır. Kanalizasyon sistemlerinde kullanılan beton borunun genel görünüşü Şekil 5a’da verilmiştir (Saka & Ortakçı, 2022).



Şekil 5. A. Beton boru, B. Korega Boru, C. Duktıl borunun genel kesit görünümü.

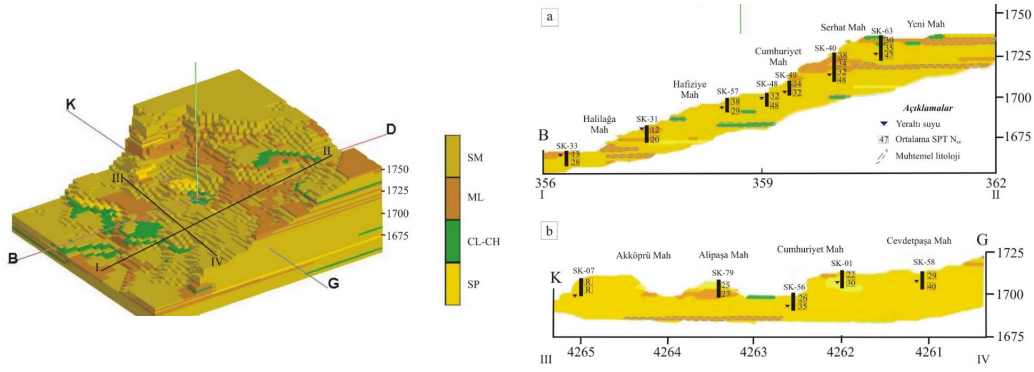
Fakat malzeme teknolojisinin gelişmesine bağlı olarak ağırlık bakımından çok hafif ve darbelere karşı yüksek mukavemetinden dolayı korega boru kullanımı yaygınlaşmaktadır. Korega borular polietilen ve polipropilen malzemelerden oluşmaktadır. Bu boru tipinin iç yüzünün pürüzsüz olması hidrolik pürüzlülüğü düşürmektedir. Bundan kaynaklı kanalizasyonlarda düşük çap seçilerek maliyeti düşürmektedir. Ayrıca kanalizasyon sisteminin içerisindeki katı ve diğer parçacıkların boru yüzeyinde tabaka oluşmasını engelleyerek zamanla oluşabilecek tıkanmaları önlemektedir. Kullanılan diğer yaygın boru çeşidi ise korega boru olup, genel görünüşü Şekil 5b’ de verilmiştir (Saka & Ortakçı, 2022).

Altyapı sistemlerinde kullanılan diğer bir boru çeşidi ise duktıl borulardır. Bu borular santrifüj döküm tekniği ile üretilen sfero dökme demir boru çeşididir. Üretim şekli sayesinde küresel bir grafitli yapıya sahiptir. Bu sayede diğer dökme demir borulara göre daha esnek bir yapı ve yüksek mukavemete sahiptir. Duktıl borular genellikle içme suyu hatlarında kullanılmaktadır. Altyapı sistemlerinde kullanılan duktıl borunun genel görünüşü Şekil 5c’de verilmiştir (Saka & Ortakçı, 2022).

2.1.3. Van ili zemin özellikleri

Van ili merkez mahalleleri genel olarak Pliyosen-Kuvaterner yaşlı kıyı kum, gölsel ve akarsu çökelleri üzerinde yer alır. Van şehri için sondajlardan elde edilen verilere dayanan zemin modeli (Şekil 6), akarsu çökellerinin üst ve alt bölümünün genellikle siltli kum ve killi tabakalardan oluştuğunu, orta kesimin ise daha çok siltli kum birimlerden oluştuğunu göstermektedir (Selçuk & Aydın, 2012) (Şekil 6).

Kent merkezinin doğusu (Erek Dağı) ve batısına (Van Gölü) doğru gidildikçe kumlu birimler, anlık fasiyes değişimleri göstermektedir. Genel olarak bu birimler, killi-siltli ve killi birimlerle birlikte aralanmalı olarak yer almaktadır. İpek Yolu'nun batısında kalan mahallelerde (Selimbey ve Halılağa mahalleleri) ise genel olarak üst birimlerin kil ve silt içerikli olduğu, bu tabakaların altında ise yine benzer özellikte siltli kum birimlerin olduğu belirlenmiştir. Kil ve siltten oluşan birimlerin kalınlıkları yaklaşık olarak 3,5 m ile 560 m arasında değişmektedir. İl merkezinin doğusunda yer alan, Şerefiye, Serhat, Esenler ve F. Avrasi mahallelerinde ise yine siltli ve killi birimlerin genelde yüzeyde yer aldığı, kalınlık değerlerinin ise 2.0 ile 4.0 m arasında değiştiği, bu birimlerin altında ise kumlu birimlerin olduğu belirlenmiştir. Van ili merkez mahallelerin batı ve kuzey batısında yer alan Yalı, Altıntepe, Abdurrahman ve İskele mahallelerinin baskın litolojisini ise gri, yeşil renkli göl çökellerine ait killer oluşturmaktadır. Selçuk ve Aydın (2012), yumuşak zemin çökellerinin büyütme etkilerini belirlemek için 30 m derinlikler için ortalama SPT N ve Vs değerleri deneysel ilişkiler içerisinde değerlendirilmişlerdir. Tahmini büyütme değerleri, yer hareketi etkisinin şehir merkezinde yaklaşık 2,2 kat artabileceğini göstermektedir. Tahmin edilen bu zemin büyütmesi değerleri Van depremleri sırasında yapısal hasarın artmasında çok önemli bir rol oynamıştır.



Şekil 6. Van ili yerleşim alanına ait yeraltı zemin modeli, (b) D-B ve K-G hatlı jeolojik kesitler (Selçuk ve Aydın, 2012).

Bu çalışmada Van il merkezinde yer alan birimler üç ana grup olmak üzere beş birim altında incelenmiştir. Kaya zeminler temel olarak, Kuvaterner birimleri ise, alüvyon yelpazesi çökeltileri, eski göl ve akarsu çökeltileri ve bataklık çökeltileri olmak üzere değerlendirilmiştir.

2.2. Yöntem

Coğrafi Bilgi Sistemleri (CBS), yeryüzüne ait bilgileri belirli bir amaca yönelik olarak toplama, bilgisayar ortamında depolama, güncelleştirme, kontrol etme, analiz etme ve görüntüleme gibi işlemlere olanak sağlayan bir karar destek sistemidir. Bu sistem, son yıllarda oluşan sorunların çözümünde etkin olarak kullanılmaktadır. Çünkü mekânsal verileri tüm bilgileri ile depolayan ve sorgulanması ile analiz edilmesine imkân vermektedir. CBS birçok afet risk tahmininde kullanıldığı gibi son yıllarda sıklıkla deprem tahminlerinde ve depremlerin oluşturacağı zararların belirlenmesinde kullanılmaktadır. CBS'ye sorgulama için temel olacak veriler; meydana gelmiş afet türleri gibi istatistiksel bilgiler ile, konuma bağlı çalışma alanının yerüstü ve yeraltı yapısı, fay hatları, alt yapı tesislerinin dağılımı gibi harita temelindeki bilgilerden oluşabilir. Bu tip verilerin deney ve gözlemlerle saptanmış denklemler (örneğin yapı tiplerinde depremler sonucu gözlenen hasar denklemleri, zemin durumunun davranış denklemleri vs.) üzerinde işlenmesiyle hasar dağılımı ortaya konulabilir (Nurlu ve ark., 1995).

Coğrafi Bilgi Sistemleri'ne bağlı olarak yapılan risk analizlerinde ortaya çıkan en önemli bilgiler arasında, geçmişte oluşan deprem büyüklüklerine bağlı olarak yapılarda oluşabilecek risklerin ortaya konulmasıdır. Bu analizler sadece, risk durumunu değil aynı zamanda oluşabilecek bu durumlar karşısında önceden tedbir alınmasını sağlamaktadır. Tehlike haritalarının oluşturulmasında en önemli faktörlerin başında risk analizleri gelmektedir. Bu analizlerde, (i) tehlikeler, (ii) güvenlik açıkları ve (iii) risk altındaki unsurlar önemli bileşenlerdir (Van Westen ve ark., 2008). Tehlikelerin zamansal/mekânsal ve oluşum sıklığına bağlı olarak ifade edilmesi bölge için en önemli kaynaklardan biridir (Van Westen, 2013). Van kanalizasyon boru hatlarının deprem performansının belirlenmesi CBS tabanlı çok kriterli karar analizi (Çkka) (Carver, 1991; Malczewski, 1996) kullanılarak değer atama yöntemi ile belirlenmiştir.

Yapılan çalışmada yöntem beş farklı basamaktan oluşmaktadır.

- Çalışma alanında yer alan boruların performansını etkileyecek kriterlerin belirlenmesi
- Bu kriterlerin sayısal ortama aktarılması
- Vektör verilerin Raster'a formatına dönüştürülmesi, Raster verilerin değer atanarak tekrardan sınıflandırılması ve tüm kriterlerin üst üste çakıştırılması
- Analitik Hiyerarşi yöntemiyle (AHP) ağırlık değerlerinin belirlenmesi
- Çok kriterli karar analizi (ÇKKA) ile tehlike haritasının oluşturulması

Oluşacak her bir tehlikenin risk durumunu belirleyen farklı kriterler bulunmaktadır. Van ili genelinde yer alan kanalizasyon borularını etkileyecek kriterler ve risk durumları dikkate alınan değerler Çizelge 1'de detaylı olarak verilmiştir (Çizelge 1). Çalışmada üç farklı kriter kullanılmıştır. Bu kriterler; (i) fay hatlarına uzaklık, (ii) zemin özellikleri ve (iii) boru tipleri şeklindedir. Her bir veri kendi

içerisinde risk durumuna bağlı olarak sınıflara ayrılmış ve her bir CBS katmanına ağırlık değeri verilmiştir.

Çok kriterli karmaşık karar problemlerinin analizinde genel olarak kullanılan matematiksel yöntemlerden biri Analitik Hiyerarşi Prosesi (AHP) olup, ağırlık değerlerinin belirlenmesi bu yöntemle bağlı olarak yapılmıştır. AHP, 1/5 (az önem derecesi) ile 5 (çok önem derecesi) değerleri arasında bir karşılaştırma ölçeği kullanarak, matris içerisinde tanımlı her bir kriterin birbiriyle kıyaslanmasına ve her bir kriter için yüzde cinsinden ağırlık değerlerinin belirlenmesine olanak tanır (Saaty & Vargas, 1991).

Çizelge 1. Çalışmada kullanılan kriterler

Kanalizasyon Borularını Etkileyecek Olan Kriterler					
Kriterler ve puanları					
Fay hatlarına uzaklık (m)	Boru Tipleri	Zemin tipi			
0-500	Çok yüksek	Beton	Yüksek	Qgb-Qayd(bataklık-yelpaze)	çok yüksek
500-1000	yüksek	Ductile	Orta	Qay (yelpaze)	yüksek
1000-2500	orta	Koruge	Düşük	Qeay (eski göl-yelpaze düzlüğü)	orta
2500-4000	düşük			Temel	düşük

CBS ve çok kriterli karar analizinin (ÇKKA) beraber kullanımı ile, bir bölgede var olan problemlerin çözümünde, projelendirilmesinde, değerlendirilmesinde ve hatta farklı kararların çözüm uygulamaları üzerine zengin bir derleme sağlar (Malczewski, 2006). ÇKKA ile bağımsız ve birbirinde farklı faktörleri birlikte değerlendirme imkânı sunar. Dolayısıyla daha güvenilir sonuçların elde edilmesi ve bu sonuçlara bağlı olarak karar verme sürecinde birden fazla alternatifin değerlendirilmesi sağlanır. Kanalizasyon borularının deprem performans duyarlılık değerlendirmesinde, ÇKKA sayesinde üç farklı faktör birlikte değerlendirilmiştir.

3. Bulgular

2011 yılında Van ilinde meydana gelen depremlerde (23 Ekim ve 9 Kasım depremleri) kanalizasyon boru hatlarında deformasyonlar meydana gelmiştir. Bu deformasyonların özellikle fay hattına yakın kesimlerde yoğunlaştığı bilinmektedir. Bu nedenle fay hatlarına yakın kesimler yüksek riskli alanlar olarak ele alınmıştır. Ayrıca bölgede yer alan boru tipleri ağırlıklı olarak üç tip altında toplanmaktadır. Bu boru tiplerinin deprem yüküne karşı gösterdikleri performans değerlerine bağlı olarak sınıflamalar yapılmıştır. Van il merkezinde yüzeyleyen zemin tipi genel olarak bataklık, alüvyon yelpaze düzlüğü çökelleri ve alüvyon yelpazesi çökelleri şeklindedir. Bu zemin tiplerinin deprem esnasındaki davranışları göz önünde bulundurularak puanlama değerleri atanmıştır.

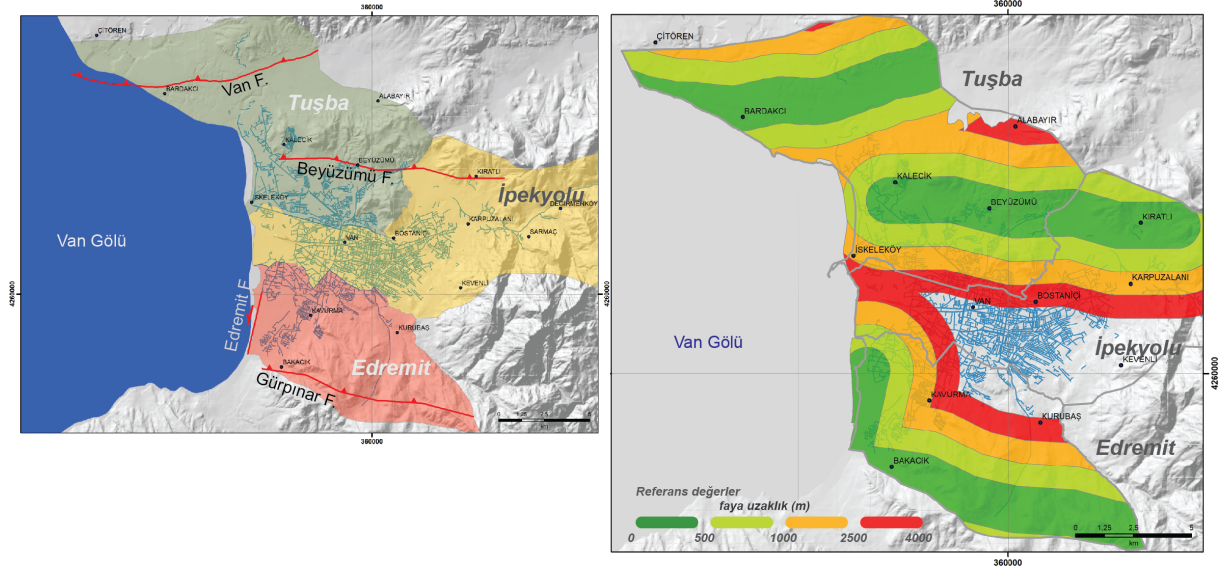
3.1. Faylara uzaklık

Bölgede yer alan deprem üretme potansiyeline sahip faylara olan uzaklık mesafeleri, kanalizasyon sisteminin deprem performansının değerlendirilmesinde önemli bir parametredir. Sismik etkinliği olan fayların özellikleri bu değerlendirmedeki diğer önemli parametrelerden biri durumundadır. Bindirme faylarında deformasyonun büyük çoğunluğu tavan blokta yoğunlaşırken, doğrultu atımlı faylarda ise deformasyon genel olarak hareket eden blokta yoğunlaşmaktadır.

Geçmişten günümüze birden fazla yıkıcı deprem ile etkilenen Van İl kent merkezi için birden fazla aktif fayın oluşturacağı depremler halen risk oluşturmaktadır. Bu faylar, kuzeyden güneye doğru Erciş Fayı, Ermişler Fayı, Yeniköşk Fayı, Van Fay Zonu, Beyüzümü Fayı, Edremit Fayı ve Gürpınar Fayıdır. Erciş Fayı ve Edremit Fayı sadece doğrultu atımlı olup, diğer faylar bindirme karakterine sahiptirler. Bindirme faylarının eğim yönleri farklı olup, bu çalışmada değerlendirilen bindirme fayları kuzeye eğimlidirler.

Bu çalışmada, Van il merkezini etkileyebilecek aktif faylar dikkate alınmıştır. Bunlar kuzeyde Van ile Beyüzümü Fayı, batıda Edremit fayı ve güneyde ise Gürpınar fayıdır (Şekil 7A). Bindirme faylarının eğim yönleri farklı olup, bu çalışmada değerlendirilen bindirme fayları kuzeye eğimlidirler. Aktif faylara olan mesafe aralıkları 500 m'den küçük, 500-1000 m, 1000-2500 m ile 2500-4000 olacak şekilden tampon bölgelere ayrılmıştır (Şekil 7B) (Çizelge 2).

Bardakçı mahallesinden geçen Van fayını dik kesen kanalizasyon boruları bu bölgedeki en riskli alandır. Özellikle şehir merkezinin kuzey kesiminde yer alan Beyüzümü fayı Tuşba ilçesinde yer alan borularının kuzey kesimlerini dik bir şekilde kesmektedir (Şekil 7B).



Şekil 7. A. Van ili kentini denetleyen aktif faylar, B. faylara ait tampon bölgeleri.

Çizelge 2. Her bir katman içerisindeki kriterlerin ağırlık değerleri

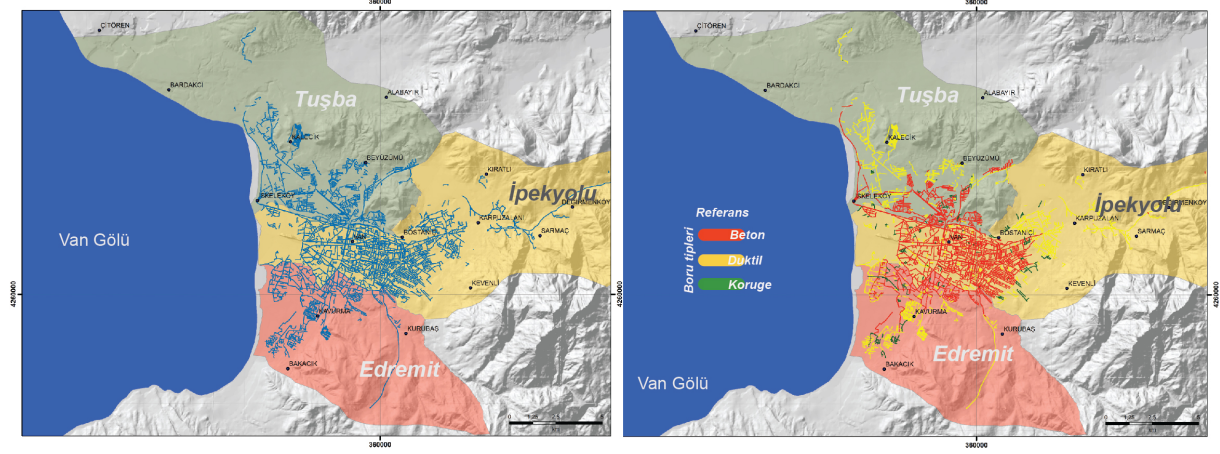
Katmanlar	Ağırlık	Kriter	Değerler	
Faya uzaklık	0.3925	< 500	0.1472	
		500-1000	0.2307	
		1000-2500	0.2951	
		2500-4000	0.327	
		Tutarsızlık oranı	0.026975	
Boru tipi	0.4041	Beton	0.5747	
		Duktil	0.0533	
		Koruge	0.372	
		Tutarsızlık oranı	0.017842	
Zemin	0.2034	T	0.4917	
		Qeb	0.0871	
		Qay	0.184	
		Qeay	0.2372	
		Tutarsızlık oranı	0.0123590	

3.2. Boru tipleri

Boru tipleri, kent planlamasında kanalizasyon sistemlerinde oluşabilecek bir deformasyonun değerlendirilmesinde önemli parametrelerden biridir. Çünkü oluşan depremlerde kanalizasyon sistemlerinde meydana gelen deformasyonlar sonucunda bu sular içme sularına karışmaktadır. Van il sınırlarında kanalizasyon hattı yapımı 1980'li yıllarda başlamıştır. Şehrin büyümesine bağlı olarak bu hatların yapımına devam edilmiştir (Şekil 8A). Ancak Van ili ve Erciş ilçelerinin merkezinde yer alan kanalizasyon hatlarının yaklaşık %30'u ömrünü doldurmuştur. Günümüzde yapılan ve devam eden tüm kanalizasyon sistemleri İller Bankası genelgesine uygun bir şekilde yapılmaktadır.

Van ili genelinde baskın olarak kanalizasyon sistemlerinde beton borular kullanılmaktadır (Şekil 7B). Şehirleşmenin daha yoğun olduğu İpekyolu ilçesinde beton boruların fazla olduğu ancak yenilenme çalışmalarının yapıldığı alanlarda ise koruge borularının kullanıldığı görülmektedir. İpekyolu ve Edremit ilçesinde ise Duktil borular daha baskın bir şekilde kullanılmıştır (Şekil 8B).

Çalışma alanında yer alan betonarme borular beton borular, HDPE (Yüksek yoğunluklu polietilen), PE (Polietilen boru) borular Koruge borular içerisinde değerlendirilmiştir. Deprem performans değerlerine bağlı olarak borular üç ana grupta değerlendirilmiştir. Deprem oluşturduğu deplasmanlarda, koruge borular düşük, duktıl borular orta ve beton borular yüksek deformasyon sınıfına ayrılmıştır (Çizelge 2).

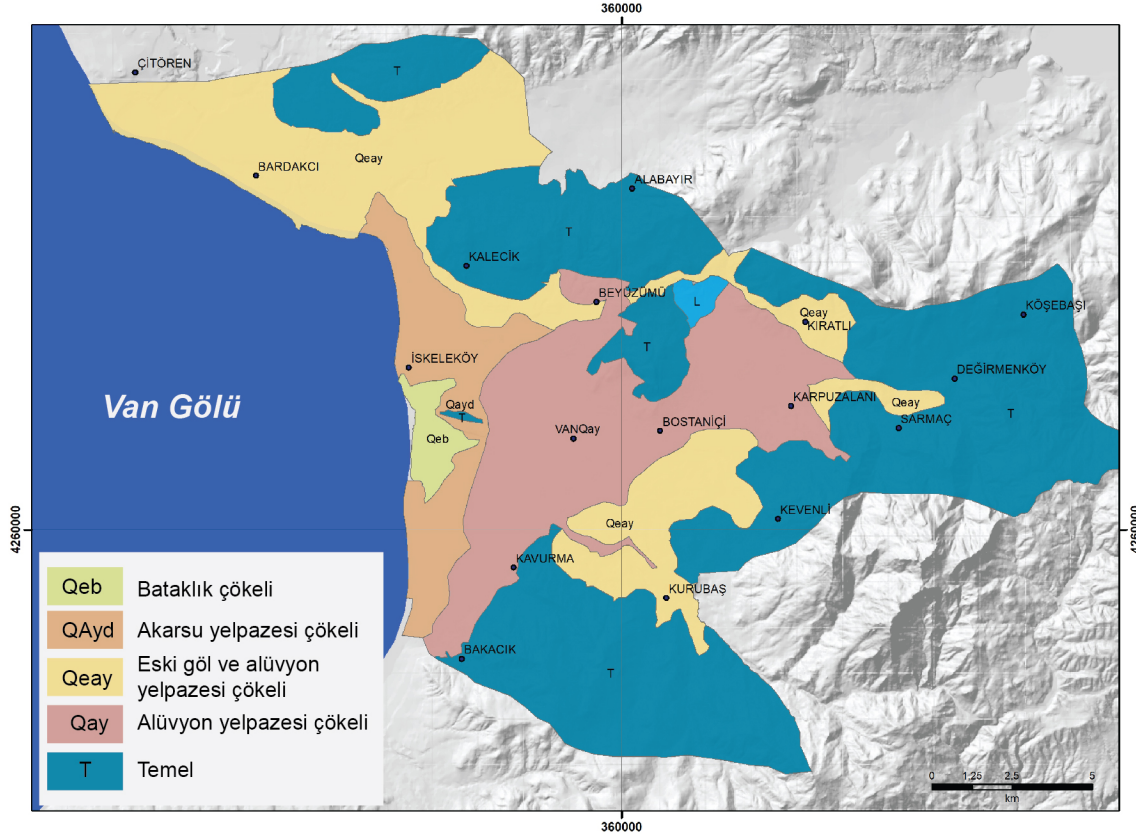


Şekil 8. A. Van ili merkezinde yer alan kanalizasyon şebekesi, B. şebekenin boru tiplerine bağlı olarak sınıflandırılması.

3.3. Zemin özellikleri

Zemini oluşturan litoloji deprem esnasında oluşan deformasyonu belirlenmesi anlamında önemli bir faktördür. Örneğin, 2011 yılında hem Van ilinde yaşanan depremlerde hem de 2023 yılında Kahramanmaraş-Pazarcık merkez üssü depremlerde zemin özelliklerinin önemli bir parametre olduğu görülmektedir.

Çalışmada, bölgede yüzeleyen Kuvaterner öncesi birimler temel birim yani kaya zemin olarak değerlendirilmiştir. Kuvaterner birimler ise sıklık oranlarına bağlı olarak üç sınıfta değerlendirilmiştir. Eski alüvyon yelpazesi çökelleri (Qeay) genel olarak az tutturulmuş siltli ve killi birimlerden oluşmaktadır. Bu birim Bardakçı, Kurubaş ve Sarmaç köyleri civarında yaygın olarak yüzelemektedir (Şekil 9). Birim diğer Kuvaterner birimlere göre daha sağlam zemin sınıflaması içerisinde değerlendirilmiştir. Bostaniçi köyünde yaygın olarak yüzeleyen alüvyon yelpazesi (Qay) çökelleri tutturulmamış, dağınık, kötü boylanmalı çakıl, siltli, killi kumdan oluşmaktadır (Ateş ve ark., 2007) (Şekil 8). Bu birim orta zemin sınıflaması içerisinde değerlendirilirken, bataklık (Qeb) ve akarsu çökelleri (Qayd) zayıf zemin sınıflaması içerisinde değerlendirilmiştir (Çizelge 2).



Şekil 9. Van ili merkez ve çevresinin geliştirilmiş jeoloji haritası (Ateş ve ark., 2007'den değiştirilerek alınmıştır).

3.4. Duyarlılık haritası

Faya uzaklık, boru tipi ve zemin özellikleri katmanları içerisinde ikili karşılaştırma matrisi kullanılarak her bir katmanın ağırlık değeri belirlenmiştir. Her bir kriterin kanalizasyon borularının deprem performansını etkileme düzeyi mühendislik bakış açısı üzerinden değerlendirilmiştir. Çizelge 2'de, her bir katman içerisinde tanımlanan faktörlerin karşılaştırma matrisi içerisinde elde edilen değerleri verilmiştir. Bu matristen elde edilen tutarsızlık oranları 0.05'den küçük olup, Saaty (1980) tarafından önerildiği üzere 0.10 değerinden küçüktür.

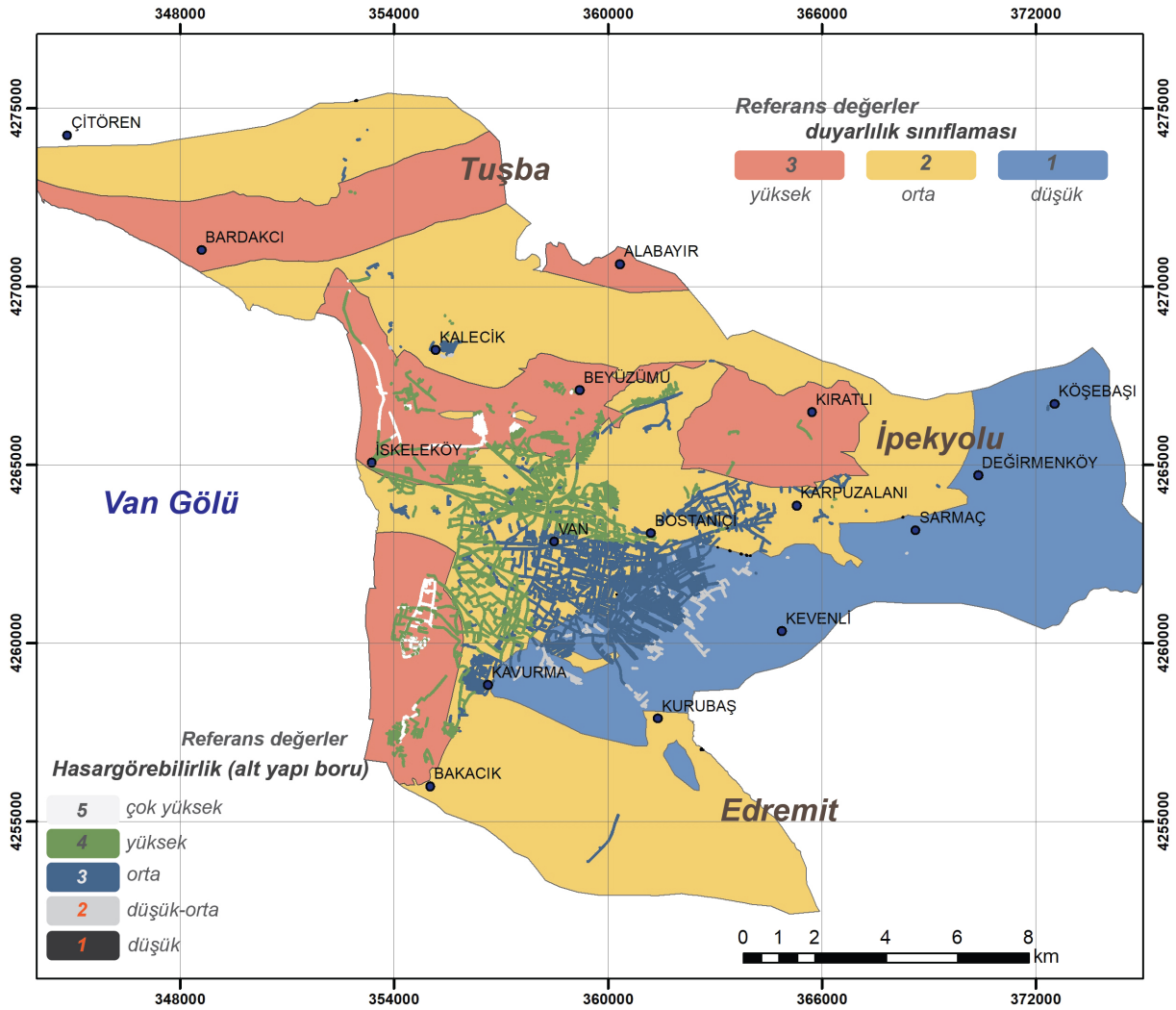
Bu çalışmada ağırlık değerleri tanımlanırken, CBS katmanlarında yer alan her bir kriterin tanımlı gerçek verisine bağlı olarak değerlendirilmektedir. Fakat, önceki AHP yöntemlerinde de belirtildiği üzere, uzman kişinin mühendislik yargısına bağlı olarak kriterlerin önem derecesi değiştiğinden dolayı oldukça sübjektiftir (Selçuk ve ark., 2016). Bu kişisel öngörüğü ortadan kaldırmak için, Çizelge 2'de görüldüğü üzere her bir katman için ağırlık değerlerinin atanmasında, konuya hâkim, depreme bağlı gelişen deformasyonunun nedenleri hakkında bilgi sahibi, farklı uzmanların kriterlere verdiği puanlar dikkate alınmıştır. Boruların deprem performans duyarlılık değerlendirmesinde uzmanların vermiş olduğu en yüksek değer boru tipleri olup, diğer bir yüksek derecesi ise aktif faylar üzerinedir. Her iki katmanın ağırlık değerleri zemin katmanına oranla daha yüksektir. Zemin katmanı üzerinde ise genel olarak uzmanlar hemen hemen aynı fikirdedirler ve eşit derecede bir değerlendirme yapmışlardır. Uzmanlar tarafından verilen ağırlık değerlerinin ortalaması alınarak duyarlılık modeli oluşturulmaya çalışılmıştır. Ortalama ağırlık değerlerine göre söz konusu faktörlerin önem sırası; boru tipleri, aktif faylara mesafe ve zemin özellikleri şeklindedir.

Çalışmada tanımlanan her bir CBS katmanı kendi içerisinde farklı alt kriterlere ayrılmıştır. Dolayısıyla, boru performans modelinin elde edilmesinde 3 ayrı CBS katman içerisinde, tanımlı 11 ayrı kriterin ağırlık değerlerinin belirlenmesi gereklidir. Bu modelin oluşturulmasında belirlenen kriterlerin ağırlık değerleri aşağıdaki ilişki ile belirlenmiştir (Jenks, 1967).

$$H_i = \sum W_i X_i \quad (1)$$

Burada, H_i model haritanın piksel ağırlık değeridir. W_i her bir CBS katmanı için belirlenen ağırlık değeri, X_i ise her bir CBS katmanında tanımlı alt kriterlerin (i) ağırlık değeridir.

Çalışma alanı için oluşturulan duyarlılık modeli üç ayrı bölgeye ayrılmıştır (Şekil 8); Yüksek Duyarlılık, Orta Duyarlılık, ve Düşük Duyarlılık. Bununla birlikte Van ili alt yapısında kullanılan borular depremlerde oluşabilecek hasar durumlarına bağlı olarak beş sınıfa ayrılmıştır; Yüksek, yüksek-orta, orta, orta-düşük ve düşük şeklindedir (Şekil 10). Modelde bölgelerinin sınır ağırlık değerleri belirlenirken, doğal kesiklik sınıflaması (Natural Breaks Classification) yöntemi kullanılmıştır. Jenks optimizasyonu olarak bilinen yöntem, veriyi en ideal ayırım ile sınıflara ayırmaktadır. Yöntemdeki sınır değerlerin elde edilmesinde, her sınıfta gözlenen değerler ile ortalama değerler arasındaki farkların kareler toplamalarının tekrarlı karşılaştırması dikkate alınmaktadır (Jenks, 1967). Bölgeleri tanımlayan bu sınır değerlerin uygunluğu, söz konusu faktörlerin önem derecesine bağlı olarak ayrıca değerlendirilmiştir.



Şekil 10. Çalışma alanının deprem duyarlılık ve alt yapı sistemlerinin hasar görebilirlik modeli.

4. Tartışma ve Sonuçlar

Kanalizasyon alt yapısında kullanılan boruların deprem performans analizi için Coğrafi Bilgi Sistemleri tabanlı çok kriterli karar analizi kullanılmıştır. Bu yöntem var olan problemlerin çözümünde birçok faktörün birlikte değerlendirilmesine olanak sağladığı için yaygın kullanılan ana yöntemlerden

biridir. Ayrıca kriterlerin ağırlık değerlerinin atanmasında ve çok sayıdaki verinin bütünleştirilmesinde yöntemin kapasitesi ve kolaylığı, oluşabilecek risklerin daha önceden belirlenmesine farklı faktörler içerisinde olanak tanımaktadır.

Bu kapsamda oluşturulan duyarlılık modelinde, Tuşba ilçesi tamamı ile Edremit ilçesinin güney ve Batı kesimleri yüksek-orta duyarlı alanlar içerisinde yer almaktadır. İpekyolu ilçesinin güney ile güneybatı kesimleri düşük duyarlılık alanları içerisinde yer alır (Şekil 8). Üç ayrı merkez ilçe dikkate alındığında, toplam alanın %23'ünü yüksek duyarlı alanlar oluşturmaktadır. Bu alanlardan Bardakçı, İskele Mahallesi ve Edremit yerleşim alanları dikkat çekmektedir. Bununla birlikte İpekyolu ilçesinde yer alan Kıratlı yerleşim alanı ve güneyi yine yüksek duyarlılık sınıfı içerisinde yer alır (Şekil 8). Orta duyarlılık alanı toplam alanın yarısından fazlasını oluşturmaktadır. Kalecik bölgesi düşük duyarlılık sınıfında kalmasına rağmen, etrafında yer alan diğer kesimler orta duyarlılık alanı içerisinde yer alır. Aynı şekilde Kurubaş yerleşim alanı ve civarı düşük sınıfta yer almasına rağmen, güney kesimleri orta duyarlılık sınıfında yer alır (Şekil 8).

Çalışma kapsamında kanalizasyon alt yapısında yer alan boruların hasar görebilirlik haritası oluşturulmuştur. Oluşturulan haritaya bağlı olarak kanalizasyon alt yapısında yer alan boruların 4 km'den daha yakın herhangi bir fayda oluşan depremlerde %45'nin yüksek veya çok yüksek hasar görebileceği şeklindedir (Şekil 8). Özellikle Van Gölü'ne yakın kesimlerde yer alan İskele Mahallesi ve Edremit ilçe sınırlarının kuzey kesimlerinde yer alan kanalizasyon sistemleri yüksek risk altındadır. En önemlisi kentleşmenin en yoğun olduğu İpekyolu ilçesinin batı kesimlerinde, Tuşba ilçesinin güney kesimleri ile Edremit ilçesinin kuzeydoğu alanları ise yüksek risk altında olup, bu alanlar toplam alanının %39'unu oluşturmaktadır. Van il merkezinin doğu kesimleri yani İpekyolu ilçesinin doğu kesimlerinde yer alan kanalizasyon borularının çoğunluğu orta-düşük risk grubu içerisinde yer alır. Bu değerler merkez ilçelerin önemli bir kesimin olası bir deprem olayında alt yapı sistemlerinin yüksek derecede etkilenebileceğini göstermektedir. Bununla birlikte, 2011 Van depremlerinde deformasyona uğrayan alt yapı sistemleri, oluşturulan modelde yüksek duyarlılığa sahip alanlar ile doğruluk göstermektedir. Büyük bir kesimi meydana gelen deprem olaylarından etkilenmiştir (Yıldız Teknik Üniversitesi, 2011). Dolayısıyla, kanalizasyon borularının hasar görebilirlik oranlarının yüksek olan bölgelerde etkin bir planlama için, oluşturulan duyarlılık modeli sağlıklı ve yararlı bilgiler sağlayabilir. Bu nedenle, yapılacak olan yenileme çalışmalarında öncelik bu alanlara ve özellikle yerleşimin fazla olduğu ilçe merkezlere verilmelidir.

Geliştirilen model, 2011 yılında meydana gelen deprem ile hasar gören kanalizasyon boru sistemleri ile karşılaştırıldığı zaman tutarlı sonuçlar sağlamaktadır (Şekil 8). Ayrıca modelde olası bir deprem olayında çok daha geniş alanlarda yer alan kanalizasyon borularının deforme olacağı görülmektedir. Her ne kadar modelde aktif fay mesafesi ve boru tipleri önemli faktörler olsa da merkez ilçelerindeki zemin özellik değerleri de duyarlılığın tanımlamada gerçeğe yakın sonuçların elde edilmesini sağlamıştır. 4 km'ye kadar kademeli olarak tanımlanan aktif fay mesafesi ile boru tiplerinin farklı deprem yüklerindeki deprem davranışlarına göre modellenen bu haritada orta-yüksek duyarlı alanların çok daha geniş alanları kapsayacağı görülmektedir. Boru tiplerinden koruge borularda depreme yakın alanlarda bile deformasyonun en düşük seviyede olduğu görülmektedir (Şekil 8). Özellikle modellemeye göre en yüksek deformasyona uğrayan boru tipi beton boru olup, borular ile ilgili deformasyon yükleri altındaki davranışları ile uyumludur.

Van Bölgesi her 34 yılda bir kez can ve mal kaybına neden olabilecek 6 ve üzeri büyüklükte depremler yaşamaktadır. Bu durum göz önüne alındığında oluşturulan hem duyarlılık haritası hem de boru tiplerine bağlı olarak deprem performanslarının CBS ile analizi, oluşabilecek bir depremden önce hasar görebilirlik durumunu ortaya koymaktadır. Oluşturulan her iki haritada dijital formda oluşturulmuştur. Bazı bölgelerdeki veri eksikliklerinin giderilmesi ile çok daha sağlıklı sonuçlar elde edilecektir. Dolayısıyla bu çalışma ile ortaya çıkarılan sonuçların ve eksik verilerin (kanalizasyon alt yapı sistemleri) birlikte yeniden değerlendirilmesiyle, yeni yerleşim alanlarında "Planlı Kentleşme" kavramına uygun olarak alt yapı sistemlerine yeni bir bakış açısı sağlayabileceği de açıkça görülmektedir.

Sonuç olarak, Van ili merkez ilçelerinin kanalizasyon hatlarının deprem duyarlılık değerlendirmesi, boru tipleri, Van kent merkezini etkileyebilecek deprem üretme potansiyeline sahip aktif faylar ve zemin özellikleri göz önüne alınarak coğrafi bilgi sistemleri tabanlı olarak sayısal ortamda gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, deprem performans değerlendirilmesinde boru tipleri ve aktif faylar

önemli katmanlar olarak değerlendirilmiştir. Oluşturulan duyarlılık modeli ve boru hasar görebilirlik oranlarına göre,

- i. Yüksek duyarlı alanlar toplam alanın %23'ünü oluşturduğu, Bardakçı, İskele Mahallesi ve Edremit yerleşim alanlarının bazı kesimlerinin yüksek duyarlı alanlar içerisinde yer aldığı,
- ii. Oluşabilecek bir depremde özellikle Van Gölü kıyı kesiminde yer alan kanalizasyon sistemlerinde yoğun bir deformasyonun meydana gelebileceği,
- iii. Van kent merkezinin yer aldığı şehir yaşamının yoğun olduğu İpekyolu ilçesinde ki alt yapı borularında yüksek-orta bir deformasyonun meydana gelebileceği,
- iv. Boru tiplerinin farklı deprem yükleri altındaki davranışını sayısal modelleme üzerine kurulu doktora tez çalışmasının belirli bölümünü kapsayan bu çalışmada hasar görebilirlik oranlarının boru tipleri ile bağlantılı olduğu modelleme ile elde edilen sonuçlar ile benzerdir.

Çalışmada uygulanan yöntem deprem esnasında gelişen afetlere karşı güvenilir ve doğru bilgilerin elde edilmesine imkân tanımıştır. Bu kapsamda üretilen duyarlılık modeli ile hasar görebilirlik analizi, özellikle yüksek duyarlı alanlarda, alt yapı borularının depremden önce yapılacak olan uygulamaların çok daha düzenli ve planlı bir şekilde yürütülmesinde önemli rolleri olacaktır. Bununla birlikte, veri yetersizliğinin olduğu alanlar VASKİ Genel Müdürlüğü tarafından güncellendiğinde, veri olmayan alanlar ile ilgili çok daha güvenilir sonuçlar elde edilecektir. Oluşturulan hasar görebilirlik modeli ile deprem afetlerinde ilk anlarda meydana gelebilecek olan alt yapı deformasyonlarının boyutlarını belirlemek amacıyla ilgili kurumlar tarafından kullanılmalıdır.

Kaynakça

- Ateş, Ş., Mutlu, G., Özerk, O.Ç., Çiçek, İ., Karakaya Gülmez, F., Bulut Üstün, A., Karabıykoğlu, M., Çelebioğlu, R., Özata, A., & Aksoy, A. (2007). Van Bölgesinin Yerbilimleri Verileri. MTA Rapor No:10961, 152s (yayınlanmamış).
- Bozkurt, E. (2001). Neotectonics of Turkey – a synthesis. *Geodinamica Acta*, 14(1-3), 3-30. doi:10.1080/09853111.2001.11432432
- Bruton, D., White, D., Cheuk, C., Bolton, M., & Carr, M. (2006, Mayıs). *Pipe-soil interaction behavior during lateral buckling, including large-amplitude cyclic displacement tests by the SAFEBUCK JIP*. Offshore Technology Conference. Houston, Texas, USA. doi:10.4043/17944-MS
- Carver, S. J. (1991). Integrating multi criteria evaluation with geographical information systems. *International Journal of Geographical Information Systems*, 5(3), 321-339. doi:10.1080/02693799108927858
- Dhont, D., & Chorowicz, J. (2006). Review of the neotectonics of the Eastern Turkish-Armenian Plateau by geomorphic analysis of digital elevation model imagery. *International Journal of Earth Sciences*, 95, 34-49. doi:10.1007/s00531-005-0020-3
- Doğan, B., & Karakaş, A. (2013). Geometry of co-seismic surface ruptures and tectonic meaning of the 23 October 2011 M w 7.1 Van earthquake (East Anatolian Region, Turkey). *Journal of Structural Geology*, 46, 99-114. doi:10.1016/j.jsg.2012.10.001
- Emre, Ö., Duman, T. Y., Özalp, S., Elmacı, H., Olgun, S., & Şaroğlu, F. (2013). *Active Fault Map of Turkey with an Explanatory Text 1: 1.250.000 scale*. General Directorate of Mineral Research and Exploration, Special Publication Series, 30.
- Flores-Berrones R & Li Liu X. (2003). "Seismic Vulnerability of Buried Pipelines". *Geofisica Internacional*, 42(2), 237-246.
- Jenks, G. F. (1967). The Data Model Concept in Statistical Mapping. *International Yearbook of Cartography*, 7, 186-190.
- Koçyiğit, A., Yilmaz, A., Adamia, S., & Kuloshvili, S. (2001). Neotectonic of East Anatolian Plateau (Turkey) and Lesser Caucasus: Implication for transition from thrusting to strike-slip faulting. *Geodinamica Acta*, 14, 177-195. doi:10.1080/09853111.2001.11432443
- Kokavessis, N. K., & Anagnostidis, G. S. (2006, Haziran). *Finite element modelling of buried pipelines subjected to seismic loads: Soil structure interaction using contact elements*. Proceedings of the ASME 2006 Pressure Vessels and Piping/ICPVT-11 Conference, Vancouver, BC, Canada. doi:10.1115/PVP2006-ICPVT-11-93228

- Lee, H., (2010). Finite element analysis of a buried pipeline. School of Mechanical, Aerospace and Civil Engineering. The University of Manchester, yüksek lisans tezi, 199s.
- Liang, J., & Sun, S., (2000). Site effects on seismic behavior of pipelines: A review. *Journal of Pressure Vessel Technology*, 122(4), 469-475. doi:10.1115/1.1285974
- Lin, T. J., Liu, G. Y., Chung, L. L., & Chou, C. H. (2012). *Verification of numerical modeling in buried pipelines under large fault movements by small-scale experiments*. 15. WCEE, Lisboa.
- Maddocks, T., & Dunlevie, J. (2016). *Tennant Creek 1988 earthquake now Australia's biggest after geoscience revises list*, ABC news. <https://www.abc.net.au/news/2016-05-12/northern-territory-1988-quake-now-rated-australias-biggest/7406988> Erişim tarihi: 04.11.2023.
- Malczewski, J. (1996) A GIS-based approach to multiple criteria group decision making. *International Journal of Geographical Information Systems*, 10(8), 955-971. doi:10.1080/02693799608902119
- Manshoori, M. R. (2011). Evaluation of seismic vulnerability and failure modes for pipelines. *Procedia Engineering*, 14, 3042-3049. doi:10.1016/j.proeng.2011.07.383
- Nurlu, M., Özmen, B., & Güler, H. (1995). *Deprem zararlarının azaltılmasında coğrafi bilgi sistemi*. Deprem Zararlarının Azaltılması Çalışmaları Semineri, Bayındırlık ve İskan Bakanlığı, Afet İşleri Genel Müdürlüğü, Ankara.
- O'Rourke, T. D., Gowdy, T. E., Stewart, H. E., & Pease, J. W. (1991, Mart). *Lifeline and geotechnical aspects of the 1989 Loma Prieta Earthquake*. Proceedings of the 2nd International Conference on Recent Advances in Geotechnical Earthquake Engineering and Soil Dynamics. University of Missouri-Rolla, Rolla, Mo, USA.
- Saaty, T.L. (1980). *The Analytic Hierarchy Process*. McGraw-Hill, New York.
- Saaty, T. L., & Vargas, L. G. (1991). *Prediction, Projection and Forecasting*. Dordrecht: Kluwer Academic Publisher.
- Sağlam Selçuk, A., Erturac, M. K., Sunal, G., & Çakır, Z. (2020). Evaluation of the Plio-Quaternary tectonic stress regime from fault kinematic analysis in the lake Van Basin (Eastern Anatolia). *Journal of Structural Geology*, 140, 104157.
- Saka, F., & Ortakçı T. (2022). Beton boruların zemin yükleri altında tasarımları. *Konya Journal of Engineering Sciences*, 10(2), 425-441. doi:10.36306/konjes.1062886
- Schiff, A. J. (1997). *Northridge Earthquake: Lifeline Performance and Post-Earthquake Response*. Technical Council on Lifeline Earthquake Engineering ASCE.
- Selcuk, L., & Aydın, H. (2012). Kuvaterner yaşlı alüvyal zeminlerin kuvvetli yer hareketine etkisi: 2011 Van depremleri. *Jeoloji Mühendisliği Dergisi*, 36(2), 75-98.
- Selcuk, L., Sağlam Selçuk, A., & Kasapoğlu, D. (2016). Coğrafi bilgi sistemleri (CBS) tabanlı çok kriterli karar analizi (Çkka) kullanılarak, Van ili merkez ilçelerinin kentsel taşkın duyarlılık değerlendirmesi, Van/Türkiye. *Yerbilimleri*, 37(1), 1-18.
- Shinozuka, M., Ballantyne, D., Borcherdt, R., Buckle, I., O'Rourke, T., & Schiff, A. (1995). *The Hanshin-Awaji earthquake of January 17, 1995. Performance of Lifeline*, Tech. Rep., NCEER, Buffalo, NY, USA.
- Şaroğlu, F., & Yılmaz, Y. (1986). Doğu Anadolu'da neotektonik dönemdeki jeolojik evrim ve havza modelleri. *Maden Tektik ve Arama Dergisi*, 107, 73-94.
- TİK (Türkiye İstatistik Kurumu), (2023). Temel istatistiksel veriler, nüfus ve demografi, <https://www.nufusu.com/ilceleri/van-ilceleri-nufusu> Erişim tarihi: 30 Nisan 2023.
- Toker, M. (2013). Time-dependent analysis of aftershock events and structural impacts on intraplate crustal seismicity of the Van earthquake (Mw 7.1, 23 October 2011), E Anatolia. *Central European Journal of Geosciences*, 5, 423-434. doi:10.2478/s13533-012-0141-8
- Toksöz, M. N., Nábělek, J., & Arpat, E. (1978). Source properties of the 1976 earthquake in east Turkey: A comparison of field data and teleseismic results. *Tectonophysics*, 49(3-4), 199-205. doi:10.1016/0040-1951(78)90178-6
- Tsai, Yi-B., Yu, T. M., Chao, H. L., & Lee, C. P. (2001). Spatial distribution and age dependence of human-fatality rates from the Chi-Chi, Taiwan, Earthquake of 21 September 1999. *Bulletin of the Seismological Society of America*, 91(5), 1298-1309. doi:10.1785/0120000740
- Uckan, E., Akbas, B., Kaya, E. S., Cakir, F., Ipek, C., Makaraci, M., & Ataoglu, S. (2016). Design issues of buried pipelines at permanent ground deformation zones. *Disaster Science and Engineering*, 2(2), 53-58.

- Uçkan, E. (2013). Lifeline Damage Caused in the 23 October (Mw=7.2) 2011 and 9 November (M=5.6) 2011, Van Earthquakes in Eastern Turkey. In C. Davis, M. Miyajima, L. Yan (Eds.) *International Efforts in Lifeline Earthquake Engineering, Technical Council on Lifeline Earthquake Engineering*, Monograph no: 38, ASCE. doi:10.1061/9780784413234.007
- Utkucu, M. (2013). 23 October 2011 Van, Eastern Anatolia, earthquake (Mw 7.1) and seismotectonics of Lake Van Area. *Journal of Seismology*, 17, 783-805. doi:10.1007/s10950-012-9354-z
- Van Westen, C. J., Castellanos, E., & Kuriakose S. L. (2008). Spatial data for landslide susceptibility, hazard, and vulnerability assessment: An overview. *Engineering Geology*, 102(3-4), 112-131. doi:10.1016/j.enggeo.2008.03.010
- Van Westen, C. J. (2013). Remote sensing and GIS for natural hazards assessment and disaster risk management. *Treatise on Geomorphology*, 40, 259-298. doi:10.1016/B978-0-12-374739-6.00051-8



Research Article

Green Synthesis and Characterization of Fe₂O₃ Nanoparticles

Başak DOĞRU MERT

Adana Alparslan Türkeş Science and Technology University, Faculty of Engineering, Department of Energy Systems Engineering, 01250, Adana, Türkiye

Başak DOĞRU MERT, ORCID No: 0000-0002-2270-9032

Corresponding author e-mail: bdogrumert@atu.edu.tr

Article Info

Received: 03.04.2023

Accepted: 22.08.2023

Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1276192](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1276192)

Keywords

Green synthesis,
Iron (III) oxide,
Nanoparticle

Abstract: The aim of this study is to produce iron III oxide (Fe₂O₃) nanoparticles due to their wide application area. The ethanolic extract of curcuma was used in the synthesis method due to number of advantages. These benefits include being inexpensive, widely accessible, simple to extract, and less prone to contamination. The produced particles were analyzed via scanning electron microscope (SEM), energy dispersive analysis (EDX), and transmission electron microscope (TEM). Furthermore, the zeta potential of Fe₂O₃ particles was determined, ultraviolet-visible spectroscopy (UV) analysis and fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analysis were done. According to the results obtained, granular nanoparticles with particle sizes ranging from 30 to 80 nm were synthesized and it was determined that they were sufficiently stable.

Fe₂O₃ Nanoparçacıkların Yeşil Sentezi ve Karakterizasyonu

Makale Bilgileri

Geliş: 03.04.2023

Kabul: 22.08.2023

Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1276192](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1276192)

Anahtar Kelimeler

Demir (III) oksit,
Nanopartikül,
Yeşil sentez

Öz: Bu çalışmanın amacı geniş uygulama alanları nedeniyle demir III oksit (Fe₂O₃) nanoparçacıkları üretmektir. Birçok avantajı nedeniyle sentez yönteminde zerdeçalın etanolik ekstraktı kullanılmıştır. Bu avantajlar arasında ucuz olması, yaygın olarak erişilebilir olması, ekstaksiyonlarının basit olması ve kontaminasyona daha az eğilimli olması yer alır. Üretilen parçacıklar, taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X-Ray analizi (EDX) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile analiz edildi. Ayrıca Fe₂O₃ partiküllerinin zeta potansiyeli belirlendi, ultraviyole-görünür bölge spektroskopisi (UV) analizi ve fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi yapıldı. Elde edilen sonuçlara göre tanecik boyutu 30 ile 80 nm arasında değişen granüler şekilli nanopartiküller sentezlendi ve yeterince kararlı oldukları tespit edildi.

1. Introduction

The synthesis of metal nanoparticles is an important topic of research because to the unique features those nanoparticles have in comparison to their bulk counterparts. Metal nanoparticles are essential for various reasons, including size-dependent features such as; metal nanoparticles display unique size-dependent properties that are not observed in bulk materials (Sarkar et al., 2017). For example, as the size of a nanoparticle decreases, its surface area-to-volume ratio increases, which can enhance its reactivity and catalytic activity (Lassoued et al., 2017). The properties of metal nanoparticles can be tuned by controlling their size, shape, and surface chemistry (Ali et al., 2017). This makes them exceedingly adaptive and useful for a wide range of applications, from electronics to catalysis (Lassoued et al., 2017). Nanoparticles, for example, can be very effective catalysts for chemical reactions or effective sensors for detecting pollutants (Janusz et al., 1999). Metal

nanoparticle use is expanding quickly into new fields, such as nanomedicine, where it is being investigated for uses in medication delivery and imaging (Selvaraj et al., 2022). In general, metal nanoparticle production is critical for improving our comprehension of their special features and for creating new applications that can take advantage of these properties. There are several techniques for the synthesis of metal nanoparticles such as chemical reduction; physical methods; electrochemical methods; microemulsion; green synthesis, etc (Mohammadi et al., 2012; Ali et al., 2017; Rydz et al., 2019; Wei et al., 2023).

Chemical reduction is the process of reducing metal salts in a solution to generate nanoparticles. The reduction is commonly accomplished by adding a reducing agent to the metal salt solution, such as sodium borohydride or hydrazine (Wei et al., 2023). The size and shape of the nanoparticles can be controlled by adjusting the concentration of the reactants and the reaction conditions (Lassoued et al., 2017). Metal nanoparticles can be produced using physical techniques such as laser ablation, arc discharge, and sputtering. A high-powered laser is used in laser ablation to evaporate a metal target, which then condenses into nanoparticles. An electric arc is employed in arc discharge to vaporize a metal target, which then condenses into nanoparticles. Metal ions are reduced on an electrode to generate nanoparticles using electrochemical techniques. By altering the electrode potential and the reaction conditions, the size and form of the nanoparticles may be adjusted (Rizvi et al., 2022). Surfactants and co-surfactants are used in micro emulsion to stabilize metal ions in a solution and control the size of the resultant nanoparticles. Metal nanoparticles are generated by a technique known as "green synthesis," which uses natural components such as plant extracts or microorganisms (Bibi et al., 2019). The process can produce nanoparticles with unique properties and is more environmentally friendly than alternatives. These methods frequently use plant extracts, microorganisms, or other natural resources as reducing and stabilizing agents rather than more typical chemical reagents that may be detrimental to the environment (Bibi et al., 2019; Gomez-Zavaglia et al., 2022; Rizvi et al., 2022). The plant material is typically cooked or ground into an extract, which is then combined with a metal salt precursor to create nanoparticles. Microbial-mediated methods use some microorganisms, (bacteria and fungi), which have the ability to synthesize nanoparticles. It involves the use of microbial culture or extract as reducing and stabilizing agents. Enzymes are biological catalysts that can be used to produce nanoparticles through enzymatic processes. Lipase, cellulase, and amylase enzymes were used to generate nanoparticles (Gomez-Zavaglia et al., 2022). Microwave-assisted techniques, by shortening the reaction time and temperature, microwave irradiation can be utilized to speed up the synthesis of nanoparticles (Mohammadi et al., 2012). Ultrasonic-assisted techniques, by forming microbubbles that aid in the production of nanoparticles, ultrasonic waves can be utilized to speed up the rate of nanoparticle synthesis (Wei et al., 2023).

In the literature green synthesis methods have been used to produce a variety of electrocatalysts for various applications (Bibi et al., 2019; Gomez-Zavaglia et al., 2022). The choice of electrocatalyst produced by green synthesis depends on the specific application and the desired properties of the electrocatalyst (Ali et al., 2017). The most commonly produced electrocatalysts by green synthesis include, metal nanoparticles (e.g., iron, gold, silver, platinum) which are often used as electrocatalysts in fuel cells, sensors, and other electrochemical devices due to their high surface area, excellent electrical conductivity, and high catalytic activity (Wang & Huang, 2016; Wei et al., 2023). Metal oxides (for example, titanium dioxide and iron oxide) are frequently utilized as electrocatalysts in the breakdown of organic contaminants in water and in the creation of hydrogen gas by water splitting. Because of their high electrical conductivity and wide surface area, carbon-based materials (e.g., graphene, carbon nanotubes) are frequently utilized as electrocatalysts in energy storage devices such as batteries and supercapacitors (Parthasarathy et al., 2020). For this purpose, iron and iron oxide nanoparticles have a wide range of applications due to their unique magnetic and catalytic properties. Some of the most common areas where these nanoparticles are used include biomedical applications (magnetic resonance imaging, drug delivery, and hyperthermia treatment of cancer cells); environmental remediation (removing heavy metals and organic pollutants from contaminated water and soil); energy storage and conversion (ie; lithium-ion batteries and solar cells); catalysis; magnetic data storage; etc (Bibi et al., 2019; Parthasarathy et al., 2020; Wei et al., 2023).

Selvaraj et al. (2022) presented the study which provides an overview of recent developments in the synthesis and application of iron and iron oxide nanoparticles produced by green methods for environmental remediation purposes. They emphasize the benefits of green synthesis

processes, which are more ecologically friendly and sustainable than standard chemical procedures. They discuss the numerous green synthesis strategies used to produce iron and iron oxide nanoparticles, including plant extract-mediated, microorganism-mediated, and green chemistry-based procedures. In addition to their potential applications in environmental remediation, such as the removal of heavy metals, dyes, and other toxins from water and soil, the properties and characteristics of these nanoparticles are explored. In the interest of fully understanding the potential of green synthesized iron and iron oxide nanoparticles for environmental remediation applications and to explore fresh and creative methods to produce these nanoparticles in a sustainable and economical manner, the article emphasizes the need for additional research and development.

Wei et al. (2023) highlighted the difficulty of using water splitting for hydrogen production with electrocatalysts derived from earth-abundant and noble metal-free materials that function effectively throughout a wide pH range. The study reports the development of a spindle-like electrocatalyst made of Co-doped FeP supported on a three-dimensional framework reduced graphene oxide (Co-FeP/3D RGO) using materials such as carbon and iron. The three-dimensional graphene framework supports the growth of FeP and improves its conductivity and stability while the doping of heteroatomic Co enhances the intrinsic activity of FeP. The Co-FeP/3D RGO catalyst demonstrates excellent hydrogen evolution reaction (HER) activity and stability in both acidic and alkaline electrolytes with a lower overpotential and Tafel slope. The study suggests that this research could lead to the development of HER electrocatalysts made of earth-abundant non-precious metals that work well across a wide pH range. In acidic media (0.5 M H₂SO₄), the catalyst exhibited an overpotential of 110.8 mV at a current density of 10 mA/cm², and a Tafel slope of 53 mV/decade. In alkaline media (1.0 M KOH), the catalyst exhibited an overpotential of 188 mV at a current density of 10 mA/cm², and a Tafel slope of 77.4 mV/decade.

Rizvi et al. (2022) present a green synthesis approach for synthesizing iron oxide nanoparticles by reducing them with pitaya or dragon fruit extract. The benefits of employing pitaya extract as a reducing agent are highlighted in the article, which is a low-cost and ecologically benign alternative to typical chemical reducing agents.

Gomez-Zavaglia et al. (2022) achieved green synthesis, characterization and applications of iron and zinc nanoparticles by probiotics". The purpose of this research is to look into the possibility of using probiotics, specifically lactobacilli and bifidobacteria, for the green synthesis of iron and zinc nanoparticles, as well as to analyze the properties and prospective applications of these nanoparticles. The results revealed that the produced nanoparticles were small in size and had a high degree of crystallinity, making them suitable for a variety of applications. The report also highlighted the possible applications of these nanoparticles in medical, agricultural, and food industries. For example, iron nanoparticles were shown to have antimicrobial capabilities, and zinc nanoparticles were discovered to improve plant growth and agricultural yield.

In this study, iron oxide nanoparticles have been produced using an ethanolic extract of curcuma. It has been selected because the use of herbal extracts in nanoparticle synthesis has several advantages over biological synthesis based on microorganisms, making it an appealing alternative for green nanoparticle synthesis, including several factors such as eco-friendliness, cost-effectiveness, availability, ease of extraction, and reduced risk of contamination.

2. Material and Methods

Fe₂O₃ particles were produced via facile-green synthesis method via curcuma extract without any reducing chemicals. Preparation of curcuma extract was presented below;

A weighed 10 g of curcuma powder was placed in a conical flask (150 mL) contained 100 mL of ethanol (70%). The mixture was shaken well for 5 min, and soaked for two days at room temperature approximately 25-30 °C. The produced ethanol extract was filtered using qualitative Whatman filter paper no.1 (125 mm) and stored at 4 °C (Figure 1a). Curcuma (turmeric) is a popular spice in India and many other Asian countries. It included 69.4% carbohydrates, 6.3% protein, 5.1% fat, 3.5% minerals, and 13.1% moisture. Curcumin, in specifically, is a mixture of three curcuminoids [curcumin I (C₂₁H₂₀O₆, diferuloylmethane, 94%), curcumin II (C₂₀H₁₈O₅, dimethoxycurcumin, 6%), and curcumin III (C₁₉H₁₆O₄, bis-dimethoxycurcumin, 0.3%)] that is known for its yellow color.

Curcumin I (C₂₁H₂₀O₆, curcumin, diferuloylmethane) is also a significant curcuminoid, as are the phenolic -OH and -CH₂ groups in the -diketone moiety found in turmeric compounds (Vo et al., 2021)

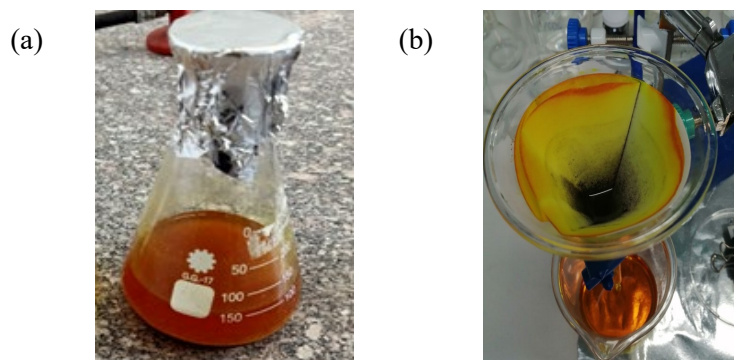


Figure 1. The prepared curcuma ethanol extract (a), after experimental procedure, filtration process of Fe₂O₃ (b).

In the synthesis of Fe₂O₃, iron (III) nitrate solution at the concentration of 10 mM in 50 mL ethanolic extract of curcuma was incubated at 60 °C, for 60 min. This process was achieved in a black room. Afterward, the mixture was cooled at 25 °C for 24 h; subsequently, this mixture was centrifuged 30 min at 3600 rpm. Then, the product acquired was cleaned many times with distilled water and ethanol. Finally, a dark brownish precipitate was shaped, which was desiccated for 1 h at 90 °C (Figure 1b). The reduction of Fe³⁺ is due to the oxidation of the aldehyde group in curcuma into the carboxylic acid group (Patra & El Kurdi, 2021).

The synthesized Fe₂O₃ particles were monitored via scanning electron microscope (SEM), it was run on JEOL JSM-5500LV. The energy dispersive analysis of EDX for elemental analysis was run using an X-ray micro-analyzer (Oxford 6587, INCA) attached to SEM at 20 kV. Further, Fe₂O₃ particles were analyzed via transmission electron microscope (TEM) samples were run on a (Thermoscientific, Talos F200i) using the carbon-coated grid (Type G 200, 3.05 μ diameter). The zeta potential of Fe₂O₃ particles were achieved via Malvern Panalytical instrument, in the analysis the dispersant was ethanol. The UV-Visible absorption spectroscopy was run on Uni cam UV-VIS spectrophotometer UV2 before and after procedure without washing. The FTIR analysis was done via ATR-FT-IR spectrophotometer (Nicolet iS10 Thermoscientific, serial number AKX1200282). For this purpose solid curcuma, synthesized washed solid Fe₂O₃ and commercial solid Fe₂O₃ samples were investigated.

3. Results and Discussion

The morphological and elemental characterization of synthesized Fe₂O₃ particles were achieved via SEM-EDX analysis and then the deep investigation was done via TEM analysis. While the electron generating and control techniques used by both systems (SEM and TEM) are same, the sample preparation and requirements for TEM are extremely dissimilar (Huang, 2010; Rydz et al., 2019). Thin layers of materials are needed for TEM (often less than 150 nm thick) in order to transmit enough electrons. SEM gives users detailed knowledge of sample surfaces, allowing them to create precise 3D images. In contrast, 2D projections of a sample's interior structure can provided by TEM (Huang, 2010; Rydz et al., 2019). The obtained all electron microscopy results were given Figure 2 and 3, respectively.

Figure 2a showed granular shaped particles with particle sizes ranging between 1.2 and 0.2 μm, which was attributed to agglomeration. As seen in the SEM images, the agglomeration is most likely generated by electrostatic contact between layers of nanoparticle surface. Similar observations have been documented in literature (Mohammadi et al., 2012; Rydz et al., 2019), in order to understand the actual particle size TEM analysis was achieved. According to TEM result in Figure 3, the maximum particle size was almost 80 nm and the minimum particle size was almost 30 nm.

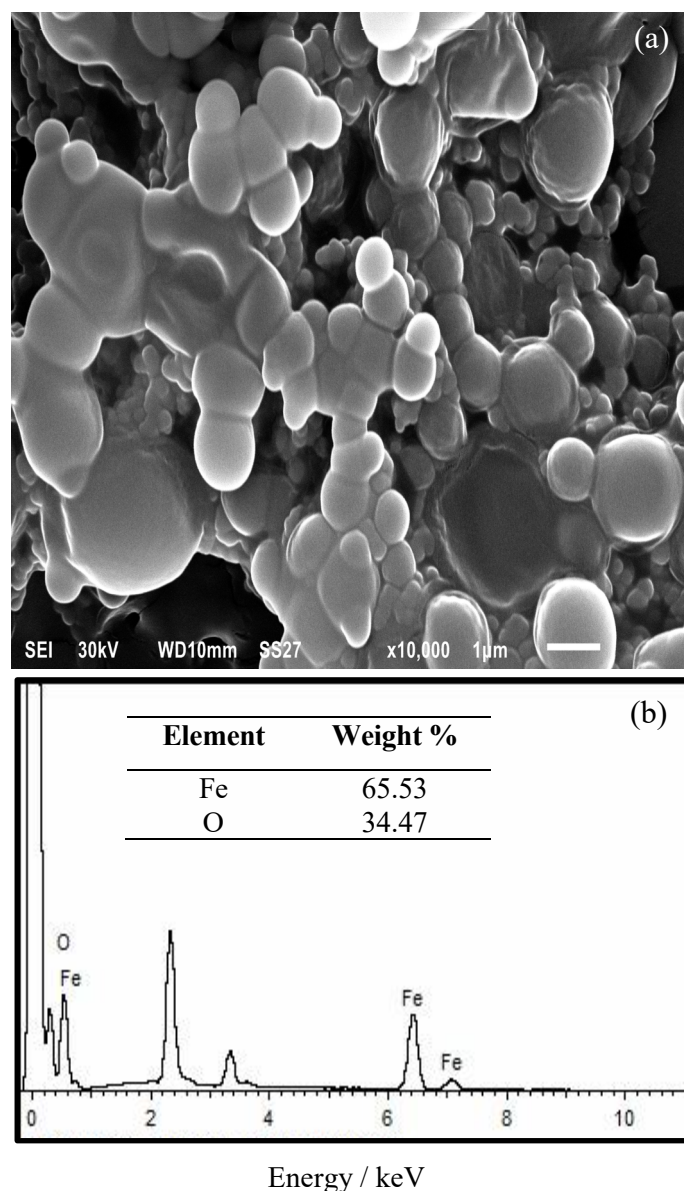


Figure 2. SEM image (a) and EDX results (b) of synthesized Fe₂O₃.

The zeta potential of Fe₂O₃ particles was analyzed and result was presented in Figure 4. The particle and the liquid it is suspended in interact through the zeta potential. It results in attracting and repellent forces between the particles. In a liquid, the same charged particles repel one another whereas different charged particles attract one another. The particle's zeta potential value affects by the attractive and repulsive force (Janusz et al., 1999; Chandransekar et al., 2013). In Figure 4, the obtained value is 11.1 eV. According to the relationship between the zeta potential value and stability of nanoparticles in the literature, particles tend to agglomerate between 0-5 mV (Ateş, 2018). Chandrasekar et al. (2013) declared that the potential exists in the +30 to -30 mV range the particle is said to be stable. According to Meng et al. (2016), the zeta potentials of the iron oxides were varied in the range between 32.5 mV to -19.4 mV. As a consequence, the results of synthesized Fe₂O₃ particles were comparable with literature.

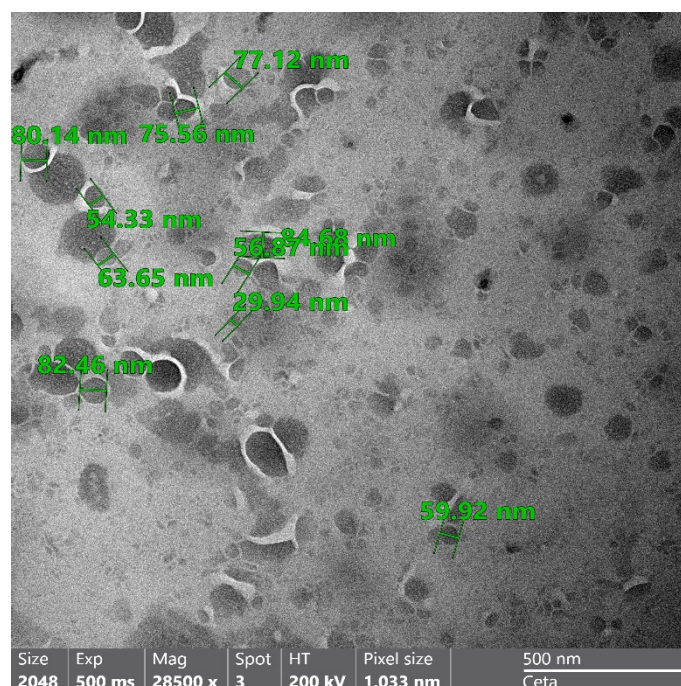


Figure 3. TEM image of synthesized Fe₂O₃.

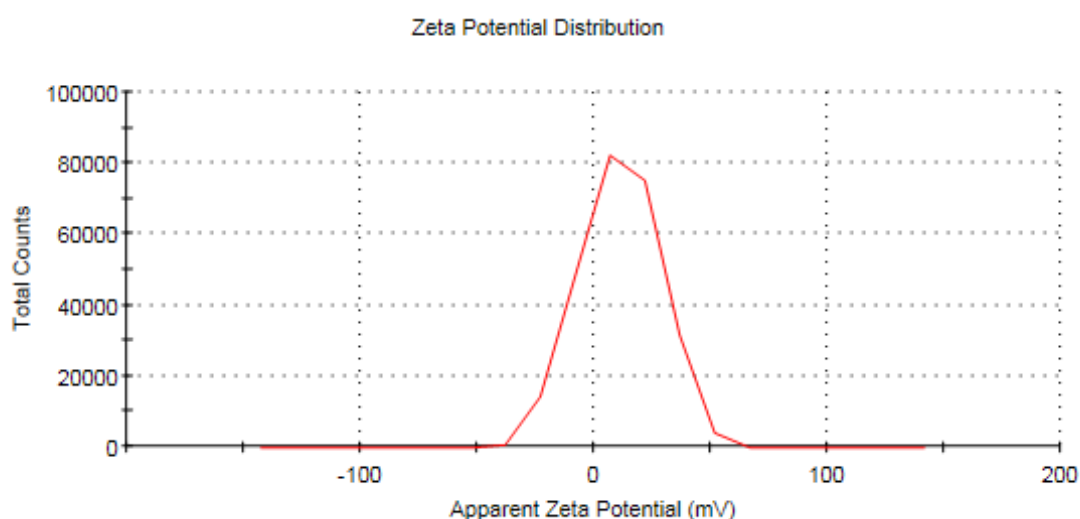


Figure 4. The zeta potential of synthesized Fe₂O₃.

The UV analysis of curcuma extract before (a) and after (b) experimental procedures were achieved and presented in Figure 5.

The interactions of curcuma or a curcumin derivative with Fe³⁺ or Fe²⁺ have been examined spectrophotometrically in the literature (Tcnnesen & Greenhill, 1992). Curcumin and iron ion interactions were seen as an increase in absorbance at 500 nm and a decrease in absorbance at 428 nm. When the concentration of iron ions exceeded that of curcumin, no additional changes in the spectra were seen, confirming the formation of a 1: 1 complex between curcumin and iron ions (Tcnnesen & Greenhill, 1992). In the study of Lassoued et al. (2017), the synthesized Fe₂O₃ with different concentrations of precursor's UV-Vis absorption spectra reveal that all absorption curves display a strong absorption in the 500–700 nm wavelength range. In Figure 5, the peak at 660 nm was associated with synthesized Fe₂O₃ and results were supported with literature (Luna et al., 2016; Wang & Huang, 2016; Lassoued et al., 2017; Ali et al., 2017; Parthasarathy et al., 2020).

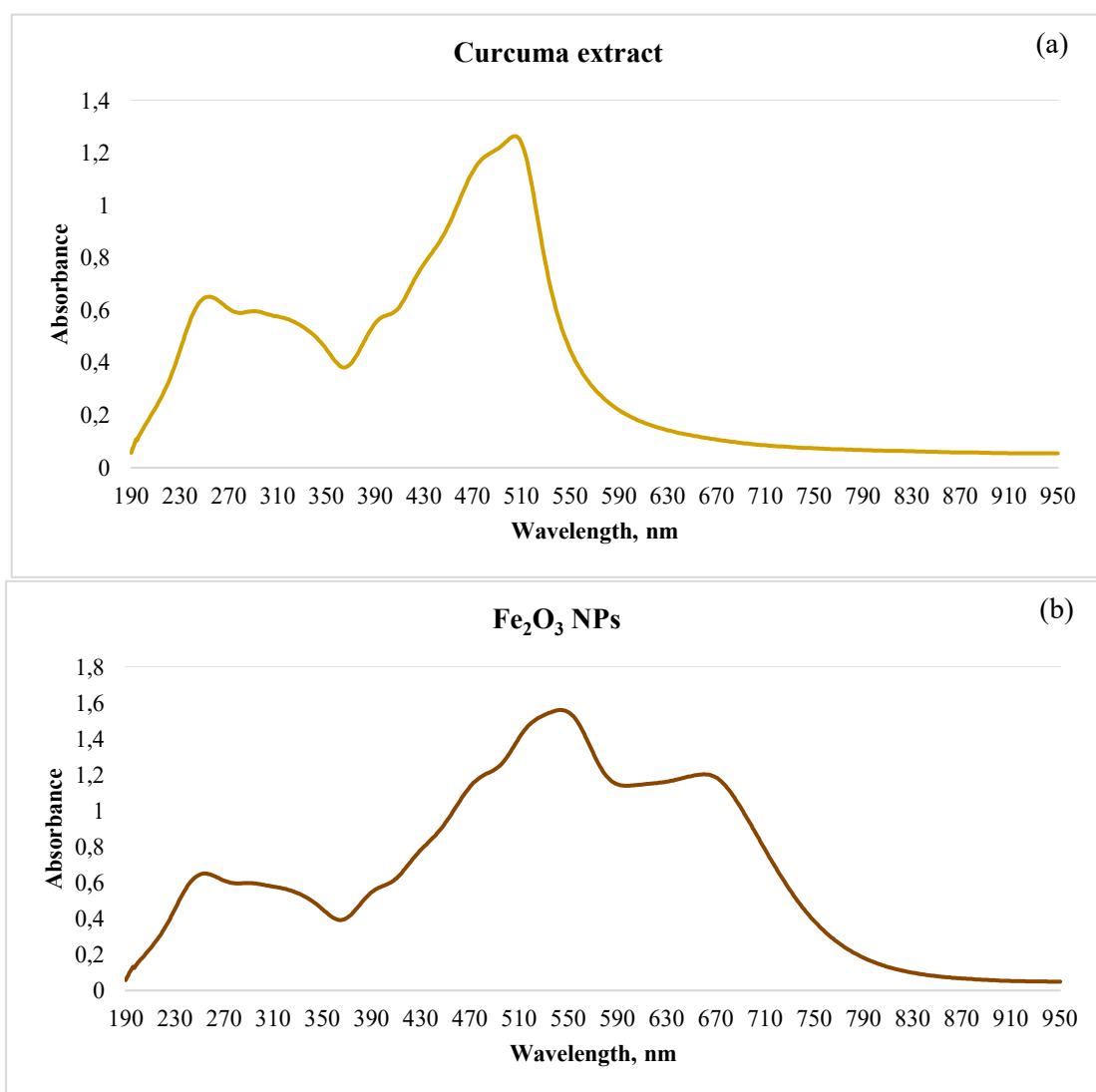


Figure 5. The UV analysis of curcuma extract (a) and synthesized Fe₂O₃ (b).

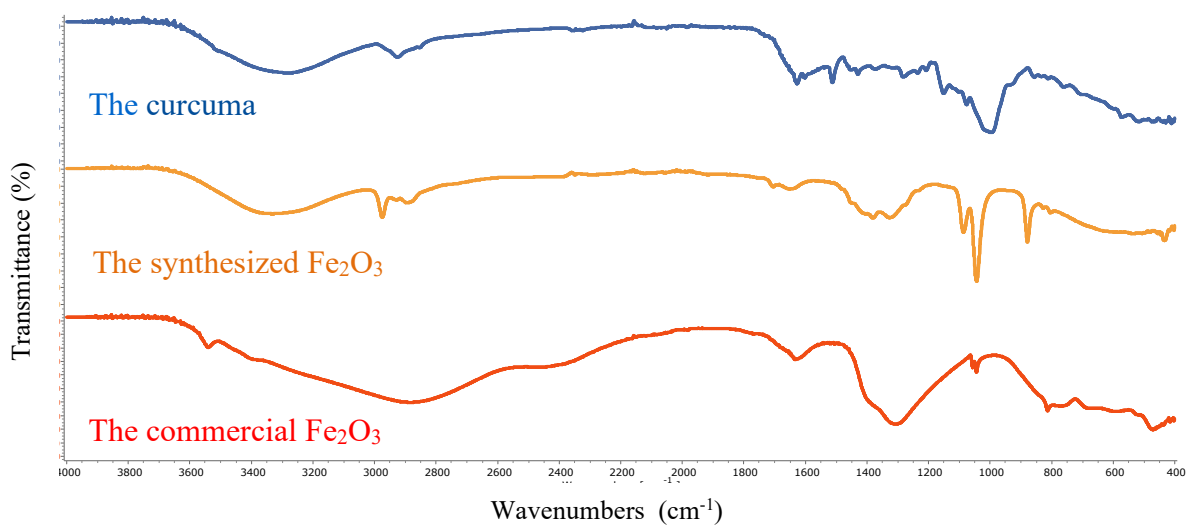


Figure 6. The FTIR spectra of curcuma extract (a) and synthesized Fe₂O₃ (b).

The structural analysis of synthesized Fe₂O₃ was achieved via FTIR analysis. The significant bands in the spectra of synthesized Fe₂O₃ (Fig. 6) at 553 cm⁻¹, 605 cm⁻¹, and 878 cm⁻¹ can be attributed to Fe-O vibrational modes. The peak at 990 cm⁻¹ corresponds to =C-H bond of alkenes. The peaks at 1045 cm⁻¹, 1160 cm⁻¹ and 1315 cm⁻¹ were assigned to C-O stretching of alcoholic derivatives. The O-H bending vibrational peak was detected at 1633 cm⁻¹ (Qin et al., 2011; Rufus & Philip, 2016; Alshamsi & Hussein, 2018).

The absorption bands between 3012 and 3327 cm⁻¹ correspond for both stretching modes surface hydroxyl groups (OH) and the water adsorbed at the surface of Fe₂O₃ (Alshamsi & Hussein, 2018). Some metabolite functional groups, including as alcohols, ketones, and carboxylic acids, were found to be involved in the formation of Fe₂O₃ nanoparticles (Patra & El Kurdi, 2021).

4. Conclusion

The green synthesis method was used to produce iron III oxide (Fe₂O₃) nanoparticles in this study. The ethanolic extract of the powder of the widely available and inexpensive curcuma plant was utilized for this purpose. SEM and TEM were used for morphological examination, and EDX was used for elemental composition investigation. The average particle size ranged between 50 and 80 nm, and the configurations were homogeneous and spherical, according to obtained data. The composition was 65.53% "Fe" and 34.47% "O". The zeta potential was almost 11 eV, as supported by literature. UV and FTIR results proved Fe₂O₃ nanoparticles were successfully synthesized. The findings revealed that various metabolite functional groups were involved in the creation of Fe₂O₃ nanoparticles. It is intended to conduct application investigations of these particles in subsequent studies.

References

- Ali, H. R., Nassar H. N., & El-Gendy, N. S. (2017). Green synthesis of α -Fe₂O₃ using Citrus reticulum peels extract and water decontamination from different organic pollutants. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 39(13), 1425-1434. doi:10.1080/15567036.2017.1336818
- Alshamsi, H. A., Hussein, B. S. (2018). Synthesis, characterization and photocatalysis of g-Fe₂O₃ nanoparticles for degradation of cibacron brilliant yellow 3G-P. *Asian Journal of Chemistry*, 30(2), 273-279. doi:10.14233/ajchem.2018.20888
- Ateş, M. (2018). Nanoparçacıkların ölçme ve inceleme teknikleri. *Turkish Journal of Scientific Reviews*, 11(1), 63-69.
- Bibi, I., Nazar, N., Ata, S., Sultan, M., Ali, A., Abbas, A., ... & Iqbal, M. (2019). Green synthesis of iron oxide nanoparticles using pomegranate seeds extract and photocatalytic activity evaluation for the degradation of textile dye. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(6), 6115-6124. doi:10.1016/j.jmrt.2019.10.006
- Chandransekar, N., Kumar, K. M. M., Balasubramnian, K. S., Karrunamurthy, K., & Varadharajan, R. (2013). Facile synthesis of iron oxide, iron-cobalt and zero valent iron nanoparticles and evaluation of their antimicrobial activity, free radicle scavenging activity and antioxidant assay. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 8(2), 765-775.
- Gomez-Zavaglia, A., Cassani, L., Hebert, E. M., & Gerbino, E. (2022). Green synthesis, characterization and applications of iron and zinc nanoparticles by probiotics. *Food Research International*, 155, 111097. doi:10.1016/j.foodres.2022.111097
- Huang, B. (2010). Super-resolution optical microscopy: multiple choices. *Current Opinion in Chemical Biology*, 14(1), 10-14. doi:10.1016/j.cbpa.2009.10.013
- Janusz, W., Sworska, A., & Szczypa, J. (1999). Electrical double layer at the α -Fe₂O₃-mixed electrolyte (ethanol-aqueous) interface. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 149(1-3), 421-426. doi:10.1016/S0927-7757(98)00561-5

- Lassoued, A., Dkhil, B., Gadri, A., & Ammar, S. (2017). Control of the shape and size of iron oxide (α -Fe₂O₃) nanoparticles synthesized through the chemical precipitation method. *Results in Physics*, 7, 3007-3015. doi:10.1016/j.rinp.2017.07.066
- Luna, C., Cuan-Guerra, A. D., Barriga-Castro, E. D., N  nuez, N. O., & Mendoza-Res  ndez, R. (2016). Confinement and surface effects on the physical properties of rhombohedral-shape hematite (α -Fe₂O₃) nanocrystals. *Materials Research Bulletin*, 80, 44-52. doi:10.1016/j.materresbull.2016.03.029
- Meng, X., Ryu, J., Kim, B., & Ko, S. (2016). Application of iron oxide as a pH-dependent indicator for improving the nutritional quality. *Clinical Nutrition Research*, 5(3), 172-179. doi:10.7762/cnr.2016.5.3.172
- Mohammadi, S. Z., Khorasani-Motlagh, M., Jahani, S., & Yousefi, M. (2012). Synthesis and characterization of α -Fe₂O₃ nanoparticles by microwave method. *International Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 8(2), 87-92.
- Parthasarathy, V., Selvi, J., Senthil Kumar, P., Anbarasan, R., & Mahalakshmi, S. (2020). Evaluation of mechanical, optical and thermal properties of PVA nanocomposites embedded with Fe₂O₃ nanofillers and the investigation of their thermal decomposition characteristics under non-isothermal heating condition. *Polymer Bulletin*, 78(4), 2191-2210. doi:10.1007/s00289-020-03206-3
- Patra, D., & El Kurdi, R. (2021). Curcumin as a novel reducing and stabilizing agent for the green synthesis of metallic nanoparticles. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 14(3), 474-487. doi:10.1080/17518253.2021.1941306
- Qin, W., Yang, C., Yi, R., & Gao, G. (2011). Hydrothermal synthesis and characterization of single-crystalline -Fe₂O₃ nanocubes. *Journal of Nanomaterials*, 2011, 1-5. doi:10.1155/2011/159259
- Rizvi, M., Bhatia, T., & Gupta, R. (2022). Green & sustainable synthetic route of obtaining iron oxide nanoparticles using *Hylocereus undantus* (pitaya or dragon fruit). *Materials Today: Proceedings*, 50, 1100-1106. doi:10.1016/j.matpr.2021.07.469
- Rufus, A., N, S., & Philip, D. (2016). Synthesis of biogenic hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles for antibacterial and nanofluid applications. *RSC Advances*, 6(96), 94206-94217. doi:10.1039/C6RA20240C
- Rydz, J.,   iskova, A., & Andicsova Eckstein, A. (2019). Scanning electron microscopy and atomic force microscopy: Topographic and dynamical surface studies of blends, composites, and hybrid functional materials for sustainable future. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2019, 1-16. doi:10.1155/2019/6871785
- Sarkar, J., Mollick, M. M., Chattopadhyay, D., & Acharya, K. (2017). An eco-friendly route of gamma-Fe₂O₃ nanoparticles formation and investigation of the mechanical properties of the HPMC-gamma-Fe₂O₃ nanocomposites. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, 40(3), 351-359. doi:10.1007/s00449-016-1702-x
- Selvaraj, R., Pai, S., Vinayagam, R., Varadavenkatesan, T., Kumar, P. S., Duc, P. A., & Rangasamy, G. (2022). A recent update on green synthesized iron and iron oxide nanoparticles for environmental applications. *Chemosphere*, 308(Pt2), 136331. doi:10.1016/j.chemosphere.2022.136331
- Tennesen, H. H., & Greenhill, J. V. (1992). Studies on curcumin and curcuminoids. XXII: Curcumin as a reducing agent and as a radical scavenger. *International Journal of Pharmaceutics*, 87, 79-87.
- Vo, T. S., Vo, T. T. B. C., Vo, T. T. T. N., & Lai, T. N. H. (2021). Turmeric (*Curcuma longa* L.): chemical components and their effective clinical applications. *Journal of the Turkish Chemical Society Section A: Chemistry*, 8(3), 883-898. doi:10.18596/jotcsa.913136
- Wang, C., & Huang, Z. (2016). Controlled synthesis of α -Fe₂O₃ nanostructures for efficient photocatalysis. *Materials Letters*, 164, 194-197. doi:10.1016/j.matlet.2015.10.152
- Wei, S., Xing, P., Tang, Z., Wang, Y., & Dai, L. (2023). Spindle-shaped cobalt-doped iron phosphide anchored on three-dimensional graphene electrocatalysis for hydrogen evolution reactions in both acidic and alkaline media. *Journal of Power Sources*, 555, 232414. doi:10.1016/j.jpowsour.2022.232414



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Alkali Göllerden Elde Edilen Trona Madeninden Soda Külü Üretimi: Van ve Arin Gölü Örnekleri, Van Gölü Havzası, Türkiye

Vural OYAN

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, 65080, Van, Türkiye

Vural OYAN, ORCID No: 0000-0002-1566-9749

Sorumlu yazar e-posta: vuraloyan@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 03.03.2023
Kabul: 25.04.2023
Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1259551](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1259551)

Anahtar Kelimeler

Soda külü,
Trona,
Van Gölü Havzası

Öz: Bu çalışmada, Van Gölü havzasındaki Van ve Arin Göllerinin trona ve soda külü zenginliği araştırılmıştır. Sodyum ve karbon yönünden zengin bu göllerde doğal buharlaşma ile mevcut trona çökmesi gözlemlenmiş ve göl sularından kimyasal yöntemlerle trona ve soda külü elde edilmiştir. Göllerden alınan 400 ml su numunesi üzerinde buharlaştırma, kalsinasyon, liç ve santrifüleme yöntemleri uygulanmıştır. Bu deneyler sonucunda Van ve Arin Gölü sularından sırasıyla 1 ve 3 gr trona ve soda külü elde edilmiştir. Bu veriler, 1 litre suda sırasıyla ortalama 2.5 ve 7.5 gr trona ve soda külü elde edilebileceğini göstermektedir. Nihai ürün olarak elde edilen soda külünün karakterizasyonunu belirlemek amacıyla X-ışınları kırınım (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX) ve X-ışınları floresans (XRF) analizleri yapılmıştır. Nihai ürün üzerinde gerçekleştirilen XRD ve XRF analizleri, örneğin tamamına yakınının Na_2CO_3 (sodyum karbonat; soda külü) içerdiğini ve %65 oranında Na_2O içeriğine sahip olduğunu göstermiştir. SEM-EDX analizleri ham trona örneğine göre nihai ürünün Na ve C elementlerince zenginleştiğini ve nihai ürünün %57-65 arasında Na_2O içeriğine sahip olduğuna işaret etmiştir. Tüm bulgular, Van ve Arin göl sularının trona ve soda külü bakımından zengin olduklarını ve kimyasal yöntemlerle göl sularından soda külü elde edilebileceğini ortaya koymuştur.

Soda Ash Production from Trona Mine Obtained from Alkaline Lakes: Lake Van and Lake Arin Samples, Lake Van Basin, Turkey

Article Info

Received: 03.03.2023
Accepted: 25.04.2023
Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1259551](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1259551)

Keywords

Lake Van Basin,
Soda ash,
Trona

Abstract: In this study, the trona and soda ash richness of the Van and Arin lakes in the Lake Van Basin were investigated. In these lakes rich in sodium and carbon, current trona precipitation has been observed by natural evaporation and trona-soda ash was obtained from the lake waters by chemical methods. Evaporation, calcination, leaching, and centrifugation methods were carried out on 400 ml of water samples taken from the lakes. As a result of these experiments, 1 and 3 gr trona and soda ash were obtained from Van and Arin Lake waters, respectively. These data indicate that 2 and 10 g of trona and soda ash can be obtained, respectively, in water of 1 litre. X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM), and X-ray fluorescence (XRF) analyses were performed to determine the characterization of soda ash obtained as the final product. XRD and XRF analyses performed on the final product showed that almost all the samples contained Na_2CO_3 (sodium carbonate; soda ash) and had a Na_2O content of 65%. SEM-EDX analyses indicated that the final product was enriched with Na and C according to the raw trona sample and the final product had a Na_2O content between 57-65%. All findings revealed that Van and Arin Lake waters are rich in trona and soda ash and that soda ash can be obtained from lake waters by chemical methods.

1. Giriş

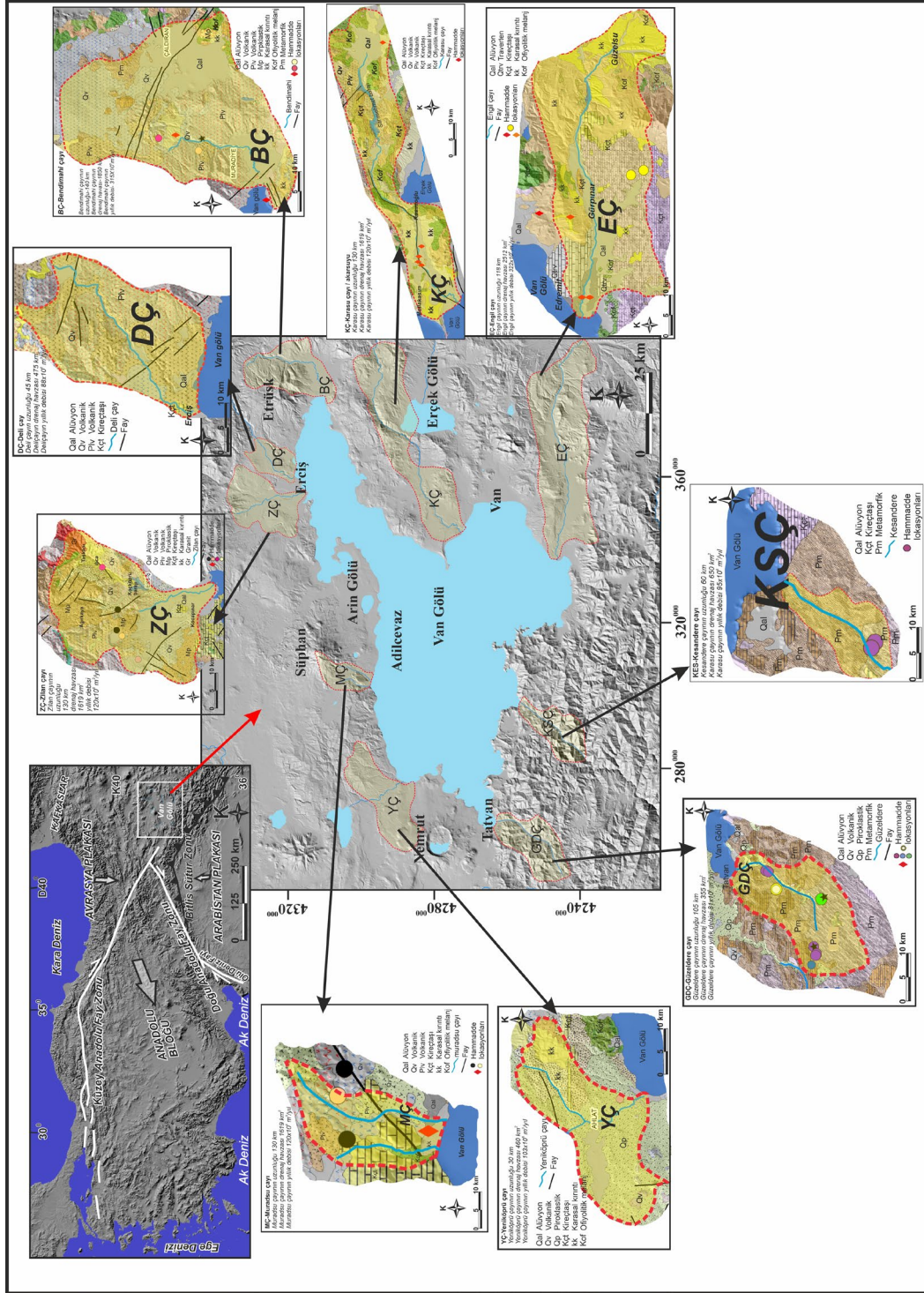
Trona ve tronadan elde edilen anorganik kimyasal yapılar, günümüzde birçok sanayi ve endüstri kolunda kullanılmakta ve elde edilen ürün yaklaşık %100 tüketilmektedir (DPT, 2007). Trona Tersiyer havzalarda ve özellikle sodalı göllerde yoğun olarak oluşmakta ve ciddi oranlarda rezervler teşkil etmektedir. Tronadan elde edilen en önemli hammadde bileşiği sodyum karbonat veya sodyumbikarbonat ile temsil edilen soda külüdür. Sodyum karbonat trona, natrit ve termonatrit şeklinde soda minerallerinden oluşmaktadır (DAKA, 2021). Trona cam, tekstil, kimya, tarım, zehirli gazların elenmesi vb. birçok alanda çok geniş bir kullanım alanına sahip endüstriyel bir hammadDEDİR (DPT, 2007). Van Gölü havzası içinde yer alan Van ve Arin Gölleri sodalı göllerdir ve yüksek miktarda trona ihtiva etmektedir. Havzada yapılmış olan volkanolojik, petrolojik ve jeokimyasal çalışmalar (Özdemir ve ark., 2006; Özdemir & Güleç, 2014; Oyan ve ark., 2016; Oyan ve ark., 2017) havzadaki volkanizmanın sodik karakterli olduğunu göstermektedir. Bu veri, göllerdeki yüksek soda içeriğinin Na'ca zengin-alkali karakterli volkanizmanın göl suyuna Na ve alkali getirimi sonucunda meydana geldiğine işaret etmektedir. Van ve Arin Göllerinin ortalama 100 gr dip çamuru numunelerinde H₂S miktarı ortalama 0.2 gram olarak ölçülmüş ve deniz suyuna göre karbonat ve bikarbonat bakımından zengin göller oldukları vurgulanmıştır (Öztürk & Görgün, 2004; Akyüz, 2008).

Van Gölü, yüz ölçümü (3712 km²) olarak Türkiye'nin en büyük sodalı gölü olma özelliğine sahiptir. (Şekil 1). Van gölünün suyu, tuzlu ve yüksek derecede alkali iyonları içerdiğinden dolayı sodalıdır. Yüksek soda oranı ve tuzluluğa bağlı olarak dünyadaki en büyük sodalı göl olarak bilinir. Arin Gölü Van Gölü'nün batı kuzeybatısında yer alır ve hem su kimyası hem de suyun fiziksel özellikleri bakımından Van gölünün minyatür bir türevidir (Şekil 1).

Van ve Arin Göllerinin çevresinin alkali volkanizma karakteristikleri sunan kayaçlar ile çevrili olması ve yukarıda sunulan veriler ışığında göl sularının karbonatça zengin olmaları, bu göl sularının trona ve ayrıca sodyum karbonat ve sodyumbikarbonat bileşikleri bakımından zengin olabileceğini ve ekonomik olarak üretilip endüstriyel anlamda kullanılabilmesine işaret etmektedir. 1930 yıllarında ekonomik olarak görülen ve yılda 3000 ton civarında trona ve soda külü üretimi Sümerbank tarafından yapılan tesislerde sadece doğal evaporasyon yöntemiyle elde edilmiştir. Doğal evaporasyonun yılın belirli aylarında gerçekleşmesi ve sadece göllerin sığ kesimlerinde göl suyunun tamamının buharlaşması ile çökelen malzemenin kullanılması sınırlı düzeyde trona ve soda külü elde edilmesine neden olmuştur (Kardaş, 2017). Van ve Arin Göllerinden trona ve kimyasal yöntemlerle soda külü elde edilmesi üzerine literatürde hiçbir çalışma bulunmamaktadır. Bu nedenle, mevcut çalışmada Van Gölü havzasındaki sodalı göller olan Van ve Arin Göllerinde trona ve soda külü elde edilebilirliği jeolojik, jeokimyasal ve kimyasal yöntemler ile ortaya konulmuş ve ekonomik olup olamayacağı irdelenmiştir.

2. Van Gölü Havzası Jeolojisi

Van Gölü havzasının tam merkezinde yer alan Van Gölü, yaklaşık 600 bin yıl önce gölün güneybatısındaki Nemrut stratovulkanının faaliyete geçmesi ile lav ve piroklastik malzemeleri püskürtmesi (Karaoğlu ve ark., 2005; Özdemir ve ark., 2006) sonucunda şekillenmeye başlamıştır. Bu volkanik faaliyetlerin ilerlemesi ve özellikle Nemrut kalderasının çökme evresinde yoğun piroklastik malzeme çıkışı Van Gölü ve Muş havzası arasındaki bağlantıyı kesmiş ve sonuç olarak Van Gölü oluşmuştur. Tektonik kontrollü olarak çökmüş bir havza olarak şekillenen Van Gölü (Şekil 1) 607 km³'lük hacmi ile dünyanın dördüncü büyük kapalı gölü ve kapladığı 3570 km²'lik yüzey alanı ile dünyanın en büyük sodalı gölüdür (Landmann ve ark., 1996a ve 1996b). Van Gölü havzasının jeolojisi, havzanın içerdiği kayaç grupları göz önüne alındığı zaman göl sularının kimyasını doğrudan etkilemektedir.



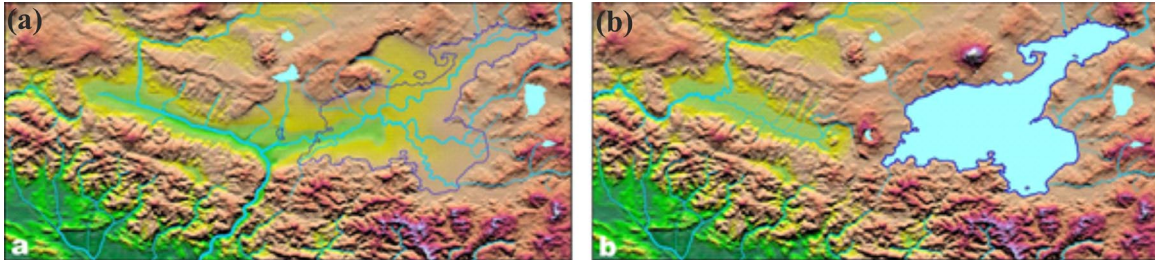
Şekil 1. Van ve Arin Gölleri ile Van Gölü havzasını gösteren kabartı rölyef haritası. Van Gölü' nün besleyen farklı akarsuların jeolojisi haritaları MTA 1/150000 ve 1/100000 ölçekli jeolojisi haritalarından değiştirilerek alınmıştır. Kısaltmalara ait bilgiler metin içinde verilmiştir.

Van gölüne dökülen akarsular, bu havza içinden doğan ve farklı jeolojik litolojiye sahip kayaç gruplarının içinden geçerek suyun kimyasını etkilemektedirler. Van Gölü havzası ve dolayısıyla Van Gölünün çevresi magmatik, metamorfik ve sedimanter kayaçların tümünü barındırmaktadır. Havzanın ve gölün güneyi tamamen metamorfik kayaçlardan, batısı ve kuzeyi volkanik kayaçlar ile örtülü ve batısı sedimanter ve ofiyolitik kayaçlar ile karakteristiktir. Van Gölü havzası ve dolayısıyla Van Gölü, yaklaşık Erken Miyosen-Geç Oligosen (Karaoğlan ve ark., 2016; Oyan, 2018) zaman aralığında (25-30 milyon yıl önce) Doğu Anadolu bölgesindeki neotektonik olayların başlangıcı olarak verilen Arabistan ve Avrasya plakaları arasındaki kıta-kıta çarpışmasının sonucunda (Şengör & Kidd, 1979) şekillenmiş

ve bugün yaklaşık deniz seviyesinden 2 km yüksekte (Şengör & Kidd, 1979) bir plato halini almıştır. Bu çarpışmanın etkisiyle bölgede çökme havzalarının gelişimi, kıvrımlı dağ silsileleri ve doğrultu atımlı faylar ile normal ve ters atımlı birçok fay gelişmiştir (Yılmaz ve ark., 1987).

Van ve Arin göllerinin içinde bulunduğu Van Gölü havzası Paleozoik döneminden günümüze kadar değişen yaş konaklarında meydana gelmiş olan kayaç gruplarını içermektedir. Van gölü havzasının barındırdığı kayaç gruplarını, alansal olarak 3 farklı coğrafik sınırlama ile tanımlamak mümkündür. 1) havzanın güneyini Bitlis Metamorfik masifi olarak adlandırılan başkalaşım kayaçlarına ait düşük-orta metamorfizma süreçlerine maruz kalmış kayaçlar oluşturmaktadır. 2) havzanın batısı ve kuzeyini Geç Miyosen'den tarihsel dönemlere kadar etkili olan volkanik aktivitenin lav ve piroklastik kayaçlarıyla kısmen karbonatlı kayaçlar oluşturmaktadır. 3) havzanın doğusunu ise ofiyolitik melanja ait kayaç grupları, sedimanter kireçtaşı ve kumtaşları ile güncel göl ve akarsu çökelleri oluşturmaktadır (Şekil 1).

Bu jeolojik ve tektonik geçmiş içerisinde, Van Gölü suyunu besleyen akarsular, yeraltı suları ve jeotermal akışkanlar bu kayaçların kimyasını göle taşımış ve gölün kimyasını şekillendirmişlerdir. Bu nedenle gölü çevreleyen ve Van Gölü havzasını besleyen 8 büyük akarsu gölün jeolojisi, sediman içeriği ve kimyası ile doğrudan birebir olarak ilişkilidir. Bu akarsular Karasu çayı (KÇ), Bendimahi çayı (BÇ), Deli çay (DÇ), Zilan çayı (ZÇ), Muradsu çayı (MÇ), Yeniköprü çayı (YÇ), Güzeldere çayı (GDÇ), Kesandere çayı (KSÇ) ve Engil çayıdır (EÇ). Bu çayların çoğunluğu, alkali volkanik alanlardan doğmakta ve özellikle alkali volkanizma ile örtülü alanları kat ederek göle boşalmaktadırlar. Bu durum göl sularının Na alkali elementlerce zenginleşmesine yol açmakta ve böylece gölün sodalı bir karakter kazanmasına önemli bir rol oynamaktadır (Şekil 1).



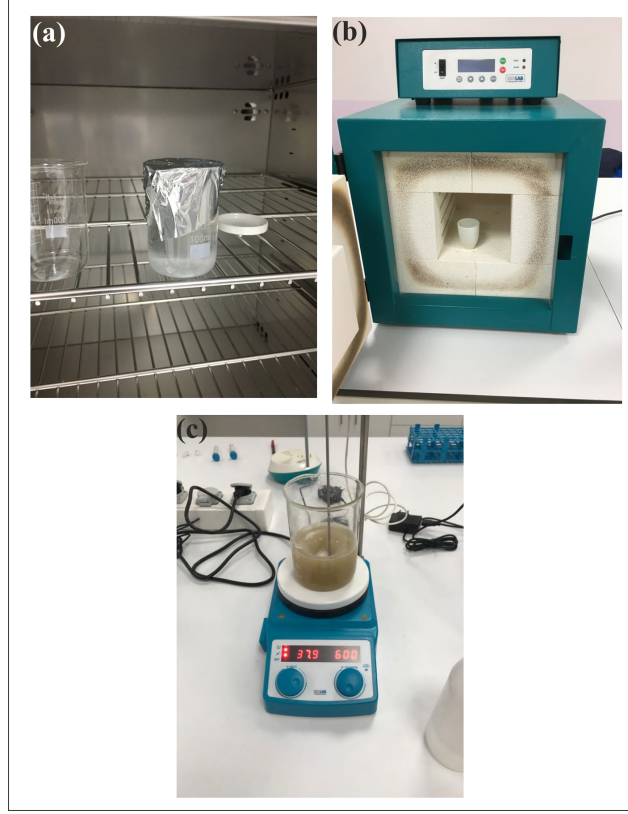
Şekil 2. (a) Yaklaşık 2.5 milyon yıl önce Muş-Van birleşik havzası ve (b) günümüzde Muş ve Van havzaları (Köse, 2004).

3. Materyal ve Yöntem

Arazi çalışmaları ile Van gölü havzasındaki Van Gölü ve Arin Göllerinden iki farklı örnekleme yapılmıştır. İlk olarak doğrudan göl suyundan örnekleme gerçekleştirilmiştir. İkinci örnekleme ise hem göllerin sığ kesimlerindeki dip sedimanlarından hem de göllerin kıyı şeritleri boyunca doğal olarak çökelen trona oluşumlarından yapılmıştır. Su ve trona örneklerinde evaporasyon, kalsinasyon ve su ile liç deneyleri yapılarak tronanın suda ne ölçüde zenginleştiği ve tronadan ne kadar soda külü (Na karbonat veya sodyumbikarbonat) elde edilebileceği belirlenmiştir. 1500 mlt olarak alınan göl suyu örneklerinin 400 mlt'lik kısmı 100 °C de yaklaşık 2 gün süreyle etüvde bekletilmiş ve evaporasyon sağlanmıştır. 400 mlt suyun buharlaşması ile trona dibe çökmüştür. Elde edilen trona, daha sonra 200 °C'de kül fırınında kalsinasyon işlemine tabi tutularak CO₂ uzaklaştırılmıştır. Bu işlemlerden sonra, örnek 200 mlt suda ve 80 °C manyetik karıştırıcı kullanılarak liç edilmiştir. Bu işlemler hem Van hem de Arin Göllerinden alınan su örnekleri üzerinde gerçekleştirilmiştir (Şekil 3).

Nihai ürün olarak elde edilmiş olan malzemenin karakterizasyonları ve kimyasal bileşimi SEM, XRF ve XRD analizleri ile belirlenmiştir. Ayrıca, doğal evaporasyon ile araziden alınan ve etüvde evaporasyon ile elde edilmiş olan saf trona örneklerinde de aynı analizler gerçekleştirilmiş ve örneklerden soda külü elde edilip edilemeyeceği belirlenmiştir. SEM analizleri hem evaporasyonla hem de soda külü süreci ile elde edilen nihai trona örnekleri üzerinde gerçekleştirilmiştir. SEM analizlerinde hem petrografik görüntüler ile malzemenin fiziksel özellikleri belirlenmiş hem de belirli alanlar ile noktalarda EDX ile kimyasal yapısı ortaya konmuştur. SEM analizleri ZEISS sigma 300 cihazında ve EDX analizleri EDAX markalı detektör ile Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Merkezi laboratuvarında yürütülmüştür.

Evaporasyon ve soda külü süreci ile elde edilen trona örneklerinin mineralojik bileşimlerini saptamak amacıyla MTA ve Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi laboratuvarlarında XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu örneklerin ana element kimyasal analizleri ise XRF yöntemi ile Rigaku marka XRF cihazı kullanılarak Karabük Üniversitesi merkezi laboratuvarında ve ACME analitik laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. (a) etüvde evaporasyon işlemi, (b) Kül fırınında kalsinasyon işlemi ve (c) 200 ml suda liç işlemi.

3. Bulgular

3.1. Van Gölü ve Arin Gölü trona zenginleşmesi

Van ve Arin gölleri kapalı bir havzada oluşmuş sodalı göllerdir. Bu nedenle, trona açısından zenginleşmiş olan bu göller, sodyum karbonat (soda külü) üretimi için elverişlidir. Van Gölü'nü besleyen akarsuların alkali volkanik ve Na'ca zengin metamorfik kayaçları aşındırarak ve çeşitli elementleri çözerek sedimanlar ile birlikte göle taşınması, göl çevresindeki jeotermal suların göle boşalması ve yeraltı su kaynaklarının gölü beslemesi gölün Na'ca zenginleşmesini sağlamıştır.

Van Gölü'nün ortalama derinliğinin 171 m olması tronanın asılı halde kalmasına sebep olabileceğinden dolayı veya suyun trona ya göre daha yoğun bulunmasından dolayı göl suyunda asılı trona miktarının azalmasına sebep olabilecektir. Fakat gölün farklı noktalarda sığlaşması ile (özellikle Erciş, Muradiye burnu veya gölün farklı kesimlerinde oluşan sığ koylar gibi) trona çökeliminin daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 4'de görüleceği üzere, Muradiye burnunda gölün en sığ seviyelerine gelmesi ile özellikle evaporasyonun fazla olduğu dönemlerde beyaz ve krem renkli güncel trona çökelleri oluşmaktadır. Bu durum Van Gölü suyunda tronanın güncel olarak çökeldiğini göstermektedir.

Maximum 7 m ve ortalama 5 m derinliğe sahip olan (Kamar, 2018) Arin Gölü, Van Gölü'ne nazaran oldukça sığ ve kapalı bir havza olduğundan ve yalnızca Süphan volkanının püskürtmüş olduğu lav ve piroklastik ürünler ile Adilcevaş kireçtaşından beslendiğinden dolayı Van Gölü'ne nazaran daha yüksek oranda trona, natrit ve dolayısıyla sodyum karbonat minerallerini içermektedir. Ph değeri yaklaşık 11 olan Arin Gölü'nün çevresi 15.2 km ve yüzey alanı 15.1 km²'dir. Bu gölün Van Gölü ile

olan sınırı iki göl arasındaki 5 m'lik bir sırt ile kapanmıştır. 75 milyon m³ su hacmine sahip olan göl, Van Gölü'nün minyatür bir görüntüsü şeklindedir (Şekil 1).

Arin Gölü ve çevresindeki küçük göletlerin kıyı şeritleri boyunca ve kuruyan göl tabanlarında güncel trona çökelişi evaporasyon dönemlerinde gerçekleşmektedir (Şekil 4c-f). Arin Gölü ve Van Gölü arasında su geçişlerinin gözlemlendiği çok sığ kesimlerde özellikle Van Gölü'nden beslenen küçük göletlerde evaporasyon döneminde güncel trona çökelişi gözlenmektedir (Şekil 4c-f). Bu göletler büyük göllere göre çok durgun ve sığ olduklarından dolayı, bir nevi trona çökelişi için küçük havuzlar oluşturmuşlardır. Yaz aylarında evaporasyon döneminin en yoğun olduğu zamanlarda, bu göletlerdeki suyun hemen hemen tamamının buharlaşması ile göllerin tabanında güncel trona birikimleri oluşmakta ve yerel halk bu çökelleri geleneksel olarak elle toplayarak temizlik, baca gazı temizlenmesi gibi çeşitli amaçlarla kullanmaktadırlar. Arin Gölü sığ olması ve etrafında küçük göletler oluşması ile trona çökelişi açısından daha iyi koşulları sağlasa da su derinliğinin ve yüzölçümünün düşük olmasından dolayı Van Gölü'ne göre rezerv bakımından daha elverişsizdir.



Şekil 4. Van ve Arin Göllerinde gözlenen güncel trona çökelleri. (a, b) Van Gölü kıyısında gözlenen trona çökelleri. (c-f) Arin Gölü kıyı şeridi ve doğal olarak oluşmuş küçük gölet birikintilerindeki trona çökelişi.

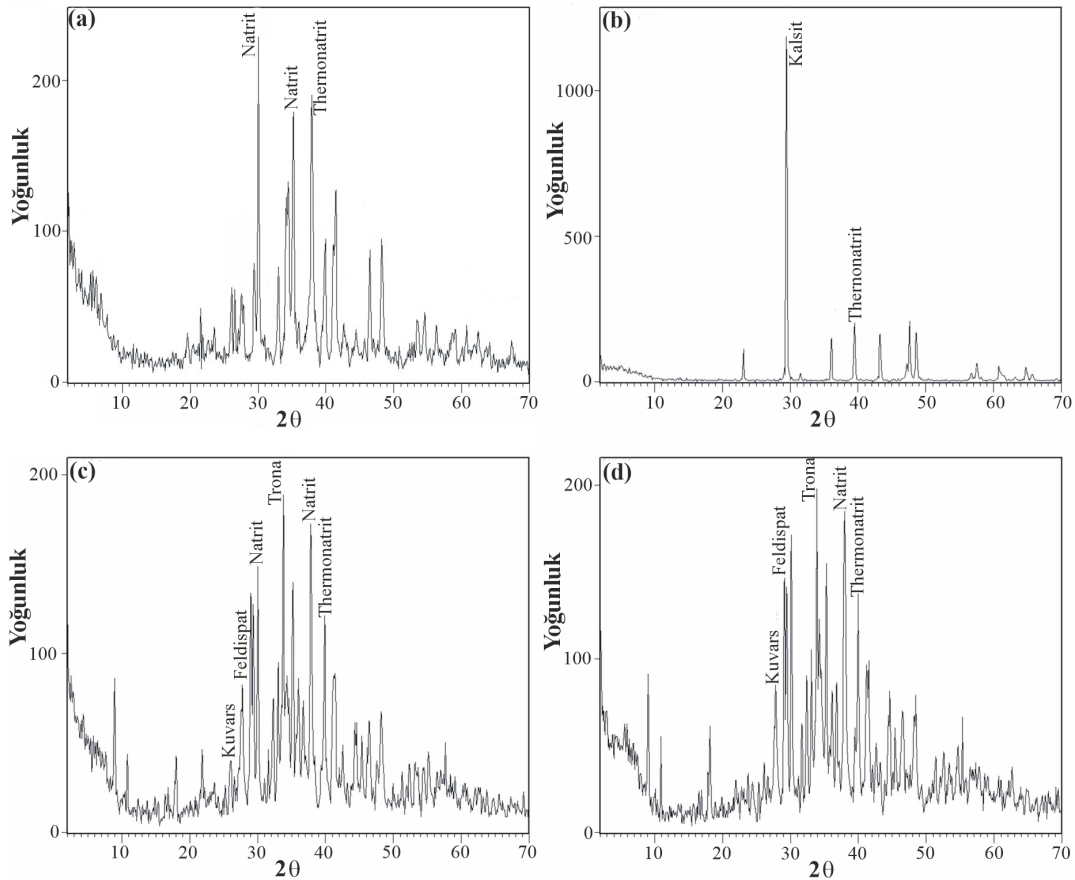
3.2. Mineralojik ve petrografik analizler

Van ve Arin Göllerinde gerçekleştirilen arazi çalışmaları sırasında göllerin kıyı şeritleri boyunca çökelmiş olan güncel trona örnekleri üzerinde mineralojik ve petrografik özelliklerini belirlemek amacıyla örneklerin XRD çekimleri gerçekleştirilmiştir.

Trona örneklerinin XRD analizleri başta trona ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) olmak üzere kil ve kalsit gibi minerallerin varlığını göstermiştir (Şekil 5). Sadece göl suyunun doğal evaporasyonu ile elde edilen bu üründe dahi sodyum karbonat minerallerinin yüksek oranda bulunması göl suyundan ekonomik olarak trona veya sodyum karbonat elde edilebileceğine işaret etmektedir. XRD sonuçlarına göre, trona olarak çökelen malzemenin aynı zamanda feldispat ve kalsit bileşikleri de içerdiği tespit edilmiştir.

Arin Gölü'nün kıyı şeridi boyunca veya tamamen kurumuş göl tabanlarından alınan trona çökelleri üzerinde gerçekleştirilen XRD analizleri (Şekil 5) Arin Gölü kıyı çökellerinde ve özellikle sığ derinlikli su birikintilerinde güncel olarak trona ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ve sodyum karbonat bileşikleri olan natrit (Na_2CO_3) ve thermonatrit ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) gibi minerallerin çökeldiğini ve bunların buharlaşma ile elde edilebileceğine işaret etmektedir. Arin Gölünün su, kıyı şeridi ve kurumuş göl tabanı örneklerinde gerçekleştirilen XRD analizleri örneklerin içinde aynı zamanda kalsit, bir miktar kuvars ve feldispat minerallerinin de var olduğu ortaya koymaktadır.

Van ve Arin Gölleri sularından evaporasyon ile elde edilen örnekler ile doğal olarak bu göllerin sığ kesimlerindeki kıyı şeridi boyunca ve küçük göletlerin kurumuş tabanından alınan örneklerin XRD çekimleri, yoğun olarak trona ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ve sodyum karbonat bileşikleri olan natrit (Na_2CO_3) ve thermonatrit ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) minerallerinden oluştuklarını göstermiştir. Bunun yanı sıra, bu örneklerde kuvars, feldispat ile kalsit ve klorit grubu minerallerde mevcuttur. Bu durum saf soda külü elde etmek için bir dizi kimyasal işlemin gerekliliğini ortaya koymuştur.



Şekil 5. Van ve Arin Göllerinden elde edilen trona çökellerinin XRD çekimleri. (a, b) Van Gölü örnekleri. (c, d) Arin Gölü örnekleri.

3.3. Jeokimyasal analizler

Van ve Arin Göllerinden alınan trona örnekleri ile suların buharlaştırılması ile elde edilen trona örnekleri üzerinde jeokimyasal element analizi gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçları örneklerin çoğunluğunun Na₂O bakımından zengin olduklarını ve sodyum karbonat bileşikleri oluşturabilecek düzeyde trona (Na₂CO₃.NaHCO₃.2H₂O) ve soda külü (Na₂CO₃; sodyum karbonat ve Na₂HCO₃; sodyum bikarbonat) bileşenleri içerdiklerini göstermiştir (Çizelge 1). Bu örneklerde ölçülen yüksek LOI içerikleri H₂O ve CO₂ gibi yüksek ısıda uçucu olabilecek elementlerin zengin olduğunu ortaya koymaktadır. Bununla birlikte, sodyum oksit konsantrasyonunun da yüksek düzeyde olması örneklerin sodyum karbonat içeriği bakımından zengin olduklarına işaret etmektedir.

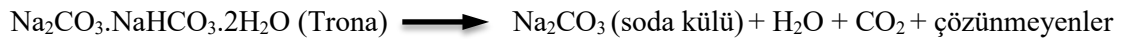
Çizelge 1. Trona örneklerine ait seçilmiş bir grup örneğin ana oksit element analiz sonuçları (%)

Örnek No	AR-1	AR-2	AR-3	AR-4	AR-5	AR-6	AR-7	AR-8
SiO ₂	6.8	5.1	3.2	6.2	5.5	6.5	6.4	5.4
Al ₂ O ₃	1.74	1.98	1.78	1.55	1.98	1.78	1.72	0.72
Fe ₂ O ₃	0.53	0.65	0.45	0.78	0.89	0.45	0.45	0.38
MnO	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Na ₂ O	40.04	43.76	36.6	37.2	38.5	40.2	39.2	40.2
K ₂ O	2.53	2.45	2.34	2.02	2.01	1.75	1.55	1.59
MgO	10.78	8.76	6.76	6.06	5.02	5.98	5.68	7.68
CaO	4.51	3.43	5.43	5.22	6.02	6.74	6.22	7.22
LOI	34.05	34.05	42.7	40.5	39.1	37.2	40.2	36.2

3.4. Tronadan soda külü elde edilmesi

Van ve Arin göllerinden alınan örneklerin XRD ve XRF sonuçları bu örneklerin Na bakımından çok zengin olduklarını ve esas olarak tronadan oluştuklarını göstermiştir. Hem XRD hem de XRF sonuçları bu örneklerin Na elementi yanında bir miktar K, Cl, Ca, Mg ve Si gibi tronanın saflığını etkileyecek elementleri de içerdiğini ve sodyum karbonat olarak kullanılabilirliği için bazı kimyasal işlemlere tabi tutulması gerekliliğini ortaya koymuştur. Söz konusu göllerin sığ kesimlerinde ve göle göre oldukça kapalı bir koy şeklinde olan bölümlerinde hem suyun durağan olması hem de evaporasyonun yoğun olduğu aylarda, suyun tamamen buharlaşmasıyla güncel olarak trona çökeldiği bilinmektedir. Fakat hem evaporasyonun çok az gerçekleşmesi hem de bölgesel iklimin soğuk olması nedeniyle sadece 2 aylık bir zaman diliminde trona çökelmekte ve bu da fazla ekonomik olmamaktadır. Bu amaçla, çalışmanın ana amaçlarından biri olarak göl suyundan trona ve sodyum karbonat elde edilebilmesi gerekliliği ortaya çıkmıştır.

Van ve Arin Göllerinden alınan su örnekleri bir dizi deneye tabi tutulmuş ve monohidrat prosesi ile göl sularından elde edilecek tronadan sodyum karbonat (soda külü) kazanımı denemiştir. Göllerden alınan su örneklerinin yaklaşık 400 mlt'lik bölümü çökelen maddeyi ayırabilmek amacıyla 100 °C'lik etüvde iki gün süreyle buharlaştırmaya tabi tutulmuştur. Buharlaştırma sonrasında Van Gölü suyunda 400 mlt suda 1 gram, Arin gölü suyunda ise 400 mlt suda 3 gr çökelti elde edilmiştir. Çökeltelen malzeme göl suyunda güncel olarak çökelen trona ile aynı özellikleri göstermiştir. Suların evaporasyon işlemine tabi tutulduktan sonra elde edilen çökel trona örneklerinden sodyum karbonat (Na₂CO₃; soda külü) elde etmek amacıyla örnekler kalsinasyon, su ile liç ve tekrar evaporasyon ve santrifüj işlemlerine tabi tutulmuştur. Van ve Arin Gölü sularından sırasıyla elde edilen 1 gr ve 3 gr trona çökelleri 200 °C sıcaklıktaki kül fırınında kalsine edilmiş ve soda külü ile yan ürün olarak su ve karbondioksit ortaya çıkmıştır.

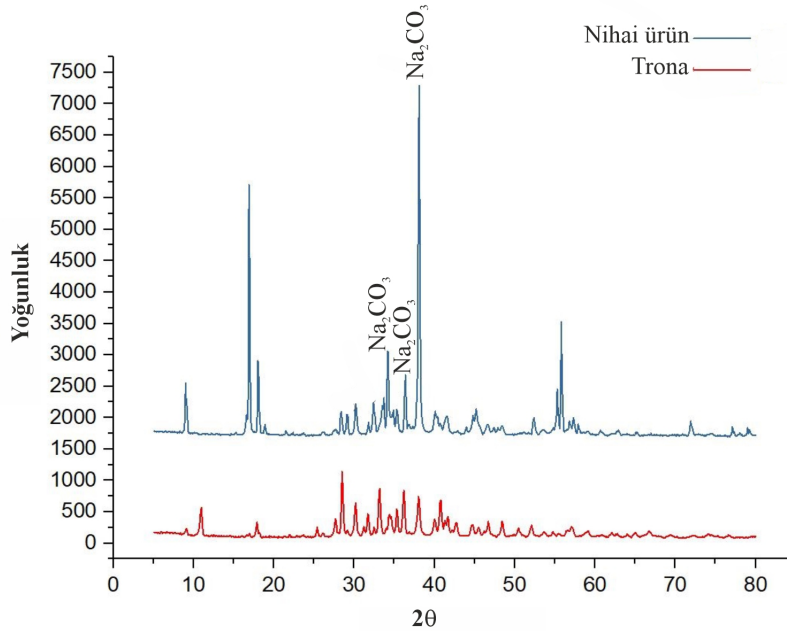


Bu süreçte elde edilen çökelti malzeme su, karbondioksit, Ca ve Cl gibi çözünmeyen elementleri de içermektedir. Kalsinasyon süreci ile elde edilen ürün yaklaşık 80 °C'lik sıcak su ile manyetik karıştırıcıda liç işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlemde amaç, suda çözünmeyen kil, kum ve kompleks tuzları ayırmak ve ham soda külü cevherinden uzaklaştırmaktır. Bu yöntem ile uzaklaştırılan çözünmeyen ve soda külü hammaddesinde istenmeyen tuzlardan sonra, konsantre edilmiş cevher kaba ve ince taneli istenmeyen imprutelerin ayrılması için santrifüj işlemine tabi tutulmuştur. Nihai ürün son

olarak, tekrar 200 °C'lik etüvde buharlaştırılarak kristallendirilmiş ve böylece su ve karbondioksitini kaybetmesi sağlanmıştır. Bu şekilde, anorganik kimyasal bir yöntem ile nihai ürün soda külü elde edilmiştir. Van ve Arin Göllerinden 400 ml sudan elde edilen 1 gr ve 3 gr çökelti üzerinde ayrı ayrı gerçekleştirilen bu deney şeması ile kazanılan nihai ürünlerde kütle kaybı olmadığı veya ihmal edilebilir bir düzeyde (0.1 mgr'dan az) olduğu gözlenmiştir. Bu veri, suların evaporasyonu ve zenginleştirilmesi ile nihai ürün olarak Van Gölü'nde 1 litrede 2.5 gr ve Arin Gölü'nde 1 litrede 7.5 gr soda külü elde edilebileceğini ortaya koymuştur.

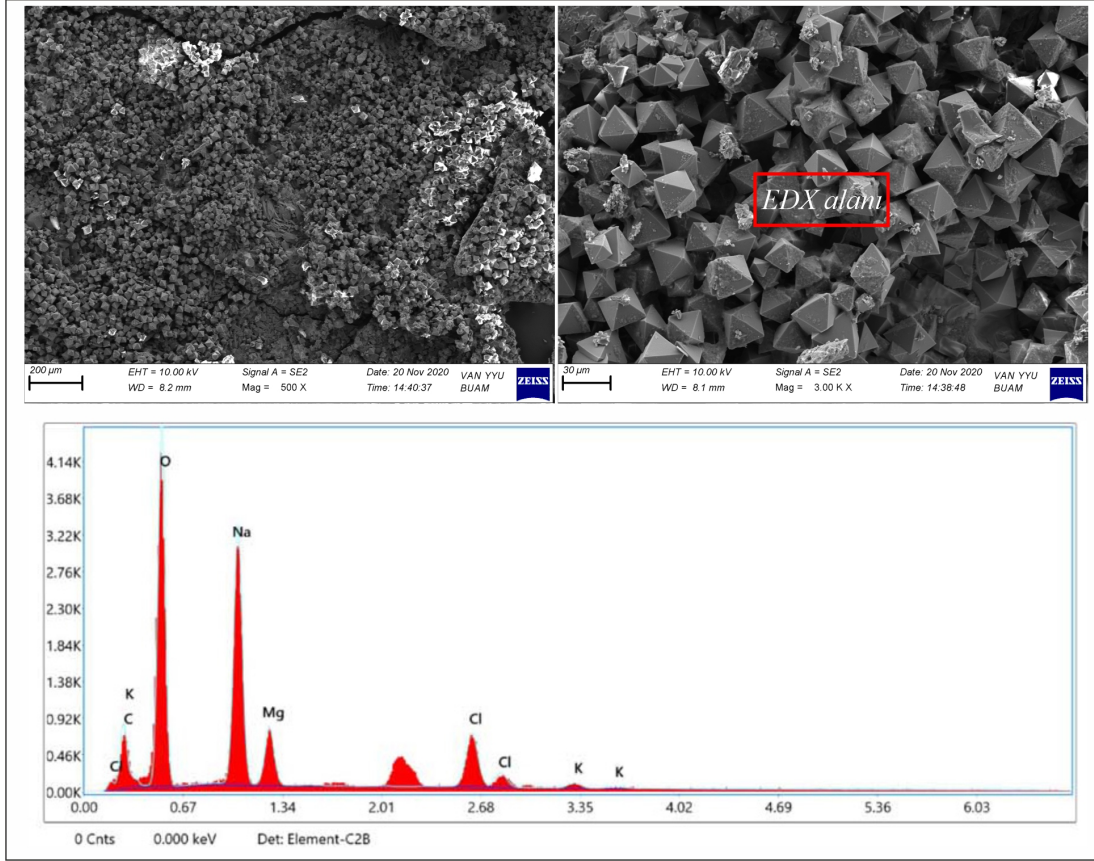
3.5. Nihai ürün XRD, XRF ve SEM analizleri

Göl sularından soda külü elde edebilmek amacıyla gerçekleştirilen proseslerden sonra Arin Gölü'nden kazanılan nihai ürünün karakterizasyonunu belirlemek amacıyla bir dizi analiz gerçekleştirilmiştir. Nihai ürünün XRD analiz sonucunda, örneklerin natrit ve thermonatrit bakımından oldukça zenginleştiklerini buna karşın kalsit, kuvars ve klor gibi mineraller bakımından fakir olduğu saptanmıştır (Şekil 6). Nihai ürünün natrit (Na_2CO_3) ve thermonatrit ($\text{Na}_2\text{CO}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$) minerallerini içerdiği ve sodyum karbonat bakımından zenginleştiği görülmüştür. Bu ürün üzerinde element ve majör oksit içeriklerini belirlemek amacıyla XRF analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6. Zenginleştirme ile elde edilen nihai ürünün XRD analizi. Nihai ürün; göl suyunun evaporasyonu ve bunun sonucunda elde edilen çökelin kalsine, liç, santrifüj ve son aşama evaporasyonu sonucunda elde edilen ürünü temsil etmektedir. Trona; göl suyunun evaporasyonu sonucu elde edilen örneği temsil etmektedir.

XRF analiz sonuçlarına göre, nihai ürünün %65.60 Na_2O , %0.75 Fe_2O_3 ve %4.05 CaO içerdiği saptanmıştır. Bu veri nihai ürünün Na bakımından, ham örneğe göre oldukça zenginleştiğine işaret etmektedir. Nihai ürün ve ham trona örneğini hem fiziksel hem de kimyasal olarak karşılaştırmak amacıyla SEM ve EDX analizleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 7, 8). Saf trona örneğinin SEM görüntüleri, örneklerin kristal yapısının düzgün prizmatik şekilli olduğunu ve düzenli kristal yapılarının farklı boyutlarda olduğunu ortaya koymaktadır (Şekil 7). EDX analiz sonuçları ise, %29.70 Na, %34.74 O ve %13.86 C içeriğine işaret etmekte (Çizelge 2) ve trona örneğinin %40.04 Na_2O ve %40.31 CO_2 içerdiğini göstermektedir. Bu kimyasal veriler, örneğin trona çökellerinin doğal bileşeni olan sodyum karbonat mineralleri olduklarını ve Na bakımından zenginleştiklerine işaret etmektedir.

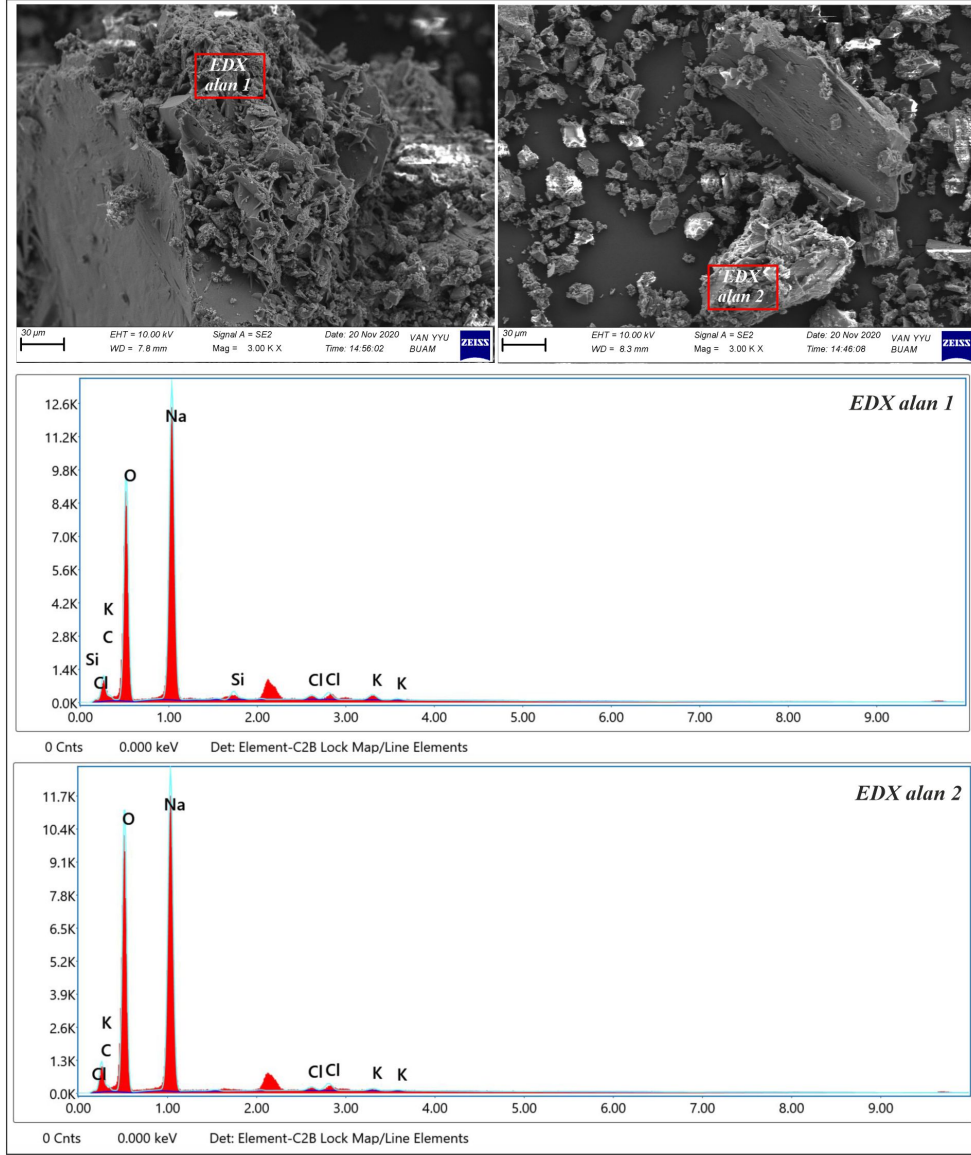


Şekil 7. Van ve Arin Göllerindeki saf trona örneklerinin SEM görüntüleri ve AR-1 nolu örnekte seçilmiş EDX alanında belirlenen elementlerin piklerini gösteren grafik.

Nihai ürüne ait SEM görüntüleri Şekil 8’de ve EDX analiz sonuçları Çizelge 2’de verilmiştir. SEM görüntüleri, Şekil 6’da verilen saf trona örneğine göre nihai ürünün kristal sisteminin bozulduğunu ve düzensiz şekilli bir kristal yapısının geliştiğini göstermektedir. Bu veri, ham trona madeninin soda külüne dönüşerek, fiziksel ve kimyasal olarak değişime uğradığını ortaya koymaktadır. EDX analiz sonuçları trona örneğine göre nihai ürünün Na bakımından zenginleşerek % Na değerinin 45 ile 57 arasında değiştiğine ve bu oranın da oksit cinsinden %60 ile %57 arasında Na_2O içeriğine sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Bunun yanı sıra trona örneğinde gözlenen Ca, K, Cl gibi istenmeyen elementlerin, nihai üründe çok düşük değerlerde elde edilmesi örneğin %95’e yakın sodyum ve karbonattan oluştuğuna işaret etmekte ve bu da nihai ürünün soda külü bakımından zenginleştiğini göstermektedir.

Çizelge 2. Şekil 7 ve 8’de verilmiş olan EDX alanlarında belirlenen elementlerin konsantrasyonları (% ağırlık). Trona 1 nolu örnek Şekil 7’deki EDX alanını, soda külü 2 ve soda külü 3 nolu örnekler sırasıyla Şekil 8’deki EDX alanı 1 ve 2’yi temsil etmektedir.

Örnek No	Trona 1	Soda külü 2	Soda külü 3
C	13.86	10.53	11.24
O	34.74	34.06	37.26
Na	29.70	51.54	50.15
Si	-	1.29	-
Cl	13.10	0.97	0.73
K	2.10	1.61	0.61
Mg	6.50	-	-



Şekil 8. Nihai ürüne ait SEM görüntüleri ve seçilmiş EDX alanlarında belirlenen elementlerin piklerini gösteren grafikler.

4. Tartışma ve Sonuç

Van Gölü suyunun 607 km³ hacme sahip olduğu göz önüne alındığında, bu suyun daha sığ alanlardan alınarak evaporasyon, kalsinasyon ve liç yöntemleri ile zenginleştirilebileceği görülmüştür. 607 km³ hacimdeki su, 582 milyar 720 milyon ton suya karşılık gelmektedir. 1 litreden 2.5 gr trona elde edildiği durumda, 0.96 ton sudan 2.5 kg trona kazanılacağı ve göl suyundan toplam 1 milyar 517 milyon ton trona hammaddesi üretilebileceği hesap edilmiştir. Bu durumda elde edilecek tronadan yaklaşık olarak 1 milyar 214 milyon ton sodyum karbonat üretilebilecektir.

Arin Gölü suyunun 75 milyon m³ hacme sahip olduğu düşünülürse, suyun alınarak evaporasyon, kalsinasyon ve liç yöntemleri ile zenginleştirilebileceği görülmüştür. 75 milyon m³ hacimli suyun 72 milyon ton suya karşılık geldiği bilinmektedir. 1 litrede 7.5 gr trona elde edilebilirliği düşünüldüğü zaman 0.96 tonda 7.5 kg trona elde edilebileceği ve toplam göl suyundan yaklaşık 586 bin ton trona hammaddesi üretilebileceği hesap edilmiştir. Bu durumda elde edilecek tronadan yaklaşık olarak 586 bin ton sodyum karbonat üretilebileceği hesap edilmiştir.

Burada dikkat edilmesi gereken en önemli nokta, Van ve Arin göl sularının borular ile belirli alanlara (depo, havuz vb.) alınıp, filtrelenmesi ve evaporasyonda su kaybı olabileceği ihtimalidir. Bunun giderilmesi için buharlaştırılan suyun damıtma yöntemiyle tekrar göllere drene edilmesi gerekmektedir.

Ayrıca, her yıl göllerde meydana gelen buharlaşma nedeniyle göl sularında doğal olarak azalma olmakta ancak yağışlar, akarsular ve yeraltı suları ile beslenen göl suyunun sürekli dengede olduğu da bilinmektedir (DAKA, 2021). Bu nedenle, burada verilen rezervler göllerin şu andaki mevcut suyunun rezerv miktarıdır. Suyun sürekli olarak beslenmesi, suyu besleyen kaynakların sürekli olarak alkali Na iyonları ve karbonat getiriminin olduğu düşünüldüğünde, bu rezervler çok daha yüksek bir miktara ulaşacak ve tükenmesi zor bir kaynak olacaktır.

Teşekkür

Bu çalışma Van yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından FBA-2018-7558 nolu proje çalışması ile desteklenmiştir.

Kaynakça

- Akyüz, D. E. (2008, Ağustos). *Data mining technique to analysis of Van Lake water level*. Van Gölü Hidrolojisi ve Kirliliği Konferansı, Van.
- DAKA. (2021). *Van Gölü suyunun ekonomik yönleri "Trona-soda külü üretimi*. Van, Türkiye: DAKA Yayınları.
- DPT. (2007). *Endüstriyel Hammaddeler ve Madencilik Alt Komisyon Raporu*. Ankara, Türkiye: Dokuzuncu Beş Yıllık Kalkınma Planı.
- Kamar, G. (2018). Palynology of Lake Arin (Eastern Anatolia, Turkey) deposits and its relation with water level change of Lake Van: Preliminary findings. *Quaternary International*, 486, 83-88. doi:10.1016/j.quaint.2017.05.020
- Karaoğlan, F., Parlak, O., Hejl, E., Neubauer, F., & Klötzli, U. (2016). The temporal evolution of the active margin along the Southeast Anatolian orogenic belt (SE Turkey): evidence from U–PB, Ar–Ar and fission track chronology. *Gondwana Research*, 33, 190-208. doi:10.1016/j.gr.2015.12.011
- Karaoğlu, Ö., Özdemir, Y., Tolluoğlu, A. Ü., Karabıyıkoglu, M., Köse, O., & Froger, J. L. (2005). Stratigraphy of the volcanic products around Nemrut Caldera: Implications for reconstruction of the caldera formation. *Turkish Journal of Earth Sciences*, 14, 123-143.
- Kardaş, A. (2017). *Osmanlı'dan Cumhuriyet'e Van'da Madencilik Çalışmaları*. Ankara, Türkiye: Gazi kitapevi.
- Köse, O. (2004, Eylül). *Van Gölü yakın çevresinin coğrafyası*. DAJEO 2002 Kongresi, Van.
- Landmann, G., Reimer, A., Lemcke, G., & Kempe, S. (1996a). Dating Late Glacial abrupt climate changes in the 14.570 yr long continuous varve record of Lake Van, Turkey. *Palaeogeography Palaeoclimatology Palaeoecology*, 122, 107-118. doi:10.1016/0031-0182(95)00101-8
- Landmann, G., Reimer, A., & Kempe, S. (1996b). Climatically induced lake level changes at Lake Van, Turkey, during the Pleistocene/Holocene transition. *Global Biogeochemical Cycles*, 10, 797-808. doi:10.1029/96GB02347
- Oyan, V., Keskin, M., Lebedev, V.A., Chugaev, A.V., & Sharkov, E.V. (2016). Magmatic evolution of the Early Pliocene Etrüsk stratovolcano, Eastern Anatolian Collision Zone, Turkey. *Lithos*, 256–257, 88–108. doi:10.1016/j.lithos.2016.03.017
- Oyan, V., Keskin, M., Lebedev, V. A., Chugaev, A. V., Sharkov, E. V., & Ünal, E. (2017). Petrology and geochemistry of the quaternary mafic volcanism in the northeast of Lake Van, Eastern Anatolian Collision Zone, Turkey. *Journal of Petrology*, 58, 1701–1728. doi:10.1093/petrology/egx070
- Oyan, V. (2018). Ar/Ar dating and petrogenesis of the Early Miocene Taşkapı–Mecitli (Erciş–Van) granitoid, Eastern Anatolia Collisional Zone, Turkey. *Journal of Asian Earth Sciences*, 158, 210–226. doi:10.1016/j.jseae.2018.03.002
- Özdemir, Y., Karaoğlu, Ö., Tolluoğlu, A. Ü., & Güleç, N. (2006). Volcanostratigraphy and petrogenesis of the Nemrut stratovolcano (East Anatolian High Plateau): the most recent post-collisional volcanism in Turkey. *Chemical Geology*, 226, 189-211. doi:10.1016/j.chemgeo.2005.09.020
- Özdemir, Y., & Güleç, N. (2014). Geological and geochemical evolution of Süphan Stratovolcano Eastern Anatolia, Turkey: Evidence for the lithosphere–asthenosphere interaction on post collisional volcanism. *Journal of Petrology*, 55, 37-62. doi:10.1093/petrology/egt060

- Öztürk, H., & Görgün, M. (2004). Van Gölü bahar dönemi hidrografisi ve göl suyu homojenizasyonuna ait bulgular. *Turkish Journal of Aquatic Life*, 2, 380-389.
- Şengör, A.M.C., & Kidd, W.S.F. (1979). The post-collisional tectonics of the Turkish-Iranian Plateau and a comparison with Tibet. *Tectonophysics*, 55, 361-376. doi:10.1016/0040-1951(79)90184-7
- Yılmaz, Y., Şaroğlu, F., & Güner, Y. (1987). Initiation of the neomagmatism in East Anatolia. *Tectonophysics*, 134, 177-199. doi:10.1016/0040-1951(87)90256-3



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Farklı Nanoakışkanlar Kullanılan Isı Borularında Termal Verimi Etkileyen Parametrelerin Taguchi Yöntemi ile Optimizasyonu

Ahmet ÖZTÜRK*, Fatın SÖNMEZ, Abdüssamed KABAKUŞ

Artvin Çoruh Üniversitesi, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, 08000, Artvin, Türkiye
Ahmet ÖZTÜRK, ORCID No: 0000-0002-5560-0578, Fatın SÖNMEZ, ORCID No: 0000-0002-9630-1232,
Abdüssamed KABAKUŞ, ORCID No: 0000-0002-3049-9493

*Sorumlu yazar e-posta: ahmetozturk@artvin.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 26.01.2023
Kabul: 25.04.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1242697

Anahtar Kelimeler

Isı borusu,
Nanoakışkan,
Taguchi yöntemi,
Termal verim

Öz: Bu çalışmada ısı değiştiricilerinde farklı tip nanoakışkanlar kullanılarak ısı borularının termal verimini etkileyen parametreler Taguchi yöntemi ile optimize edilmiştir. Deneysel tasarım termal verimi etkileyen dört parametre için üç seviyede $L_{27}(3^4)$ ortogonal serisine göre gerçekleştirilmiştir. Deneyler %0.2-0.4-0.6 derişimlerde, Alüminyum Oksit (Al_2O_3), Titanyum dioksit (TiO_2) ve Silisyum dioksit (SiO_2) için yapılmıştır. Nanoakışkan süspansiyonlarında temel sıvısı olarak izopropil alkol kullanılmıştır. Evaporatör bölgesindeki giriş sıcaklıkları 40-60-80°C, kondenser bölgesindeki hava hızları 0.4-0.8-1.2m/s olarak belirlenmiştir. Yapılan deneyler sonucunda ısı borularının ısı verimleri hesaplanmıştır. Varyans analizi (ANOVA) ile modelin doğruluğu test edilmiş ve optimum parametreler; nanopartikül SiO_2 , derişim 0.4, evaporatör giriş sıcaklığı 80°C ve kondenserdeki hava hızı 1.2m/s olarak elde edilmiştir.

Optimization of Parameters Affecting the Thermal Efficiency in Heat Pipes Using Different Nanofluids with Taguchi Method

Article Info

Received: 26.01.2023
Accepted: 25.04.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1242697

Keywords

Heat pipe,
Nanofluid,
Taguchi method,
Thermal efficiency

Abstract: In this study, parameters affecting the thermal efficiency of heat pipes were optimized by the Taguchi method using different types of nanofluids in heat exchangers. The experimental design was carried out according to the $L_{27}(3^4)$ orthogonal series at three levels for four parameters affecting the thermal efficiency. The experiments were conducted for Aluminum Oxide (Al_2O_3), Titanium dioxide (TiO_2) and Silicon dioxide (SiO_2) at 0.2-0.4-0.6% concentrations. Isopropyl alcohol was used as base fluid in nanofluid suspensions. The inlet temperatures in the evaporator region were determined as 40-60-80°C, and the air velocities in the condenser region were determined as 0.4-0.8-1.2m/s. As a result of the experiments the thermal efficiencies of the heat pipes were calculated. The model's accuracy of the model was tested by analysis of variance (ANOVA) and optimum parameters were determined as nanoparticle SiO_2 , concentration 0.4, evaporator inlet temperature 80°C and air velocity in the condenser 1.2m/s.

1. Giriş

Teknolojinin hızla ilerlemesi ve buna bağlı olarak da sanayileşmenin hızla gelişmesi sonucunda ülkemizdeki enerji ihtiyacı sürekli olarak artmaktadır. Enerji konusunda dünya ile yarışabilmemizin yolu ise enerjiyi verimli bir şekilde kullanmaktan geçmektedir. Günümüzde fosil yakıtlar, enerji üretiminde birinci sıradaki yerini korumaktadır (Yılankırkan & Doğan, 2020).

Yenilenebilir enerji alanında birçok çalışma yapılmasına rağmen fosil yakıtlara olan ihtiyaç hala çok yüksek düzeydedir. Dünyamızda enerji tüketim hızının gittikçe arttığı düşünüldüğünde sınırlı olan fosil kökenli yakıtlarda yakın gelecekte büyük enerji sıkıntıları meydana geleceği düşünülmektedir (Tezekici, 2005). Bu da göstermektedir ki dünyamızda sınırlı oranda bulunan fosil kökenli yakıtları verimli kullanmak, enerji ihtiyacını uzun yıllar karşılayabilmek için önem taşımaktadır.

Dünyada yenilenebilir enerji ve enerjinin verimli kullanılması adına çalışmalar yapılmaktadır. Enerjinin verimli kullanımı için kullanılan ısı geri kazanım cihazlarının verimlerini artırmak amacıyla ısı borularında kullanılan nanoakışkan süspansiyonları önemli yer tutmaktadır.

Geleneksel akışkanların içerisinde süspansiyon olarak yer tutan nano sıvılar, gelişmiş termal iletkenliklerinden dolayı geleneksel akışkanlara kıyasla üstün ısı transferi potansiyeline sahiptirler (Şahin & Namlı, 2018).

Son yıllarda nanoakışkanların ısı borularında kullanılmasına yönelik birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalar şöyle özetlenebilir:

Kaya & Ekiciler (2020) çalışmalarında, farklı hacimsel konsantrasyondaki su bazlı Al_2O_3 , CuO, SiO_2 , ZnO nanoakışkanları, U-dönüş dirsekli çift borulu ısı değiştiricinin bir iç borusundaki akışın taşınım ile ısı transferini ve sürtünme faktörü performansını sayısal olarak incelemiştir. Nanoakışkanların hacimsel konsantrasyonlarını %1, %2, %3 ve %4 ve Reynolds sayı aralığı 15000–30000 olarak belirlemiştir. En yüksek Nusselt sayısı, %4 hacimsel konsantrasyonuna sahip Al_2O_3 /su nanoakışkanı için %51.9 artış oranı ile elde edilmiştir. Nanoakışkan hacimsel konsantrasyonunun artması ile Nusselt sayısı artarken Darcy sürtünme faktörü değerinde nanoakışkan tipi ve hacimsel konsantrasyonuna bağlı olarak bir değişim gözlenmemiştir.

Erol ve ark. (2017) yaptıkları çalışmalarında, paralel akışlı iç içe borulu eş merkezli ısı değiştiricide ısı iletkenliğinin artırılmasını amaçlamışlardır. Deney düzeneğinde saf suyun içerisine %2 (kütle/ kütle) derişimi sağlanacak şekilde süspansiyon edilen ortalama 44 nm boyutunda %97 saflıkta TiO_2 nanopartikülü kullanılmıştır. Isı değiştiricide sıcak akışkan olarak TiO_2 -saf su nanoakışkanı, soğuk akışkan olarak ise saf su kullanılmıştır. Nanoakışkan kullanımı sonucu paralel akışlı ısı değiştiricisinde sıcak akışkanın sahip olduğu ısı transfer katsayısında %38, soğuk akışkanın sahip olduğu ısı transfer katsayısında ise %3 iyileşme sağlanmıştır. Sistemin toplam ısı transfer katsayısı %17 artmıştır.

Öztürk ve ark. (2018) yaptıkları deneysel çalışmada havadan havaya ısı geri kazanım sistemlerinde Al_2O_3 parçacıkları içeren nanoakışkan ve saf su kullanılarak ısı borulu ısı geri kazanım sisteminin ısı performansları karşılaştırmışlardır. Deneyler $25^{\circ}C$ ile $90^{\circ}C$ sıcaklıklar arasında, kondenser bölümünden çekilen ısıyı belirleyebilmek için 5 farklı soğutma hava debisi, evaporatör bölgesi için 2 farklı ısıtıcı gücü (3 ve 6kW) kullanılarak gerçekleştirmişlerdir. En yüksek verim, $\eta = \%59$ ile 3kW ısıtıcı gücünde ve 112g/s hava debisinde Al_2O_3 nanoakışkanı kullanılarak yapılan deneyde elde edilmiştir.

Vijayakumar ve ark. (2016) çalışmalarında Al_2O_3 ve CuO nanoakışkanlar kullanılarak ısı borusunun ısı performansını araştırmışlardır. Ayrıca ısı borusunun eğim açısının termal performans üzerinde etkisini de incelemiştir. Optimum performans 45° eğim açısı ile elde edilmiştir. Buharlaşma ve yoğunlaşma bölgelerinde CuO nanoakışkanı için %32.99 ve Al_2O_3 nanoakışkanı için %24.59 oranında termal performansın arttığını ifade etmişlerdir.

Harun ve ark. (2021) yaptıkları çalışmalarında %0-%3 arasında değişen ağırlık konsantrasyonlarına sahip Al_2O_3 , elmas ve SiO_2 nanoakışkanlarının kullanıldığı elektronik bileşenlerin yüksek ısı dağılımı için döngü ısı borusunun performansını incelemiştir. Sonuç olarak termal direncin elmas, Al_2O_3 ve SiO_2 için sırasıyla 3.0872, 3.1465 ve $3.2816^{\circ}C/W$ olduğunu bulmuşlardır.

1.1. Taguchi yöntemi ve deney tasarımı

Taguchi yöntemi, deney parametrelerinin belirlenmesinin ardından asgari sayıda deney yapılarak optimum sonuç değişkenine ulaşıldığı istatistiksel bir yöntemdir. Taguchi metodu ile yapılan deneysel çalışma sonucu elde edilen veriler S/N (sinyal/gürültü) oranına dönüştürülür. S/N oranı ne kadar artarsa sonuç değişkeninin deney sonucuna etkisi o kadar artar (Ata & Acır, 2020; Çangal & Ayhan, 2021). S/N oranı hesaplanırken “en büyük en iyi”, “en küçük en iyi” ve “normal en iyi” yaklaşımları kullanılmaktadır (Türkan, 2022). Termal verimin en yüksek olduğu optimum parametre değerlerinin belirlendiği bu çalışmada “en büyük en iyi” yaklaşımı kullanılmıştır. Taguchi yöntemi ile optimum parametrelerin belirlenmesi aşağıdaki şekilde yapılır;

- Sonuç değişkeni belirlenir.
- Sonuca etki eden değişken parametreler (faktörler) belirlenir.
- Değişken parametrelerinin seviyeleri belirlenir.
- Uygun deney tasarımı seçilir.
- Deneyler yapılır.
- Sonuçlara göre model değerlendirmesi yapılır.
- Varyans analizi ile modelin doğruluğu test edilir ve parametrelerin etki oranları belirlenir.
- Optimum parametreler ve değerleri belirlenir.

Yapılan bu deneysel çalışmanın amacı, çalışma sıvılarının termal özelliklerini geliştirerek ısı borulu ısı değiştiricilerinde termal verimin iyileştirilmesini sağlamaktır. Bu kapsamda bir ısı borusu test düzeneği kurularak nanoakışkan çözeltileri için 3 farklı sıcaklıkta (40-60-80°C), 3 farklı derişim oranında (%0.2-0.4-0.6), 3 farklı hava hızında (0.4-0.8-1.2m/s) ve 3 farklı nanoakışkan çeşidi (TiO₂, Al₂O₃, SiO₂) kullanılarak deneyler yapılmış olup, elde edilen sonuçlar birbirleri ile karşılaştırılmıştır. Yapılan literatür taramasında ısı borulu ısı değiştiricilerinde temel sıvısı izopropil alkol olan TiO₂, Al₂O₃, SiO₂ nanoakışkan kullanımının Taguchi yöntemi ile optimum parametrelerinin belirlendiği bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Yapılan çalışma bu yönüyle özgünlüğünü ortaya koymaktadır.

2. Materyal ve Yöntem

Bu çalışmada, ısı değiştiricisine yerleştirilmiş nano boyutta Al₂O₃, TiO₂ ve SiO₂ partiküllerinden oluşan nanoakışkanlar ısı borularında kullanılarak deneyler yapılmıştır. Isı borularında nanoakışkanların kullanımı ile; çalışma akışkanlarının yüzey gerilimi azaltılarak ısı borularının termal direncini düşürmek, ısıl iletkenliğini artırmak, evaporatör ve kondenser bölgeleri arasındaki sıcaklık farkından dolayı ısı transfer miktarını arttırmak, ısı borulu ısı değiştiricilerin termal verimini yükseltmek amaçlanmıştır.

2.1. Nanoakışkanların hazırlanması

Deneylere başlamadan önce nanoparçacıkların tartılması ve nanoakışkanların hazırlanması çalışmanın ilk aşmasıdır. Nanoparçacıkların tartım işlemi Sartorius marka CPA2245 model hassas terazi ile yapılmıştır. Çözelti içerisindeki sedimantasyonu önlemek amacıyla çözeltiliye yüzey aktifleştirici olarak %2 hacimsel oranda Triton X-100 ilave edilmiştir.

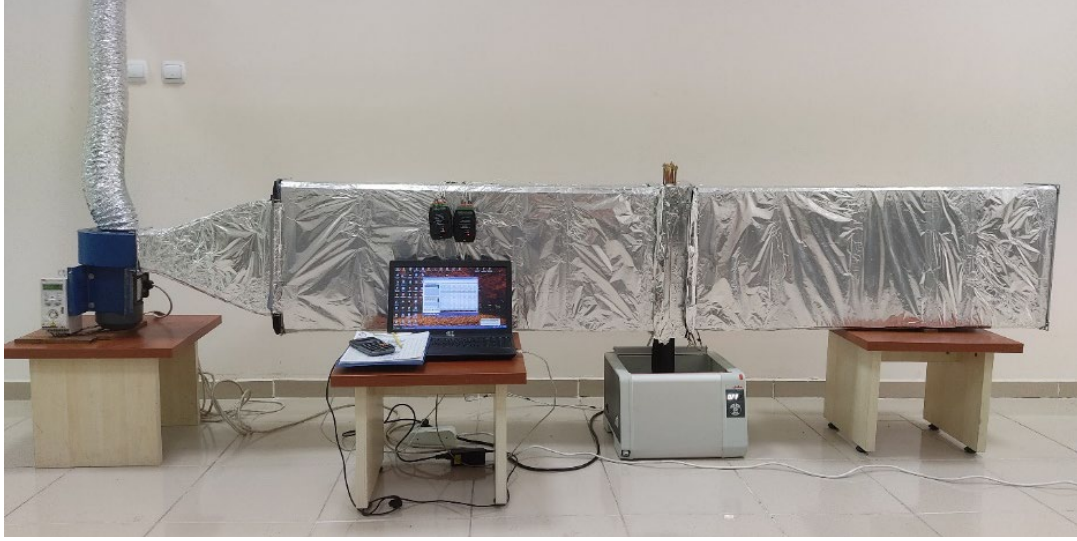
Nanopartiküller temel akışkan içine %0.2, 0.4 ve 0.6 hacimsel oranlarda dâhil edilmiştir. Nanopartiküllerin temel sıvı olarak kullanılan saf izopropil alkol içerisinde homojen olarak yayılmasını sağlamak için karışımlar İsolab marka ultrasonik banyoda 2 saat işlenerek elde edilmiştir (Şekil 1).



Şekil 1. Nanoakışkan hazırlanması grafik gösterimi.

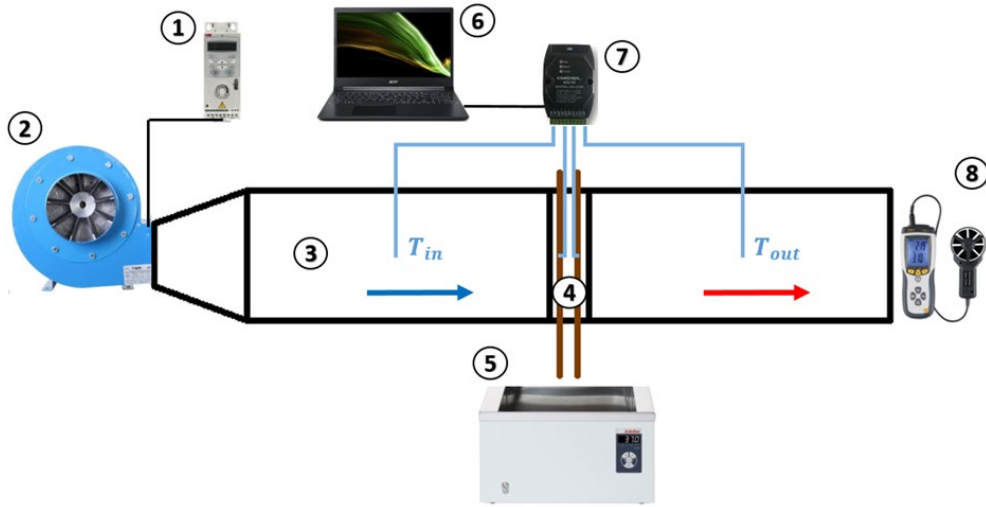
2.2. Deney sistemi

Deney sistemi iki hava kanalının arasına yerleştirilen ısı borusu demetinden oluşmaktadır (Şekil 2). Deney sisteminin şematik görünümü Şekil 3'te gösterilmiştir. Hava kanalları 120 cm uzunluğunda 15×45cm boyutlarındadır. Kanalın baş kısmına 80cm uzunluğunda konik kanal konulmuş ve bu konik kanalın girişine Modern Teknik marka MT 140 M tipi salyangoz fan monte edilmiştir. Hava kanalları 13mm alüminyum folyolu kauçuk yalıtım malzemesi ile izole edilerek sistemden dış ortama gerçekleşebilecek ısı kaybı engellenmiştir.



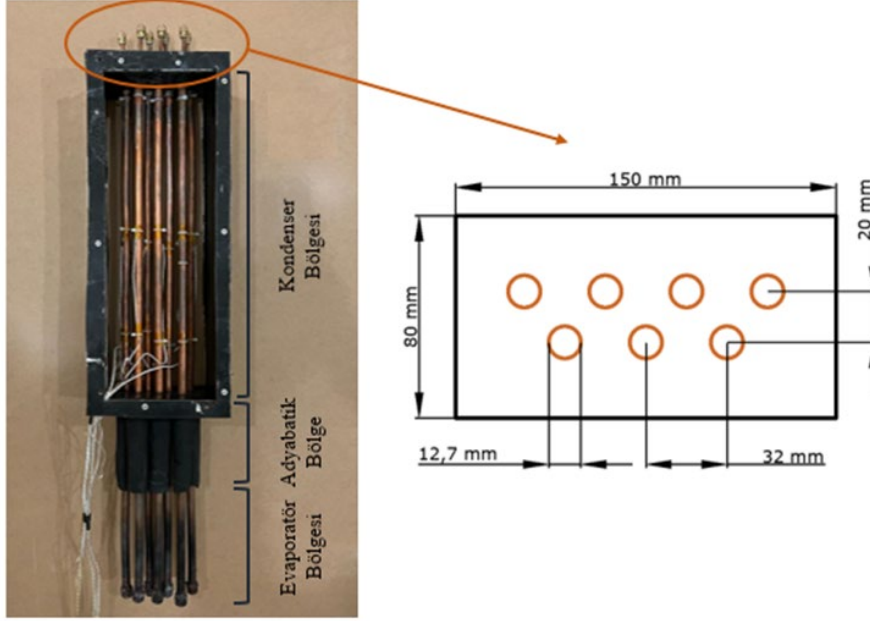
Şekil 2. Deney düzeneğinin genel görünümü.

Kurulan deney düzeneğinde hava kanalına yerleştirilen salyangoz fan sayesinde 0.4, 0.8 ve 1.2m/s sabit hava hızları için deneyler yapılmıştır. Ayrıca hava kanalında farklı akış hızları elde etmek için salyangoz fana ABB marka ACS 150 tipinde motor kontrol sürücüsü dâhil edilmiştir. Hava kanalının içinden geçen havanın hızını ölçmek için Geo Fennel FTA1 marka anemometre cihazı kullanılmıştır. Deneylerin farklı sabit sıcaklıklarda yapılabilmesi için ısı borularının 20cm'lik (evaporatör) kısmı Julabo marka Pura 14 model sıcak su banyosuna daldırılmıştır.



Şekil 3. Deney düzeneğinin şematik görünümü (1-Sürücü, 2-Salyangoz Fan, 3-Hava Kanalı, 4-Test Bölgesi, 5-Sıcak Su Banyosu, 6- Bilgisayar, 7- Dataloger, 8-Anemometre).

Şekil 4'te 7 adet ısı borusundan oluşan test bölgesinin görünümü yer almaktadır. Her bir ısı borusu birbirinden bağımsız vakumlu bakır borulardan imal edilmiştir. Bakır boruların uzunlukları 800mm ve dış çapı 12.7mm olup iç çapı 11.1mm'dir. Evaporatör bölgenin yüksekliği 200mm, adyabatik bölgenin yüksekliği 150mm ve kondenser bölgenin yüksekliği ise 450mm olacak biçimde imalatı sağlanmıştır. Adyabatik bölgenin yalıtımı 13mm kauçuk izolasyon malzemesi ile sağlanmıştır. Isı değiştiricisi demetindeki tüm boruların kondenser bölgelerinin orta kısımlarına ve hava kanallarının geometrik merkezlerine birer tane olmak üzere toplam 9 adet K tipi termokupl yerleştirilmiştir. Bakır borulardan gerçekleşen ısı transferini engellemesi için termokupullar termal bantla boru yüzeyine sabitlenmiştir.



Şekil 4. Test bölgesi.

Termokupullardan alınan sıcaklık değerlerinin bilgisayar ortamına aktarılması için 2 adet Ordell marka UDL100 Model datalogger kullanılmıştır. Yapılan deneysel çalışmalarda ısı borularının evaporatör hacimlerinin 1/3'lük kısımları hazırlanan nanoakışkanlar ile doldurulmuştur. Deneyler %0.2, 0.4 ve 0.6 derişimlerde hazırlanmış olan saf izopropil alkol tabanlı Al_2O_3 , TiO_2 ve SiO_2 nanoakışkanlı süspansiyonlar ile yapılmıştır. Sisteme evaporatör bölgesinden 40, 60 ve 80°C sabit sıcaklıklarda ısı verilmiştir. Yapılan her bir deney kararlı hale ulaşma süresinden sonra verilerin kaydedilmesiyle gerçekleştirilmiştir.

2.3. Deneysel tasarım

Isı borusu ile gerçekleşen ısı transferi sonucu elde edilen termal verimin araştırıldığı bu çalışmada deneyler üç farklı sıcaklık, nanoakışkan derişimi, hava hızı ve nano toz için gerçekleştirilmiştir. Üç seviye, dört parametre için belirlenen deney parametre değerleri Çizelge 1'de verilmiştir. Çizelge 1 izopropil alkol tabanlı Al_2O_3 , TiO_2 ve SiO_2 nanoakışkanlarının her biri için yapılan deney parametre ve değerlerini göstermektedir. Burada "Sıcaklık" ısı borusuna verilen sabit kaynak sıcaklık değerini, "nano toz derişimi" temel sıvı içerisindeki nano tozun derişim yüzdesini, "hava hızı" ısı borusundan ısı transferi gerçekleştirebilmek için kanal içerisindeki havanın hızını ifade etmektedir.

Gerçekte üç seviye, dört parametre için yapılması gereken deney sayısı 81 olması gerekirken Taguchi yöntemi ile bu sayı 27'ye düşürülmüştür. Isı borusunda en yüksek verimin elde edildiği optimum parametrelerin belirlenmesi için Taguchi yöntemi ile $L_{27}(3^4)$ ortogonal dizisine göre elde edilen deney tasarımı Çizelge 2'de verilmiştir. Deneysel tasarım ve analizi için [Minitab 19 programı](#) kullanılmıştır.

Çizelge 1. Deney tasarım parametreleri ve değerleri

Deney parametreleri	Seviyeler		
	Düşük	Orta	Yüksek
Sıcaklık (°C)	40	60	80
Nano toz derişimi (%)	0.2	0.4	0.6
Hava hızı (m/s)	0.4	0.8	1.2
Nano toz	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂

Çizelge 2. Taguchi yöntemi ile gerçekleştirilen deney tasarımı

Deney No	Nano Toz	Sıcaklık	Hava hızı	Derişim	Verim
1	Al ₂ O ₃	40	0.4	0.2	3.02
2	Al ₂ O ₃	40	0.4	0.2	3.19
3	Al ₂ O ₃	40	0.4	0.2	2.79
4	SiO ₂	40	0.8	0.4	19.33
5	SiO ₂	40	0.8	0.4	20.48
6	SiO ₂	40	0.8	0.4	20.19
7	TiO ₂	40	1.2	0.6	11.28
8	TiO ₂	40	1.2	0.6	12.87
9	TiO ₂	40	1.2	0.6	12.02
10	TiO ₂	60	0.8	0.2	23.55
11	TiO ₂	60	0.8	0.2	25.50
12	TiO ₂	60	0.8	0.2	22.95
13	Al ₂ O ₃	60	1.2	0.4	25.26
14	Al ₂ O ₃	60	1.2	0.4	25.13
15	Al ₂ O ₃	60	1.2	0.4	24.61
16	SiO ₂	60	0.4	0.6	10.28
17	SiO ₂	60	0.4	0.6	9.69
18	SiO ₂	60	0.4	0.6	10.95
19	SiO ₂	80	1.2	0.2	65.32
20	SiO ₂	80	1.2	0.2	66.11
21	SiO ₂	80	1.2	0.2	64.72
22	TiO ₂	80	0.4	0.4	28.86
23	TiO ₂	80	0.4	0.4	30.45
24	TiO ₂	80	0.4	0.4	27.69
25	Al ₂ O ₃	80	0.8	0.6	26.11
26	Al ₂ O ₃	80	0.8	0.6	25.54
27	Al ₂ O ₃	80	0.8	0.6	26.35

2.4. Hesaplamalar

Yapılan deneyler sonucu elde edilen verilerle termal verimleri karşılaştırabilmek için kullanılan eşitlikler aşağıdadır.

2.4.1. Kondenser bölgesi

Kütlesel debi:

$$\dot{m}_h = \rho_h \times V_h \times A \quad (1)$$

Sıcaklık farkı:

$$\Delta T_h = T_g - T_c \quad (2)$$

Kondenser bölgesinden elde edilen ısı transfer miktarı:

$$\dot{Q}_K = \dot{m}_h \times c_{p,h} \times \Delta T_h \quad (3)$$

2.4.2. Evaporatör bölgesi

$$\Delta T_s = T_2 - T_1 \quad (4)$$

$$\dot{Q}_E = m_s \times c_{p,s} \times \Delta T_s / t \quad (5)$$

2.4.3. Isıl verim

$$\eta = \frac{\dot{Q}_K}{\dot{Q}_E} \quad (6)$$

Burada;

\dot{m}_h	: Havanın kütleli debisi (kg/s)
m_s	: Sıcak su banyosundaki suyun kütlesi (kg)
ρ_h	: Havanın yoğunluğu (kg/m ³)
V_h	: Hava Hızı (m/s)
A	: Kanal alanı (m ²)
$c_{p,h}$: Havanın özgül ısısı (J/kgK)
$c_{p,s}$: Suyun özgül ısısı (J/kgK)
T_1	: Sıcak su banyosunun ilk sıcaklığı (K)
T_2	: Sıcak su banyosunun son sıcaklığı (K)
T_g	: Hava kanalı giriş sıcaklığı (K)
$T_ç$: Hava kanalı çıkış sıcaklığı (K)
t	: T_1 'den T_2 'ye geçen süre (s)
ΔT_h	: Hava kanalındaki sıcaklık farkı (K)
\dot{Q}_K	: Kondenser bölümü ısı transfer miktarı (W)
\dot{Q}_E	: Evaporatör bölümü ısı transfer miktarı (W)
η	: Isıl verim

2.5. Belirsizlik analizi

Deneyel çalışmanın sonucunda, belirsizlik analizi aşağıdaki eşitlikle yapılmıştır.

$$w_R = \left[\left(\frac{\partial R}{\partial x_1} w_1 \right)^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial x_2} w_2 \right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial R}{\partial x_n} w_n \right)^2 \right]^{0,5} \quad (7)$$

Eşitlikte belirtilen (x_1, x_2, \dots, x_n) bağımsız değişkenleri, R bağımsız değişkenlerin fonksiyonu, (w_1, w_2, \dots, w_n) bağımsız değişkenlerin belirsizliği, w_R ise sistem belirsizliğini ifade etmektedir (Kabakuş ve ark., 2021). Isı borularında yapılan deneyler süresince çeşitli değişkenler ölçülmüştür. Sıcaklık ölçümlerinin toplam belirsizliği; Datalogger kaynaklı belirsizlik oranı %0.2, anemometre kaynaklı belirsizlik oranı %3 ve sıcak su banyosu kaynaklı belirsizlik oranı %0.15'dir. Yapılan deneysel çalışmadaki termal verim için hesaplanan belirsizlik ise yaklaşık %3'tür.

3. Bulgular

Taguchi metodu optimum sonuca ulaşmak için yapılması gereken deney sayısını azaltan istatistiksel bir modeldir. Bu çalışmada ısı borusunda optimum ısı verimin tespiti için Taguchi metodu kullanıldı. Isıl verimin optimizasyonunda sıcaklık, nano toz derişimi, hava hızı ve nano toz değişken parametreler olarak belirlendi. Belirlenen değişken parametrelere göre Taguchi metodu ile L27(3⁴) ortogonal dizisine göre elde edilen deney tasarımıyla yapılan 27 deney sonucunda ısı verim değerleri elde edildi (Çizelge 3). Elde edilen verilerle varyans analizi (ANOVA) yapılarak modelin doğruluğu irdelendi. Gerçekleştirilen analiz sonuçları aşağıda verilmiştir.

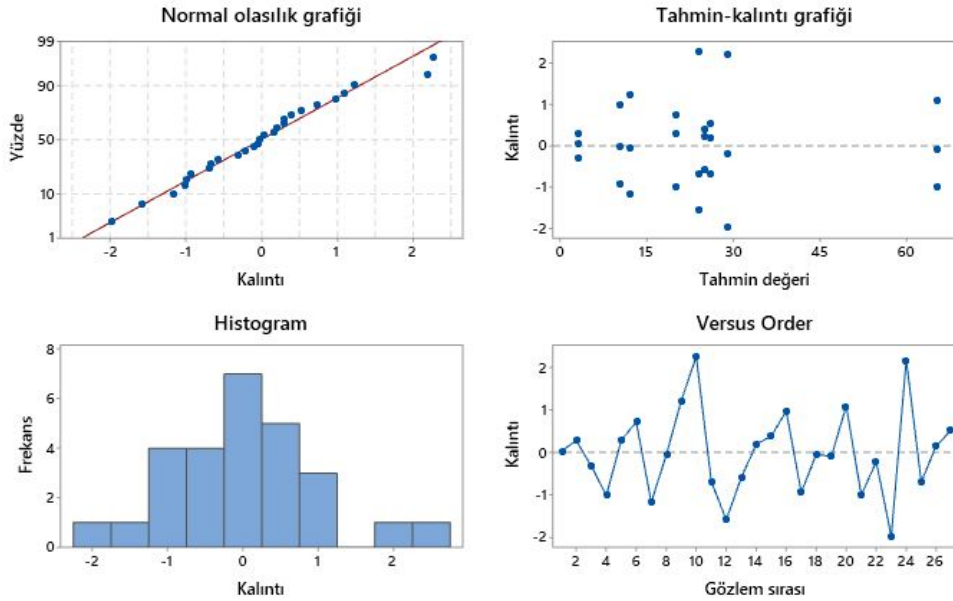
Çizelge 3. Model özeti

S	R-Sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.8103	%99.84	%99.78	%99.65

Termal verim için R^2 değeri %99.84 olarak hesaplanmıştır. Deney tasarımından anlamsız değişken parametrelerin çıkarılarak tekrar analizi sonucu elde edilen düzeltilmiş kareler değeri olan R^2 (adj) %99.78 olarak hesaplanmıştır. Modeldeki eksik verileri belirleme yeterliliği olan R^2 (pred) değeri ise %99.65 olarak hesaplanmıştır. Varyans analizi sonucu R^2 ve R^2 (adj) değerlerinin birbirine oldukça yakın oluşu, deney tasarımının güvenilir ve anlamlı olduğunu göstermiştir (Çizelge 3). Varyans analizi sonucunda termal verim üzerinde etkili olan parametrelerin ve bu parametrelerin etki oranları Çizelge 4’te verilmiştir.

Çizelge 4. Varyans analiz çizelgesi

Kaynak	Serbestlik derecesi	Kareler toplamı	Etki oranı	Kareler toplamı	Kareler ortalaması	F değeri	P değeri
Sıcaklık	2	3866.44	%50.87	3866.44	1933.22	2944.63	0.00001
Konsantrasyon	2	977.80	%12.86	977.80	488.90	744.68	0.00001
Hava hızı	2	1811.96	%23.84	1811.96	90.98	1379.97	0.00001
Nanopartikül	2	932.74	%12.27	932.74	466.37	710.37	0.00001
Hata	18	11.82	%0.16	11.82	0.66		
Toplam	26	7600.76	100.00%				

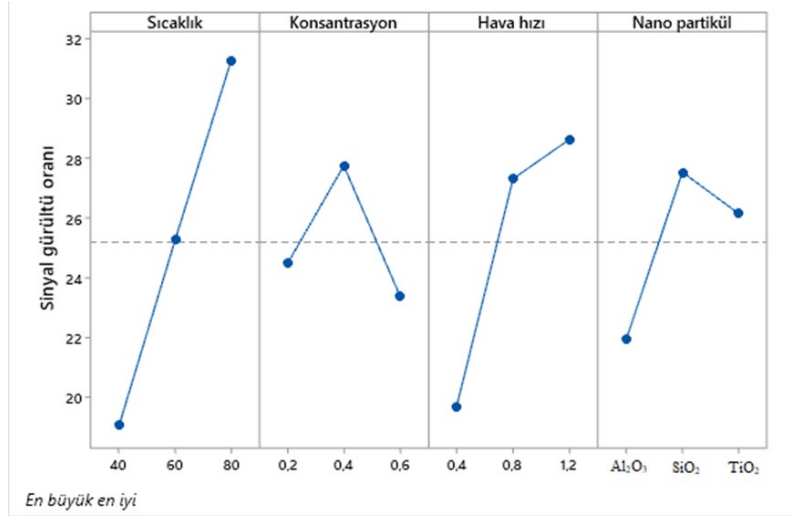


Şekil 5. Kalıntı grafikleri.

P değeri 0.05’ten küçükken parametrelerin yanıt değişkeni üzerinde %95 oranda önemli bir etkiye sahip olduğu söylenebilir (Kabakuş, 2021). Bu durumda bütün değişken parametrelerin sonuç değişkeni üzerinde (termal verim) etkili olduğu görülmektedir. Değişken parametrelerin termal verim üzerine etki oranları incelendiğinde, en etkili parametrenin %50.87 ile sıcaklık olduğu, daha sonra en etkili parametrenin ise %23.84 ile hava hızı olduğu görülmektedir. Nanopartikül konsantrasyonu %12.86 ve nanopartikül cinsi %12.27 etki oranı ile diğer değişken parametrelere göre sonuç değişkeni üzerinde nispeten daha düşük bir etkiye sahip oldukları belirlenmiştir.

Gerçek değerlerle tahmin değerleri arasındaki farkı gösterebilmek için kalıntı analizi kullanılır. Termal verim için oluşturulan kalıntı grafikleri; normal olasılık grafiği, kalıntı-tahmin grafiği, kalıntı-gözlem grafiği ve histogramdan oluşmaktadır (Şekil 5). Normal olasılık grafiğinde, kalıntı değerlerinin referans çizgisini izlediği görülmektedir. Bu durum regresyon modelinin güven aralıklarının ve p-değerlerinin hatalı olmadığını gösterir. Kalıntı-tahmin değeri grafiğinde, kalıntıların rastgele dağıtıldığı

ve sabit varyansa sahip olduğu varsayımını doğrulamak için kullanılır. Bu grafikte noktalar sıfırın her iki tarafına rastgele düşmeli ve noktalar belirli bir desen oluşturmemelidir. Termal verim için oluşturulan bu grafiğin belirtilen şartları sağladığı görülmektedir. Histogram ise verilerin aykırı değerler içerip içermediğini belirlemek için kullanılır. Histogram grafiğinde sıfır değerinin sağında ve solundaki sütunların simetrik olması durumunda oluşturulan veri dağılımı anlamlı olur. Termal verim için oluşturulan histogram grafiğinin simetrik olduğu, yani verilerin anlamlı olduğu görülmektedir. Kalıntı-gözlem sırası grafiği, kalıntıları verilerinin toplanma sırasına göre görüntülemektedir. Kalıntıların birbirinden bağımsız olduğu varsayımını doğrulamak için bu grafik kullanılır. Bu grafikte kalıntı noktaları rastgele bir şekilde merkez çizgisi etrafına düşmesi durumunda veriler anlamlı olur. Termal verim için oluşturulan kalıntı gözlem sırası grafiği incelendiğinde verilerin anlamlı olduğu, aykırı veriler içermediği noktaların dağılımından görülmektedir (Kabakuş, 2021).



Şekil 6. Ana etki grafiği.

Ana etki grafiğindeki çizgiler yatay olmadığında yanıt değişkenine etki eden ana etki olduğu söylenebilir. Doğrunun eğimi ne kadar dik olursa ana etki yanıt değişkeni üzerinde o kadar etkilidir (Minitab, 2023). Şekil 6 incelendiğinde sıcaklık ve hava hızının ısı verim üzerindeki etkisinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Taguchi yöntemi ile analiz edilen veriler sonucunda, termal verimi etkileyen parametrelerin optimum değerleri Çizelge 5'te verilmiştir. Elde edilen optimum parametre değerleri ile gerçekleştirilen doğrulama deneyi sonucunda termal verim %71.22 olarak hesaplanmıştır. Sonuç olarak deney tasarım çizelgesi incelendiğinde (Çizelge 2) optimum değerlerin en yüksek termal verime sahip olduğu görülmektedir.

Çizelge 5. Optimum değerler

Deney parametreleri	Optimum değer
Sıcaklık (°C)	80
Nano toz derişimi (%)	0.4
Hava hızı (m/s)	1.2
Nano toz	SiO ₂

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, farklı deney parametrelerinin ısı borulu ısı geri kazanım cihazındaki termal verime olan etkileri Taguchi metodu ile optimize edilmiştir. Ayrıca değişken parametrelerin sonuç parametresine etki oranları varyans analizi ile (ANOVA) hesaplanmıştır. Yapılan deneysel çalışma sonucunda elde edilen bulgular aşağıdaki gibidir;

- Termal verim için optimum parametreler, 80°C sıcaklık, %0.4 nano toz derişimi, 1,2m/s hava hızı ve nano toz türü olarak SiO₂ olarak belirlenmiştir.
- Varyans analizi sonucu termal verimi en çok etkileyen parametrelerin %50.87 ile sıcaklık, %23.84 ile hava hızı olduğu tespit edilmiştir. Sıcaklık ile hava hızı değerlerinin daha da artırılmasıyla termal verimin artacağı gözlenmiştir.
- Kalıntı grafikleri incelendiğinde deney tasarımının anlamlı olduğu görülmüştür.

Isı geri kazanım sistemlerinde farklı nanopartiküller, temel sıvılar, nanopartikül derişimleri ve farklı nanopartikül kombinasyonları kullanılarak termal verimin iyileştirilmesi yönelik çalışmalar yapılabilir.

Teşekkür

Bu çalışma Artvin Çoruh Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından 2022.F90.02.04 proje numarasıyla desteklenmiştir.

Kaynakça

- Ata, İ., & Acır, A. (2020). Hava akışkanlı güneş kollektöründe ısı transferi iyileştirmesine etki eden parametrelerin taguchi metodu ile optimizasyonu. *Journal of Polytechnic*, 23(2), 527-535. doi:10.2339/politeknik.525884
- Çangal, Ç., & Ayhan, V. (2021). Biyodizel ve EGR kullanılan bir dizel motorunda motor performansını ve NO emisyonunu etkileyen faktörlerin Taguchi yöntemi ile optimizasyonu. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 9(5), 1676-1694. doi:10.29130/dubited.700971
- Erol, E., Menlik, T., & Sözen, A. (2017, Kasım). *TiO₂ nanoakışkanının paralel akışlı borulu tip ısı değiştiricilerde ısı iletkenliğe etkisi*. 1st International Conference on Energy Systems Engineering, Karabük, Türkiye.
- Harun, M. A. Bin, Gunnasegaran, P. A., Sidik, N. A. C., Beriache, M., & Ghaderian, J. (2021). Experimental investigation and optimization of loop heat pipe performance with nanofluids. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 144(4), 1435-1449. doi:10.1007/s10973-020-09641-8
- Kabakuş, A. (2021). *Isı alıcılarda elektrosprey soğutma analizi*. (Doktora Tezi), Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, Türkiye.
- Kabakuş, A., Yakut, K., Özakin, A. N., & Yakut, R. (2021). Experimental determination of cooling performance on heat sinks with cone-jet electro spray mode. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 24(3), 665-670. doi:10.1016/j.jestch.2020.11.004
- Kaya, H., & Ekiciler, R. (2020). Nanoakışkan kullanılan U-dönüslü çift borulu ısı değiştiricisi akışının sayısal analizi. *Selçuk-Teknik Dergisi*, 19(3), 120-136.
- Minitab 21 Support. (2023). United Kingdom. <https://support.minitab.com/en-us/minitab/21/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/how-to/main-effects-plot/interpret-the-results/key-results>
Erişim tarihi: 03.01.2023.
- Öztürk, A., Özalp, M., & Sözen, A. (2018). Experimental investigation of an Al₂O₃/distilled water nanofluid used in the heat pipes of heat exchangers. *Gazi University Journal of Science*, 31(2), 616-626.
- Şahin, F., & Namlı, L. (2018). Nanoakışkanlarda kararlılığın ısı transferinin iyileştirme açısından önemi. *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 7(2), 880-898. doi:10.28948/ngumuh.445339
- Tezekici, S. (2005). *Türkiye’de enerji sektörü ve elektrik enerjisi talep projeksiyonu (kaynaklar-politikalar)*. (Doktora Tezi), İstanbul Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Türkan, B. (2022). Baca gazı destekli organik rankine çevrimi için Taguchi analizi. *European Journal of Science and Technology*, 34, 381-386. doi:10.31590/ejosat.1082626
- Vijayakumar, M., Navaneethakrishnan, P., & Kumaresan, G. (2016). Thermal characteristics studies on sintered wick heat pipe using CuO and Al₂O₃ nanofluids. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 79, 25-35. doi:10.1016/j.expthermflusci.2016.06.021
- Yılankırkan, N., & Doğan, H. (2020). Türkiye’nin enerji görünümü ve 2023 yılı birincil enerji arz projeksiyonu. *Batman Üniversitesi Yaşam Bilimleri Dergisi*, 10(2), 77-92.



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Uçak Kanadı Tasarımı, Analizi ve Yapı Elemanlarının Topoloji Optimizasyonu

Hasan KORKUT, Meryem ALTAY*, Hakan AYDIN

Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 16059, Bursa, Türkiye
Hasan KORKUT, ORCID No: 0000-0002-5659-2629, Meryem ALTAY, ORCID No: 0000-0001-6930-6292,
Hakan AYDIN, ORCID No: 0000-0001-7364-6281

*Sorumlu yazar e-posta: meryemaltay@uludag.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 15.02.2023
Kabul: 09.05.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1250545

Anahtar Kelimeler

Sonlu elemanlar yöntemi,
Tasarım,
Topoloji optimizasyonu,
Uçak kanadı,
Yapısal analiz

Öz: Havacılık ve uzay endüstrisinde yapısal bir parçanın üretiminde tasarım, yük, analiz süreçlerinin eş zamanlı olarak yürütülmesi gerekmektedir. Konsept tasarım sürecinde en önemli unsur parçanın en hafif şekilde görevini yerine getirebilmesidir. Bu çalışmada uçak kanadı tasarımı Catia yazılımı kullanılarak yapılmıştır, alüminyum 7050 ve HexplyAS4/8552 kompozit malzemeleri için analizler gerçekleştirilmiştir. Sonlu Elemanlar Yöntemi yaklaşımı kullanılarak Hypermesh yazılımı yardımıyla Topoloji Optimizasyonu gerçekleştirilmiştir; birçok iterasyon uygulanarak tasarımda hafifletme çalışmaları için geometrik değişikliklere karar verilmiştir. Optimizasyon sonucunda ortaya çıkan kanat geometrisi yapısal olarak analiz edilip mukavemet kontrolü yapılmıştır. Geometrinin bütünlüğünü sağlayan bağlantı elemanlarının statik hesaplamaları da gerçekleştirilmiştir. İncelenen malzemeler için müsaade edilebilir tasarım değerlerine uygun sonuçlar elde edilmiştir. HexplyAS4/8552 kompozit malzeme hafiflik açısından ön plana çıksa da kullanılabilirlik ve üretime uygunluk açısından alüminyum 7050 malzemesi seçilmiştir.

Airplane Wing Design, Analysis and Topology Optimization of Structural Elements

Article Info

Received: 15.02.2023
Accepted: 09.05.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1250545

Keywords

Airplane wing,
Design,
Finite element method,
Structural analysis,
Topology optimization

Abstract: The design and analysis processes should be carried out simultaneously in the production of a structural part in the aerospace industry. The most important factor in the concept design process is that the part can fulfill its task in the lightest way. In this study, aircraft wing design was made using Catia software, analyzes were performed for aluminum 7050 and HexplyAS4/8552 composite materials. Using the Finite Element Method approach, Topology Optimization was performed with the help of Hypermesh software; By applying many iterations, geometric changes were decided for mitigation studies in the design. The wing geometry that emerged as a result of the optimization was analyzed structurally and strength was checked, and static calculations of the fasteners that ensure the integrity of the geometry were also carried out. The results were obtained in accordance with the permissible design values for the investigated materials. Although the HexplyAS4/8552 composite material stands out in terms of lightness, Aluminum 7050 material was chosen in terms of usability and suitability for production.

1. Giriş

Günümüzde hava araçlarının performans gerekliliklerinin sağlanması ve verimliliklerinin artırılması oldukça önemli bir konu haline gelmiştir. Bu doğrultuda kullanılan malzemeler farklılaşmakta, ağırlık azaltılması üzerine analiz ve optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmektedir. Montajda gerekli bağlayıcı sayısını azaltılması, bağlayıcıların üzerine gelen yüklerin hesaplanması ve yapısal optimizasyon son zamanlarda ön plana çıkan konulardandır.

Uçak kanatları, analiz gerektiren birleştirme elemanları, kirişler gibi yapılardan oluşur. Bu tip yapıların analizi için Sonlu Elemanlar Yöntemi (SEY) yaklaşımı yaygın olarak kullanılır, analize yapının modellenmesi ile başlanır. Aynı zamanda yapı optimizasyonu çalışmaları ile yapısal ağırlık büyük ölçüde azaltılabilir. [Aftab ve ark. \(2022\)](#), Boeing 737 uçağı iniş takımı için bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Uçak iniş takımının 3 boyutlu modellemesi yapılarak bağlantı noktaları üzerine gelen yükler alüminyum 7075, Ti6Al4V ve Alaşımli Çelik 4340 malzemeleri için analiz edilmiştir. alüminyum 7075 alaşımında oluşan stresin diğer malzemelere kıyasla daha az olduğu ve yorulma açısından değerlendirildiğinde daha uzun ömür ve güvenilirlik sağladığı tespit etmişlerdir. [Liu ve ark. \(2021\)](#), sandviç yapıda petek levhalar kullanarak insansız hava araçları (İHA) için kanat tasarım parametrelerini belirlemişlerdir. Sonlu Elemanlar Yöntemi kullanılarak model oluşturulmuş, üç nokta eğme testleri gerçekleştirilmiş ve simülasyon yapılmıştır. Yapısal topoloji optimizasyonu ve kanat statik simülasyon analizi için petek sandviç plakalı kanatçıkların eşdeğer modeli kurulmuş ve topoloji optimizasyon sonuçlarına göre uçuş testi için bir İHA prototipi yapılmıştır. Simülasyon ve prototip test sonuçları, sandviç plaka malzeme ile İHA kanat yapı tasarımının uygun olduğunu ve bu yöntemin aynı tip kanat tasarımı için bir referans sağlayabileceğini göstermiştir. Optimizasyondan sonra, tek bir kanat rib ağırlığı %51.3 azalmıştır. [Abbas ve ark. \(2021\)](#), bir nakliye uçağı kanadının modellemesini ve yapısal analizlerini yapmışlardır. Uçak kanadı CATIA V5 yazılımı yardımıyla modellenmiştir. Kiriş, rib ve kabuk gibi çeşitli yapısal bileşenler ANSYS 2016 yazılımı yardımıyla analiz edilmiştir; gerilme, gerinim, deformasyon bilgileri elde edilmiştir. Sonlu Elemanlar Yöntemi yaklaşımı yardımıyla Von Mises kriterlerine göre değerlendirildiğinde akma veya burkulma kaynaklı deformasyonun meydana gelmediği, tasarımın yapısal limitler içinde bulunduğu tespit edilmiştir.

Bu çalışmada, National Advisory Committee for Aeronautics (NACA) 64012A kanat profili tasarımı için Sonlu Elemanlar Yöntemine dayalı bir yapısal analiz ve topoloji optimizasyonu sunulmuştur. Hafiflik açısından ön plana çıkan alüminyum 7050 ve son yıllarda kullanımı artan kompozit malzemeler olmak üzere iki farklı malzeme için karşılaştırma yapılmıştır. Topoloji optimizasyonu, kanat üzerindeki bağlayıcı üzerine gelen yükler üzerinden gerçekleştirilerek yapısal ağırlık azaltılması amaçlanmıştır. Çalışma sonucunda elde edilen verilerin, uçak kanatlarında kritik yüklenme koşulunda ağırlık ve maliyet açısından tasarımlara yön vermesi amaçlanmaktadır.

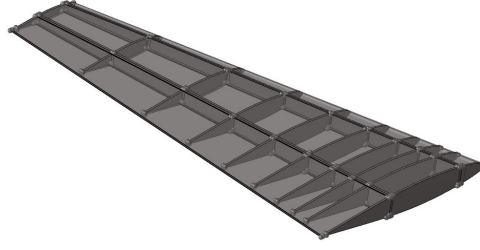
2. Materyal ve Yöntem

Bu çalışmada bir uçak kanadı konsept tasarımından nihai tasarıma giden prosesler ele alınmıştır. İlk tasarım olarak yapılan çalışmanın üzerine gelen yükler hesaplanarak topoloji optimizasyonu gerçekleştirilmiştir, optimizasyon ve statik analiz sonuçlarına göre nihai tasarıma ulaşılmıştır. Bu çalışmalar havacılıkta en çok kullanılan iki malzeme olan alüminyum 7050 alaşımı ve HexplyAS4/8552 Kompozit malzemeleri kullanılarak yürütülmüştür.

Uçak kanat profili Şekil 1'de görüldüğü gibi NACA 64012A serisidir. Uçak kanadı tasarımı için CATIA yazılımında yüzey modellenmiş ve katı modele dönüştürülmüştür. Tasarımın geometrik ölçüleri Çizelge 1'de verilmiştir. Uçak kanadı ilk tasarım çalışması Şekil 2'de gösterilmektedir.



Şekil 1. NACA 64012A kanat profili.



Şekil 2. Uçak kanadı ilk tasarımı.

Çizelge 1. Kanat ölçüleri

Parametre	Değer	Birim
Kanat boyu	4.75	m
Kanat alanı	8.25	m ²
Ortalama cord (Veter) uzunluğu	1.736	m
Azami hız	222.222	m/s
Açıklık oranı	5.47	
Hücum açısı	2	°
Süpürme açısı	15	°

2.1. Materyal

Uçak yapısal elemanlarında en fazla kullanılan malzeme alüminyumdur. Mukavemet özellikleri yüksek olan alüminyum, çinko, magnezyum ve bakır içeren 7000 serisi, korozyon direnci avantajı sağlaması sebebiyle havacılık sektöründe tercih edilmektedir. Bu çalışmada T74511 temper özelliğine sahip ekstrüzyon ile üretilen AMS4342 Alüminyum 7050 alaşımları incelenmiştir, özellikleri Çizelge 2’de verilmiştir.

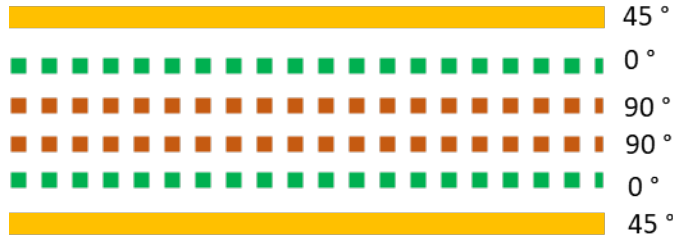
Çizelge 2. Alüminyum 7050 alaşımı özellikleri

Parametre	Değer	Birim
Elastisite	72016	N mm ⁻²
Poisson Oranı	0.33	-
Yoğunluk	2.4 10 ⁻⁶	kg mm ⁻³
Dayanım gerilim değeri F _{ND}	500	N mm ⁻²
Dayanma gerilimi değeri F _{NDD}	775	N mm ⁻²

Kompozit malzemeler, makroskobik düzeyde bir araya getirilmiş ve birbiri içinde çözünmeyen iki veya daha fazla bileşenden oluşmuş malzemelerdir. Bileşenlerden birisi takviye fazı, diğeri ise matris olarak adlandırılır. Takviye fazın malzemesi fiber, parçacık veya pul formunda olabilir. Matris malzemeler ise genellikle sürekli dir. Havacılık sektöründe kullanılan ileri kompozitler, epoksi matris malzeme içinde yer alan yüksek performanslı takviyelerden oluşur. Bu çalışmada Hexply 8552 sertleştirilmiş epoksi prepreg matris ve Hexply AS4 tek yönlü fiber bantlar kullanılmıştır, mekanik özellikleri Çizelge 3’te verilmiştir. Kompozit malzemeler üretilirken dış katmanların hasara karşı dayanıklı olması için 45° ve -45° açılı kullanılması tercih edilmektedir. Eksenel yükleri taşımaları için 0°, kesme yüklerini karşılamaları için 45° ve enine yükleri taşımaları adına 90° açıldaki katmanlar serilmektedir (Kaw, 2005). Kompozit malzemenin serimi Şekil 3’te gösterilmiştir.

Çizelge 3. HexplyAS4/8552 kompozit malzeme özellikleri

Parametre	Değer	Birim
Elastiklik Modülü, E_{11}	133000	$N\ mm^{-2}$
Elastiklik Modülü, E_{22}	8410	$N\ mm^{-2}$
Poisson Oranı	0.35	-
Yoğunluk	$1.77\ 10^{-6}$	$kg\ mm^{-3}$
Kesme Modülü 12, G_{12}	2850	$N\ mm^{-2}$
Çekme Dayanımı 11, XT	2200	$N\ mm^{-2}$
Çekme Dayanımı 22, YT	36	$N\ mm^{-2}$
Basma Dayanımı 11, XC	1350	$N\ mm^{-2}$
Basma Dayanımı 22, YC	220	$N\ mm^{-2}$
Kesme Dayanımı, S	105	$N\ mm^{-2}$
Çekme Gerinimi	1550	μmm
Basma Gerinimi	805	μmm
Dayanma Gerilimi Dayanımı	606	$N\ mm^{-2}$
Baypas Çekme Dayanımı	327	$N\ mm^{-2}$
Baypas Basma Dayanımı	475	$N\ mm^{-2}$
Çentiksiz Çekme Dayanımı	910	$N\ mm^{-2}$
Laminat Kalınlığı	0.13	mm



Şekil 3. Kompozit malzeme serimi.

Bağlayıcılar iki veya daha fazla malzemeyi mekanik olarak birbirine bağlayan ve yük aktarımını sağlayan yapı elemanlarıdır. Mekanik bağlantıyı sağlayabilmek için üretim sonrası sökülebilen durum (sökülebilir, sökülemez) ve kafa tipine (bombe başlı, havşa başlı, mantar başlı) göre çeşitli perçinler kullanılır. Bu çalışmada havacılık sektöründe yaygın kullanılan EN6114 havşa başlı civata kullanılmıştır, bağlayıcı özellikleri Çizelge 4’te gösterilmektedir.

Çizelge 4. EN6114 havşa başlı civata özellikleri

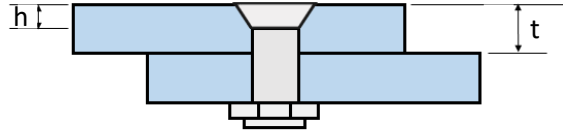
Parametre	Değer	Birim
Elastiklik modülü	210000	$N\ mm^{-2}$
Kesme dayanımı	16000	N
Eksenel dayanımı	14450	N

2.2. Tasarım kural ve kriterleri

Uçuş yükü faktörleri, aerodinamik kuvvet bileşeninin uçağın ağırlığına oranını temsil eder. Pozitif bir uçuş yükü faktörü, aerodinamik kuvvetin uçağa göre yukarı doğru hareket ettiği bir faktördür. Uçağın çalışmasının beklenebileceği aralık dahilindeki her kritik irtifada, tasarım minimum ağırlığından maksimum ağırlığına kadar her ağırlıkta; her yükseklik ve ağırlık için, belirtilen çalışma sınırlamaları dahilinde yükün uygulanabilir dağılımı sağlanmalıdır (FAA Part 23, 2023).

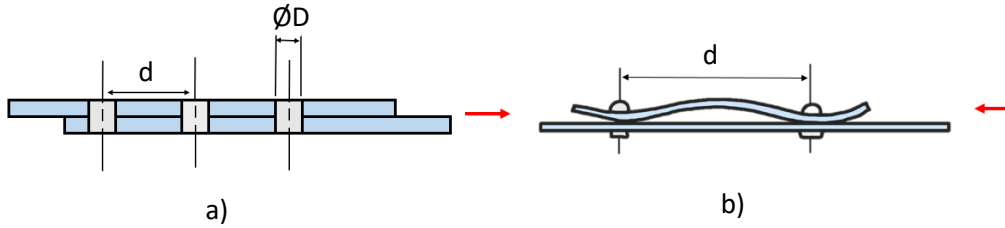
Aerodinamik yüzeylerde hava akışını bozmamak için havşa başlı bağlayıcılar tercih edilmektedir. Havşa başlı bağlayıcı kullanımında Şekil 4’de görülen ve Denklem 1’de verilen formül esas alınmaktadır (Niu, 1989).

$$h \leq \frac{2}{3}t \quad (1)$$



Şekil 4. Havşa başlı bağlayıcı montajı için malzeme kalınlığı.

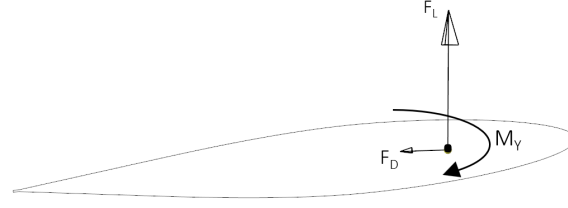
Açılan bağlayıcı deliklerinin kenar mesafesine uzaklığı belli bir kural çerçevesinde oluşturulmaktadır. Kenar uzaklığı (e), bağlayıcı çapının (D) iki katından 0.762 mm fazla uzaklıkta olmalıdır. Yapılan uçak kanadı tasarımında bağlayıcılar, serbest kenardan bağlayıcı çapı merkezine olan uzaklık çapın iki katı artı 1 mm, serbest olmayan kenardan ise çap artı 1 mm olacak şekilde konumlandırılmıştır. Bağlayıcılar arası mesafe (d), kullanılan bağlayıcı çapının (D) dört ila altı katı arasında olması gerekmektedir (Şekil 5.a). Eğer sınır şartlar aşılırsa fazla bir mesafede bağlayıcıların düzeni sağlanırsa, bağlayıcılar arasında basma yükü nedeniyle burkulma ile karşılaşılabilir (Şekil 5.b).



Şekil 5. Bağlayıcı arası mesafe gösterimi ve bağlayıcılar arasında burkulma gösterimi.

2.3. Yük

Uçak kanadı çekme, basma, burkulma, eğilme gibi birçok yük altında çalışmaktadır. Bir kanat tasarımının ölçülendirilebilmesi için uçağın ömrü boyunca karşılaşılabileceği tüm yükler hesaba katılarak hesaplamalar yapılması gereklidir. Bu çalışmada en temel yüklemeye olan aerodinamik yük koşullarına göre ölçülendirme yapılmıştır. Yapılan çalışma düz uçuşta herhangi bir manevra gerçekleştirilmediği durumda gerçekleştirilmiş olup, daha detaylı bir çalışma yapılmak istenirse, hava aracının ömrü boyunca görebileceği tüm kuvvetler göz önünde bulundurulmalıdır: hava aracının montajı devam ederken komponent bazlı testler, tam boy statik, yorulma testleri ile ve ürün ortaya çıktıktan sonra uçuş testleriyle bu yük koşulları desteklenmelidir. Bu çalışmada basit bir düz uçuş yüklemesi altında bir hava aracının ölçülendirilmesinde nasıl bir yol izlenebilir gösterilmek istenmiştir. Yapılan tasarım sonucunda yapıya uygulanacak aerodinamik yükler denklem 2, 3 ve 4 kullanılarak hesaplanmıştır. Hesaplanan yüklerin değerleri Çizelge 5'de verilmiştir. Yapıya uygulanacak aerodinamik yükler: aerodinamik kaldırma kuvveti (F_L), sürüklenme kuvveti (F_D) ve yunuslama momentidir (M_Y). Uygulanan yükler Şekil 6'da gösterildiği gibidir. Yük hesabında kullanılması gerekli katsayılar NACA standartlarından elde edilmiştir, c_L : Kaldırma katsayısı, c_D : Sürüklenme katsayısı, c_M : Yunuslama katsayısı, ρ : yoğunluk, v : Hız, A : Kanat alanı, L : Kanat uzunluğudur. Çalışmada c_L : 0.49, c_D : 0.01, c_M : 1.99 olarak kullanılmıştır (Sadraey, 2012).



Şekil 6. Yapıya uygulanan aerodinamik yükler (F_L : aerodinamik kaldırma kuvveti, F_D : sürüklenme kuvveti, M_Y : yunuslama momenti).

$$F_L = c_L \frac{1}{2} \rho v^2 A \quad (2)$$

$$F_D = c_D \frac{1}{2} \rho v^2 A \quad (3)$$

$$M_Y = c_M \frac{1}{2} \rho v^2 A L \quad (4)$$

Çizelge 5. Tasarıma uygulanan yükler

Yön	Değer	Birim
F_z	124000	N
F_x	2752.4	N
M_y	2360000	N mm

2.4. Analiz

Uçak kanadı tasarımı yapıldıktan sonra emniyet kontrolü yapılması gerekmektedir. Emniyet katsayıları belirlenerek tasarlanan yapının güvenilirliği sağlanmış olur. Gerilim, bağlayıcı kesme kuvveti, bağlayıcı aksenal kuvveti, dayanma gerilimi, net kesit gerilimi, bağlayıcılar arasında burkulma, gerinim, kompozit malzemede dayanma ve baypas gerilimi, kompozit malzemede bağlayıcılar arasında burkulma parametreleri incelenmiştir.

Gerilim: Von Mises şekil değiştirme enerjisini temel almaktadır; yapının herhangi bir yüklenme durumunda plastik şekil değişimine uğramış olup olmadığını belirlemek için hesaplanır, deneysel olarak ölçülen akma noktası ile karşılaştırılabilir (Beer ve ark., 2012).

Bağlayıcı kesme kuvveti: Yapılarda kullanılan bağlayıcılar farklı kuvvetlere maruz kalmaktadır, kuvvetlerin bağlayıcıyı deforme edip etmediğini kontrol edilmelidir. Kesme kuvvetine maruz kalmış bir bağlayıcının mukavemet kontrolü Denklem 5' de verilen formül ile kontrol edilmektedir. F_{BKM} : Bağlayıcı kesme kuvveti müsaade edilebilir değeri, F_K : kesme kuvvetidir. Emniyet katsayısı 1'in üzerinde ise bağlayıcı kesme kuvveti açısından emniyetlidir, bağlayıcı üzerine gelen kesme kuvveti Şekil 7.a'da gösterilmiştir.

$$EK = \frac{F_{BKM}}{F_K} \quad (5)$$

Bağlayıcı aksenal kuvveti: Bağlayıcı elemanın maruz kaldığı bir diğer kuvvet Şekil 7.b'de gösterildiği gibi aksenal kuvvettir (Budynas & Nisbett, 2008). Bağlayıcının aksenal kuvvet altında emniyetli olup olmadığını Denklem 6'daki formül kullanılarak kontrol edilmesi gerekmektedir. Emniyet katsayısı 1'in üzerinde ise bağlayıcı aksenal kuvvet açısından emniyetlidir, F_{BEM} : Bağlayıcı aksenal kuvveti müsaade edilebilir değeri, F_E : aksenal kuvvettir (Bruhn, 1973).

$$EK = \frac{F_{BEM}}{F_E} \quad (6)$$

Dayanma gerilimi: Bağlayıcı eleman kesme kuvvetine maruz kalmaktadır, bu kesme kuvveti parçada dayanma şeklinde bir deformasyon oluşturmaktadır (Şekil 7.c). Dayanma gerilim değeri Denklem 7' deki formül ile elde edilmekte ve emniyet katsayısı hesaplanmaktadır. Burada F_K : Kesme Kuvveti, D : bağlayıcı çapı, t : malzeme kalınlığıdır. Malzemenin emniyet kontrolü de bu emniyet katsayısı ile yapılmaktadır (Niu, 1999).

$$\sigma_D = \frac{F_K}{D \times t} \quad (7)$$

Net kesit gerilimi: Bağlayıcının bağlandığı bölgede kesite dik yönde etkiyen çekme kuvveti malzemeyi çeki yönünde zorlamaktadır. Şekil 7.d'de kırmızı renk ile gösterilen alan çekme kuvvetine karşı koyan kısımdır. Analiz çalışmalarında bu gerilmeyi Denklem 8 yardımıyla kontrol etmek gerekmektedir. F_ζ : çekme kuvveti, W : malzeme genişliği, D : bağlayıcı çapı, t : malzeme kalınlığıdır (Budynas & Nisbett, 2008).

$$\sigma_{N\zeta} = \frac{F_\zeta}{(W - D) \times t} \quad (8)$$

Bağlayıcılar arasında burkulma: Sonlu Elemanlar Yönteminde bağlayıcılar arası burkulmanın kontrol edilmesi gerekmektedir (Şekil 7.e). Bağlayıcılar arasındaki burkulma kritik gerilimi Denklem 9 ile hesaplanarak gerilim değerleri ile kıyaslanır. Burada E : Elastisite modülü, t : malzeme kalınlığı, s : bağlayıcılar arası mesafedir, c katsayısı üniversal başlı bağlayıcılarda 4, havşa başlı bağlayıcılarda ise 1 alınmaktadır (Niu, 1999).

$$\sigma_{kr} = 0.9cE \left(\frac{t}{s} \right)^2 \quad (9)$$

Kompozit Malzemede Gerilim: Maksimum şekil değiştirme hasar teorisi, izotropik malzemelere uygulanan maksimum kayma gerilmesi (Von Mises Kriteri) ve maksimum normal şekil değiştirme teorisini (St Venant) temel alır. Laminaya uygulanan şekil değiştirmeler, malzeme eksenlerindeki şekil değiştirmelere dönüştürülür. Lokal eksenlerdeki kayma gerilmesi veya normal gerilmeler maksimum şekil değiştirmeyi aşarsa hasar tahmini yapılır, Denklem 10 ve Denklem 11'de gösterilmiştir. ε_ζ : çekme gerinimi, ε_b : basma gerinimi, $\varepsilon_{mg\zeta m}$: Malzeme gerilim çekme müsaade edilebilir değeri, ε_{mgbm} : Malzeme gerilim basma müsaade edilebilir değerini ifade etmektedir (Kaw, 2005).

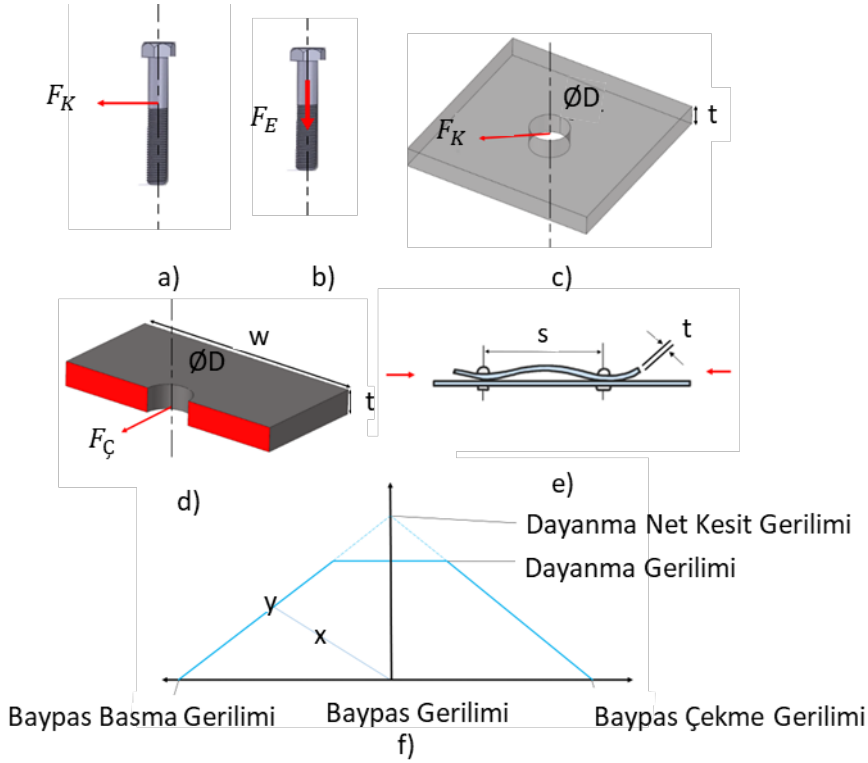
$$\varepsilon_\zeta \leq \varepsilon_{mg\zeta m} \quad (10)$$

$$\varepsilon_b \leq \varepsilon_{mgbm} \quad (11)$$

Kompozit Malzemede Dayanma ve Baypas Gerilimi: Kompozit malzemelerde dayanma ve baypas gerilimlerinin emniyet durumu birlikte kontrol edilmektedir. Şekil 7.f'de gösterilen x noktası analiz sonrasındaki baypas ve dayanma gerilim değerlerinin kesiştirilmesi ile elde edilmiştir. Aynı doğrultu üzerindeki y noktası da malzemenin müsaade edilebilir gerilme değeridir. Baypas basma gerilimi, baypas çekme gerilimi ve dayanma gerilimi arasında kalan yamuk şeklindeki alan emniyet alanıdır (Crews & Naik, 1987).

Kompozit malzemede bağlayıcılar arasında burkulma: Sonlu Elemanlar Yöntemi modeli ile bağlayıcılar arası burkulmanın kontrol edilmesi gerekmektedir. Metal malzemelerde olduğu gibi benzer işlem adımları takip edilir, ancak malzeme farklılığı nedeniyle formülasyon değişmektedir (Denklem 12). D_{11} : laminanın rijitlik matrisindeki eğilme sertlik değerlerinden biridir, c : üniversal başlı bağlayıcılarda 3, havşa başlı bağlayıcılarda 1 alınmaktadır (Kassapoglou, 2010).

$$\sigma_{kr} = \frac{c\pi D_{11}}{ts^2} \quad (12)$$



Şekil 7. a) Bağlayıcı kesme kuvveti gösterimi, b) Bağlayıcı eksenel kuvveti gösterimi, c) Dayanma gerilimi gösterimi, d) Net kesit gerilimi gösterimi, e) Bağlayıcılar arası burkulma, f) Dayanma-baypas gerilimi.

2.5. Sonlu elemanlar yöntemi

Sonlu Elemanlar Yönteminde düğümler, komşu sonlu elemanları uçlarından birbirine bağlayan ve onları bir arada tutan somun ve civata bağlantısı gibi düşünülebilir. Düğümler kaldırıldığında elemanlar birbirinden ayrılırlar, komşu sonlu elemanlar arasında fiziksel süreklilik yoktur. Metodun çözümlemesinde sonraki adım, elemanların direngenlik matrisini tanımlamaktır. Eleman direngenlik matrisleri, parçalara ayrılmış cismin tamamına ait tümel direngenlik matrisini oluşturmak üzere toplanır. Bu toplamada, cismin sonlu eleman modelindeki bütün düğümlerde kuvvetlerin dengesi ve yer değiştirmelerin sürekliliği sağlanır. Buradan Denklem 13'te verilen matris denkleminde ulaşılır. $[K]$ cismin tümel direngenlik matrisini, $\{P\}$ tüm düğümlere uygulanan tümel kuvvet vektörünü, $\{\delta\}$ düğümlerin yer değiştirmelerini tanımlamaktadır.

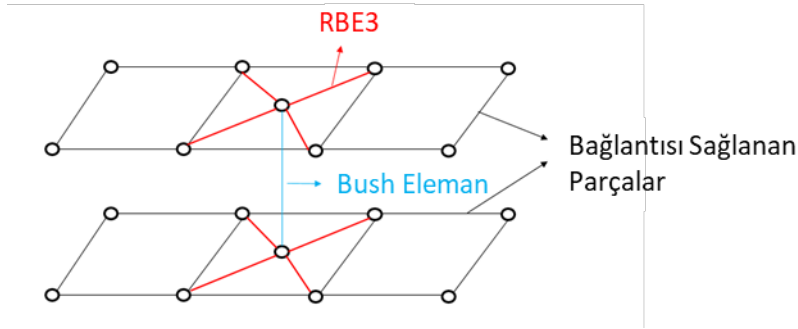
$$[K]\{\delta\} = \{P\} \quad (13)$$

Özetlenirse, bir problemin sonlu eleman metodu ile çözmek için sırası ile aşağıdaki işlemlerin uygulanması gerekir:

- (1) Cismi bir sonlu elemanlar sistemi halinde bölme
- (2) Cismi temsil eden elemanların her birinin eleman direngenlik matrisi ve diğer özelliklerinin çıkarılması
- (3) Tümel direngenlik matrisi $[K]$, ve tümel kuvvet vektörü $\{P\}$ toplama işlemi
- (4) $\{\delta\}$ tayin etmek için, belirlenmiş sınır şartlarıyla Denklem 13'ün çözümü
- (5) Hesaplanan düğüm yer değiştirmeleri $\{\delta\}$ dan elemanların zorlanmalarının ve gerilmelerinin hesaplanması

Doğru bir yapısal analiz yapmak için yapısal parçaların etkileşimlerini ve yükün bağlayıcılar aracılığıyla nasıl aktardığını anlamak önemlidir. Büyük yapılar genellikle bağlayıcıları deforme edecek yükler oluşturabilmektedir. Bağlayıcıların sonlu eleman modellemesi için çok farklı yöntemler kullanılmaktadır. Birleştirilecek parçalar kabuk ya da katı olarak modellenebilir. Bağlantı elemanlarını

modellemek için kullanılan tekniklere rijit elemanlar, ayrık yay elemanlar, giriş elemanları, konektör elemanlar örnek olarak verilebilir. Konektör bağlayıcı modelleme son zamanlarda bağlayıcıyı daha hızlı modelleyebilmek için ticari yazılımlarda kullanılan bir yöntemdir. Bağlayıcılar altı serbestlik derecesine sahip bir boyutlu elemanlardır. Yay elemanı (bush) modelde bağlantı elemanının tam konumunda bulunur. Bununla birlikte her bileşen üzerindeki iki düğümün, bağlantısı sağlanan parçaların modeli ile uyum içerisinde olması gerekmez, bu uyum RBE3 elemanlarıyla sağlanır. Bu modelleme yönteminin avantajı mekanik bağlantı sağlayan bağlayıcı konumu ile parçaların modellemesinde kullanılan düğümlerin konumunun uyumlu olmak zorunda olmamasıdır. Ayrıca kullanılan altı serbestlik derecesi bağlayıcı rijitliği için doğru sonuçlar alınmasını sağlar. Şekil 8’de gösterildiği gibi bağlayıcıyı temsil eden bush eleman ve bağlantısı sağlanan parçaların düğümleri arasında konum uyumu yoktur. Ancak MPC (RBE3) elemanlar ile bağlayıcı ve parça arasındaki bağlantı sağlanmıştır. Bush eleman tam bağlayıcı konumundadır (Madier, 2021).



Şekil 8. Bağlayıcı modellemesi gösterimi.

Konektör modelleme yönteminde bağlayıcı elemanının rijitlik hesaplaması sonlu elemanlar yazılımı aracılığı ile yapılmaktadır. Modelleme sonucunda mekanik bağlantı sağlanacak olan modeldeki yük transferi bağlayıcı rijitliğinden oldukça etkilenmektedir. Eksenel rijitlik, Denklem 14 yardımıyla hesaplanabilir. E_b bağlayıcının elastisitesi, A_b bağlayıcı alanı, u bağlayıcının mekanik bağlantısını sağladığı malzemelerin orta düzlemlerinin birbirine olan uzaklığıdır.

$$K_{eksenel} = \frac{E_b A_b}{u} \quad (14)$$

Bağlayıcı kesme yönündeki rijitlik hesaplama tekniklerinden biri ise Denklem 15’te verilen Huth formülasyonudur. n katsayısı tek kesme durumunda 1, çift kesme durumunda ise 2 olarak kullanılır; t_1 ve t_2 bağlantısı sağlanan malzemelerin kalınlıkları, E_1 ve E_2 malzeme elastisiteleri, D_b bağlayıcı çapıdır. h , g_1 , g_2 katsayıları mekanik bağlantısı sağlanan parçaların malzemesine ve bağlayıcı tipine göre farklı değerler almaktadır (Madier, 2021).

$$C_{kesme} = \left(\frac{t_1 t_2}{2D_b} \right)^h \frac{1}{n} \left(\frac{g_1}{t_1 E_1} + \frac{g_2}{n t_2 E_2} + \frac{g_1}{2 t_1 E_b} + \frac{g_2}{2 n t_2 E_b} \right) \quad (15)$$

2.6. Topoloji optimizasyonu

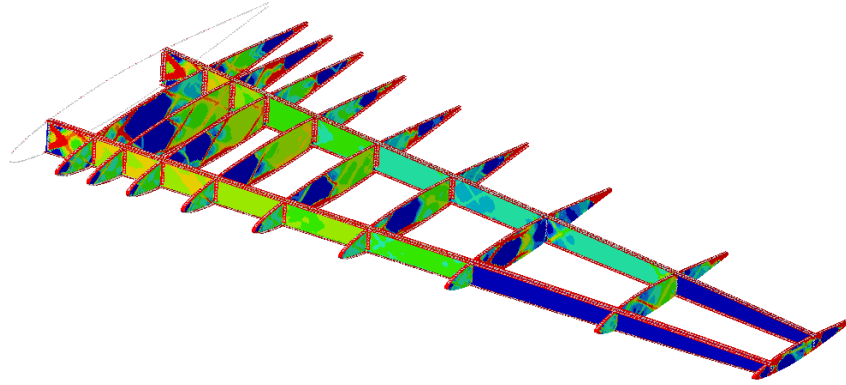
Topoloji Optimizasyonu (TO), önemli yapısal optimizasyon yöntemlerinden biridir, bir tasarım alanı üzerinde optimize edilmiş malzeme dağılımı belirlemek ve ağırlığı azaltmak için uygulanır. Şekil optimizasyonunun aksine, yapılarda genellikle ağırlıkta büyük tasarruf veya rijitlik, güç veya dinamik tepki gibi yapısal davranışın iyileştirilmesiyle sonuçlanan deliklerin veya boşlukların eklenmesine izin verir (Zhou & Rozvany, 1991; Rozvany ve ark., 1992). Topoloji optimizasyonu, özellikle havacılık ve uzay mühendisliğinde en az ağırlık ve performans tasarımı için etkili bir araç haline gelmiştir.

Bu çalışmada uçak kanadı üzerinde bağlayıcılar üzerine gelen yükler HYPERMESH yazılımı aracılığı ile analiz edilerek, topoloji optimizasyonu ile ağırlık azaltımı gerçekleştirilmiştir. Analiz, statik yüklenme altında deformasyon olmadan elastik bölge içerisinde gerçekleştirilmiştir. Statik analiz

kapsamında deformasyona izin verilmez, deformasyona izin verildiğinde non-lineer analiz başlamış olur ve farklı bir disipline geçilir. Çalışma kapsamında yorulma analizi gerçekleştirilmemiştir. Burkulma performansının yanında montajdaki bağlayıcı sayısının düşürülmesiyle birlikte yapısal ağırlığın azalması ve montaj süresinin kısılması da avantaj sağlamaktadır.

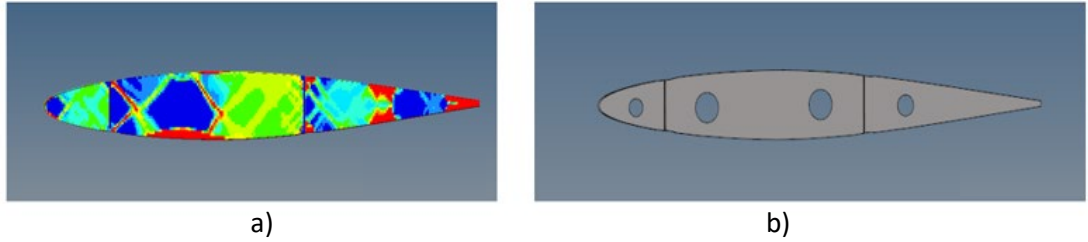
3. Bulgular ve Tartışma

Bu çalışma kapsamında bir uçak kanadının nihai tasarımına kadar olan süreçte ilk adım olarak topoloji optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Sonlu Elemanlar Yöntemi ile uçak kanadının bağlantı noktalarına gelen yüklemeler belirlenmiştir. Şekil 9'da yapılan tasarımın hafifletme çalışmalarında hangi bölgelerden malzeme azaltılabileceği gösterilmektedir.



Şekil 9. Topoloji optimizasyonu gösterimi.

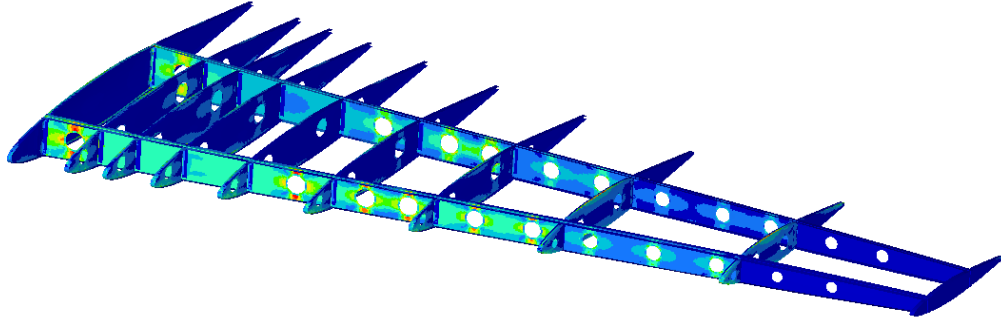
Topoloji optimizasyonunu takiben yapılacak çalışmalar malzeme azaltma, kalınlık değişimi, geometri değişimidir. Ayrıca yapılacak olan çalışmaların her biri statik açıdan analizi yapıp kontrol edilmesi gerekmektedir. Şekil 10'da optimizasyon sonucuna göre yapılan geometrik değişiklik gösterilmiştir.



Şekil 10. Topoloji optimizasyonu ve tasarım a) Bir rib için topoloji optimizasyonu sonucu b) Topoloji optimizasyonu sonucunda yapılan tasarım.

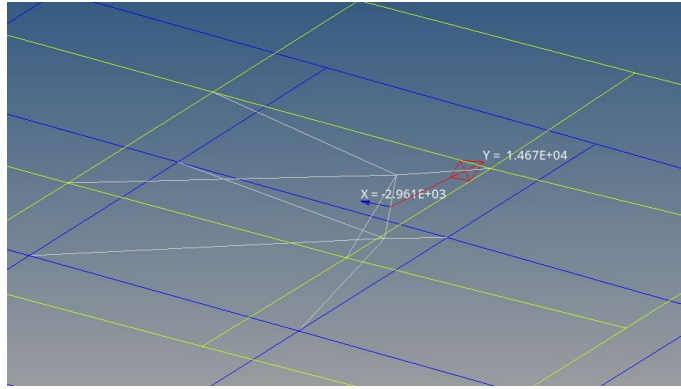
3.1. Alüminyum 7050 kanat analiz çalışmaları

Gerilim: Sonlu Elemanlar Yöntemine göre analiz sonucunda gerekli görülen bölgelerde kalınlık artışına ve kalınlık düşüşüne gidilmiştir. Yapılan tüm değişiklikler sonucunda tasarımın gerilim açısından emniyet kontrolü gerçekleştirilmiş ve emniyetli olduğu gösterilmiştir. Şekil 11'de gerilim dağılımı gösterilmektedir, hesaplanan en düşük gerilim emniyet katsayısı 1.02'dir.



Şekil 11. Gerilim dağılımı gösterimi.

Bağlayıcı kesme kuvveti: Hypermesh programında Sonlu Elemanlar Yöntemine göre yapılan çözümde bağlayıcıya gelen kesme kuvveti Şekil 12’de gösterilmiştir. Yeşil ve mavi kare elemanlar bağlayıcının bağlandığı malzemelerdir, kuvvetlerin gösterildiği eleman bağlayıcıyı temsil etmektedir, bağlantıyı sağlayan 4 kollu beyaz elemanlar ise RBE3 elemanlarıdır. Buradaki iki kuvvet bağlayıcıyı kesme yönünde zorlamaktadır, kuvvetlerin bileşkesi alınarak emniyet katsayısı hesaplanmaktadır. Tüm bağlayıcılar için bu hesaplamalar yapılmaktadır, belirlenen en küçük emniyet katsayısı kritik emniyet katsayısını oluşturmaktadır, elde edilen sonuçlar Çizelge 6’da verilmiştir.

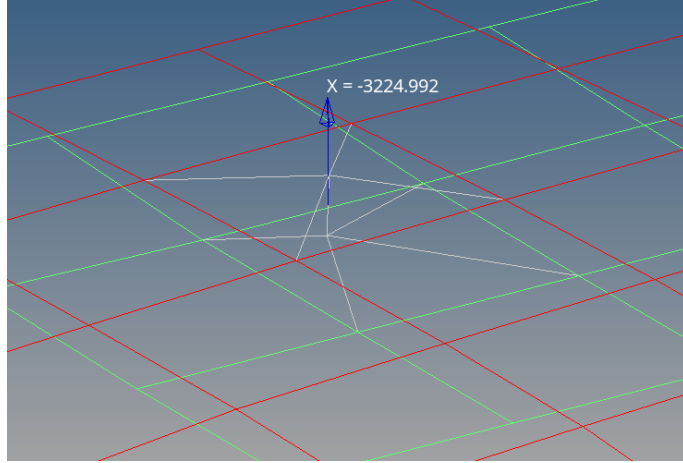


Şekil 12. Kesme kuvvetinin sonlu elemanlar modelinde gösterimi.

Çizelge 6. Kesme kuvveti emniyet katsayısı

Eleman numarası	Kesme Kuvveti (N)	Bağlayıcı müsaade edilebilir kesme kuvveti değeri (N)	Emniyet Katsayısı
417906	15047.01	16000	1.06

Bağlayıcı eksenel kuvveti: Sonlu Elemanlar Yöntemi modelinde bağlayıcıya gelen eksenel kuvvet örneği Şekil 13’te gösterilmiştir. Buradaki yeşil ve kırmızı kare elemanlar bağlayıcının bağlandığı malzemelerdir, kuvvetin gösterildiği eleman bağlayıcıyı temsil etmektedir. Bağlayıcı ve malzemeler arasındaki bağlantıyı sağlayan 4 kollu beyaz elemanlar ise RBE3 elemanlarıdır. Şekil 13’te gösterilen yük bağlayıcıyı eksenel yönde zorlamaktadır. Bu kuvvet ile emniyet katsayısı hesaplanır, tüm bağlayıcılar için emniyet katsayısı hesaplanarak kritik emniyet katsayısı ortaya konulmuştur (Çizelge 7).

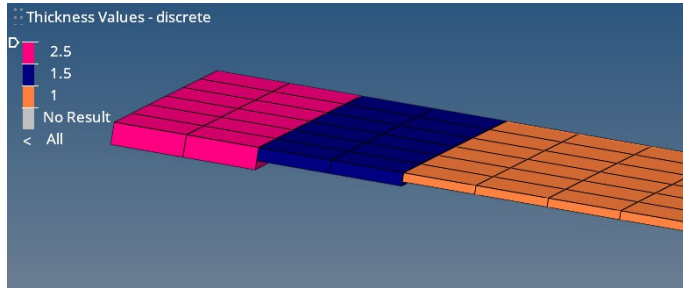


Şekil 13. Eksenel kuvvetin sonlu elemanlar modelinde gösterimi.

Çizelge 7. Eksenel kuvvet emniyet katsayısı

Eleman numarası	Eksenel Kuvvet (N)	Bağlayıcı müsaade edilebilir eksenel kuvvet değeri (N)	Emniyet Katsayısı
431465	3225	14450	4.48

Dayanma gerilimi: bağlayıcılara gelen kesme kuvvetinin deformasyon oluşturma durumu kontrol edilirken aynı zamanda bağlayıcının bağlandığı malzemenin de deformasyon durumu kontrol edilmektedir. Dayanma gerilimi sonucuna göre mevcut malzeme kalınlığının yetersiz görüldüğü bölgelerde lokal olarak kalınlaştırma yapılarak yapının emniyeti sağlanmıştır. Şekil 14’de gösterilen kalınlık artışı tasarım kurallarına istinaden kademeli olarak gerçekleştirilmiştir. Değişiklikler sonucunda sonlu elemanlar modeli tekrar analiz edilmiştir. Hesaplanan kritik dayanma gerilimi emniyet katsayısı Çizelge 8’te verilmiştir.

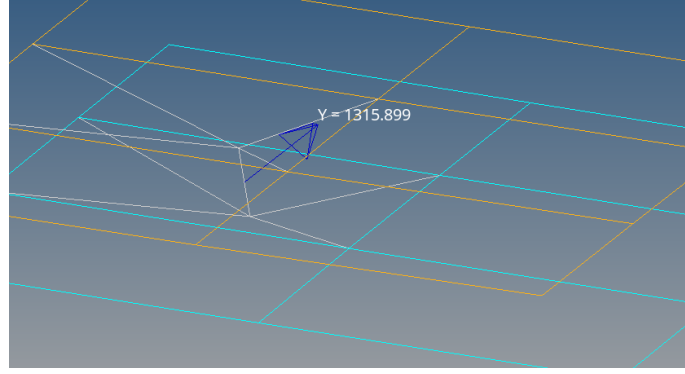


Şekil 14. Sonlu elemanlar modelinde kademeli kalınlık artışı gösterimi.

Çizelge 8. Dayanma gerilimi emniyet katsayısı

Eleman numarası	Dayanma Gerilimi (N/mm ²)	Bağlayıcı müsaade edilebilir dayanma gerilimi değeri (N/mm ²)	Emniyet Katsayısı
417811	505	775	1.54

Net kesit gerilimi: kritik net kesit gerilimini oluşturan kuvvet Şekil 15’de gösterilmiştir. Kuvvetin gösterildiği eleman bağlayıcı, sarı ve turkuaz renkli kare elemanlar bağlayıcının mekanik bağlantısını sağladığı malzemelerdir. Bağlayıcı ve malzemeler arasında bağlantıyı sağlayan 4 kollu beyaz elemanlar ise RBE3 elemanlarıdır. Bu kuvvet, malzemeleri net kesit yönünde zorlamaktadır. Malzeme kesitine dik gelen kuvvetler tüm bağlayıcı lokasyonları için hesaplanıp net kesit gerilimi emniyeti kontrol edilmiştir, en kritik emniyet katsayısı Çizelge 9’da verilmiştir.

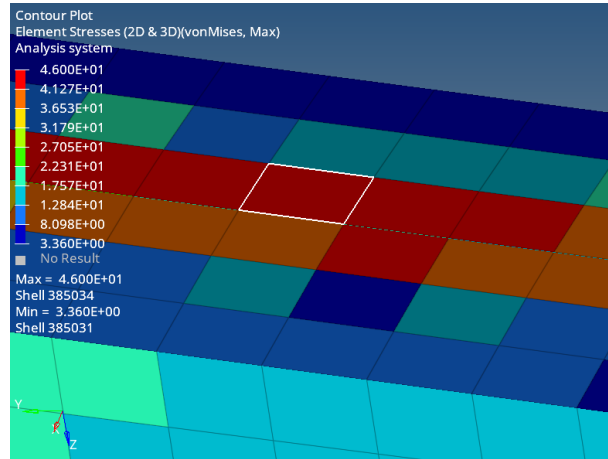


Şekil 15. Net kesite dik kuvvetin sonlu elemanlar modelinde gösterimi.

Çizelge 9. Net kesit gerilimi emniyet katsayısı

Eleman numarası	Dayanma Gerilimi (N/mm ²)	Bağlayıcı müsaade edilebilir net kesit gerilimi değeri (N/mm ²)	Emniyet Katsayısı
417811	302.11	500	1.66

Bağlayıcılar arasında burkulma gerilimi: Hypermesh analizinde bağlayıcılar arasındaki burkulma gerilim değerleri hesaplanmıştır, Şekil 16'da gösterilmektedir. Bu gerilim değerlerinin okundukları bölgelerdeki kritik gerilim değerleri hesaplanarak emniyet katsayıları belirlenmiştir (Çizelge 10).



Şekil 16. Sonlu elemanlar modelinden okunan gerilim değeri gösterimi.

Çizelge 10. Bağlayıcılar arasında burkulma emniyet katsayısı

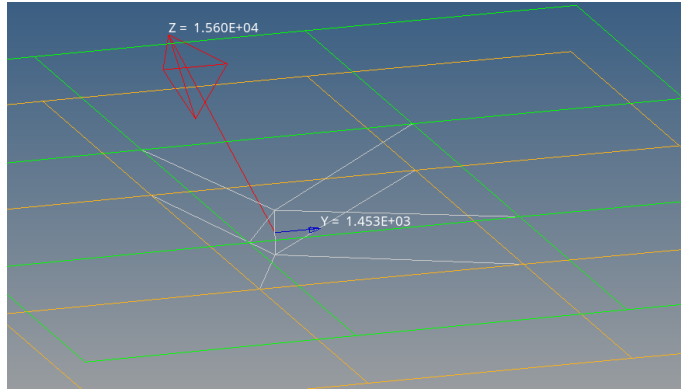
Eleman numarası	Gerilim (N/mm ²)	değeri	Kritik gerilim değeri	Emniyet Katsayısı
385034	46		56	1.21

3.2. Kompozit kanat analiz çalışmaları

Gerinim: Tasarımın Sonlu Elemanlar Yöntemi modeli kurulup birçok konfigürasyonda analiz çözümü alınmıştır. Yapının hem emniyetli olması hem de hafif olması istenmektedir. Yapıya uygulanan yükler manevra yükleri içermediğinden gerinim açısından emniyetlidir.

Bağlayıcı kesme kuvveti: Bağlayıcıya gelen kesme kuvveti örneği Şekil 17'de gösterilmiştir. Yeşil ve sarı kare elemanlar bağlayıcının bağlandığı malzemelerdir. Kuvvetlerin gösterildiği eleman bağlayıcıyı temsil etmektedir, bağlayıcı ve malzemeler arasındaki bağlantıyı sağlayan 4 kollu beyaz

elemanlar ise RBE3 elemanlarıdır. Gösterilen iki yük bağlayıcıyı kesme yönünde zorlamaktadır, kuvvetlerin bileşkesi alınarak emniyet katsayısı hesaplanmıştır (Çizelge 11).

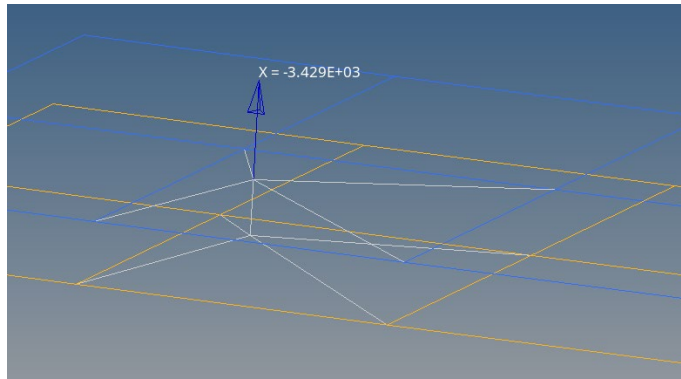


Şekil 17. Kesme kuvvetinin sonlu elemanlar modelinde gösterimi.

Çizelge 11. Kesme kuvveti emniyet katsayısı

Eleman numarası	Kesme Kuvveti (N)	Bağlayıcı müsaade edilebilir kesme kuvveti değeri (N)	Emniyet Katsayısı
407611	15667	16000	1.02

Bağlayıcı eksenel kuvveti: bağlayıcıya gelen eksenel kuvvet örneği Şekil 18’de gösterilmiştir. Mavi ve sarı kare elemanlar bağlayıcının bağlandığı malzemelerdir, kuvvetin gösterildiği eleman bağlayıcıyı temsil etmektedir, bağlayıcı ve malzemeler arasındaki bağlantıyı sağlayan 4 kollu beyaz elemanlar ise RBE3 elemanlarıdır. Gösterilen yük bağlayıcıyı eksenel yönde zorlamaktadır ve bu kuvvet ile emniyet katsayısı hesaplanmaktadır. Tüm bağlayıcılar için emniyet katsayısı hesaplanmıştır ve kritik emniyet katsayısı Çizelge 12 ’de verilmiştir.

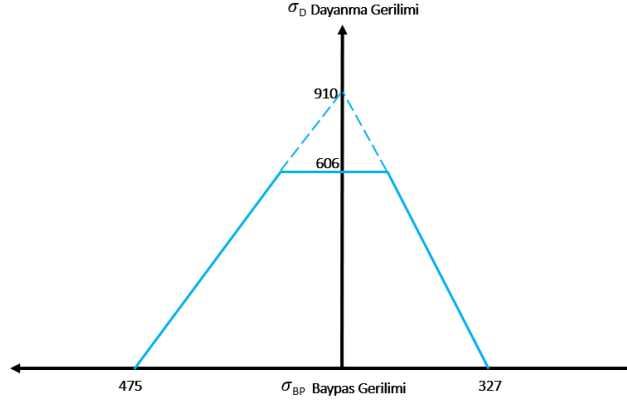


Şekil 18. Eksenel kuvvetin sonlu elemanlar modelinde gösterimi.

Çizelge 12. Eksenel kuvvet emniyet katsayısı

Eleman numarası	Eksenel Kuvvet (N)	Bağlayıcı müsaade edilebilir eksenel kuvvet değeri (N)	Emniyet Katsayısı
417811	3429	14450	4.21

Dayanma ve baypas gerilimi: Sonlu Elemanlar Yöntemi modeli ile bağlayıcılar için kesme kuvvetleri elde edilip dayanma gerilimi hesaplanmıştır. Tüm bağlayıcılar arasındaki gerilimler çıktı olarak alınmıştır ve dayanma-baypas emniyet katsayıları Şekil 19’daki grafik kullanılarak hesaplanmıştır. Hesaplanan en kritik emniyet katsayısı 1.98’dir.



Şekil 19. Kompozit malzeme dayanma – baypas gerilimi.

Bağlayıcılar arasında burkulma gerilimi: Hypermesh analiz sonucundan bağlayıcılar arasındaki gerilim değerleri elde edilmiştir. Kritik gerilim değerleri Denklem 12 kullanılarak hesaplanmıştır, programdan okunan gerilim değerleri ve kritik gerilim değerleri kıyaslanarak emniyet katsayıları hesaplanmıştır, kritik emniyet katsayısı 1.47 olarak elde edilmiştir.

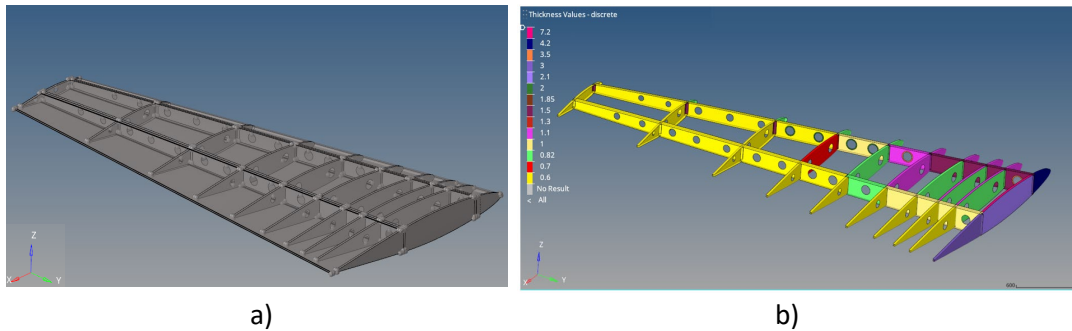
3.3. Alüminyum ve kompozit kanat karşılaştırılması

Uçak kanadı ilk tasarımı, alüminyum 7050 ve HexplyAS4/8552 kompozit malzeme için yapılan tasarımların karşılaştırılması Çizelge 13'de gösterilmiştir. HexplyAS4/8552 kompozit malzeme hafiflik açısından ön plana çıkmaktadır, ilk tasarımın %30.21'lik ağırlığına sahiptir. Ancak kompozit malzemelerin üretilmesi sırasında katman serimi uzun süre almaktadır, zaman ve maliyet açısından olumsuz etkiye sahiptir. Alüminyum 7050 malzeme ilk tasarımın %81.9'luk kısmını karşılamaktadır, daha ağır olmasına rağmen havacılık sektöründeki ağırlık standartlarını karşılamaktadır, malzeme ulaşılabilirliği ve maliyet açısından değerlendirildiğinde ön plana çıkmaktadır.

Çizelge 13. İlk tasarım ve son tasarımlar arasındaki karşılaştırma

Parametre	İlk tasarım	Alüminyum 7050 Son Tasarım	Kompozit Malzeme Son Tasarım
Ağırlık (kg)	96	78.67	29.01
(%)		81.9	30.21

Bu çalışma kapsamında elde edilen nihai geometri Şekil 20.a'da, nihai kanat geometrisi kalınlık haritası Şekil 20.b'de gösterilmiştir. Kompozit malzeme ile tasarımda ise gerekli mukavemet sağlandığından lamina artışına gerek duyulmamıştır.



Şekil 20. a) Nihai tasarım geometrisi, b) Nihai alüminyum kanat tasarımının kalınlık haritası gösterimi.

4. Sonuç

Bu çalışma kapsamında bir uçak kanadı tasarımı yapılmış, kanat profili seçiminden nihai tasarıma kadar olan süreçteki adımlar incelenmiştir. Yapısal performansı artırmak ve yapısal bütünlüğün tasarım kriterlerini karşılaması amaçlanmaktadır. Topoloji optimizasyonu ile yapılacak geometrik değişimlerin parça ağırlığını azaltma yönünde etkisi ortaya konulmuştur. Sonlu Elemanlar Yöntemi ile uçak kanadında bağlayıcılar üzerine gelen yükler düz uçuş manevra hareketi olmama durumu için hesaplanarak emniyet durumları belirlenmiştir, fizibilitesi ortaya konulmuştur. Sonuçlar, optimize edilmiş alüminyum 7050 ve HexplyAS4/8552 kompozit malzemelerin mukavemet özelliklerini sağladıklarını göstermektedir. Uçak kanadının uçuş esnasında maruz kalacağı yükler dikkate alındığında uygulama açısından alüminyum 7050 malzeme kullanımı daha uygundur. Alüminyum 7050 malzemesinin hammadde ve imalat aşamasında maliyeti daha düşüktür ve ulaşılabilir bir malzemedir. HexplyAS4/8552 kompozit malzemeler istenilen emniyet koşullarını sağlamasına rağmen, kompozit malzemelerin serimli üretimi işçilik, zaman, maliyet açısından değerlendirildiğinde tercih edilmemiştir.

Teşekkür

Yazarlar, çalışmayı destekleyen TUSAŞ firmasına teşekkür eder.

Not: Bu çalışmada, yazarı Hasan Korkut olan “Uçak Kanadı Tasarımı, Analizi ve Yapı Elemanlarının Topoloji Optimizasyonu” başlıklı yüksek lisans tezinden elde edilen veriler kullanılmıştır.

Kaynakça

- Abbas, Y., Elsonni, T., Abdulmajid, A.A., Khalafallah, A., & Alnazir, M. (2021). Structural analysis of a transport aircraft wing. *Incas Bulletin*, 13(1), 3-9. doi:10.13111/2066-8201.2021.13.1.1
- Aftab, S. G., Sirajuddin, Sreedhara, B., Ganesh, E., Babu, N. R., & Aithal, S. K. (2022). Finite element analysis of a passenger aircraft landing gear for structural and fatigue safety. *Materials Today: Proceedings*, 54 (2), 152-158. doi:10.1016/j.matpr.2021.08.199
- Beer, F. P., Johnston, E. R., DeWolf, J. T., & Mazurek, D. F. (2012). *Mechanics of Materials*. NY, USA: MacGraw Hill.
- Bruhn, E. (1973). *Analysis and Design of Flight Vehicles Structures*. Tri-State Offset Company.
- Budynas, R., & Nisbett, J. (2008). *Shigley's Mechanical Engineering Design*. NY, USA: MacGraw Hill.
- Crews, J. H., & Naik, R. A. (1987). *Bearing-Bypass Loading on Bolted Composite Joints*. NASA Technical Memorandum 89153, NASA-TM-89.
- FAA Part 23. (2023). *PART 23 – Airworthiness Standards: Normal, Utility, Acrobatic and Commuter Category Airplanes*. Federal Aviation Administration.
- Kassapoglou, C. (2010). *Design and Analysis of Composite Structures With Applications to Aerospace Structures*. John Wiley & Sons. doi:10.1002/9781118536933
- Kaw, A. (2005). *Mechanics of Composite Materials*. CRC Press.
- Liu, H., Zhou, D., Shen, B., & Ding, Y. (2021). Lightweight design of solar uav wing structures based on sandwich equivalent theory. *International Journal of Aerospace Engineering*, 2021, 1-12. doi:10.1155/2021/6752410
- Madier, D. (2021). *Practical Finite Element Analysis for Mechanical Engineers*. FEA Academy.
- Niu, M. C. (1989). *Airframe Structural Design*. Conmilit Press Ltd.
- Niu, M. C. (1999). *Airframe Stress Analysis And Sizing*. Conmilit Press Ltd.
- Rozvany, G. I., Zhou, M., & Birker, T. (1992). Generalized shape optimization without homogenization. *Structural optimization*, 4(3), 250-252. doi:10.1007/BF01742754
- Sadraey, M. (2012). *Aircraft Design: A System Engineering Approach*. John Wiley & Sons, Ltd.
- Zhou, M., & Rozvany, G. I. (1991). The COC algorithm, Part II: Topological, geometrical and generalized shape optimization. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 89(1-3), 309-336. doi:10.1016/0045-7825(91)90046-9



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Al 2024 Alaşımı Üzerine Mikro Ark Oksidasyon Yöntemiyle B₄C İlaveli Kompozit Kaplamaların Büyütülmesi

Süleyman ŞÜKÜROĞLU

Gümüşhane Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Fakültesi, İş Sağlığı ve Güvenliği Bölümü, 29100, Gümüşhane, Türkiye

Süleyman ŞÜKÜROĞLU, ORCID No: 0000-0003-4291-6378

Sorumlu yazar e-posta: ssukuroglu@gumushane.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 17.04.2023
Kabul: 05.06.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1284780

Anahtar Kelimeler

Al alaşımı,
B₄C,
Mikro ark oksidasyon yöntemi (MAO)

Öz: Al alaşımı üzerinde Mikro ark Oksidasyon (MAO) yöntemiyle büyütilen kaplamaların yapısı ve özellikleri üzerine Bor karbür (B₄C) katılmasının etkisi, sodyum fosfat, sodyum silikat ve potasyum hidroksitten oluşan bir çözelti içerisinde gerçekleştirilerek araştırılmıştır. MAO, B₄C parçacıkları eklenmiş ve eklenmemiş çözeltilerde Al 2024 alaşımı üzerine uygulanmıştır. MAO kaplamalarının faz bileşimi ve mikro yapısı X-ışını kırınımı difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılarak değerlendirilmiştir. Ayrıca kaplamaların, mikrosertlik değerleri mikrosertlik test cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Al alaşımı üzerindeki oksit kaplamaların birincil olarak γ -Al₂O₃'ten oluştuğu gözlenmiştir. Solüsyona ilave edilen B₄C partiküllerinin eklenmesi, MAO kaplamalarının Al alaşımına üzerindeki oluşum hızını ve kompaktlığını iyileştirdiği ve X-ışını kırınımı yoluyla kaplamalarda B₄C varlığı tespit edilmiştir. Yüksek sertlik ve iyi kimyasal stabiliteye sahip B₄C parçacıkları, MAO kaplamalarında eşit olarak dağıldığı gözlenmiştir. Bu nedenle, B₄C takviyeli MAO kaplamaların sertlik değeri, Al alaşımına üzerindeki B₄C ilave edilmeyen oksit kaplamalardan belirgin şekilde yüksek olduğu gözlenmiştir.

Deposition of B₄C Doped Composite Coatings on Al 2024 Alloy by Micro-Arc Oxidation Method

Article Info

Received: 17.04.2023
Accepted: 05.06.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1284780

Keywords

Al alloy,
B₄C,
Micro arc oxidation method (MAO)

Abstract: The effect of boron carbide (B₄C) addition on the structure and properties of coatings grown by the Microarc Oxidation (MAO) method on Al alloy was investigated by performing it in a solution consisting of sodium phosphate, sodium silicate and potassium hydroxide. MAO was applied on Al 2024 alloy in solutions with and without added B₄C particles. The phase composition and microstructure of the MAO coatings were evaluated using X-ray diffraction diffractometry (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). In addition, the microhardness values of the coatings were determined using a microhardness tester. It has been observed that the oxide coatings on the Al alloy are primarily composed of γ -Al₂O₃. The addition of B₄C particles to the solution improved the formation rate and compactness of MAO coatings on Al alloys, and the presence of B₄C in the coatings was detected by X-ray diffraction. B₄C particles with high hardness and good chemical stability were observed to be evenly dispersed in MAO coatings. Therefore, it has been observed that the hardness value of B₄C reinforced MAO coatings is significantly higher than that of oxide coatings without B₄C on Al alloys.

1. Giriş

Mikro ark oksidasyon (MAO), sıradan anodizasyona dayalı bir yüzey kaplama yöntemidir. Anodizasyonun Faraday bölgesi, yüksek voltajlı deşarj bölgesine dahil edilerek Al, Mg, Ti ve diğer metaller üzerinde seramik benzeri bir oksit kaplama oluşturmaktadır (Yerokhin ve ark., 1999; Dou ve ark., 2017; Yang ve ark., 2019; Guo ve ark., 2020). MAO işleminde, anot yüzeyindeki erimiş madde ve çözelti bileşenleri plazma boşaltma kanalına girmekte ve bir dizi karmaşık fiziksel-kimyasal reaksiyon meydana gelmektedir. Bu süreç, MAO kaplamalarının oluşturulmasında çok önemlidir ve kaplamaların fazını, bileşimini ve mikro yapısını belirlemektedir (Clyne & Troughton, 2019; Mojsilovi'c ve ark., 2021). Bu nedenle, MAO kaplamaları esas olarak oksitlerden oluşmaktadır. Çözelti bileşimi ve elektriksel parametreler değiştirilerek, uygulama gereksinimlerini karşılamak için farklı kimyasal bileşimlere, fazlara, renklere ve özelliklere sahip MAO kaplamaları büyütülebilmektedir (Fattah-Alhosseini ve ark., 2016 ve 2018; Simchen ve ark., 2017; Vakili-Azghandi & Fattah-Alhosseini, 2017; Vakili-Azghandi ve ark., 2018; Clyne & Troughton, 2019; Kaseem ve ark., 2021). MAO yöntemi taban malzemeler üzerine sürekli ve homojen bir kaplama büyüttüğü için son dönem çalışmaları metal matrisli kompozit (MMK) büyütme odaklanmaktadır. Daha önceki çalışmalarda, SiC/2024, SiC/A356 (Bahador ve ark., 2021), SiC/AZ31 (Cui ve ark., 2007; Arrabal ve ark., 2010), ve SiC/AZ91 (Wang ve ark., 2005) gibi MMK ilgili taban malzemelere başarıyla büyütülmüştür. Alüminyum matris kompozitler (AMK), hafif, yüksek mukavemet ve iyi termal iletkenlik gösterdikleri için havacılık sanayisinde, silahlar, optik aletler, elektronik paketleme gibi alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Sahin, 2003; Xue ve ark., 2007; Kumar & Dhiman, 2013; Idrisi & Mourad, 2019; Jiang ve ark., 2022; Zhu ve ark., 2023).

MAO yöntemi AMK için uygulanabilir bir yüzey işleme teknolojisi haline gelen, yüksek oksidasyon voltajı altında hafif metalik malzemeler (Al, Mg, Ti, vb.) üzerinde koruyucu kaplamalar hazırlamak için etkili bir yöntemdir (Zhang ve ark., 2010; Feng ve ark., 2017; Li ve ark., 2017; Wu ve ark., 2020; Zhu ve ark., 2022a ve 2022b). MAO yöntemi ile yüzeyde büyütülen seramik kaplamalar, hafif metalik malzeme ve alaşımlarının yük taşıma kapasitesinin artmasına, yüzey özelliklerinin optimum düzeye çıkmasına, nispeten daha düşük olan sürtünme, aşınma ve korozyon dirençlerinin de gelişmesini sağlamaktadır (Fattah-Alhosseini ve ark., 2020; Küçükosman ve ark., 2021). Bunun yanında MAO yönteminin doğasından kaynaklı olarak taban malzeme yüzeyinde büyütülen seramik kaplamaların yüzeylerinde yer yer mikro çatlakların oluşması ve kaplama yüzeyinin oldukça porlu bir yapıya sahip olması bu metalik malzemelerin agresif ortamlarda yeteri kadar korozyon direnci gösterememelerine neden olabilmektedir (Fattah-Alhosseini ve ark., 2020). Bu nedenle hem yüzeyde büyütülen seramik kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini geliştirmek hem de korozyon dirençlerini iyileştirebilmek amacıyla kaplama çözeltisi içerisine takviye katkı maddeleri eklenmektedir. İlave edilen takviye maddeler kıvılcım deşarjını ve MAO kaplamasının büyümesini büyük ölçüde etkileyebilen yarı iletken parçacıklar olup kaplama işlemi sırasında mikro çatlakların oluşumunu azaltmaktadır. Ayrıca ilave edilen maddeler yüzeyde oluşan porların içerisine girip oluşan boşlukların kapanmasını sağlayarak kaplamanın mekanik ve tribolojik özellikleri geliştirmekte, korozyona karşı direnci de arttırmaktadır (Atapour ve ark., 2019; Fattah-Alhosseini ve ark., 2020; Zhu ve ark., 2023).

MAO yönteminde kaplama çözeltisi içerisine taban malzemenin kullanım şartlarına bağlı olarak istenilen mekanik ve tribolojik özellikleri kazandırabilmek ve/veya korozyon direncini iyileştirebilmek amacıyla ZnO, GO, TiO₂, CeO₂, ZrO₂, SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, Grafen, MgO, MoS₂, h-BN ve B₄C gibi farklı tür ve özellikte takviye katkı maddeleri ilave edilebilmektedir (Fattah-Alhosseini ve ark., 2020). Bu takviye katkı maddeleri içerisinden bor karbür (B₄C) ise sahip olduğu düşük yoğunluk, yüksek darbe aşınma dayanımı, yüksek ısı iletkenlik ve sönümlenme kapasitesi gibi üstün fiziksel ve mekanik özellikler göstermesi nedeni ile tercih edilmektedir (Alizadeh ve ark., 2011; Ravindranath ve ark., 2017).

Buradaki amaç B₄C nin sahip olduğu üstün özelliklerinin MAO yöntemi ile büyütülen kaplamalara kazandırılma isteğidir.

Bu çalışmada; Al alaşımı üzerinde MAO yöntemiyle büyütülen kaplamaların yapısı ve özellikleri üzerine B₄C katılmasının etkisi, sodyum fosfat, sodyum silikat ve potasyum hidroksitten oluşan bir çözelti içerisinde gerçekleştirilerek araştırılmıştır. MAO, B₄C parçacıkları eklenmiş ve eklenmemiş çözeltilerde Al 2024 alaşımı üzerine uygulanmıştır. MAO kaplamalarının faz bileşimi ve mikro yapısı X-ışını kırınımı difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılarak değerlendirilmiştir. Ayrıca kaplamaların, mikrosertlik değerleri mikrosertlik test cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Al alaşımı üzerindeki oksit kaplamaların birincil olarak γ -Al₂O₃'ten oluştuğu gözlenmiştir. Solüsyona ilave edilen B₄C partiküllerinin eklenmesi, MAO kaplamalarının Al alaşımları üzerindeki oluşum hızını ve kompaktlığını iyileştirdiği ve X-ışını kırınımı yoluyla kaplamalarda B₄C varlığı tespit edilmiştir. Yüksek sertlik ve iyi kimyasal stabiliteye sahip B₄C parçacıkları, MAO kaplamalarında eşit olarak dağıldığı belirlenmiştir. Bu nedenle, B₄C takviyeli MAO kaplamaların sertlik değeri (400 HV), Al alaşımları üzerindeki B₄C ilave edilmeyen oksit kaplamaların sertlik değerinden (250 HV) belirgin bir şekilde yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

2. Materyal ve Yöntem

MAO için taban malzeme olarak Al 2024 alaşımı (20 mm x 20 mm x 2 mm) plakalar kullanılmıştır. Numuneler, sırasıyla 800, 1000 ve 1200 mesh SiC aşındırıcı kâğıt kullanılarak art arda parlatılmış ve alkolle temizlenerek soğuk hava üfleme suretiyle kurutulmuştur.

MAO kaplama işlemi, 4 g/l Na₂SiO₃, 2 g/l KOH, 6 g/l Na₂PO₄ ve 3 g/l NaAlO₂ dan oluşan elektrolit içerisinde gerçekleştirilmiştir. AMK kaplamalar için ise 2–3 µm boyutunda 6 g/l B₄C partikülleri aynı elektrolite ilave edilerek Al2024 taban malzemeler üzerine büyütülmüştür.

MAO cihazı esas olarak bir güç kaynağı, bir elektrolitik hücre, bir karıştırıcı, sirkülasyonlu soğutma sistemi ve diğer bileşenleri içerir. MAO güç kaynağı (Faraday Elektronik Ltd.), MAO sürecinde sabit voltaj kontrol yönteminde kullanılmıştır. Oksidasyon işlemi 40 dakika süreyle 550 V voltaj değerinde, %25 görev çevriminde ve 300 Hz frekansında gerçekleştirilmiştir.

MAO kaplamasının faz yapıları, bir X-ışını difraktometresi (XRD) kullanılarak analiz edilmiştir. Kaplama morfolojilerini incelemek ve element analizini gerçekleştirmek için 20 kV ivme voltajında taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılmıştır.

MAO yöntemi ile kaplanan örneklerin mikrosertlik değerleri vickers sertlik yöntemi uygulanarak belirlenmiştir. Kaplanmış örneklerin mikrosertliği; 10 saniye boyunca 136° Vickers batıcı uca 0,5 N yük uygulayan mikrosertlik test cihazı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik test cihazı ile uygulanan yükün örnek yüzeyinde oluşturulan deformasyon izlerinin belirlenmesi ile kaplamaların mikrosertlik değerleri belirlenmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

MAO işlemi doğası gereği; içerisinde elektrolit sıvı çözeltisi bulunan paslanmaz çelik tank katot, Al 2024 taban malzeme ise anodu temsil etmektedir. Kaplama işlemi sırasında uygulanan bir potansiyel farkın etkisi ile anot ve katot arasında elektrik alan meydana gelmektedir. Meydana gelen elektrik alanına bağlı olarak elektroliti oluşturan iyonlardan pozitif yüklü olanlar elektrik alan yönünde, negatif yüklü olanlar ise elektrik alanına zıt yönde ayrılarak hareket etmektedirler. Meydana gelen bu ayrışma elektroliz yöntemine benzemektedir. Çözelti içerisinde serbest hale geçen oksijen gazı ise metal oksidasyonunun anodik düzeyde olmasını sağlamaktadır. Bunun yanında kaplama işleminin gerçekleştiği elektrolitik çözeltinin kimyasal içeriğine bağlı olarak gerçekleşen oksidasyon reaksiyonu taban malzeme yüzeyinde çözümlere veya seramik yapıdaki oksit film tabakasının oluşmasına neden

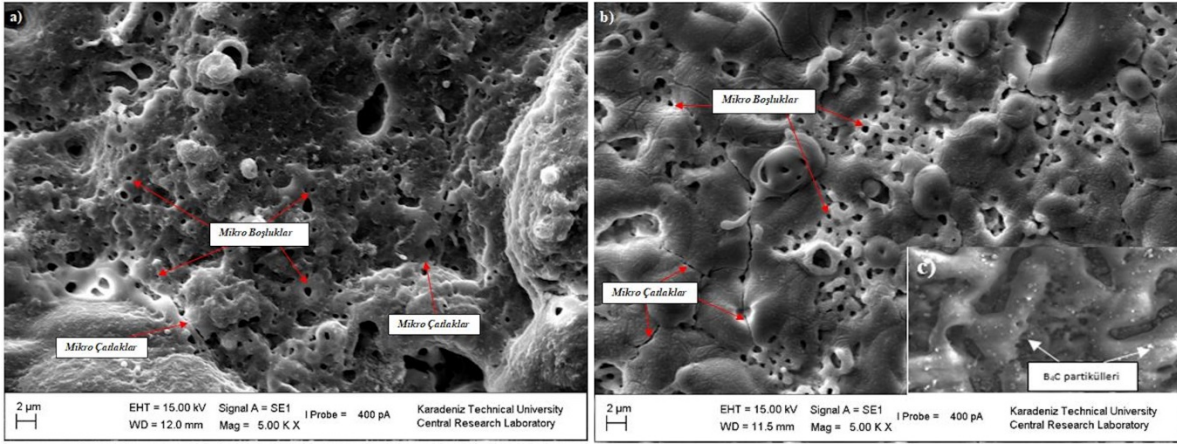
olmaktadır. Ayrıca elektrolitik çözelti içerisinde gaz formunda bulunan hidrojenin de serbest kalması ile katodik yüzeyde katyon redüksiyonu oluşmaktadır. Polarizasyon parametrelerine bağlı olarak elektrolitik sıvı çözelti ile Al 2024 taban malzemenin kombinasyonu sonucu çözelti içerisinde anot görevi gören Al 2024 taban malzeme yüzeyinde uniform dağılım gösteren sürekli parıltılar oluşmaktadır. Oluşan bu parıltılar ise zamanın bir fonksiyonu olarak kısa süreli mikro boşalmalara dönüşmektedir (Yerokhin ve ark., 1999).

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde özellikle alüminat bazlı elektrolitlerde yaklaşık 300 s'nin üzerindeki kaplanmış numunelerin zamana karşı voltaj değişimlerinin üç ayrı adımda gerçekleştiğini vurgulamaktadır (Lv ve ark., 2006; Monfort ve ark., 2007a ve 2007b; Lee ve ark., 2011; Wang ve ark., 2013; Molaeipour ve ark., 2022). Anotlama işlemiyle aynı olan ilk adımda, voltajın zamanla doğrusal bir ilişkisinin olduğu ve alkalın alüminat elektrolit üzerinde ince bir oksit film tabakası oluştuğu söylenebilir. Çözelti içerisine ilave edilen negatif yüklü bor karbür partiküller anoda elektrostatik olarak adsorbe edilmektedir. Numunenin yüzeyinde ince bir koruyucu oksit tabakası oluşumu sırasında, bazı partiküller kaplamanın içinde hapsolmaktadır. İkinci aşamada, voltajın yükseltilmesi ve dielektrik bozulma voltajına ulaşılmasına neden olmaktadır. Kıvılcım deşarjları ile birlikte yalıtım filmi üzerinde bazı zayıf saçılmış alanlarda dielektrik arıza meydana gelmekte ve çok sayıda küçük ve üniform gözenek üretimine yol açmaktadır (Hussein ve ark., 2010; Molaeipour ve ark., 2022). Mikro ark deşarjları, elektroforetik kuvvetle birlikte partiküllerin birikmesine katkıda bulunarak, partiküllerin kaplamalarda tutulmasının yanı sıra kaplamaların büyümesine de yol açmaktadır. Sonuç olarak, kaplamanın orta kısımları diğer kısımlara göre daha fazla partikül içermektedir. Üçüncü aşamada ise mikro deşarj aşaması olarak, gerilimin zamana göre değişimi düşüktür ve voltaj artık belirlenen sabit durum değerine ulaşmaktadır. Bu adımdaki son gerilim, kaplama kalınlığı artışıyla yoğunlaşan son gerilim olarak kabul edilmektedir. Buna göre, MAO işleminin üçüncü adımı, önceki aşamalara kıyasla daha az kıvılcım oluşmasını ancak daha yüksek yoğunlukta olduğunu göstermektedir. Bu, bir dış gözenekli tabakanın oluşmasını sağlamakta, bu da elektrolitteki partiküllerin gözeneklerin içinde hapsolabildiği anlamına gelmektedir. Son olarak, elektrolitteki parçacıklar, ağırlıklı olarak elektroforetik kuvvet ve erimiş oksit tabakasında hapsolma ile üretilen bir kompozit kaplama oluşturmaktadır.

Farklı iyonların ve partiküllerin, kaplamanın oluşum mekanizmasını ciddi ölçüde etkilediği bilinmektedir (Becerik ve ark., 2012). B₄C partikül ilaveli elektrolitlerle üretilen kompozit kaplamaların yüzey morfolojileri incelendiğinde (Şekil 1), kaplamaların yüzeyinde bulunan gözenek çaplarının azalarak sayılarının arttığı gözlemlenmektedir. MAO işleminde kullanılan elektrolitlere ilave edilen katkı maddelerinin kaplama sürecini büyük ölçüde etkilediği ve bunun kaplamaların farklı morfolojik özellikler sergilemesi ile sonuçlandığı görülmektedir. Bu durumun büyük ölçüde elektrolitin iletkenliğinin artmasına bağlı olarak ortaya çıktığı düşünülmektedir. Elektrolitin iletkenliğinin artmasının dielektrik bozulma potansiyelinin azalmasına ve bunun da mikro gözenek sayısının azalmasına sebep olduğu destekleyici bulgulara sahip çalışmalar mevcuttur (Aliofkhazraei & Rouhaghdam, 2012; Li ve ark., 2018; Fattah-Alhosseini ve ark., 2020).

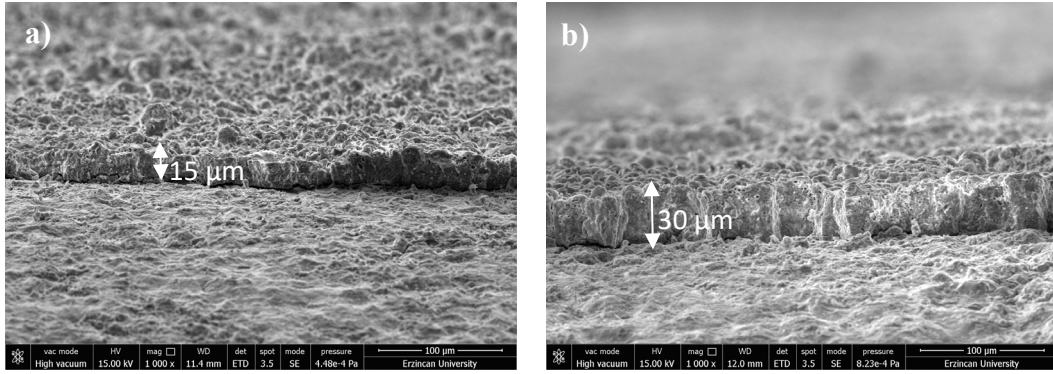
B₄C partikül ilave edilen örnekler için yüzey gözenekliliği partikül ilave edilmeden kaplanan örneklerle kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Bu durumun partikülün adsorbe edilmiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Molaeipour ve ark., 2022). Elektrolitten gelen partiküllerin, yüzey gözeneklerinin içine, gözeneklerin duvarlarının içine ve kaplamanın dış yüzeyine yerleştiği bilinmektedir (Lv ve ark., 2006; Cui ve ark., 2007; Monfort ve ark., 2007a; Arrabal ve ark., 2010; Wang ve ark., 2015; Mingo ve ark., 2017; Bahador ve ark., 2021; Molaeipour ve ark., 2022). Başka bir deyişle, partiküller, gözeneklerin kenarlarına ve içlerine elektroforetik kuvvetle veya çok sayıda mikro ark deşarjının meydana gelmesiyle erimiş oksitle adsorbe edilebilmektedir. Bazı partiküller, herhangi bir dalgalanma ve agresif elektrolite maruz kalmanın onları yüzeyden

çıkartılabileceği yüzeye güçlü bir yapışma olmadan MAO tabakasının yüzeyinde birikebildiği Şekil 1 de gösterilen SEM görüntülerinden anlaşılabilir.



Şekil 1. Yüzey SEM görüntüleri a) MAO b) B₄C/MAO ve c) B₄C/MAO kaplamaların yakından görüntüsü.

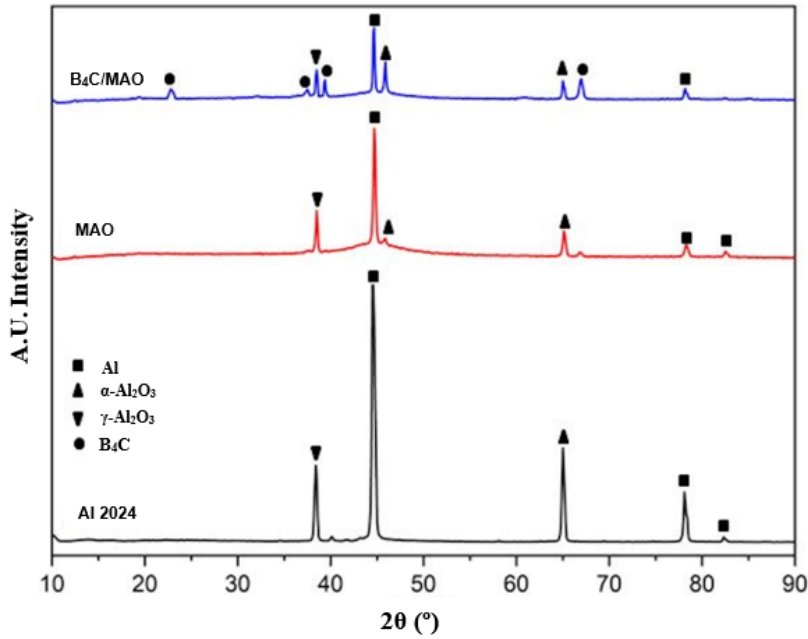
MAO kaplamaların büyütülmesi için kullanılan voltaj ne kadar yüksek olursa, kıvılcımların enerjisi de o kadar yüksek olmaktadır. Bu nedenle, yüzey gözeneklerinin boyutu artmaktadır (Xia ve ark., 2016). Bu aynı zamanda, elektroforetik kuvveti artırarak partiküllerin adsorpsiyon oranını artırabilmekte ve bu da yüzey gözeneklerinin yoğunluğunu azaltabilir (Shokouhfar & Allahkaram, 2016; Molaeipour ve ark., 2022). Elektrolite ilave edilen partiküller ilk önce kaplamanın elektroforetik kuvveti ile yüzeye adsorbe olmakta, daha sonra ya yüksek sıcaklıktaki kıvılcımlarla kısmen eritilmiş ya da erimiş malzeme ile birleşebilmektedir. Bu nedenle, orijinal boyutlarından daha büyük çaplı partiküllerin yüzeyde bulunduğu tespit edilmiştir.



Şekil 2. Kesit SEM görüntüleri a) MAO ve b) B₄C/MAO.

MAO kaplamaların kesit görüntüleri Şekil 2' de gösterilmiştir ve kalınlık ölçümlerinin sonuçları belirtilmiştir. MAO kaplamaların kesit morfolojilerinin literatürde üç ana bölgeden oluştuğu bilinmektedir (Haghighat-Shishavan ve ark., 2019). Bu bölgeler; geçiş bölgesi, fonksiyonel bölge ve gözenekli dış bölge olarak belirtilmektedir (Darband ve ark., 2017; Haghighat-Shishavan ve ark., 2019). Taban malzeme üzerinde bulunan ilk bölge geçiş bölgesidir. İnce ve yoğun bir yapıdadır. Bu tabakanın üzerinde fonksiyonel bölge olarak adlandırılan mekanik özelliklerin iyi olduğu ve orta yoğunlukta olan bir bölge takip etmektedir. Son ve en dış kısımda olan bölge ise yoğun olmayan gözenekli bir tabakadır. Fonksiyonel bölge kaplama kalınlığının %70-80' ini oluşturmaktadır (Darband ve ark., 2017). Kaplama esnasında oluşan yüksek sıcaklık değerlerinin fonksiyonel bölgenin üzerinde etkili olduğu, daha kararlı

ve daha yoğun fazlardan oluşmaktadır. Dielektrik bozulma voltaj değerinin düşmesi yüzeydeki arkların yoğunlaşmasına sebep olmaktadır. Yoğunlaşan arklar ise yüzeydeki deşarj kanallarının daha fazla malzemenin tahliyesine izin vererek yüzey pürüzlülüğünü artırmakla birlikte kaplama kalınlığını da artırmaktadır (Şekil 2) (Haghighat-Shishavan ve ark., 2019). Elektrolit içerisinde B₄C partiküllerinin varlığının sadece yüzeysel gözenekliliğin azalmasında rol oynamamakta ayrıca kaplama kalınlığı üzerinde de etkisi bulunmaktadır. Partiküllerin elektrolite dahil edilmesi nedeniyle kaplama kalınlığının değiştiğini gösteren benzer çalışmalar bulunmaktadır (Zhao ve ark., 2016; Kaplan ve ark., 2021). Kaplama kalınlığı; taban malzemenin içeriği, katkı maddesinin içeriği, oksidasyon süresi ve frekans, akım, voltaj gibi elektriksel parametreler gibi çeşitli faktörler tarafından etkilenmektedir (Yerokhin ve ark., 1999; Roknian ve ark., 2018; Li ve ark., 2019). Elektrolitin içerisindeki serbest iyon miktarının artmasıyla kaplama kalınlığının belirli oranlarda artmış olduğu çalışmalar da mevcuttur (Kaplan ve ark., 2021).

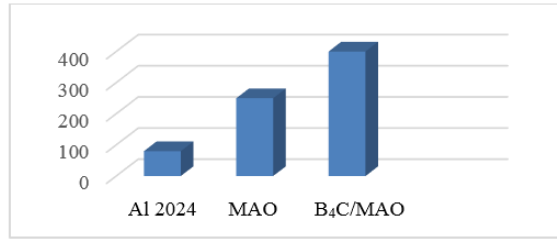


Şekil 3. XRD analizi sonuçları.

Şekil 3' de ise Al 2024 alaşımı üzerine büyütülen kaplamaların XRD grafikleri gösterilmektedir. Şekil 3' de büyütülen B₄C ilaveli MAO ve ilavesiz MAO kaplamaların ana yapısında Al, α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ fazları görülmektedir. Al pikleri, X-ışınının kaplama boyunca nüfuz etmesine ve taban malzemeden yansıma almasına bağlanmaktadır (Ma ve ark., 2022a). Literatürden bilindiği üzere MAO yöntemi ile büyütülen kaplamaların ana yapısında oluşan α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazları, kaplama yüzeyindeki soğuma hızlarının farklı olmasından dolayı oluşmaktadır. Kaplama yüzeyinin dış katmanında yüksek soğuma hızından kaynaklı yoğun olmayan, sert ve kırılğan γ -Al₂O₃ fazı oluşmakta olup, dış katmana göre nispeten daha düşük soğuma hızına sahip olan iç katmanda ise daha yoğun ve yüksek sertliğe sahip α -Al₂O₃ fazı oluşmaktadır. α -Al₂O₃ fazı γ -Al₂O₃ fazından daha yoğun ve adezif bir yapı sergilemektedir (Xue ve ark., 2000; Xin ve ark., 2006; Haghighat-Shishavan ve ark., 2019; Matin ve ark., 2020). Çözeltiyi oluşturan diğer elementlerin de kaplamalar üzerinde faz oluşturabileceği literatürden bilinmektedir ancak bu çalışmada çözeltiden gelebilecek faz yapılarına rastlanmamıştır (Yerokhin ve ark., 1999; Chen ve ark., 2006; Gu ve ark., 2012; Yang ve ark., 2020). Literatürde, kaplamanın yoğun iç tabakasının esas olarak α -Al₂O₃ içerdiği, γ -Al₂O₃ ün ise tercihen Al ve elektrolit arasındaki reaksiyonlardan dolayı dış tabakada oluştuğu bildirilmiştir (Hussein ve ark., 2013). Al fazının pikleri; X-ışınlarının gözenekli mikro yapı yoluyla nüfuz etmesine atfedilebilir (Darband ve ark., 2017).

B₄C partikülü ilave edilen elektrolitte büyütülen kaplamaların ilavesiz kaplamalara nazaran daha yüksek şiddetlerde pikler içerdiği tespit edilmiştir. İlave olarak bu kaplamalarda B₄C piklerine de rastlanmıştır. B₄C ilaveli kaplamalarda pik şiddetlerinin fazla olması bu şartta büyütülen oksit kaplamalarının kalınlığının fazla olmasından da kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca B₄C ilavesi ile dielektrik bozunma voltaj değerinin kaplama yapısı üzerinde oldukça etkili olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte dielektrik bozunma voltaj değerinin azalmasıyla plazma deşarjının elde edilmesinin daha kolay meydana geldiği ve böylece α -Al₂O₃ fazının oluşumunun kolaylaştığı da söylenebilmektedir (Ma ve ark., 2022b).

Büyütülen kaplamalara ait Vickers mikro sertlik değeri Şekil 4'te sunulmaktadır. Tüm B₄C ilaveli MAO kaplamalar, MAO kaplamadan daha yüksek mikro sertlik sergilemektedir. B₄C kompozit kaplamanın Vickers mikrosertliği 400 HV olarak tespit edilmiştir. Ancak MAO kaplamanın mikrosertliği ise 250 HV olarak tespit edilmiştir. B₄C parçacıkları eklendikten sonra kaplamanın mikrosertliğinin arttığı yani B₄C parçacıkları kaplamaların mikro sertliğini önemli ölçüde artırabildiği söylenebilmektedir.



Şekil 4. Mikro sertlik değerleri.

Bu sonucu açıklamanın iki olası nedeni vardır: biri, büyütülen kaplamalardaki B₄C parçacıklarının matris tane sınırı kaymasını ve dislokasyon hareketini engellemesinden kaynaklandığı söylenebilir (Zhu ve ark., 2022b), diğeri ise homojen bir şekilde dağılmış B₄C partiküllerinin kristal taneleri dispersiyon güçlendirici etki (Singh ve ark., 2015) ile birleştiğinde, kaplamaların sertliğinin artmasıyla sonuçlandığı düşünülmektedir.

4. Sonuç

Bu çalışmada; Al 2024 taban malzeme üzerine aynı şartlarda MAO kaplama ve B₄C ilave edilmiş MAO kaplamaları büyütülmüştür. Büyütülen kaplamaların yapısal ve morfolojik özellikleri incelenmiş ve sertlik değerleri tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar özetlenmiştir.

- B₄C partikülleri ilaveli elektrolitlerle üretilen kompozit kaplamaların yüzey morfolojileri incelendiğinde, kaplamaların yüzeyinde bulunan gözenek çaplarının azalarak sayılarının arttığı gözlemlenmiştir.
- B₄C ilaveli elektrolitin iletkenliğinin artmasının dielektrik bozulma potansiyelinin azalmasına ve bunun da mikro gözenek sayısının azalmasına sebep olduğu tespit edilmiştir.
- B₄C partikül ilave edilen örnekler için yüzey gözenekliliği partikül ilave edilmeden kaplanan örneklere kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir.
- Elektrolit içerisinde B₄C partiküllerinin varlığının sadece yüzeysel gözenekliliğin azalmasında rol oynamamakta ayrıca kaplama kalınlığı üzerinde de etkisi bulunmaktadır.
- B₄C partikülü ilave edilen elektrolitte büyütülen kaplamaların ilavesiz kaplamalara nazaran oldukça yüksek şiddetlerde bulunduğu tespit edilmiştir.
- İşlem görmemiş Al 2024 taban malzemenin Vickers mikrosertliği yaklaşık 50 HV iken MAO kaplamanın Vickers mikrosertliği 250 HV, B₄C kompozit kaplamanın Vickers mikrosertliği ise 400 HV olarak tespit edilmiştir. B₄C parçacıklarının elektrolitik çözeltiliye ilave edilmesi ile kaplamaların mikro sertliğinde önemli ölçüde artış sağlandığı tespit edilmiştir.

Kaynakça

- Aliofkhazraei, M., & Rouhaghdam, A. S. (2012). Tribological behaviour of mechanically synthesized titanium-boron carbide nanostructured coating. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 12, 6840-6844. doi:10.1166/jnn.2012.4535
- Alizadeh, A., Taheri-Nassaj, E., & Baharvandi, H.R. (2011). Preparation and investigation of Al4wt.%B₄C nanocomposite powders using mechanical milling. *Bulletin of Materials Science*, 34, 1039-1048. doi:10.1007/s12034-011-0158-5
- Arrabal, R., Pardo, A., Merino, M. C., Mohedano, M., Casajús, P., Matykina, E., Skeldon, P., & Thompson, G. E. (2010). Corrosion behaviour of a magnesium matrix composite with a silicate plasma electrolytic oxidation coating. *Corrosion Science*, 52, 3738–3749, doi:10.1016/j.corsci.2010.07.024
- Atapour, M., Blawert, C., & Zheludkevich, M.L. (2019). The wear characteristics of CeO₂ containing nanocomposite coating made by aluminate-based PEO on AM 50 magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 357, 626-637. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.10.033
- Bahador, R., Hosseinabadi, N., & Yaghtin, A. (2021). Effect of power duty cycle on plasma electrolytic oxidation of A356-Nb₂O₅ metal matrix composites. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30, 2586–2604. doi:10.1007/s11665-021-05597-4
- Becerik, D. A., Ayday, A., Kumruoğlu, L. C., Kurnaz, C., & Özel, A. (2012). The effects of Na₂SiO₃ concentration on the properties of plasma electrolytic oxidation coatings on 6060 aluminum alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21, 1426-1430. doi:10.1007/s11665-011-0022-1
- Chen, J., Shi, Y., Wang, L., Yan, F., & Zhang, F. (2006). Preparation and properties of hydroxyapatite-containing titania coating by micro-arc oxidation. *Materials Letters*, 60, 20, 2538-2543. doi:10.1016/j.matlet.2006.01.035
- Clyne, T. W., & Troughton, S. C. (2019). A review of recent work on discharge characteristics during plasma electrolytic oxidation of various metals. *International Materials Reviews*, 64, 127–162. doi:10.1080/09506608.2018.1466492
- Cui, S., Han, J., Du, Y., & Li, W. (2007). Corrosion resistance and wear resistance of plasma electrolytic oxidation coatings on metal matrix composites. *Surface and Coatings Technology*, 201, 5306–5309. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.07.126
- Darband, G. B., Aliofkhazraei, M., Hamghalam, P., & Valizade, N. (2017). Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications. *Journal of Magnesium and Alloys*, 5, 1, 74-132. doi:10.1016/j.jma.2017.02.004
- Dou, J., Chen, Y., Yu, H., & Chen, C. (2017). Research status of magnesium alloys by micro-arc oxidation: a review. *Surface Engineering*, 33, 731-738. doi:10.1080/02670844.2017.1278642
- Fattah-Alhosseini, A., Vakili-Azghandi, M., & Keshavarz, M. K. (2016). Influence of concentrations of KOH and Na₂SiO₃ electrolytes on the electrochemical behavior of ceramic coatings on 6061 Al alloy processed by plasma electrolytic oxidation. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 29, 274-281. doi:10.1007/s40195-016-0384-3
- Fattah-Alhosseini, A., Gashti, S. O., & Molaie, M. (2018). Effects of disodium phosphate concentration (Na₂HPO₄·2H₂O) on microstructure and corrosion resistance of plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on 2024 Al alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27, 825-834. doi:10.1007/s11665-018-3124-1
- Fattah-Alhosseini, A., Chaharmahali, R., & Babaei, K. (2020). Effect of particles addition to solution of plasma electrolytic oxidation (PEO) on the properties of PEO coatings formed on magnesium and its alloys: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8, 3, 799-818. doi:10.1016/j.jma.2020.05.001
- Feng, X., Shi, R., Lu, X., Xu, Y., Huang, X., & Chen, D. (2017). The corrosion inhibition efficiency of aluminum tripolyphosphate on carbon steel in carbonated concrete pore solution. *Corrosion Science*, 124, 150–159. doi:10.1016/j.corsci.2017.05.018
- Gu, Y., Bandopadhyay, S., Chen, C. F., Guo, Y., & Ning, C. (2012). Effect of oxidation time on the corrosion behavior of micro-arc oxidation produced AZ31 magnesium alloys in simulated body fluid. *Journal of Alloys and Compounds*, 543, 109–117. doi:10.1016/j.jallcom.2012.07.130

- Guo, Q., Xu, D., Yang, W., Guo, Y., Yang, Z., Li, J., & Gao, P. (2020). Synthesis, corrosion, and wear resistance of a black microarc oxidation coating on pure titanium. *Surface and Coatings Technology*, 386, 125454. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125454
- Haghighat-Shishavan, B., Azari-Khosrowshahi, R., Haghighat-Shishavan, S., NazarianSamani, M., & Parvini-Ahmadi, N., (2019). Improving wear and corrosion properties of alumina coating on AA7075 aluminum by plasma electrolytic oxidation: effects of graphite absorption. *Applied Surface Science*, 481, 108-119. doi:10.1016/j.apsusc.2019.03.069
- Hussein, R., Nie, X., Northwood, D., Yerokhin, A., & Matthews, A. (2010). Spectroscopic study of electrolytic plasma and discharging behaviour during the plasma electrolytic oxidation (PEO) process. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 43, 105203. doi:10.1016/j.surfcoat.2011.06.031
- Hussein, R. O., Nie, X., & Northwood, D. O. (2013). An investigation of ceramic coating growth mechanisms in plasma electrolytic oxidation (PEO) processing. *Electrochimica Acta*, 112, 111-119. doi:10.1016/j.electacta.2013.08.137
- Idrisi, A. H., & Mourad, A. H. I. (2019). Conventional stir casting versus ultrasonic assisted stir casting process: mechanical and physical characteristics of AMCs. *Journal of Alloys and Compounds*, 805, 502–508. doi:10.1016/j.jallcom.2019.07.076
- Jiang, C., Wang, Y., Wang, S., Li, Y., Zou, Y., Ouyang, J., Jia, D., & Zhou, Y. (2022). Achieving high-efficiency electrically insulating ceramic layer formed on SiCp/Al composite by bipolar pulsed PEO for novel integrated strategy. *Surface and Coatings Technology*, 444. doi:10.1016/j.surfcoat.2022.128692
- Kaplan, E., Şüküroğlu, E. E., & Çuvalcı, O. (2021). Investigation of characterization and tribological behavior of composite oxide coatings doped with h-BN and graphite particles on ZA-27 alloy by micro-arc oxidation. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 35, 12, 1305-1319. doi:10.1080/01694243.2020.1843315
- Kaseem, M., Fatimah, S., Nashrah, N., & Ko, Y. G. (2021). Recent progress in surface modification of metals coated by plasma electrolytic oxidation: principle, structure, and performance. *Progress in Materials Science*, 117, 100735. doi:10.1016/j.pmatsci.2020.100735
- Kumar, R., & Dhiman, S. (2013). A study of sliding wear behaviors of Al-7075 alloy and Al-7075 hybrid composite by response surface methodology analysis. *Materials & Design*, 50, 351-359. doi:10.1016/j.matdes.2013.02.038
- Küçükosman, R., Şüküroğlu, E. E., Totik, Y., & Şüküroğlu, S. (2021). Effects of graphene oxide addition on wear behaviour of composite coatings fabricated by plasma electrolytic oxidation (PEO) on AZ91 magnesium alloy. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 35, 242-255. doi:10.1080/01694243.2020.1800289
- Lee, K. M., Ko, Y. G., & Shin, D. H. (2011). Incorporation of multi-walled carbon nanotubes into the oxide layer on a 7075 Al alloy coated by plasma electrolytic oxidation: coating structure and corrosion properties. *Current Applied Physics*, 11, 55–59. doi:10.1016/j.cap.2011.07.009
- Li, H., Lu, S., Qin, W., & Wu, X. (2017). In-situ grown MgO-ZnO ceramic coating with high thermal emittance on mg alloy by plasma electrolytic oxidation. *Acta Astronautica*, 136, 230-235. doi:10.1016/j.actaastro.2017.03.021
- Li, X., Dong, C., Zhao, Q., Pang, Y., Cheng, F. & Wang, S. (2018). Characterization of microstructure and wear resistance of PEO coatings containing various microparticles on Ti6Al4V alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27, 1642-1653. doi:10.1007/s11665-018-3249-2
- Li, Z., Cai, Z., Cui, Y., Liu, J. & Zhu, M. (2019). Effect of oxidation time on the impact wear of micro-arc oxidation coating on aluminum alloy. *Wear*, 426-427, 285-295. doi:10.1016/j.wear.2019.01.084
- Lv, G., Gu, W., Chen, H., Feng, W., Khosa, M. L., Li, L., Niu, E., Zhang, G., & Yang, S. Z. (2006). Characteristic of ceramic coatings on aluminum by plasma electrolytic oxidation in silicate and phosphate electrolyte. *Applied Surface Science*, 253, 2947-2952. doi:10.1016/j.apsusc.2006.06.036
- Ma, X., Jin, S., Wu, R., Ji, Q., Hou, L., Krit, B., & Betsofen, S. (2022a). Influence alloying elements of Al and Y in Mg-Li alloy on the corrosion behavior and wear resistance of microarc oxidation coatings. *Surface and Coatings Technology*, 432, 128042. doi:10.1016/j.surfcoat.2021.128042

- Ma, X., Jin, S., Wu, R., Zhang, S., Hou, L., Krit, B., Betsofen, S., & Liu, B. (2022b). Influence of combined B₄C/C particles on the properties of microarc oxidation coatings on Mg-Li alloy. *Surface and Coatings Technology*, 438, 128399. doi:10.1016/j.surfcoat.2022.128399
- Matin, R., Totik, Y., Sukuroglu, E. E., Efeoglu, I., & Santos, T. G. (2020). Effects of voltage on the components of surface integrity of Al₂O₃ ceramic coatings on AA2024 by plasma electrolytic oxidation. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 34, 18, 1971-1981. doi:10.1080/01694243.2020.1742970
- Mingo, B., Arrabal, R., Mohedano, M., Pardo, A., & Matykina, E. (2017). Corrosion and wear of PEO coated AZ91/SiC composites. *Surface and Coatings Technology*, 309, 1023-1032. doi:10.1016/j.surfcoat.2016.10.041
- Mojsilovi'c, K., Bo'zovi', N., Stojanovi'c, S., Damjanovi'c-Vasili'c, L., Serdechnova, M., Blawert, C., Zheludkevich, M. L., Stojadinovi'c, S., & Vasili', R. (2021). Zeolite-containing photocatalysts immobilized on aluminum support by plasma electrolytic oxidation. *Surfaces and Interfaces*, 26, 101307. doi:10.1016/j.surfin.2021.101307
- Monfort, F., Berkani, A., Matykina, E., Skeldon, P., Thompson, G., Habazaki, H., & Shimizu, K. (2007a). Development of anodic coatings on aluminium under sparking conditions in silicate electrolyte. *Corrosion Science*, 49, 672-693. doi:10.1016/j.corsci.2006.05.046
- Monfort, F., Matykina, E., Berkani, A., Skeldon, P., Thompson, G., Habazaki, H., & Shimizu, K. (2007b). Species separation during coating growth on aluminium by spark anodizing. *Surface and Coatings Technology*, 201, 8671-8676. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.05.044
- Molaeipour, P., Allahkaram, S. R., & Akbarzadeh, S. (2022). Corrosion inhibition of Ti6Al4V alloy by a protective plasma electrolytic oxidation coating modified with boron carbide nanoparticles. *Surface and Coatings Technology*, 430, 127987. doi:10.1016/j.surfcoat.2021.127987
- Ravindranath, V.M., Shiva Shankar, G.S., Basavarajappa, S., & Siddesh Kumar, N.G. (2017). Dry sliding wear behavior of hybrid aluminum metal matrix composite reinforced with boron carbide and graphite particles. *Materials Today: Proceedings*, 4(10), 11163-11167. doi:10.1016/j.matpr.2017.08.082
- Roknian, M., Fattah-Alhosseini, A., Gashti, S. O., & Keshavarz, M. K. (2018). Study of the effect of ZnO nanoparticles addition to PEO coatings on pure titanium substrate: Microstructural analysis, antibacterial effect and corrosion behavior of coatings in Ringer's physiological solution. *Journal of Alloys and Compounds*, 740, 330-345. doi:10.1016/j.jallcom.2017.12.366
- Sahin, Y. (2003). Wear behaviour of aluminium alloy and its composites reinforced by SiC particles using statistical analysis. *Materials & Design*, 24, 95-103. doi:10.1016/s0261-3069(02)00143-7
- Shokouhfar, M., & Allahkaram, S. (2016). Formation mechanism and surface characterization of ceramic composite coatings on pure titanium prepared by micro-arc oxidation in electrolytes containing nanoparticles. *Surface and Coatings Technology*, 291, 396-405. doi:10.1016/j.surfcoat.2016.03.013
- Simchen, F., Sieber, M., & Lampke, T. (2017). Electrolyte influence on ignition of plasma electrolytic oxidation processes on light metals. *Surface and Coatings Technology*, 315, 205-213. doi:10.1016/j.surfcoat.2017.02.041
- Singh, D. K., Tripathi, M. K., & Singh V. B. (2015). Electrolytic preparation of Ni-B₄C composite coating and its characterization. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24, 1213-1219. doi:10.1007/s11665-015-1396-2
- Vakili-Azghandi, M., & Fattah-Alhosseini, A. (2017). Effects of duty cycle, current frequency, and current density on corrosion behavior of the plasma electrolytic oxidation coatings on 6061 Al alloy in artificial seawater. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 48, 4681-4692. doi:10.1007/s11661-017-4205-8
- Vakili-Azghandi, M., Fattah-Alhosseini, A., & Keshavarz, M. K., (2018). Optimizing the electrolyte chemistry parameters of PEO coating on 6061 Al alloy by corrosion rate measurement: response surface methodology. *Measurement*, 124, 252-259. doi:10.1016/j.measurement.2018.04.038
- Wang, Y. Q., Zheng, M. Y., & Wu, K. (2005). Microarc oxidation coating formed on SiCw/AZ91 magnesium matrix composite and its corrosion resistance. *Materials Letters*, 59, 1727-1731. doi:10.1016/j.matlet.2005.01.050

- Wang, Y. Q., Wang, X. J., Gong, W. X., Wu, K., & Wang, F. H. (2013). Effect of SiC particles on microarc oxidation process of magnesium matrix composites. *Applied Surface Science*, 283, 906-913. doi:10.1016/j.apsusc.2013.07.041
- Wang, Y., Zhou, Q., Li, K., Zhong, Q., & Bui, Q. B. (2015). Preparation of Ni-W-SiO₂ nanocomposite coating and evaluation of its hardness and corrosion resistance. *Ceramics International*, 41, 79-84. doi:10.1016/j.ceramint.2014.08.034
- Wu, T., Blawert, C., & Zheludkevich, M. L. (2020). Influence of secondary phases of AlSi9Cu3 alloy on the plasma electrolytic oxidation coating formation process. *Journal of Materials Science & Technology*, 50, 75-85. doi:10.1016/j.jmst.2019.12.031
- Xia, Q., Wang, J., Liu, G., Wei, H., Li, D., Yao, Z., & Jiang, Z. (2016). Effects of electric parameters on structure and thermal control property of PEO ceramic coatings on Ti alloys. *Surface and Coatings Technology*, 307, 1284-1290. doi:10.1016/j.surfcoat.2016.07.073
- Xin, S. G., Song, L. X., Zhao, R. G., & Hu, X. F. (2006). Composition and thermal properties of the coating containing mullite and alumina. *Materials Chemistry and Physics*, 97(1), 132-136. doi:10.1016/j.matchemphys.2005.07.073
- Xue, W., Deng, Z., Chen, R., & Zhang T. (2000). Growth regularity of ceramic coatings formed by microarc oxidation on Al-Cu-Mg alloy. *Thin Solid Films*, 372(1-2), 114-117. doi:10.1016/S0040-6090(00)01026-9
- Xue, W., Wang, C., Tian, H., & Lai, Y. (2007). Corrosion behaviors and galvanic studies of microarc oxidation films on Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Surface and Coatings Technology*, 201, 8695-8701. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.10.029
- Yang, X., Chen, L., Jin, X., Du, J., & Xue, W. (2019). Influence of temperature on tribological properties of microarc oxidation coating on 7075 aluminium alloy at 25°C-300°C. *Ceramics International*, 45, 12312-12318. doi:10.1016/j.ceramint.2019.03.146
- Yang, Z., Zhang, X. Z., Wu, Y. K., Wang, D. D., Liu, X. T., Wu, G. R., Nash, P., & Shen, D. J. (2020). Plasma electrolytic oxidation ceramic coatings proceed by porous anodic film. *Journal of Alloys and Compounds*, 812, 152098. doi:10.1016/j.jallcom.2019.152098
- Yerokhin, A. L., Nie, X., Leyland, A., Matthews, A., & Dowey, S. J. (1999). Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface and Coatings Technology*, 122(2-3), 73-93. doi:10.1016/S0257-8972(99)00441-7
- Zhang, P., Nie, X., Henry, H., & Zhang, J. (2010). Preparation and tribological properties of thin oxide coatings on an Al383/SiO₂ metallic matrix composite. *Surface and Coatings Technology*, 205, 1689-1696. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.09.031
- Zhao, D., Lu, Y., Wang, Z., Zeng, X., Liu, S., & Wang, T. (2016). Antifouling properties of micro arc oxidation coatings containing Cu₂O/ZnO nanoparticles on Ti6Al4V. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 54, 417-421. doi:10.1016/j.ijrmhm.2015.10.003
- Zhu, M., Song, Y., Dong, K., Shan, D., & Han, E. H. (2022a). Correlation between the transient variation in positive/negative pulse voltages and the growth of PEO coating on 7075 aluminum alloy. *Electrochimica Acta*, 411, 140056. doi:10.1016/j.electacta.2022.140056
- Zhu, M., Song, Y., Liu, Z., Xu, D., Dong, K., & Han, E. H. (2022b). Optimization of thermal control and corrosion resistance of PEO coatings on 7075 aluminum alloy by frequency alteration. *Surface and Coatings Technology*, 446, 128797. doi:10.1016/j.surfcoat.2022.128797
- Zhu, M., Song, Y., Xu, J., Dong, K., & Han, E. H. (2023). Effect of boron carbide reinforcements on the PEO process of B₄C/Al matrix composite. *Surface and Coatings Technology*, 457, 129334. doi:10.1016/j.surfcoat.2023.129334



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

AZ91 Mg Alaşımı Üzerine Soğuk Sprey Kaplama Yöntemi ile Al Kaplamaların Büyütülmesi

Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU

Gümüşhane Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 29100,
Gümüşhane, Türkiye

Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU, ORCID No: [0000-0001-8638-5471](https://orcid.org/0000-0001-8638-5471)

Sorumlu yazar e-posta: eesukuroglu@gumushane.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 19.04.2023
Kabul: 16.06.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1285509](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1285509)

Anahtar Kelimeler

Al kaplama,
AZ91 Mg alaşımı,
Soğuk spre y yöntemi (SS)

Öz: Hafif metalik mühendislik malzemelerinden biri olan AZ91 magnezyum alaşımı; sahip olduğu düşük yoğunluk ve yüksek özgül mukavemet özelliklerinden dolayı endüstrinin birçok alanında yapı malzemesi olarak tercih edilmektedir. Ancak AZ91 alaşımının sahip olduğu güçlü yapısal özelliklerine rağmen yüzey özelliklerinin sınırlı olması, saldırgan ortamlarda ve aşırı yük altında düşük dayanıma sahip olmasına dolayısıyla bu alaşımların kullanımlarının sınırlı kalmasına neden olmaktadır. Bu alaşımların zayıf yüzey özelliklerini geliştirmek ve endüstrinin farklı alanlarında kullanımlarını artırılabilmek için yüzey kaplama işlemleri uygulanabilmektedir. Bu çalışmada; AZ91 magnezyum alaşımının yüzey özelliklerini iyileştirilebilmek amacı ile soğuk spre y (SS) yöntemi ile Al kaplamaların büyütülmesi amaçlanmıştır. Büyütülen kaplamaların yapısal morfolojik analizleri kaplamaların XRD ve SEM analizleri ile sertlik değerleri ise mikro sertlik ölçme yöntemiyle tespit edilmiştir.

Deposition of Al Coatings by Cold Spray Method on AZ91 Mg Alloy

Article Info

Recieved: 19.04.2023
Accepted: 16.06.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1285509](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1285509)

Keywords

Al coating,
AZ91 Mg alloy,
Cold spray method (SS)

Abstract: AZ91 magnesium alloy, one of the lightweight metallic engineering materials; is preferred as a building material in many areas of industry due to its low density and high specific strength properties. However, despite the strong structural properties of the AZ91 alloy, the limited surface properties cause low strength in aggressive environments and under extreme loads, thus limiting the use of these alloys. Surface coating processes can be applied to improve the weak surface properties of these alloys and to increase their use in different areas of industry. In this study; to improve the surface properties of AZ91 magnesium alloy, it is aimed to enlarge Al coatings by cold spray (SS) method. Structural and morphological analyses of the coatings were determined by XRD and SEM, and hardness values were determined by the microhardness measurement method.

1. Giriş

Magnezyum ve alaşımları; hafiflik, yüksek dayanım ve yüksek mukavemet-ağırlık oranına sahip olması, çok iyi sönümlenme ve geri dönüşüm yeteneği göstermesi, elektriksel iletkenlik ve güçlü elektromanyetik koruma sergilemesi, toksik olmamaları, biyoyoumluluk ve biyolojik bozunabilirlik gibi olağanüstü özelliklere sahip olmalarından dolayı başta savunma, uzay ve havacılık sanayisi olmak üzere elektronik, biyomalzeme, medikal, otomotiv ve imalat sanayisi, gibi birçok endüstriyel uygulamada yapı

malzemesi olarak tercih edilmektedir (Lua ve ark., 2020; Molaei ve ark., 2020; Ma ve ark., 2022). Özellikle havacılık ve uzay sanayisi başta olmak üzere savunma, otomotiv ve makine endüstrisinde kullanılan parçaların hafif olma gereksinimlerine ilave olarak bu parçaların daha dayanıklı olması ihtiyacı da ortaya çıkmaktadır. Bu ihtiyaçları karşılayabilmek adına teknolojik gelişmelerin de etkisiyle yeni alaşım sistemleri oluşturulmaktadır. Magnezyum ve alaşımlarının sahip olduğu üstün özelliklerinin yanında düşük korozyon direncine sahip olmaları, zayıf aşınma direnci sergilemeleri, yanıcı olması, korozif olmayan ortamlarda bile üretim sırasındaki düşük döküm sıcaklıklarından kaynaklı olarak meydana gelen makro segregasyonlar ve sahip oldukları yüksek elektronegatif potansiyel değerlerinden kaynaklı alaşımlarının yüzeylerinde oluşan oksit-karbonat filminin kararsız olmasından dolayı oksijensiz ortamlarda bile korozyona karşı yeterli koruma sağlayamaması gibi dezavantajları da bulunmaktadır (Wendt & Weiß, 2004; Song & StJohn, 2005; Esmaily ve ark., 2017; Zhang ve ark., 2018; Lua ve ark., 2020).

Bu dezavantajları giderebilmek için magnezyum alaşımlarının yüzeylerine koruyucu kaplama işlemleri uygulanarak gerekli uygun iyileştirilmeler sağlanabilmektedir (Atrens ve ark., 2015; Siddique ve ark., 2020; Ma ve ark., 2022). Metalik malzemelerin yüzey özelliklerini iyileştirmek için uygulanan kaplama teknikleri temelde gaz fazı sistemleri, sıvı faz sistemleri ve ergimiş veya yarı ergimiş faz sistemleri olmak üzere üç grup altında toplanmaktadır (Öztürk, 2003). Ergimiş veya yarı ergimiş faz sistemleri içerisinde değerlendirilen termal spreycaplama sistemi ile magnezyum ve alaşımlarının yüzeyinde etkili bir film tabaka oluşturularak taban malzemenin aşındırıcı ortamdan izole edilmesi sağlanabilmektedir. Bu kaplama yönteminin herhangi bir çözelti gerektirmeden gerçekleşmesi ise en önemli avantajlarından biridir (Liu ve ark., 2020; Lua ve ark., 2020). Termal spreycaplamasından biri olan soğuk spreycaplama yöntemi ise mikron boyutundaki partiküllerin nispeten daha düşük sıcaklıklarda taban malzeme yüzeyinde biriktirilmesi prensibine dayanan yeni bir kaplama yöntemidir (Tekin ve ark., 2021). Bu partiküller bir gaz jeti yardımıyla yüksek hızlara çıkarılıp taban malzemeye püskürtülerek malzeme yüzeyinde plastik deformasyon oluşturulmakta ve böylece partiküllerin yüzeyde birikmesini sağlamaktadır (Atrens ve ark., 2015; Assadi ve ark., 2016; Rokni ve ark., 2017; Liu ve ark., 2020; Lua ve ark., 2020). Bu yöntemde partikül olarak genelde alüminyum (Al) ve alüminyum içerikli alaşım tozları kullanılmaktadır. Al yoğunluğunun, Bakır (Cu), Çinko (Zn), Nikel (Ni) gibi diğer metallere göre daha düşük olması ve buna bağlı olarak AZ91 alaşımlarının yüzeyinde biriktirilen Al kaplamaların taban malzemede çok az bir ağırlık artışına sebep olması püskürtülen partikül olarak Al ve Al içerikli alaşım tozlarının tercih edilmesini sağlamaktadır. Soğuk spreycaplama yönteminin temel amacı, yüzeyde etkili bir film oluşturularak taban malzemeyi aşındırıcı ortamdan izole etmektir. Bunun yanında, partiküllerin soğuk püskürtülmesinden kaynaklı kümülatif çökeltme sergilemesi, partiküllerin yetersiz deformasyon sağlamasına neden olmaktadır. Bu durum ise özellikle kaplamanın üst yüzeyinde gözenekli bir tabaka iç yapısında ise gözeneklerin oluşmasına neden olmaktadır (Rokni ve ark., 2017).

Bu çalışmada, AZ91 magnezyum alaşımının endüstrinin farklı alanlarında kullanımını artırmak amacıyla yüzey özelliklerinin iyileştirilmesine odaklanılmıştır. AZ91 taban malzemeler yüzeyine SS yöntemi ile Al kaplaması büyütülerek alaşım sisteminin yüzey özellikleri ile sertlik değerleri araştırılmıştır.

2. Materyal ve Yöntem

Taban malzemesi olarak 25x25x2 mm boyutlarında, kimyasal bileşimi Çizelge 1’ de verilen AZ91 magnezyum alaşımı kullanılmıştır. Her bir örneğin yüzeyi sırasıyla 600, 800, 1000 ve 1200 tane boyutuna sahip SiC zımparalar yardımıyla $Ra \approx 0.15-0,20 \mu m$ pürüzlülük değerine ulaşıncaya kadar parlatılmıştır.

Çizelge 1. Taban Malzemenin (AZ91 Mg Alaşımı) Kimyasal Bileşimleri (% ağırlık)

Al	Zn	Mn	Fe	Ti	Cu	Mg
9.1	0.85	0.28	0.018	<0.002	<20	Kalan

SS yöntemi ile AZ91 magnezyum alaşımı üzerine Al kaplamalar büyütülmüştür. Kaplamanın yapısı ve mekanik özelliklerine etki eden sıcaklık (°C) ve basınç (MPa) sistemin sabit parametreleri olarak belirlenmiştir. Nozul (püskürtme) mesafesi (mm) parametresi ise değişken parametre olup 15-25 mm olmak üzere iki farklı değerde kaplamalar büyütülmüştür. SS yöntemi ile kaplama işlemi; özellikleri Çizelge 3’ de belirtilmiş olan DYMET firmasına ait K-10-01 ticari kodlu Al toz partiküllerin sıkıştırılmış hava gazı kullanılarak örneklerin yüzeyine püskürtülmesi ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 2. SS yöntemi parametreleri

Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Nozul Mesafesi (mm)
400	0,5	10 25

Çizelge 3. SS yönteminde kullanılan toz karışımı özellikleri (Szala ve ark., 2020)

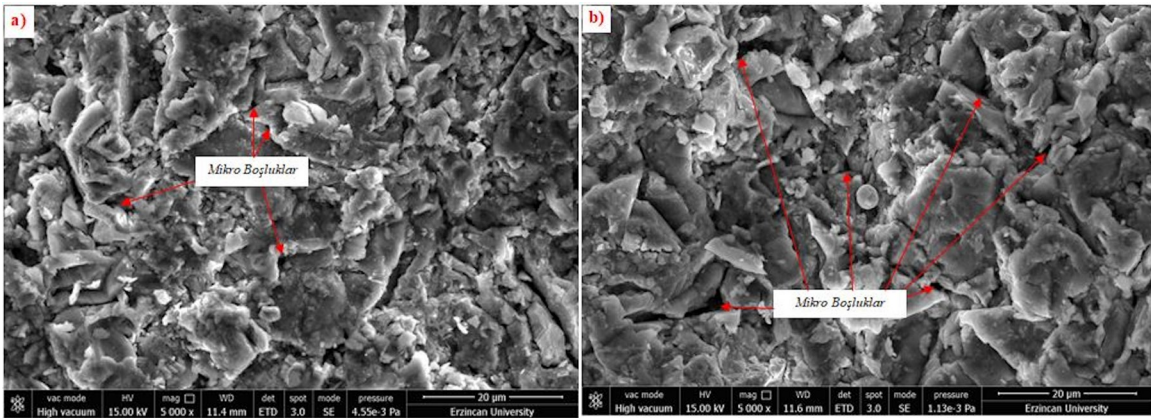
Ticari Toz Adı	Safılık (%)	Al (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Partikül Boyutu (µm)
K-10-01	99,6	40	60	50 ±10

Kaplanan ve kaplanmayan örneklerin yapısal ve morfolojik analizleri sırasıyla Cu-K α kaynaklı X-Ray Difraktometresi (XRD) ve FEI marka QUANTA FEG 250 Taramalı Elektron Mikroskobuyla (SEM) gerçekleştirilmiştir. Kaplamaların yüzey sertlik değerleri Buehler Micromet 2001 mikrosertlik cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Sertlik ölçümleri, kaplama yüzeyine mikro sertlik ölçüm cihazıyla 136° Vickers elma kare piramit batıcı ucun 5 farklı noktada 15 sn boyunca 10 gf’ lik yük uygulaması sonucu kaplama yüzeyinde oluşan izlerin ortalama değerlerinin belirlenmesi ile gerçekleştirilmiştir.

3. Bulgular

Soğuk sprej (SS) yöntemiyle AZ91 magnezyum alaşımı yüzeyine büyütülen Al kaplamaların yüzey SEM görüntüleri Şekil 1’ de gösterilmiştir. SS yöntemi; bir gaz jeti yardımıyla yüksek hızlara çıkartılan metalik toz partiküllerin taban malzeme yüzeyine çarptırılarak, partiküllerin deformasyon yeteneğine göre malzeme yüzeyinde biriktirilmesi prensibine dayanan kaplama yöntemidir (Steenkiste ve ark., 1999; Zhao ve ark., 2006; Altuncu & Üstel, 2010). Toz partiküllerin püskürtme işlemi sırasında yüksek hızlara çıkartılması, ilk olarak gazların ısıtılması ve daha sonra basınç altında hızlandırılarak nozuldan çıkışı ile meydana gelmektedir (Davis, 2004; Altuncu & Üstel, 2010). Bu sayede taban malzeme yüzeyinde büyütülen kaplamaların yoğun ve yüksek adezyona sahip olduğu söylenebilmektedir (Zhao ve ark., 2006). Şekil 1’ de gösterilen SEM görüntüleri incelendiğinde farklı parametrelerde gerçekleştirilen tüm deney şartlarında taban malzeme yüzeyinde büyütülen kaplamalarda toz partiküllerin yüzeye çarpma esnasında oluşan kesme kuvvetinin etkisiyle plastik deformasyona uğrayıp şekil değiştirdiği belirlenmiştir. Plastik deformasyona uğrayan toz partiküllerin yüzeyde adezyon sağlayabilmesi için toz partiküllerin taban malzeme yüzeyinde %50’ sinden daha fazlasının çarpması ve püskürtme hızının kritik çarpma hızına ulaşması gerekmektedir (Altuncu & Üstel, 2010; Maledia ve ark., 2017). Bu şartlar sağlandığı zaman toz partiküller ile taban malzeme yüzeyinde temas noktaları artmakta ve böylelikle adezyon kuvveti sağlanabilmektedir. Bu temas noktaları Şekil 1’ deki SEM görüntülerinde gösterilmektedir. Literatürde yüksek kinetik enerjinin toz partiküller arası çekme gerilmesinin oluşumuna sebep olduğu ve bu durumun toz partiküllerin taban malzeme

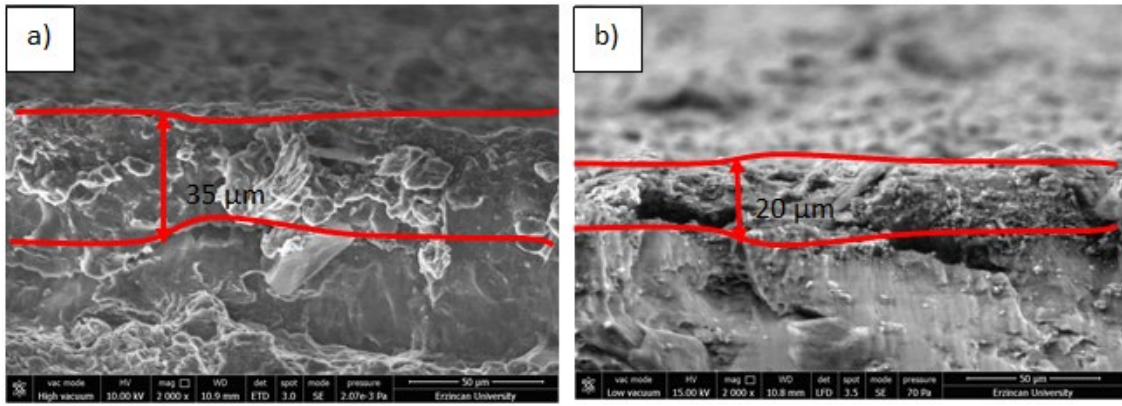
yüzeyindeki temas noktalarında erozyona neden olabileceği belirtilmiştir (Dykhuisen ve ark., 1999; Assadi ve ark., 2003; Ghelichi & Guagliano, 2009; Altuncu & Üstel, 2010). Kaplama parametresi olarak seçilen gaz sıcaklığı SS yöntemi için en etkin parametrelerden biridir (Tekin ve ark., 2021; Siddique ve ark., 2020; Poza & Garrido-Maneiro, 2022). Gaz sıcaklığının artması hem püskürtülen toz partiküllerin yüzeyde birikme veriminin artmasına hem de büyütülen kaplamaların mikro yapısında soğuk sprej yönteminin doğasından kaynaklanan gözenekli yapının ve bu yapıdaki gözeneklerin boyutlarının azalmasına neden olmaktadır (Zahiri ve ark., 2006; Tekin ve ark., 2021). Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde kaplama parametresi olarak en etkin değerler belirlenmiştir. Bu bağlamda seçilen sıcaklık parametresinde SS yöntemi ile kaplama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Gaz sıcaklığının artışı, püskürtülen toz partiküllerin deformasyon yeteneğini arttırmakta ve buna bağlı olarak kaplama yüzeyindeki gözenekli yapı ve gözeneklerin boyutlarının da azalmasını sağlamaktadır (Zahiri ve ark., 2006; Siddique ve ark., 2020). SS yönteminde kaplamaların karakterizasyonuna etki eden parametre ise basınçtır. Püskürtme işlemi sırasında uygulanan basınç değerinin düşük olması, büyütülen kaplamaların mikro yapısında bulunan gözenekli yapıların artmasına ve gözenek boyutlarının büyümesine neden olmaktadır (Siddique ve ark., 2020). Bu durumun nedeni olarak ise düşük basınç değerlerinde parçacıkların ivmelenme hızlarının düşük olması ve buna bağlı olarak kinetik enerjilerinin de düşük seviyede olmasıdır. Böylelikle parçacıkların plastik deformasyon yeteneği azalmakta ve büyütülen kaplamaların gözenek boyutlarında artışlar meydana gelmektedir (Lee ve ark., 2007; Maledi ve ark., 2017; Cortes ve ark., 2020; Poza & Garrido-Maneiro, 2022). Literatürdeki çalışmalar ışığında bir diğer kaplama parametresi olarak basınç değeri seçilmiş ve sabit parametre olarak belirlenmiştir. SS yönteminde, kaplamaların verimliliğine etki eden bir diğer parametre ise püskürtme mesafesidir (Pattison ve ark., 2008; Li ve ark., 2008; Goral ve ark., 2019). Literatürdeki çalışmalar ışığında püskürtme mesafesi, püskürtülen partiküllerin yüzeye çarpma hızını etkilediği belirlenmiştir. Çarpma hızı ise biriktirme verimliliğini etkilemektedir (Li ve ark., 2008; Goral ve ark., 2019). Püskürtme mesafesinin artması taban malzeme yüzeyindeki kaplamaların biriktirme veriminin azalmasına neden olmaktadır. Şekil 1' deki görüntüler incelendiğinde püskürtme mesafesinin fazla olduğu kaplama şartlarında gözenek miktarlarının da fazla olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 1. SS yöntemiyle AZ91 alaşımı üzerine büyütülen Al kaplamaların yüzey görüntüleri a) 10mm püskürtme mesafesi ve b) 25mm püskürtme mesafesi.

Şekil 2' de ise AZ91 magnezyum alaşımı yüzeyine büyütülen Al kaplamaların kesit SEM görüntüleri gösterilmiştir. Şekil 2 incelendiğinde püskürtme mesafesinin fazla olduğu kaplama şartlarında kaplama kalınlığında azalma olduğu belirlenmiştir. Kaplama işlemi sırasında püskürtülen toz partiküllerin uzun bir mesafe boyunca hareket etmesinden kaynaklı olarak enerjilerini kaybetmesi ve buna bağlı olarak birikme veriminin azalması, kaplama kalınlığındaki azalmanın nedeni olarak düşünülmektedir (Li ve ark., 2008; Maledi ve ark., 2017). Ayrıca püskürtme mesafesinin, kaplamanın

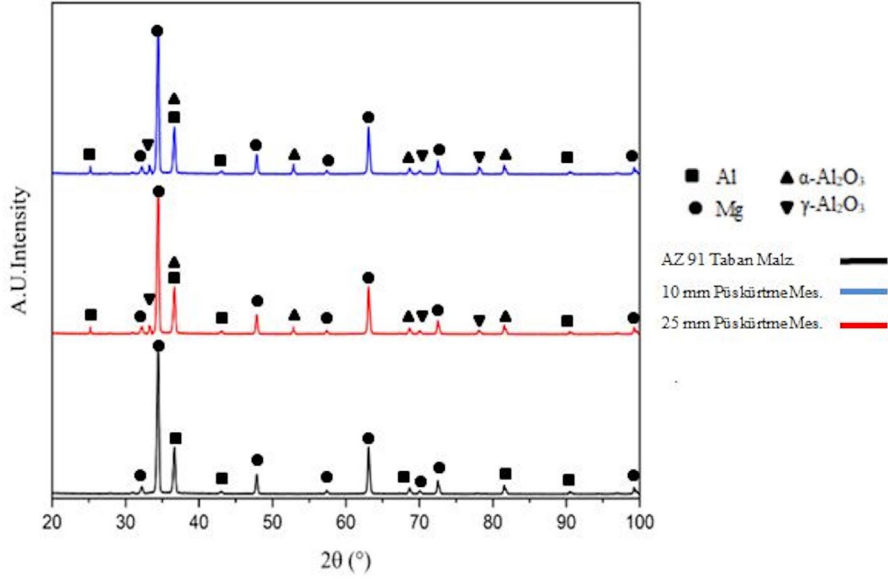
mikro gözenekliliğine de etkisi bulunmaktadır. Henao ve ark. (2014) çalışmalarında; kısa püskürtme mesafesinde yoğun ve küçük gözeneklere sahip kaplamalar, uzun püskürtme mesafesinde ise çok daha büyük gözenekli ve daha az yoğun kaplamalar elde ettiklerini belirtmişlerdir (Henao ve ark., 2014). Şekil 2' deki kesit SEM görüntüleri incelendiğinde benzer sonuçların olduğu gözlenmektedir. Bununla birlikte Şekil 1' de gösterilen yüzey SEM görüntülerindeki farklı püskürtme mesafelerinde büyütülen SS kaplamaların, kaplama yapısında çok belirgin bir farklılık gözlenmemiştir. Literatürde bu durumun sebebi olarak püskürtme mesafesinin kritik hızlardan daha düşük olduğu şartlarda meydana gelen şok dalgalarının oluşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Cetin ve ark., 2016). Bu durum ise mikro yapıda gözle görünen bir farka sebep olmayıp ara yüzeylerde farklılıklara sebep olabilmektedir. AZ91 alaşımı yüzeyinde meydana gelen şok dalgaları parçacık hızının azalmasına sebep olabilmektedir (Cetin ve ark., 2016). Şekil 2' de gösterilen kesit SEM görüntüleri incelendiğinde kısa püskürtme mesafesine sahip kaplama şartında büyütülen kaplamaların düşük gözenekli yapıya ve daha yoğun ara yüzeye sahip olduğu gösterilmiştir.



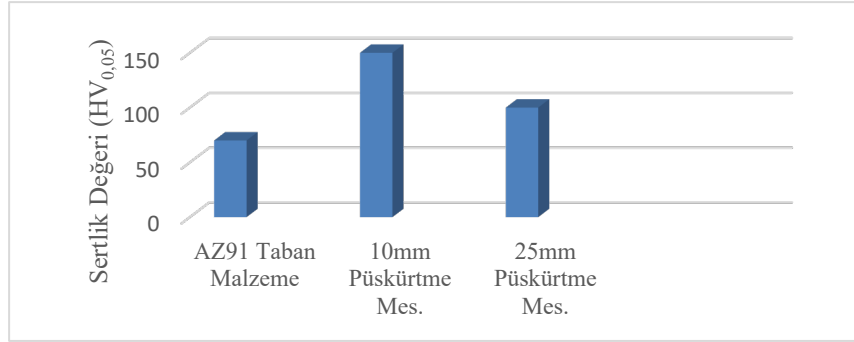
Şekil 2. AZ 91 alaşımı üzerine SS yöntemiyle büyütülen Al kaplamaların kesit görüntüleri görüntüleri a) 10mm püskürtme mesafesi ve b) 25mm püskürtme mesafesi.

Şekil 3'de AZ91 alaşımı taban malzeme üzerine SS yöntemiyle büyütülen Al kaplamalara ait XRD analizlerinin sonuçları gösterilmiştir. XRD grafikleri incelendiğinde kaplamaların ana yapısında Al, α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazlarının olduğu gözlemlenmiştir. Püskürtme mesafesinin SS kaplamaların gözenekliliğine etki ettiği bilinmektedir (Goral ve ark., 2019; Poza & Garrido-Maneiro, 2022). Püskürtme mesafesinin en düşük olduğu, kaplama şartında büyütülen kaplamanın kalınlığının fazla, yüzeydeki gözenek sayısının az ve gözenek boyutlarının ise küçük olması bu şartta büyütülen örneklerde kararlı α -Al₂O₃ fazlarının daha baskın olmasına sebep olmaktadır. Bu durum ise uygulanan püskürtme mesafesinin kaplama yapısı üzerinde oldukça etkili olduğunu göstermektedir.

Şekil 4' de mikrosertlik ölçüm cihazıyla tespit edilen AZ91 alaşımı taban malzemeler ve bu taban malzemeler üzerine SS yöntemi ile büyütülen kaplamaların sertlik değerleri gösterilmiştir. Şekil 4' de verilen sertlik değerleri incelendiğinde, işlem görmemiş AZ 91 taban malzemenin mikrosertlik değeri yaklaşık 60 HV, 25 mm püskürtme mesafesinde elde edilen kaplamaların mikrosertliği yaklaşık 100 Hv ve 10 mm püskürtme mesafesinde elde edilen kaplamaların mikrosertliği ise yaklaşık 150 HV olarak ölçülmüştür. Buna bağlı olarak püskürtme mesafesinin düşük olduğu deney şartlarında ölçülen sertlik değerlerinin daha yüksek değerler aldığı gözlenmiştir. Bunun yanında düşük püskürtme mesafesi büyütülen kaplamaların yüzeyinde oluşan gözeneklerin azalmasına ve yoğun bir kaplama yapısı oluşmasına neden olmaktadır.



Şekil 3. AZ91 alaşımı üzerine SS yöntemiyle büyütülen Al kaplamaların XRD grafikleri.



Şekil 4. AZ91 alaşımı ve SS yöntemi ile büyütülen kaplamalara ait sertlik değerleri.

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, SS yönteminin temeli taban malzemeye çarpan partiküllerin plastik deformasyonuna dayanmaktadır (Garrido ve ark., 2017; Tortuero ve ark., 2020). Böylelikle SS yöntemi sırasında plastik olarak deforme olan kaplamalar gelişmektedir. Bu yüzden taban malzemeye nazaran büyütülen kaplamaların sertliğinde bir artış beklenmektedir. Soğuk sprej yöntemi ile püskürtülen partiküllerde indüklenen yüksek plastik deformasyon, kaplamalarda yüksek dislokasyon yoğunluğu oluşmasına neden olmaktadır. Dislokasyon yoğunluklarındaki artış ise kaplamaların sertliklerini artırmaktadır (Luo ve ark., 2014; Jeandin ve ark., 2015). Ayrıca kaplamanın yüzeyde birikmesi, kaplama parametrelerine de bağlı olduğu için kaplamanın sertliği üzerinde etkileri bulunmaktadır (Jeandin ve ark., 2015). Püskürtme mesafesinin kaplama sertliği üzerinde doğrudan bir etkisi olmadığı literatürde belirtilmiştir (Li & Yang, 2013). Fakat buna rağmen püskürtme mesafesi kaplama verimliliğini etkilediği için dolaylı olarak sertliği artırdığı söylenebilmektedir. Şekil 4 incelendiğinde en yüksek sertlik değeri düşük püskürtme mesafesine sahip kaplama şartında elde edilmiştir. Bu şartta büyütülen kaplamaların yoğunluğu ve kalınlığının fazla, gözenekli yapıların ise diğer kaplama şartında büyütülen örneklerle göre çok daha az olduğu tespit edilmiştir.

4. Sonuç

Bu çalışmada, AZ91 magnezyum alaşımının endüstrinin farklı alanlarında kullanımlarını artırmak amacıyla yüzey özelliklerinin iyileştirilmesine odaklanılmıştır. AZ91 taban malzemeler

yüzeyine SS yöntemi ile Al kaplaması büyütülerek alaşım sisteminin yüzey özellikleri ile sertlik değerleri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar özetlenmiştir.

- Taban malzeme yüzeyinde büyütülen kaplamalarda toz partiküllerin yüzeye çarpma esnasında oluşan kesme kuvvetinin etkisiyle plastik deformasyona uğrayıp şekil değiştirdiği belirlenmiştir.
- Püskürtme mesafesi, püskürtülen partiküllerin yüzeye çarpma hızını etkilediği belirlenmiştir. Çarpma hızı ise biriktirme verimliliğini etkilemektedir.
- Püskürtme mesafesinin artması taban malzeme yüzeyindeki kaplamaların biriktirme veriminin azalmasına neden olmaktadır.
- Püskürtme mesafesinin fazla olduğu kaplama şartlarında kaplama kalınlığında azalma olduğu belirlenmiştir.
- Yüzey SEM görüntülerindeki farklı püskürtme mesafelerinde büyütülen SS kaplamaların, kaplama yapısında çok belirgin bir farklılık gözlenmemiştir.
- XRD grafikleri incelendiğinde kaplamaların ana yapısında Al, α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazlarının olduğu gözlemlenmiştir.
- Püskürtme mesafesinin 10 mm olduğu deney şartlarında ölçülen mikrosertlik değerlerinin (150 HV) püskürtme mesafesinin 25 mm olduğu deney şartlarında ölçülen mikrosertlik değerine göre (100 HV) %50, işlem görmemiş AZ 91 taban malzemenin mikrosertlik değerine göre ise (60 HV) %150 daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Kaynakça

- Altuncu, E., & Üstel, F. (2010). Soğuk sprej (cold spray) teknolojisi ve uygulama alanları. *Türk Mühendis ve Mimar Odaları Birliği Metalurji Mühendisleri Odası Dergisi*, 157, 29- 40.
- Assadi, H., Gartner, F., Stoltenhoff, T., & Kreye, H. (2003). Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia*, 51, 4379–4394. doi:10.1016/S1359-6454(03)00274-X
- Assadi, H., Kreye, H., Gärtner, F., & Klassen, T. (2016). Cold spraying – A materials perspective. *Acta Materialia*, 116, 382–407. doi:10.1016/j.actamat.2016.06.034
- Atrens, A., Song, G. L., Liu, M., Shi, Z., Cao, F., & Dargusch, M. S. (2015). Review of recent developments in the field of magnesium corrosion. *Advanced Engineering Materials*, 17, 400–453. doi:10.1002/adem.201400434
- Cetin, O., Tazegul, O., & Kayali, E. S. (2016). *Effect of parameters to the coating formation during cold spray process*. Proceedings of the 2nd World Congress on Mechanical, Chemical and Material Engineering (MCM 16), Paper no MMME 140, Budapest, Hungary. doi:10.11159/mmmel6.140
- Cortes, R., Garrido, M. A., Rico, A., Munez, C. J., Poza, P., Martos, A. M., Dosta, S., & Cano, I. G. (2020). Effect of processing conditions on the mechanical performance of stainless steel cold sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology*, 394, 125874. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125874
- Davis, J. R. (2004). Davis, J.R. (Eds.) *Cold Spray Process, Handbook of Thermal Spray Technology* (pp. 77-84, 211-212). OH, 06994G, USA: ASM International: Materials Park.
- Dykhuisen, R. C., Smith, M. F., Gilmore, D. L., Neiser, R. A., Jiang, X., & Sampath, S. (1999). Impact of high velocity cold spray particles. *Journal of Thermal Spray Technology*, 8, 559-564. doi:10.1361/105996399770350250
- Esmaily, M., Svensson, J.E., Fajardo, S., Birbilis, N., Frankel, G.S., Virtanen, S., Arrabal, R., Thomas, S., & Johansson, L.G. (2017). Fundamentals and advances in magnesium alloy corrosion. *Progress in Materials Science*, 89, 92-193. doi:10.1016/j.pmatsci.2017.04.011
- Garrido, M. A., Sirvent, P., & Poza, P. (2017). Evaluation of mechanical properties of Ti6Al4V cold sprayed coatings. *Surface Engineering*, 34, 399-405. doi:10.1080/02670844.2017.1398442
- Goral, A., Żorawski, W., & Makrenek, M. (2019). The effect of the standoff distance on the microstructure and mechanical properties of cold sprayed Cr₃C₂-25(Ni₂₀Cr) coatings. *Surface and Coatings Technology*, 361, 9-18. doi:10.1016/j.surfcoat.2019.01.006
- Ghelichi, R., & Guagliano, M., (2009). Coating by the cold spray process: a state of the art. *Frattura ed Integrità Strutturale*, 8, 30-44. doi:10.3221/IGF-ESIS.08.03

- Henao, J., Concustell, A., Cano, I. G., Cinca, N., Dosta, S., & Guilemany, J. M. (2014). Influence of cold gas spray process conditions on the microstructure of Fe-based amorphous coatings. *Journal of Alloys and Compounds*, 622, 995-999. doi:10.1016/j.jallcom.2014.11.037
- Jeandin, M., Koivuluoto, H., & Vezzu, S. (2015). Coating Properties. Villafuerte, J. (Eds.), *Modern Cold Spray* (pp: 107-204). Springer International Publishing Switzerland, Springer Cham
- Lee, J. H., Shin, S. M., Kim, H. J., & Lee, C. (2007). Effect of gas temperature on critical velocity and deposition characteristic in kinetic spraying. *Applied Surface Science*, 253, 3512-3520. doi:10.1016/j.apsusc.2006.07.061
- Li, W. Y., Zhang, C, Guo, X. P., Zhang, G., Liao, H. L., Li, C. J., & Coddet, C. (2008). Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying. *Materials & Design*, 29, 297-304. doi:10.1016/j.matdes.2007.02.005
- Li, C. J., & Yang, G. J. (2013). Relationships between feedstock structure, particle parameter, coating deposition, microstructure and properties for thermally sprayed conventional and nanostructured WC-Co. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 39, 2–17. doi:10.1016/j.ijrmhm.2012.03.014
- Liu, Y., Li, C. X., Huang, X. F., Ma, K., Luo, X. T., & Li, C. J. (2020). Effect of water environment on particle deposition of underwater cold spray. *Applied Surface Science*, 506, 144542. doi:10.1016/j.apsusc.2019.144542
- Lua, F., Maa, K., Lia C, Yasirb, M., Luoa, X., & Lia, C. (2020). Enhanced corrosion resistance of cold-sprayed and shot-peened aluminum coatings on LA43M magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 394, 125865. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125865
- Luo, X. T., Li, C. X., Shang, F. L., Yang, G. J., Wang, Y., & Li. C. J. (2014). High velocity impact induced microstructure evolution during deposition of cold spray coatings: A review. *Surface and Coatings Technology*, 254, 11–20. doi:10.1016/j.surfcoat.2014.06.006
- Ma, X., Jin, S., Wu, R., Zhang, S., Hou, L., Krit, B., Betsofen, S., & Liu, B. (2022). Influence of combined B4C/C particles on the properties of microarc oxidation coatings on Mg-Li alloy. *Surface and Coatings Technology*, 438, 128399. doi:10.1016/j.surfcoat.2022.128399
- Maledi, N. B., Oladijo, O. P., Botef, I., Ntsoane, T. P., Madiseng, A. & Moloisane, L. (2017). Influence of cold spray parameters on the microstructures and residual stress of Zn coatings sprayed on mild steel. *Surface and Coatings Technology*, 318, 106-113. doi:10.1016/j.surfcoat.2017.03.062
- Molaei, M., Babaei, K., & Fattah-alhosseini, A. (2020). Improving the wear resistance of plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings applied on Mg and its alloys under the addition of nano- and micro-sized additives into the electrolytes: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 9, 4, 1164-1186. doi:10.1016/j.jma.2020.11.016
- Öztürk, A. (2003). *Manyetik sıçratma tekniği ile üretilmiş Mo2N ve nanokompozit Mo-N-Cu kaplamaların kazımalı aşınma davranışlarının karşılaştırılması*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Pattison, J., Celotto, S., Khan, A., & O'Neill, W. (2008). Standoff distance and bow shock phenomena in the cold spray process. *Surface and Coatings Technology*, 202, 8, 1443-1454. doi:10.1016/j.surfcoat.2007.06.065
- Poza, P., & Garrido-Maneiro, M. A. (2022). Cold-sprayed coatings: microstructure, mechanical properties, and wear behaviour. *Progress in Materials Science*, 123, 100839. doi:10.1016/j.pmatsci.2021.100839
- Rokni, M. R., Nutt, S. R., Widener, C. A., Champagne, V. K., & Hrabe, R. H. (2017). Review of relationship between particle deformation, coating microstructure, and properties in high-pressure cold spray. *Journal of Thermal Spray Technology*, 26, 1308–1355. doi:10.1007/s11666-017-0575-0
- Siddique, S., Bernussi, A.A., Husain, W.S., & Muhammad, M. (2020). Enhancing structural integrity, corrosion resistance and wear properties of Mg alloy by heat treated cold sprayed Al coating. *Surface and Coatings Technology*, 394, 125882. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125882
- Song, G., & StJohn ,D.H. (2005). Corrosion of magnesium alloys in commercial engine coolants. *Materials and Corrosion*, 56, 1, 15-23. doi:10.1002/maco.200403803
- Steenkiste T. H. V., Smith, J. R., Teets, R. E., Moleski, J. J., Gorkiewicz, D. W., Tison, R. P., Marantz, D. R., Kowalsky, K. A., Riggs, W. L., Zajchowski, P. H., Pilsner, B., Mccune, R. C., & Barnett,

- K. J. (1999). Kinetic spray coatings. *Surface and Coatings Technology*, 111 (1), 10, 62-71. doi:10.1016/S0257-8972(98)00709-9
- Szala, M., Latka, L., Walczak, M., & Winnicki, M. (2020). Comparative study on the cavitation erosion and sliding wear of cold-sprayed al/al₂o₃ and cu/al₂o₃ coatings, and stainless steel, aluminium alloy, copper and brass. *Metals*, 10, 7, 856. doi:10.3390/met10070856
- Tortuero, S., Garrido, M. A., Poza, P. & Rodriguez, J. (2020). Evaluating the erosion resistance of Ti6Al4V coatings deposited by cold spray. *Wear*, 454–455, 203337. doi:10.1016/j.wear.2020.203337
- Tekin, E., Uyum, S., Karahan, B., Tekin, K.C., & Malayoğlu, U. (2021). Soğuk püskürtme teknolojisi ve uygulamaları. *Mühendis ve Makine*, 62, 702, 106-150. doi:10.46399/muhendismakina.798947
- Wendt, A., & Weiß, K. (2004, Kasım). *Gießsimulation für Magnesium-Leichtbauteile in der Flugzeugindustrie*. Journal Of Virtual Materials Processing, Bayreuth, Germany.
- Zahiri, S. H., Fraser, D., Gulizia, S. & Jahedi, M. (2006). Effect of processing conditions on porosity formation in cold gas dynamic spraying of copper. *Journal of Thermal Spray Technology*, 15(3), 422- 430. doi:10.1361/105996306X124437
- Zhang, D., Ge, Y., Liu, G., Gao, F., & Li, P. (2018). Investigation of tribological properties of micro-arc oxidation ceramic coating on Mg alloy under dry sliding condition. *Ceramics International*, 44, 14, 16164-16172. doi:10.1016/j.ceramint.2018.05.137
- Zhao, Z.B., Gillispie, B.A., & Smith, J. R. (2006). Coating deposition by the kinetic spray process. *Surface and Coatings Technology*, 200, 4746-4754. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.04.033



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

HAD Simülasyonlarında Ağ Yakınsama İndeksi ve Richardson Ekstrapolasyonun Uygulaması: DrivAer

Oğuz BAŞ^{*1}, Mustafa Atakan AKAR², Coşkun ÖZALP³

¹ Amasya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 05100, Amasya, Türkiye

² Çukurova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Bölümü, 01000, Adana, Türkiye

³ Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği Bölümü, 80000, Osmaniye, Türkiye

Oğuz BAŞ, ORCID No: [0000-0003-2301-2306](https://orcid.org/0000-0003-2301-2306), Mustafa Atakan AKAR, ORCID No: [0000-0002-0192-0605](https://orcid.org/0000-0002-0192-0605), Coşkun ÖZALP, ORCID No: [0000-0003-2249-7268](https://orcid.org/0000-0003-2249-7268)

*Sorumlu yazar e-posta: oguz.bas@amasya.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 17.11.2022
Kabul: 13.09.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1206050](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1206050)

Anahtar Kelimeler

Ağ yakınsama indeksi,
Ağdan bağımsızlık,
Richardson ekstrapolasyonu,
Taşıt aerodinamiği

Öz: Bu çalışmada bir HAD simülasyonunda, akış alanının ağ çözünürlüğünün yeterli olup olmadığını belirlemek için yapılan ağ bağımsızlığı testlerine Richardson Ekstrapolasyonu ve ağ yakınsama indeksi (GCI) yaklaşımı uygulaması gerçekleştirilmiştir. Simülasyonlarda son yıllarda popüler hale gelen DrivAer jenerik araç geometrisi, aerodinamik sürüklenme kuvveti bakımından incelenmiştir. Ansys Fluent yazılımı kullanılarak kapalı gövde fastback, estateback ve notchback modellerinin simülasyonları gerçekleştirilmiştir. Ağ elemanı sayıları artırılarak oluşturulmuş üç farklı ağ çözünürlüğünün yanısıra, dördüncü bir ağ seviyesi, GCI' inden yararlanılarak oluşturulmuş ve deneysel verilere yakınsama açısından test edilmiştir. Sonuç olarak, bu yeni ağ seviyesi ile ağ sayısında çok fazla artışa gerek kalmadan, bütün araç modellerinde deneysel verilere kıyasla sürüklenme katsayısı (C_D) için hata oranı %3'ün altına indirilmiştir.

Applications of Grid Convergence Index and Richardson Extrapolation in CFD Simulations: DrivAer

Article Info

Received: 17.11.2022
Accepted: 13.09.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1206050](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1206050)

Keywords

Grid convergence index,
Grid independency,
Richardson extrapolation,
Vehicle aerodynamics

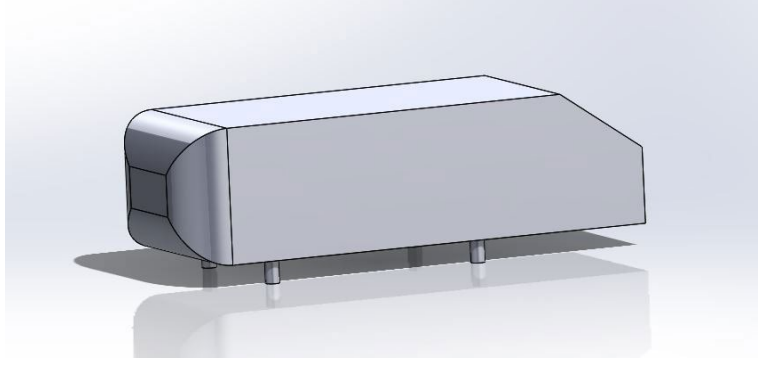
Abstract: In this study, Richardson Extrapolation, and grid convergence index (GCI) approach was applied to the grid independence tests to determine whether the mesh resolution of the flow domain is sufficient in a CFD simulation. In CFD simulations, DrivAer generic vehicle geometry, which has become popular in recent years, has been investigated in terms of aerodynamic drag force. Simulations were performed on closed-body fastback, estateback, and notchback models by using Ansys Fluent software. In addition to three different grid resolutions created by increasing the number of grid elements, a fourth grid level was created by using GCI and tested in terms of convergence to the experimental data. As a result, for all vehicle models, with this new grid level, the error rate for the coefficient of drag (C_D) was reduced to less than 3% compared to the experimental data, without the need for a large increase in the grid number.

1. Giriş

HAD (Hesaplanmalı Akışkanlar Dinamiği) simülasyonlarında en zahmetli ve zaman alıcı aşamalardan biri olan ağ oluşturma işlemi çoğu kullanıcıyı zorlamaktadır. Gerek HAD yazılımlarında meydana gelen geliştirmeler, gerek bu konuda günden güne ortaya koyulan detaylı çalışmalar, ağ oluşturmada yol gösterici olmakta, hatta işlemler kullanıcıdan bağımsız hale gelerek otomatikleşmektedir. Ancak bununla beraber çoğu zaman HAD kullanıcıları, bir HAD simülasyonunda ağ çözünürlüğünün gerekli seviyesini tespit etmekte zorlanmaktadır. Bu noktada bir HAD simülasyonu için ağdan bağımsızlık testleri gerekmektedir. Ağdan bağımsızlık genel olarak, bir HAD simülasyonunda, ağ çözünürlüğünün artmasıyla, ilgilenilen bir çıktı değerindeki (sürüklenme katsayısı, kaldırma katsayısı, akış profili, basınç düşüşü, sıcaklık vb.) farkın belirli bir değerin altına ulaştığı ağ seviyesi olarak tanımlanabilir (Saraf ve ark., 2017). Ancak burada ağ çözünürlüğündeki artış miktarının ne kadar olacağı, akış alanında hangi bölgelerde artış yapılacağı, ilgilenilen çıktı değerinin hangisi ya da hangileri olacağı, çıktı değerlerindeki değişimin ne kadar olması gerektiği tartışma konusudur.

Taşıt aerodinamiği özelinde, genel olarak ağ çözünürlüğünü belirlemek için araştırmacılar farklı yöntemler izlemektedirler. SAE' ye (Society of Automobile Engineers) göre yeterli bir ağ bağımsızlığı için, ağ çözünürlüğünün %50 artışında sürüklenme katsayısındaki değişim 0.001' in altında olmalıdır (Huminic & Huminic, 2012). Ancak literatürde farklı uygulamalarda mevcuttur. Örneğin, Cho ve ark. (2018) ağ çözünürlüğünü %60 artırırken, C_D (sürüklenme katsayısı) için değişimin %3' ün altına düştüğü ağ seviyesini ağdan bağımsız kabul etmişlerdir. Bir başka taşıt aerodinamiğini odağına alan HAD çalışmasında ise Read & Viswanathan (2020), farklı ağ çözünürlüklerinden elde edilen C_D sonuçlarını deneysel elde edilen verilerle kıyaslamış ve deneysel olarak elde edilen veriye en yakın ağ seviyesini ağdan bağımsız kabul etmiştir. Zhang ve ark. (2019) ise çalışmalarında ağ elemanı sayısını %33 artırmış ve C_D ' ndaki değişimin %1' in altında olduğunu belirterek simülasyonları ağdan bağımsız kabul etmişlerdir. Öte yandan kaldırma katsayısının (C_L) ağdan bağımsızlık testi için çıktı olarak ele alındığı çalışmalarda mevcuttur. Ancak bu çalışmalarda C_L 'nin yüzde değişiminin %10' dan fazla olduğu görülmektedir. Bunun sebebi incelenen jenerik geometrilerin C_L 'nin mutlak değerlerinin çok küçük olmasının yanı sıra, HAD simülasyonlarında C_L hesaplamalarında deneysel verilere yaklaşmakta hala yüksek hatalar vermesidir (Huminic & Huminic, 2017). Bunun önüne geçmek amacıyla, ağdan bağımsızlık testi için C_L 'nin çıktı olarak ele alındığı çalışmalarda yüzdece değişim yerine, sayım (counts) değişimi ele alınmaktadır. Buna göre C_L ve C_D için 1 sayım = 0.001 olarak değerlendirilmektedir. Böylece yüzdece değişimin ele alınmasının getirdiği yanılmanın önüne geçilmekte, hem de ağdan bağımsızlığın sağlandığı çözünürlük için hem C_L hem de C_D sonuçları değerlendirilebilmektedir. Örneğin, Yu ve ark. (2018), ağdan bağımsızlığın C_L ve C_D için değişimin 2 sayımın altına düştüğü ağ seviyesini ağdan bağımsız kabul etmişlerdir. Öte yandan, literatürde ağdan bağımsızlık testi için hız profilleri, art izi bölgesindeki akış yapısı gibi veri çıktılarının kullanıldığı çalışmalarda görülebilmektedir (Guilmineau, 2014; Tunay ve ark., 2016).

Taşıt aerodinamiği çalışmalarında, jenerik, yani basitleştirilmiş ve sadeleştirilmiş model kullanımı çok yaygındır. Bunun başlıca birkaç sebebi mevcuttur. İlk olarak, seri üretim taşıt modellerinin literatüre açık olmaması nedeniyle akademi araştırmacılarının bu geometrilere erişimi kısıtlıdır. Ancak modellere erişimin kolay olması durumunda bile üreticilerin, ürünlerini sürekli olarak güncellemeleri, literatür için verilerin sürekliliği bakımından bu seçeneği olanaksız kılacaktır (Wojciak ve ark., 2011). Ayrıca, seri üretim araçlarının karmaşık yapısı da özellikle HAD kullanıcıları açısından bu araç modellerinin kullanımını verimsiz hale getirmektedir. Diğer taraftan literatürde daha basit, jenerik model kullanımı oldukça yaygındır. Ahmed cismi (Ahmed ve ark., 1984), SAE aracı (Le Good & Garry, 2004), MIRA (Yang ve ark., 2018) aracı bunlardan bazılarıdır. Şekil 1' de bunlardan en yaygın olarak kullanılan Ahmed cismi gösterilmiştir. Bu cisimlerin yaygın olarak literatürde kullanılmasıyla, deneysel olarak elde edilen verilerle doğrulama kolay hale gelmektedir. Ayrıca basit yapıları ve literatüre açık olmaları ile simülasyonları görece olarak daha basittir. Ayrıca ERCOFTAC veri tabanı ile deneysel verilerin paylaşılması sonucu, sadece aerodinamik kuvvet katsayıları ile değil, akış profilleri ile doğrulama imkanı da mevcuttur (ERCOFTAC, 2022).



Şekil 1. Ahmed cisminin görünüşü.

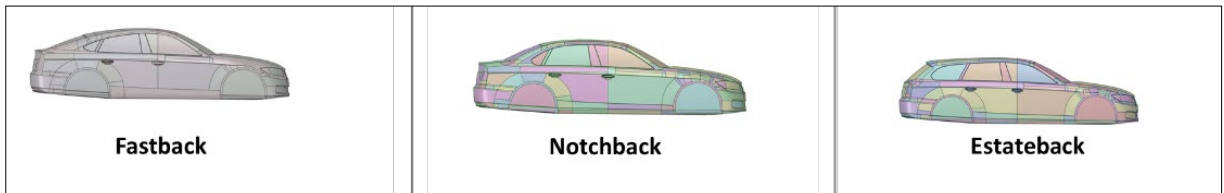
Ancak yıllardan beri kullanılan bu geometriler, oldukça küt ve basit yapıda olup, bu modellerde olumlu sonuçlar alınan akış kontrol çalışmaları seri üretim araçlara uygulanamamış, fikir vermekten öteye gidememiştir. Bunun sebebi küt yapıda olmalarının doğal bir sonucu olarak günümüz akım çizgili araçların akış yapısını yansıtmaktan uzak olmalarıdır. Bu jenerik modellerin ortaya çıktığı yıllarda araçlar daha küt bir yapıdayken, akış yapısını kabaca benzer bir şekilde ortaya koymaktaydı. Ancak, yıllar geçtikçe gelişen imalat yöntemleri, saç presleme teknolojileri ve bilgisayar destekli üretim sayesinde araçlar daha akım çizgili üretilmeye başlamış ve jenerik modeller taşıt aerodinamiğinde üreticiler açısından demode kalmaya başlamıştır (Mack ve ark., 2012). Bu noktada, 2010 yılında, BMW Group, Audi AG ve Münih Teknik Üniversitesi ortaklığı ile yeni bir jenerik model oluşturulmuş ve bu bilimsel boşluk doldurulmuştur. DrivAer adında bu model günümüz araçlarının akım çizgili yapısına sahip olmakla beraber, tekerlekli veya kapalı gövde, yan aynalı veya yan aynasız, detaylı alt gövde veya sade alt gövde gibi çeşitli varyasyonları mevcut olup, literatüre açık (Geometry - Chair of Aerodynamics and Fluid Mechanics) olmasıyla da gittikçe popüler hale gelmektedir. Ayrıca, DrivAer için Fastback, notchback (sedan) ve estateback gibi araç gövde opsiyonları da mevcuttur.

Bu noktalardan hareketle, kapalı gövde DrivAer araç modelleri, Ansys Fluent HAD yazılımında k-w SST türbülans modeli kullanılarak ağdan bağımsızlık testlerine tabii tutulmuştur. Bu testlerde oluşturulan üç farklı ağ çözünürlüğüyle, Richardson ekstrapolasyonu ve GCI metotları kullanılarak, deneysel verilere daha yakın ve ağdan bağımsızlığın istenilen seviyeye getirilebileceği yeni bir dördüncü ağ seviyesi oluşturulmuştur. Sonuçlar aerodinamik sürüklenme kuvvet katsayıları bakımından incelenmiştir.

2. Sayısal Yaklaşım

2.1. Ön işlemler

Modelin katı hale getirilmesi, temizlenmesi yoğunlaştırılacak ağ bölgelerinin belirlenmesi, çözücü için akış alanı ve sınır koşullarının belirlenmesi için bir CAD yazılımı olan SpaceClaim programı kullanılmıştır. Bu çalışmada, kapalı gövde fastback, notchback ve estateback olarak üç farklı DrivAer jenerik model kullanılmıştır (Şekil 2).



Şekil 2. Bu çalışmada kullanılan DrivAer geometrileri.

Akış alanı oluşturulurken daha önce yapılan literatürdeki benzer HAD çalışmaları dikkate alınarak yeterince büyük olması sağlanmıştır ki akış hızı profillerinin hesaplama alanının girişinden cisme ulaşana kadar tam gelişmiş olması, cismin arkasındaki iz alanının (wake region) tam olarak

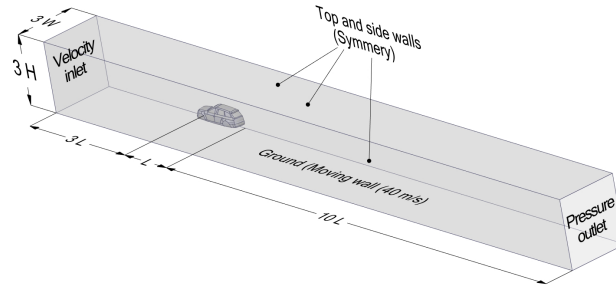
kapsanması ve blokaj etkilerinin minimum düzeyde tutulması hedeflenmiştir. Nitekim akış alanının girişinden araç ön yüzüne kadar olan bölgenin ve aracın arkasından basınç çıkışına kadar olan bölgenin uzunluğu, literatürdeki bazı çalışmalardan (Heft et al., 2012; Ashton & Revell, 2014; Jakirlic et al., 2016) yüksek tutulmuştur. Akış alanının bu özellikleri ile blokaj oranı $A_{\text{ön}}/A_H < \%5$ olarak belirlenmiştir. Çengel ve Cimbala blokaj oranının $\%7.5$ ' ten küçük olmasını tavsiye etmişlerdir (Cengel & Cimbala, 2006). Ayrıca, rüzgâr ve su tüneli gibi deneysel metotlarda sabit olan yan ve üst duvarlar, bu HAD çalışmasında, literatürde de sıklıkla kullanılan bir yöntemle simetri sınır koşulu (symmetry boundary condition) olarak ayarlanmıştır. Bu yöntemle, üst ve yan duvarlarda serbest kayma koşulu tanımlaması yapılarak blokaj etkilerinin bertaraf edildiği düşünülebilir (Huminic & Huminic, 2010). Ayrıca araç uzunluğuna bağlı $Re_L=5.2 \times 10^6$ koşulunun sağlanması için giriş hızı üniform $U_\infty=45$ m/s olarak girilmiştir. Hesaplama alanı ve bu alandaki sınır koşullarına dair detaylar Şekil 3, Çizelge 1 ve Çizelge 2'de paylaşılmıştır.

Çizelge 1. Bu çalışmadaki kullanılan sınır koşulları

	Giriş	Çıkış	Zemin	Yan ve üst duvarlar	Araç yüzeyi
Sınır koşulu	Hız Girişi	Basınç çıkışı	Hareketli duvar	Serbest Kayma Sınır Koşulu	Sabit duvar
Değer	45 m/s (üniform)	0 Pa	45 m/s (üniform)	Serbest kayma	Kaymamazlık koşulu

Çizelge 2. Hesaplama alanı özellikleri

Akış Alanı	Yarı simetrik, daimî, türbülanslı ve sıkıştırılmaz
Boy X En X Yükseklik	14L X 3H X 3W
$A_{\text{ön}}$	$\cong 2.3 \text{ m}^2$
$A_{\text{ön}}/A_H$ (Blokaj oranı)	$< \%5$



Şekil 3. 3-boyutlu hesaplama alanı.

2.2. Ağ hazırlama

Bu sayısal çalışmada ağ hazırlanırken Ansys 'in Fluent-Meshing'de sunduğu Watertight Geometry Workflow görev-tabanlı ağ geliştirme yazılımı kullanılmıştır. HAD çalışmalarında ağ oluşturulurken temel amaç sayısal doğruluktan ödün vermeden uygun kalite ve sayıda eleman ile ağ yapısı oluşturmaktır. Böylelikle hesaplama zamanı ve sayısal doğruluk arasındaki denge sağlanabilmektedir. Bu amaçla, akış alanında çözüm hassasiyeti kritik olan alanlarda, ağı etkileme bölgeleri (Body of Influence ya da BOI) kullanılarak akışın uzak bölgelerinde kullanılan ağ sayısına oranla kademeli olarak daha fazla ağ elemanı oluşturulmuştur. Araca yakın olandan uzağa doğru iki farklı BOI kullanılmıştır; BOI I ve BOI II. Ağdan bağımsızlık testlerinde de BOI maksimum eleman sayısı artırılarak simülasyonlar yapılmıştır. Ayrıca uygun kalitede ağ üretmek için yazılımın, hacim ve yüzeylerde ağ iyileştirme özelliklerinden faydalanılmıştır. Bu sayede ağ kalitesinin bütün durumlarda çarpıklık (skewness) < 0.7 olması sağlanmıştır ki bu, böyle karmaşıklıkta bir akış alanı için oldukça iyi

bir değerdir (Lanfrít, 2005). Bu değerin yüksek olması halinde, HAD kullanıcıları yakınsamada zorluklar ve doğru olmayan sonuçlarla karşılaşabilmektedirler.

Bu çalışmada daha az ağ elemanı ile daha iyi ağ kalitesi ve sayısal sonuçlar elde etmek için son yıllarda geliştirilen Poly-Hexcore ağ elemanı tipi kullanılmıştır. Bu ağ elemanı tipi sayesinde karmaşık ve dar alanlardan serbest akış alanına geçerken daha iyi sonuçlar veren çok yüzeysel (Polyhedral) ağ elemanları kullanılırken, serbest akış alanında ise altı yüzeysel (Hexahedral) ağ elemanları kullanılır.

Diğer yandan türbülanslı sınır tabakasının doğru olarak çözülmesi, HAD simülasyonlarında, akışa maruz kalan cisimlerin üzerindeki kuvvetleri doğru hesaplayabilmek için önemli bir husustur (Schlichting & Gersten, 2016). Bu anlamda bazı kullanıcılar çözüm ağlarında, yetersiz prizmatik ağ katmanı ya da türbülans modeli ile uyumsuz ilk ağ yüksekliği kullanabilmektedirler. Bütün ağlarda ilk hücre yüksekliği $h_0=0.05$ mm olacak şekilde simülasyonlar gerçekleştirilmiştir. İlk hücre yüksekliğinin bu değeri ile, bu çalışmada kullanılan türbülans modelinin ($k-\omega$ SST) doğru sonuçlar vermesi için bir gereklilik olan $y^+ < 5$ şartı sağlanmıştır (Menter, 1992). Bu çalışmada, türbülans viskozitesi hipotezine dayanan, Shear Stress Transport (SST) türbülans modeli kullanılmıştır. Bu türbülans modeli özellikle otomotiv aerodinamiği simülasyonlarında üstün modelleme ve makul hesaplama maliyetine sahiptir. Alan sınırlamaları nedeniyle, $k-\omega$ SST modelinin denklemleri ve ilgili parametreleri burada sunulmamıştır. Bir zaman ortalamalı Navier-Stokes (RANS) modeli olan $k-\omega$ SST, geleneksel türbülans modellerinin farklı üstün özelliklerini birleştirmek için harmanlama fonksiyonu (blending function) içerir ve sonuçta karmaşık bir akışın farklı bölgelerinde istenen özelliklere ulaşır. Harmanlama fonksiyonu sayesinde, türbülanslı sınır tabakasında ve kaymamazlık koşulu olan cidarlara yakın bölgelerde daha iyi modelleme yapan $k-\omega$ türbülans modeli kullanılırken, serbest akış bölgesinde daha iyi akış modelleme özelliklerine sahip $k-\epsilon$ modeli aktif hale gelir. Böylelikle hem sınır tabaka için hem de serbest akış bölgesi için iki farklı türbülans modelinin üstün özelliklerinden de faydalanılmış olmaktadır (Chen ve ark., 2015). Türbülanslı sınır tabakası, y^+ ve nasıl hesaplandığına dair daha fazla detay için okuyucular (Cengel & Cimbala, 2006; Soares & De Souza, 2015; Schlichting & Gersten, 2016) referanslarına göz atabilirler.

Ağdan bağımsızlık testi, taşıt aerodinamiği simülasyonları için, ağ sayısı kademeli olarak artırılırken, nicel bir sonucun (yaygın olarak C_D , C_L , C_P veya cismin arkasındaki iz bölgesinden alınan hız profili vb) sabitlendiği ağ sayısının belirlenmesi ilkesine dayanmaktadır (Yılmaz & Çiçek, 2017; Şimşek, 2020). Bu çalışmada ağı etkileme bölgelerinin yanı sıra, global ağ elemanlarının boyutları değiştirilerek elde edilen 3 farklı ağ durumu test edilmiştir. Ağ seviyelerinin özellikleri ve Çizelge 3' te paylaşılmıştır. Bütün ağ seviyelerinde ağ elemanları için en-boy oranının 100'den küçük olması sağlanmıştır.

Çizelge 3. Ağdan bağımsızlık testlerinde kullanılan ağların özellikleri

Ağ Seviyesi		Ağ 3	Ağ 2	Ağ 1	Ağ*
Maksimum eleman uzunluğu (BOI I)		30 mm	20 mm	10 mm	6 mm
Maksimum eleman uzunluğu (BOI II)		40 mm	30 mm	20 mm	10 mm
Duvara yakın ilk ağ yüksekliği		0.04 mm	0.04 mm	0.04 mm	0.04
Toplam prizmatik ağ elemanı sayısı		20	20	20	20
Prizmatik ağ elemanı büyüme oranı		1.2	1.2	1.2	1.2
Keskinlik oranı		0.67	0.65	0.67	0.68
Ortogonal kalite		0.28	0.29	0.27	0.26
Toplam ağ elemanı sayısı*	E	1122037	2588710	6053255	12436474
	F	1080098	2416661	6046474	12833710
	N	1053810	2442436	6015424	12553255

* E: Estateback F: Fastback N: Notchback

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Richardson ekstrapolasyonu

Ağdan bağımsızlık testlerinde türbülanslı akışın doğru modellenebilmesi için ağ elemanı sayısı artış oranı faktörü (r) 1.3 değerinden büyük olmalıdır (Celik ve ark., 2008). Ağ elemanı sayısı artış oranı faktörü (r) aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır:

$$r_{21} = \frac{h_2}{h_1} \quad (1)$$

$$r_{32} = \frac{h_3}{h_2} \quad (2)$$

Formüllerde 3, 2 ve 1 alt indisleri sırasıyla Ağ 3, Ağ 2 ve Ağ 1 seviyelerini gösterirken, h ise akış alanındaki bir ağ elemanın ortalama boyutunu ifade etmektedir. Üç boyutlu bir akış alanında h şu şekilde hesaplanmaktadır:

$$h_{ort} = \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\Delta v_i) \right]^{\frac{1}{3}} \quad (3)$$

Bu denklemde N , hesaplama için kullanılan toplam ağ elemanı sayısını gösterirken, Δv_i ise alt indisindeki rakamın belirttiği ağ elemanın hacmini ifade etmektedir. Bu çalışmadaki ağ seviyelerine göre yukarıda belirtilen parametrelerin değerleri Çizelge 3'te gösterilmiştir.

Çizelge 4. Ağ seviyelerine göre parametrelerin değerleri

Araç Modeli	Parametre	Ağ 1	Ağ 2	Ağ 3
Estateback	Toplam ağ elemanı sayısı (N)	6053255	2588710	1122037
	Ortalama hücre boyutu (h_{ort})	0.0432	0.0574	0.0758
	Ağ artış oranı (r)	$R_{21}=1.32$	$R_{32}=1.33$	
Fastback	Toplam ağ elemanı sayısı (N)	6046474	2416661	1080098
	Ortalama hücre boyutu (h_{ort})	0.0432	0.0587	0.0468
	Ağ artış oranı (r)	$R_{21}=1.36$	$R_{32}=1.31$	
Notchback	Toplam ağ elemanı sayısı (N)	6015424	2442436	1053810
	Ortalama hücre boyutu (h_{ort})	0.0433	0.0585	0.0774
	Ağ artış oranı (r)	$R_{21}=1.35$	$R_{32}=1.31$	

Richardson ekstrapolasyonu, bir fonksiyonun değerinin, bilinen en az iki noktasının değerini kullanarak, analitik olarak hesaplanması zor ya da imkansız belirli bir nokta ya da aralık için tahmin edilmesini sağlayan nümerik bir yöntemdir (Richardson & Gaunt, 1927). HAD için, bu yöntemin adaptasyonu, boyutsal ayrıklaştırmanın maksimum olduğu, akış alanının sonsuz ağ elemanına bölüldüğü ($h \rightarrow 0$), bir problemde çıktı değerlerin hesaplanmasının sağlanabileceği fikri Roache (1997) tarafından ortaya koyulmuştur. Öte yandan ekstrapolasyonun HAD çalışmalarında kullanılabilmesi için, en az üç ağ seviyesi oluşturulması gerektiği belirtilmiştir (Stern ve ark., 2001). Richardson ekstrapolasyonunun denklemi, p^{th} derece metodu olarak aşağıdaki gibi formüle edilmektedir:

$$f_{RE} \approx f_1 + \left[\frac{f_1 + f_2}{r^p - 1} \right] \quad (4)$$

r , (1) ve (2)'deki formüllerde de belirtildiği gibi ağ seviyesi artış oranını, f_i ise i indisindeki rakamın gösterdiği ağ seviyesindeki çıktı sonucunu ifade etmektedir (örneğin C_D). Ekstrapolasyon değeri, kaçınıcı derecede hesaplanacağına (p) göre değişmektedir. p değeri aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır:

$$p = \frac{1}{\ln r_{21}} \left| \ln \left| \frac{\varepsilon_{32}}{\varepsilon_{21}} \right| + q(p) \right| \quad (5)$$

$$\varepsilon_{32} = f_3 - f_2 \quad (6)$$

$$\varepsilon_{21} = f_2 - f_1 \quad (7)$$

$$q(p) = \ln \left(\frac{r_{21}^p - s}{r_{32}^p - s} \right) \quad (8)$$

$$s = \text{sign} \left(\frac{\varepsilon_{32}}{\varepsilon_{21}} \right) \quad (9)$$

Burada ağ artış oranının sabit olduğu durumlarda ($r_{21}=r_{32}$), $q(p)=0$ olacağı bilinmelidir. Ancak, günümüz ağ oluşturma yazılımlarında bu oranı hassas bir şekilde sabit tutmak pek çok kez mümkün olmamaktadır. Burada denklem (5)'i hesaplamak için Regula Falsi ya da Newton Raphson gibi nümerik çözüm yöntemleri kullanılabilir. Bu çalışmada da Çizelge 4'te görüldüğü gibi, ağ artış oranı sabit değildir.

Ekstrapolasyon hesaplamalarıyla elde edilen değerlerin güvenilirliğini belirlemek için, yakınsama davranışı (R) tespit edilmelidir:

$$R = \frac{\varepsilon_{21}}{\varepsilon_{32}} \quad (10)$$

R için üç olasılık mevcuttur:

1. Monotonik yakınsama ($0 < R < 1$)
2. Salımlı yakınsama ($R < 0$)
3. İraksama ($R > 1$)

Daha yüksek doğrulukta bir çözüm ve yakınsama için, yakınsama durumunun (R), monotonik yakınsama durumunda olması önerilmektedir (Shaharuddin ve ark., 2018).

3.2. Ağ yakınsama indeksi (GCI-grid convergence index)

Ağ yakınsama indeksi, ağdan bağımsızlık testleri için ağ boyutları sifira yaklaşırken, daha düzenli ve güvenilir sonuçlar veren bir metottur. Bu metotta hesaplamalar, Richardson ekstrapolasyonu ile türetilen kesirli hataya dayanmaktadır. GCI, belirli bir ağ çözünürlüğünün sonucunun, asimptotik aralığa, ağdan bağımsız hale gelmiş nümerik simülasyonun sonucuna, yüzdeye yakınlığını hesaplamaktadır. GCI' nin küçük değerde olması, nümerik sonucun asimptotik sonuca yaklaştığını göstermektedir. Böylelikle, HAD simülasyonlarında, boyutsal ayrıklaştırmanın getirdiği hataları (spatial discretization errors) minimize edilebilmeyi hedeflemektedir. Ancak burada, asimptotik değer aralığının, gerçek fiziksel sonuca her zaman yakın olamayabileceği not edilmelidir. Bunun sebebi, zamansal ayrıklaştırma, fiziksel modelleme, geometri modellemesindeki sadeleştirme, matematiksel yuvarlama, iteratif yakınsama gibi hata kaynaklarının da sonucu etkileyebilmesidir (Uncertainty and Error in CFD Simulations). GCI, farklı ağ çözünürlüğü seviyeleri için şu şekilde hesaplanmaktadır:

$$GCI_{i+1,i} = F_s \frac{|\varepsilon_{i+1,i}|}{f_i(r^p - 1)} \times 100\% \quad (11)$$

Bu denklemde F_s , emniyet katsayısını ifade etmektedir. Wilcox, emniyet katsayısının, üç veya daha fazla ağ çözünürlüğü seviyesi için 1.25 olması gerektiğini belirtmiştir (Wilcox, 2006). Hesaplama sonuçlarının, deneysel duruma kıyaslayarak bulunan hata oranları ise şu şekilde hesaplanmaktadır:

$$E_i = \left| \frac{f_{deneysel} - f_i}{f_{deneysel}} \right| \times 100\% \quad (12)$$

Çizelge 5. Ağ çözünürlükleri için GCI ve Richardson ekstrapolasyonu değerleri

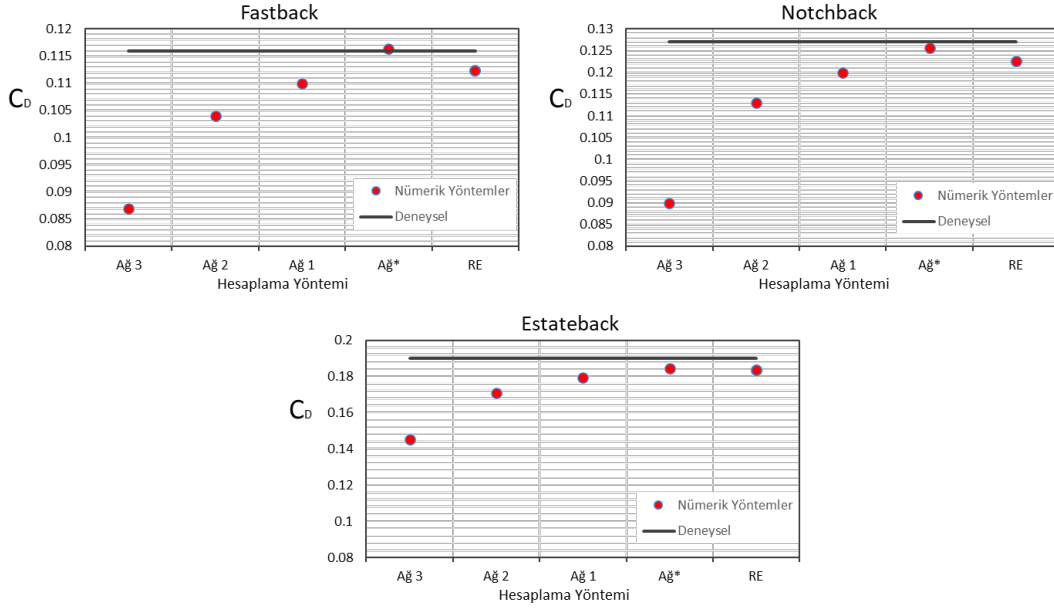
	$ \epsilon_{32} $	$ \epsilon_{21} $	R	p	GCI_{32}	GCI_{21}	$GCI_{32}/r^p GCI_{21}$
Estateback	-0.0262	-0.0083	0.3168	4.155	%8.77	%2.58	1.05
Fastback	-0.0169	-0.0059	0.3491	4.173	%9.84	%2.60	1.06
Notchback	-0.0232	-0.0072	0.3103	4.301	%10.96	%2.83	1.06

Ağ 1, Ağ 2 ve Ağ 3 için gerçekleştirilen simülasyonların GCI ve ekstrapolasyon denklemlerindeki parametre değerleri Çizelge 5’te paylaşılmıştır. Değerler gözlemlendiğinde, üç farklı araç modelinde, monotonik yakınsama durumu mevcuttur. Öte yandan Ağ 3 seviyesinden, Ağ 2 seviyesine geçişlerde bütün GCI değerlerinin %8’den yüksek olduğu görülmektedir. GCI değerinin, en yüksek çözünürlüklü ağ ve bir önceki daha kaba ağ arasında %5’ten daha az olduğu durumlarda, daha iyi sonuçlar alındığı belirtilmiştir (Sukri ve ark., 2009). Ağ 2 seviyesinden, Ağ 1 seviyesine geçişlerde ise bu koşul bütün modeller için sağlanmıştır. GCI_{21} için estateback, fastback ve notchback modellerinde sırasıyla %2.58, %2.60 ve %2.83 değerleri elde edilmiştir. Öte yandan bir HAD çalışmasında $GCI_{32}/r^p GCI_{21} \approx 1$ koşulunun sağlanması çözümün asimptotik değer aralığında olduğunun bir göstergesidir. Eğer çözüm asimptotik değer aralığında değilse simülasyonların ağdan bağımsız olduğu söylenemez (Baker ve ark., 2020). Bu çalışmadaki bulgulara bakıldığında, bu koşulun üç model için de sağlandığı görülmektedir.

Öte yandan, arzu edilen bir ağ yakınsama indeksini (GCI^*) yakalamak için, bir sonraki ağ artış oranını (r_*) tahmin etmeye yarayan formül ise aşağıdaki gibidir:

$$r_* = \sqrt[p]{GCI_{12}/GCI_*} \quad (13)$$

Yukardaki denklem (13)’ten yararlanılarak, bir sonraki ağ çözünürlüğü için, ağ artış oranı (r_*) tahmin edilmiştir. $GCI^* = 1$ durum ele alınmıştır, ancak bu durumun sağlanması için, üç modelde de yeni ağ seviyesinin ($Ağ^*$) yaklaşık en az 12 milyon ağ elemanı gerektirdiği öngörülmüştür. Bu durum dikkate alınarak, akış bölgesindeki bütün çözünürlükler artırılarak seviyesi oluşturulmuştur. Bu ağa ait özellikler Çizelge 3’te sunulmuştur. Ağ 1, Ağ 2, Ağ 3, Richardson ekstrapolasyonu ile hesaplanan (RE) ve $GCI^* = 1$ durumu için oluşturulan yeni ağ seviyesi ($Ağ^*$) için belirlenen sonuçlar Şekil 4’te gösterilmiştir. Verilerin tablo halinde sunumu ve deneysel olarak elde edilen C_D ‘na göre hata oranları ise Çizelge 6’da sunulmuştur.



Şekil 4. Hesaplama yöntemine göre DrivAer modellerinin C_D sonuçları.

Çizelge 6. DrivAer modellerinin C_D sonuçları ve deneysel yönleme kıyasla hata oranları

Araç Modeli	Değer	Ağ 3	Ağ 2	Ağ 1	Ağ*	RE
<i>Estateback</i>	C_D	0.1449	0.1711	0.1794	0.1844	0.1831
	E_j	23.74%	9.95%	5.58%	2.95%	%3.63
<i>Fastback</i>	C_D	0.0871	0.104	0.1099	0.1163	0.1122
	E_j	24.91%	10.34%	5.26%	0.26%	3.29%
<i>Notchback</i>	C_D	0.0905	0.1132	0.1204	0.1256	0.1231
	E_j	29.13%	10.87%	5.20%	1.10%	3.05%

Sonuçlar incelendiğinde Ağ 3 ve Ağ 2 için, deneysel veriye kıyasla hata oranlarının yüksek olduğu görülmektedir. Bu durumun temel sebebinin, DrivAer geometrilerinin kompleks geometrileri sonucu daha fazla ağ elemanı gerektirmeleri olduğu değerlendirilebilir. Nitekim literatürde, DrivAer araç modelleri üzerinde yapılan HAD çalışmaları incelendiğinde, doğru sonuçlar elde edebilmek adına ağ elemanı sayılarının 50 milyon, hatta kimi durumlarda 200 milyon seviyelerinde olduğu görülebilmektedir (Guilmineau, 2014; Ashton & Revell, 2014 and 2015; Yazdani, 2015; Ashton ve ark., 2016). Ağ 1 çözünürlük seviyesinde ise daha kabul edilebilir olarak $E_j < \%6$ koşulu bütün modellerde elde edilebilmiştir. Richardson ekstrapolasyonu ile hesaplanan değerler, bütün modellerde %4'ün altında hata ile tespit edilmiştir. Deneysel verilere en yakın sonuçlar ise Ağ* seviyesinde gözlemlenmiştir. Ağ* için, yaklaşık olarak 12 milyon ağ elemanı mertebeleriyle elde edilen sonuçlar, literatürde yaygın olarak çok daha fazla ağ elemanı ile elde edilebilen sonuçlara kıyasla daha az hata oranlarıyla elde edilebilmiştir. Örneğin Yazdani (2015), kapalı gövde DrivAer fastback, estateback ve notchback modelleri için, çok daha fazla hesaplama maliyeti ve donanım gerektiren 200 milyon ağ elemanlı, daimî olmayan Spalart-Allmaras DDES hibrit türbülans modeliyle, C_D 'ni deneysel verilere kıyasla sırasıyla %14.66, %2.63 ve %10.24 hata oranlarıyla elde edebilmiştir.

4. Sonuç

Bu çalışmada kapalı gövde DrivAer araç modelleri, Ansys Fluent HAD yazılımında $k-\omega$ SST türbülans modeli kullanılarak ağdan bağımsızlık testlerine tabii tutulmuştur. Boyutsal ayrıklaştırmadan kaynaklanan hataları minimize edebilmek için, testlerde oluşturulan üç farklı ağ çözünürlüğüyle, Richardson ekstrapolasyonu ve GCI metotları kullanılarak, deneysel verilere daha yakın ve ağdan

bağımsızlığın istenilen seviyeye getirilebileceği yeni bir dördüncü ağ seviyesi oluşturulmuştur. Sonuçlar aerodinamik sürükleme kuvvet katsayıları bakımından incelenmiştir.

Bu çalışma ile, DrivAer kapalı gövde araç geometrileri için, literatürdeki muadillerinin ağ elemanı sayılarına kıyasla, daha az ağ elemanı ile deneysel verilere yakın sonuçlar elde edilmiştir. Öte yandan Richardson ekstrapolasyonu ile elde edilen sonuçlar da deneysel verilere yakınsamada iyi sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir. Daha sonraki çalışmalarda, ağ yakınsama indeksi kullanılarak oluşturulan ileri ağ seviyesinin, akış profili, yüzey basıncı katsayıları, araç arkasındaki akış yapısı incelenecektir. Ayrıca, ağ elemanı sayısı sonsuza giderken ($h \rightarrow 0$), Richardson ekstrapolasyonu ile bu verilerin tüm akış alanı için elde edilip edilemeyeceği, elde edilebilmesi durumunda deneysel verilere yakınsamaları hem kalitatif hem de kantitatif sonuçlarla incelenecektir.

Simgeler

$A_{\text{ön}}$	Ön kesit alanı (m^2)	h	Hesaplama bölgesindeki ortalama hücre boyutu
A_H	Hesaplama bölgesinin kesit alanı (m^2)	L	Aracın uzunluğu (m)
C_D	Sürükleme katsayısı	N	Toplam ağ elemanı sayısı
C_L	Kaldırma katsayısı	p	Denklemin derecesi
C_P	Basınç katsayısı	Re_L	Aracın uzunluğuna bağlı Reynolds Sayısı
f	Çıktı sonucu	R	Yakınsama davranışı
F_S	Emniyet katsayısı	y^+	Boyutsuz ilk hücre yüksekliği
GCI	Ağ yakınsama indeksi	ΔC_D	Sürükleme katsayısının değişimi (sayım)
E_i	Hata oranı	v_i	i Numaralı hücrenin hacmi (m^3)

Teşekkür

Bu çalışma, Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri komisyonu (BAP) tarafından FDK-2021-13262'nolu proje tarafından desteklenmiştir.

Kaynakça

- Ahmed, S. R., Ramm, G., & Faltin, G. (1984). Some salient features of the time-averaged ground vehicle wake. *SAE Technical Papers*, 840300. doi:10.4271/840300
- Ashton, N., & Revell, A. (2014). Investigation into the predictive capability of advanced Reynolds-Averaged Navier-Stokes models for the DrivAer automotive model. *The International Vehicle Aerodynamics Conference*, 125-137. doi:10.1533/9780081002452.4.125
- Ashton, N., & Revell, A. (2015). Comparison of RANS and DES methods for the DrivAer automotive body. *SAE Technical Papers*, 2015-01-1538. doi:10.4271/2015-01-1538
- Ashton, N., West, A., Lardeau, S., & Revell, A. (2016). Assessment of RANS and DES methods for realistic automotive models. *Computers and Fluids*, 128, 1-15. doi:10.1016/j.compfluid.2016.01.008
- Baker, N., Kelly, G., & O'Sullivan, P. D. (2020). A grid convergence index study of mesh style effect on the accuracy of the numerical results for an indoor airflow profile. *International Journal of Ventilation*, 19(4), 300-314. doi:10.1080/14733315.2019.1667558
- Celik, I. B., Ghia, U., Roache, P. J., Freitas, C. J., Coleman, H., & Raad, P. E. (2008). Procedure for estimation and reporting of uncertainty due to discretization in CFD applications. *Journal of Fluids Engineering, Transactions of the ASME*, 130(7), 0780011-0780014. doi:10.1115/1.2960953
- Cengel, Y., & Cimbala, J. (2006). *Fluid Mechanics: Fundamentals and Application*. McGraw-Hill.
- Chen, W. L., Cao, Y., Li, H., & Hu, H. (2015). Numerical investigation of steady suction control of flow around a circular cylinder. *Journal of Fluids and Structures*, 59, 22-36. doi:10.1016/j.jfluidstructs.2015.09.002
- Cho, J., Park, J., Yee, K., & Kim, H. L. (2018). Comparison of various drag reduction devices and their aerodynamic effects on the DrivAer Model. *SAE International Journal of Passenger Cars - Mechanical Systems*, 11(3), 225-238. doi:10.4271/06-11-03-0019

- ERCOFTAC. (2022). Home. <https://www.ercoftac.org/> Erişim tarihi: 16.03.2022.
- Geometry - Chair of Aerodynamics and Fluid Mechanics. (2022). <https://www.epc.ed.tum.de/en/aer/research-groups/automotive/drivaer/geometry/> Erişim tarihi: 16.03.2022.
- Guilmineau, E. (2014). Numerical simulations of flow around a realistic generic car model. *SAE International Journal of Passenger Cars - Mechanical Systems*, 7(2), 646-653. doi:10.4271/2014-01-0607
- Heft, A. I., Indinger, T., & Adams, N. A. (2012, Haziran). *Experimental and numerical investigation of the DrivAer model*. Proceedings of the ASME 2012 Fluids Engineering Division Summer Meeting collocated with the ASME 2012 Heat Transfer Summer Conference and the ASME 2012 10th International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels. Volume 1: Symposia, Parts A and B. Rio Grande, Puerto Rico, USA. doi:10.1115/FEDSM2012-72272
- Huminic, A., & Huminic, G. (2010). Computational study of flow in the underbody diffuser for a simplified car model. *SAE Technical Papers*, 2010-01-0119. doi:10.4271/2010-01-0119
- Huminic, A., & Huminic, G. (2012). Numerical flow simulation for a generic vehicle body on wheels with variable underbody diffuser. *SAE Technical Papers*, 2012-01-0172. doi:10.4271/2012-01-0172
- Huminic, A., & Huminic, G. (2017). Aerodynamic study of a generic car model with wheels and underbody diffuser. *International Journal of Automotive Technology*, 18(3), 397-404. doi:10.1007/s12239-017-0040-6
- Jakirlic, S., Kutej, L., Hanssmann, D., Basara, B., & Tropea, C. (2016). Eddy-resolving simulations of the notchback “DrivAer” model: Influence of underbody geometry and wheels rotation on aerodynamic behaviour. *SAE Technical Papers*. doi:10.4271/2016-01-1602
- Lanfrit, M. (2005). *Best practice guidelines for handling Automotive External Aerodynamics with FLUENT*. https://www.southampton.ac.uk/~nwb/lectures/GoodPracticeCFD/Articles/Ext_Aero_Best_Practice_Ver1_2.pdf
- Le Good, G. M., & Garry, K. P. (2004). On the use of reference models in automotive aerodynamics. *SAE Technical Papers*, 2004-01-1308. doi:10.4271/2004-01-1308
- Mack, S., Indinger, T., Adams, N. A., Blume, S., & Unterlechner, P. (2012, Temmuz). *The interior design of a 40% scaled DrivAer body and first experimental results*. Proceedings of the ASME 2012 Fluids Engineering Summer Meeting FEDSM2012. Rio Grande, Puerto Rico.
- Menter, F. (1992). Improved two-equation k-omega turbulence models for aerodynamic flows. *NASA Technical Memorandum*, 103978, 1-31.
- Read, C., & Viswanathan, H. (2020). An aerodynamic assessment of vehicle-side wall interaction using numerical simulations. *International Journal of Automotive and Mechanical Engineering*, 17(1), 7587-7598. doi:10.15282/IJAME.17.1.2020.08.0563
- Richardson, L. F., & Gaunt, J. A. (1927). VIII. The deferred approach to the limit. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, 226(636-646), 299-361. doi:10.1098/rsta.1927.0008
- Roache, P. J. (1997). Quantification of uncertainty in computational fluid dynamics. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 29, 123-160. doi:10.1146/annurev.fluid.29.1.123
- Saraf, A. K., Singh, D. M. P., & Chouhan, D. T. S. (2017). Effect of dimple on aerodynamic behavior of airfoil. *International Journal of Engineering and Technology*, 9(3), 2268-2277. doi:10.21817/ijet/2017/v9i3/1709030335
- Schlichting, H., & Gersten, K. (2016). *Boundary-Layer Theory*. Springer, Berlin Heidelberg. doi:10.1007/978-3-662-52919-5
- Shaharuddin, N. H., Ali, M. S. M., Mansor, S., Muhamad, S., & Zaki, S. A. (2018). Numerical study for flow over a realistic generic model, DrivAer, using URANS. *Journal of Advanced Research in Fluid Mechanics and Thermal Sciences*, 48(2), 183-195.
- Şimşek, O. (2020). Üstten akışlı kapak akiminin sayısal modellenmesi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 8(3), 808-819. doi:10.21923/jesd.752914
- Soares, R. F., & De Souza, J. L. F. (2015). Tailpipe position over a realistic 3D road car model: The effect on drag coefficient, *SAE Technical Paper Series*, 2015-36-0522. doi:10.4271/2015-36-0522

- Stern, F., Wilson, R. V., Coleman, H. W., & Paterson, E. G. (2001). Comprehensive approach to verification and validation of CFD simulations—Part 1: Methodology and procedures. *Journal of Fluids Engineering, Transactions of the ASME*, 123(4), 793-802. doi:10.1115/1.1412235
- Sukri, M., Ali, M., Doolan, C. J., & Wheatley, V. (2009, Aralık). *Grid convergence study for a two-dimensional simulation of flow around a square cylinder at a low Reynolds number*. Seventh International Conference on CFD in the Minerals and Process Industries CSIRO, Melbourne, Australia.
- Tunay, T., Yanıktepe, B., & Sahin, B. (2016). Computational and experimental investigations of the vortical flow structures in the near wake region downstream of the Ahmed vehicle model. *Journal of Wind Engineering and Industrial Aerodynamics*, 159, 48-64. doi:10.1016/j.jweia.2016.10.006
- Uncertainty and error in CFD simulations. (2022). <https://www.grc.nasa.gov/www/wind/valid/tutorial/errors.html> Erişim tarihi: 18.06.2022.
- Wilcox, D. C. (2006). *Turbulence Modeling for CFD* (Third Edition). DCW Industries.
- Wojciak, J., Theissen, P., Heuler, K., Indinger, T., Adams, N., & Demuth, R. (2011). *Experimental investigation of unsteady vehicle aerodynamics under time-dependent flow conditions - Part2*. SAE 2011 World Congress and Exhibition. doi:10.4271/2011-01-0164
- Yang, Y., Zhang, D., & Liu, Z. (2018). Optimization and design method for a rough rear surface on the notchback MIRA model. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*, 232(10), 1297-1309. doi:10.1177/0954407017728840
- Yazdani, R. (2015). *Steady and Unsteady Numerical Analysis of the DrivAer Model*. (MSc), Chalmers University of Technology, Goteborg, Sweden
- Yılmaz, N., & Çiçek, İ. (2017). Standart test pervanesi analizleri ile hesaplamalı akışkanlar dinamiği analiz altyapısının doğrulanması. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 6(4), 681-690. doi:10.21923/jesd.400115
- Yu, X., Jia, Q., Bao, D., & Yang, Z. (2018). A comparative study of different wheel rotating simulation methods in automotive aerodynamics. *SAE Technical Papers*, SAE International. doi:10.4271/2018-01-0728
- Zhang, C., Bounds, C. P., Foster, L., & Uddin, M. (2019). Turbulence modeling effects on the CFD predictions of flow over a detailed full-scale sedan vehicle. *Fluids*, 4(3), 148. doi:10.3390/fluids4030148



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Antropojenik Etkiler ve İklim Değişikliği Baskısı Altında Sulak Alanlar: Van Kalesi ve Çevresi Doğal Sit Alanı Örneği

Emel AYDIN¹, Serkan KEMEÇ*²

¹ Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Peyzaj Mimarlığı Anabilim Dalı, 65080, Van, Türkiye

² Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mimarlık ve Tasarım Fakültesi, Şehir ve Bölge Planlama Bölümü, 65080, Van, Türkiye

Emel AYDIN, ORCID No: [0000-0002-5262-6975](https://orcid.org/0000-0002-5262-6975), Serkan KEMEÇ, ORCID No: [0000-0001-5604-1088](https://orcid.org/0000-0001-5604-1088)

*Sorumlu yazar e-posta: serkankemec@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 31.10.2022
Kabul: 13.08.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1196351](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1196351)

Anahtar Kelimeler

İnsan etkisi,
Koruma alanı,
Küresel iklim değişikliği,
Sulak ekosistemler,
Van Kalesi

Özet: İklim değişikliği ve diğer antropojenik etkilere karşı kırılgan olan sulak alanlar, ekosistemdeki en verimli ve karbon açısından zengin bölgeler arasındadır. Özellikle kıyı sulak alanları, dolgu, yapılaşma ve yol gibi insan kaynaklı müdahalelerle tehdit altındadır. Çalışma, bir kıyı sulak alanı olan Van Kalesi ve Çevresi Doğal Sit Alanı ele almaktadır. Uygun mekânsal korelasyon ve regresyon yöntemleri kullanılarak yapılan analiz ve değerlendirmeler sonucunda, iklim değişikliği değişkenlerinde artma ve azalma eğilimleri olduğu tespit edilmiştir. Uydu görüntüleriyle yapılan ölçümler sulak alanda dolgu ve yol yapımı sebebiyle önemli oranda tahribat ve arazi kullanımı değişimi olduğunu göstermektedir. CORINE arazi örtüsü haritalarının analiz sonuçları arazi örtüsü değişimini desteklemekte ve sulak alanlarda azalma olduğunu göstermektedir. Çalışma sonucunda, alana yaklaşık 353.000 m² dolgu ve 8.5 km yol yapıldığı ve dolayısıyla şehirde müdahale edilen alan kadar ekosistem hizmetinin devre dışı kaldığı tespit edilmiştir. Daha büyük tahribatları önlemek amacıyla, alanın kesin korunacak alan ya da nitelikli koruma alanı olarak tescillenmesi gerekmektedir.

Wetlands Under the Pressure of Anthropogenic Impacts and Climate Change: Van Castle and Its Surroundings Natural Protected Area Example

Article Info

Received: 31.10.2022
Accepted: 13.08.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1196351](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1196351)

Keywords

Conservation area,
Global climate change,
Human impact,
Van Fortress,
Wetland ecosystems

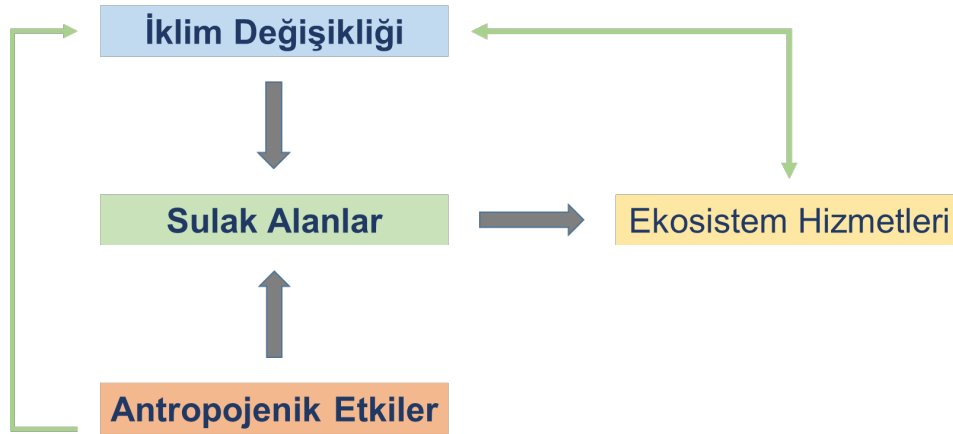
Abstract: Wetlands, which are vulnerable to climate change and other anthropogenic impacts, are among the most productive and carbon-rich areas in the ecosystem. Coastal wetlands, in particular, are threatened by anthropogenic interventions such as land reclamation, urbanization, and road construction. This study focuses on Van Castle and its Surrounding Natural Protected Area, which represents a coastal wetland. Through appropriate spatial correlation and regression methods, the analysis and evaluations reveal trends of both increasing and decreasing variables related to climate change. Measurements based on satellite imagery indicate significant damage and land use changes in the wetland area due to land reclamation and road construction. The analysis of CORINE land cover maps also supports the decrease in wetland areas. The study concludes that approximately 353,000 m² of land has been reclaimed and 8.5 km of roads have been built, resulting in the exclusion of ecosystem services equivalent to the intervened area within the city. To prevent further degradation, it is crucial to designate this area as a strictly protected or qualified conservation zone.

1. Giriş

Küresel bir sorun olan ve antropojenik etkiler sebebiyle de günden güne daha yakıcı bir şekilde hissedilen iklim değişikliği canlı toplulukları, ekosistemler ve arazi örtüsü gibi birçok konuda olumsuz bir itici güç olarak karşımıza çıkmakta ve bu tehdit devam etmektedir (Morelli ve ark., 2020). İklim değişikliği canlı topluluklarını etkileyerek biyoçeşitliliğin azalmasına, ekosistemleri etkileyerek birçok ekosistem döngüsünün bozulmasına ve ekosistem hizmetlerinin devre dışı kalmasına, arazi örtüsünü etkileyerek de arazi kaybına, peyzajların ve arazi kullanımının değişmesine sebebiyet vermektedir. IPCC (2013) raporuna göre; iklim değişikliği etkisi ile gelecek 50-100 yıl boyunca biyoçeşitlilik kaybında en tehlikeli seviyelerin görülmesi beklenmektedir (Sintayehu, 2018). Canlı ve cansız öğelere sahip olan ekosistemin, cansız öğelerinden olan sıcaklık, yağış ve yağışı etkileyen nispi nem ve bulutluluk birer iklim değişkenidir ve bu değişkenlerde meydana gelen ve gelecek olan olağandışı tüm değişimler iklim değişikliği etkisini arttırmaktadır. Dolayısıyla iklimsel aşırılıklar yaşanmakta ve bu durum ekosistemi ve sunduğu hizmetleri etkilemektedir. Hidrolojik döngü ve enerji döngüsüyle yakından ilgili olan iklim değişikliği bu yönüyle arazi kullanımı ve arazi örtüsü türlerinin değişimi üzerinde orantısız bir etkiye sahiptir (Majeed ve ark., 2021; Mumtaz ve ark., 2021). Tropik ormanlarla birlikte dünyanın en güçlü ekosistemleri olan (Kusler, 2003), çoklu ekosistem hizmeti sağlayan ve biyolojik çeşitliliğin korunmasında hayati bir role sahip olan sulak alanlar (RCS, 2006), iklim değişikliğinin ve antropojenik etkilerin olumsuzluklarından etkilenen arazi örtüsü sınıflarının başında gelmektedir. Birçok farklı tanıma sahip sulak alanlar, Ramsar Sözleşmesinde (Özellikle Su Kuşları Yaşama Ortamı Olarak Uluslararası Önem Sahip Sulak Alanlar Hakkında Sözleşme); doğal veya yapay, devamlı veya geçici, sürekli veya mevsimsel, suları durgun veya akıntılı, tatlı, acı veya tuzlu, denizlerin gel-git hareketlerinin çekilme devresinde 6 metreyi geçmeyen derinlikleri kapsayan, başta su kuşları olmak üzere canlıların yaşama ortamı olarak önem taşıyan bütün sular, bataklık, sazlık ve turbiyerler ile bu alanların kıyı kenar çizgisinden itibaren kara tarafına doğru ekolojik açıdan su altında kalan yerler şeklinde tanımlanmaktadır (RC, 2014). Yine Ramsar Sözleşmesinde (RC, 2014) sulak alanlar; deniz ve kıyı sulak alanları, kara sulak alanları, suni sulak alanlar şeklinde sınıflandırılmıştır. Hidrolojik döngülere önemli katkılar sağlayan, kentsel alanlar için hem görsel hem ekolojik anlamda mükemmel doğal kaynaklardan biri olan, sunduğu geniş ekosistem hizmeti yelpazesıyla en önemli yeşil-mavi bileşenlerin başında gelen sulak alanlar sosyal ve çevresel sürdürülebilirlik konusunda hayati bir role sahiptir (Alikhani ve ark., 2021). Kıyı alanlarının ve deltaların korunması, su ve tuz temini, doğal afet etkilerini azaltma, biyolojik çeşitliliğe katkı sunma, turizm ve rekreasyon için fırsat sağlama, güçlü bir görsel peyzaj değeri sağlama, toprak ve besin döngüsünde yer alma gibi en temel ekosistem hizmetlerini sağlayan sulak alanların doğrudan, dolaylı ve sosyo-kültürel olmak üzere birçok kullanım alanı bulunmaktadır (Osman, 2013). Hidrolojik peyzaj içindeki konumuna bağlı olarak iklim değişikliğine karşı kırılgan olan sulak alan ekosistemleri (Winter, 2000), en verimli, doğal, uzun vadeli karbon yutakları arasında yer alır ve bu yönüyle iklim değişikliğine uyum konusunda önemli bir negatif emisyon rolüne sahiptir (Taillardat ve ark., 2020). Sulak alan metan (CH₄) emisyonları, küresel CH₄ stokundaki en büyük doğal kaynaktır. Toplam doğal ve antropojenik emisyonların yaklaşık üçte birine katkıda bulunan bir role sahiptir. Karbondioksitten (CO₂) sonra atmosferdeki en önemli ikinci antropojenik sera gazı olan CH₄, iklim geri bildirimleriyle güçlü bir şekilde ilişkilidir (Zhang ve ark., 2017). Aynı zamanda sulak alanlar yerel ve bölgesel sıcaklıkları, yağışları ve diğer iklimsel süreçleri olumlu yönde kontrol edebilen alanlardır. Ancak iklimde yaşanan değişiklikler önemli bir arazi örtüsü sınıfı olan sulak alan sınırlarını, bileşimi ve işlevini giderek daha fazla etkilemekte ve negatif emisyon alanlarından olan sulak alanların ekosistem hizmetlerinin devre dışı kalmasına sebep olmaktadır (Saintilan ve ark., 2019). Küresel iklim değişikliği sıcaklık ve yağış düzenlerini, deniz seviyelerini, sel ve fırtına gibi doğal afetlerin sıklık ve yoğunluğunu etkileyecek ve tüm bu durumlar özellikle kıyı sulak alanları üzerinde önemli bir etki bırakacaktır (Michener ve ark., 1997).

İklim değişikliği baskısı altında sınırları ve işlevi günden güne azalan ve bozulan sulak alanlar bununla birlikte antropojenik baskılar sebebiyle daha da büyük tahribata uğramaktadır. Başta kıyı sulak alanları olmak üzere, sulak alanlar çoğunlukla sanayi, yerleşim ve tarım gelişme baskılarının yoğun olduğu vadi tabanlarında ve düşük kotlu bölgelerde yer alırlar. Bu durum sulak alanları tehdit eden, antropojenik baskıya zemin hazırlayan ve tahribine yol açan en önemli unsurdur (Anonim, 2019). Bu durum hızlı kentleşme ile gelen, sulak alanların kurutulması ve doldurulması yoluyla arazinin tarım ya

da yerleşim için dönüştürülmesini, alandan aşırı su çekilmesini, sulak alanların çöplük olarak kullanılmasını ve kirliliği beraberinde getirmektedir (Anonim, 2022a). Sulak alanlar iklim değişikliğinin yanı sıra antropojenik etkilerin de içinde olduğu birçok temel sorunla karşı karşıyadır. Bu sorunlar; kentsel nüfus artışı ve düzensiz kentleşme, doğal yaşam alanlarının tahribi, iklim değişikliği, su rejimine yapılan müdahaleler, su kalitesinde bozulmalar yaşanması, sulak alanlara yabancı türlerin atılması ve yönetimsel sorunlar şeklinde özetlenebilir (Uğurlu & Somuncu, 2019). Sulak alanlar üzerindeki tüm bu baskı ve tehditler sulak alanların hızla yok olmasına, biyolojik çeşitliliğin azalmasına, su ve toprak döngülerinin bozulmasına neden olmaktadır. *Global Wetland Outlook (2018)* verilerinde; yerleşim, çevre kirliliği, kurutma, kontrolsüz kullanım gibi antropojenik sorunların geçtiğimiz 300 yılda, tüm dünya sulak alanlarının %87'sinin, 1970 yılından 2018 yılına kadar ise %35'inin yok olmasına sebep olduğuna yer verilmiştir. Geçen birkaç yüzyıldaki sulak alan kayıp ve kazanımlarının büyük çoğunluğu antropojenik faaliyetlerle olmuştur. İnsanlar uzun yıllardır tarım, yerleşim alanı yaratmak gibi sebeplerle sulak alanlara müdahalede bulunmakta ve sürekli olarak sulak alanları boşaltmakta veya doldurmaktadır. Bu durum habitat kaybı ve diğer birçok önemli sulak alan hizmetinin kaybolması veya azalmasıyla sonuçlanmaktadır (Anonim, 2022b). İklim değişikliği ve antropojenik baskılar altında sürekli bozulmaya maruz kalan, yok oluş seyrinde olan sulak alanların sürdürülebilirliği, iklim ve antropojenik etkilerin etkileşimleri, insanların kıyı sulak alanlarına müdahalesi, kaynak sömürsü, sulak alanların kirlenmesi ve bu alanlardan yapılacak su kullanım durumlarında yaşanacak değişikliklere bağlı durumdadır (Michener ve ark., 1997).



Şekil 1. İklim değişikliği ve antropojenik etkilerin sulak alanlar üzerindeki etkisi.

Yukarıda verilen bilgiler ışığında oluşturulan, iklim değişikliği ve antropojenik etkilerin sulak alanlar üzerindeki etkisini anlatan literatür şemasından da (Şekil 1) anlaşılacağı üzere antropojenik etkiler, iklim değişikliğini tetikleyen ve sulak alanlar üzerinde önemli olumsuz bir etkiye sahiptir. Yine yaşanan iklim değişikliği de sulak alanlar üzerinde etkili bir role sahiptir ve tüm bu baskılardan etkilenen sulak alanların sağladıkları ekosistem hizmetleri zamanla azalmaktadır. Azalan veya devre dışı kalan ekosistem hizmetleri de döngüsel bir bozulma yaratarak iklim değişikliği etkilerini şiddetlendirmektedir, iklim değişikliği ise ekosistem hizmetlerini etkilemektedir. Bu durumda sulak alanların hem iklim değişikliğinden etkilenen hem de iklim değişikliğini etkileyen bir role sahip olduğu söylenebilir. Çalışma konusunun tüm unsurları arasında tam bir döngünün mevcut olduğu görülmektedir.

2. Materyal ve Yöntem

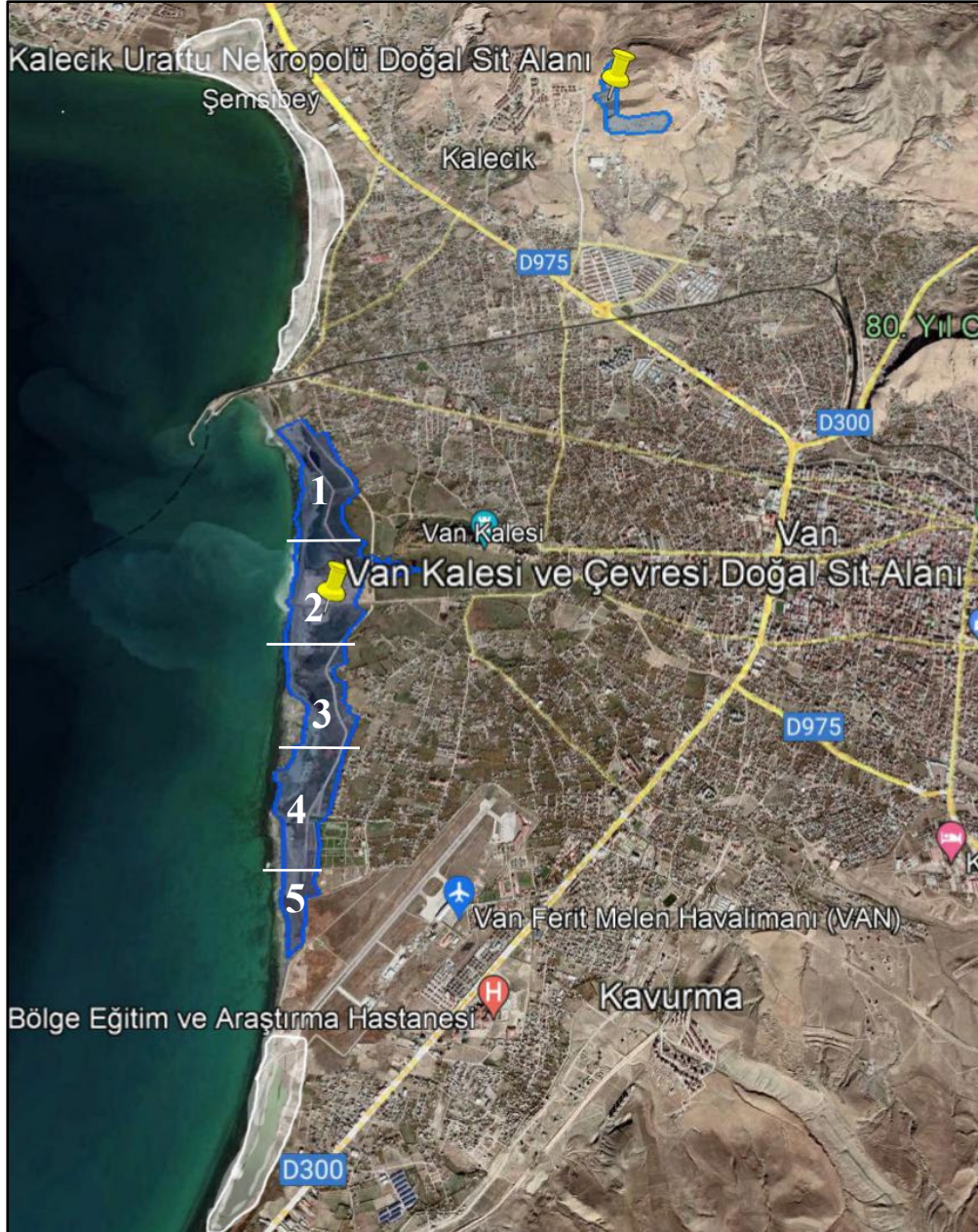
2.1. Çalışma alanı

Çalışma alanı (Şekil 2) olarak bir kıyı sulak alanı niteliğinde olan, Van ili, İpekyolu ve Edremit ilçeleri sınırları içerisindeki Van Kalesi ve Çevresi Doğal Sit Alanı ele alınmıştır. Alan 07/12/2020 tarihinde "Doğal Sit – Nitelikli Doğal Koruma Alanı" olarak tescillenmiştir. Bu sulak alan yıllar içinde maruz kaldığı iklim değişikliği baskısı ve hala etkili bir şekilde devam eden antropojenik baskılar sonucunda yaşadığı değişim ve tahrip ile dikkat çekici olması sebebiyle çalışma alanı olarak seçilmiştir.

Yapılan çalışmanın amacı, ilgili alan üzerindeki yıkıcı iklim değişikliği ve antropojenik etkileri, iklim değişkenleri, CORINE arazi örtüsü ve uydu görüntülerinden yola çıkarak değerlendirmek, sulak alanların önemini ve üzerindeki baskıyı örnek çalışma alanı üzerinden vurgulamaktır.



Şekil 2. Çalışma alanı konumu.



Şekil 3. Çalışma alanı, Van Kalesi ve çevresi doğal sit alanı ve bölgeler.

2.2. Veri seti

Çalışma kapsamında 3 farklı veri seti kullanılmıştır. Bunlar aşağıda belirtildiği gibidir.

1- Meteoroloji 14. Genel Müdürlüğü'ne bağlı, 38°28'09.5"N 43°20'45.6"E koordinatlarında yer alan, Van Bölge Meteoroloji İstasyonu'ndan Van iline ait;

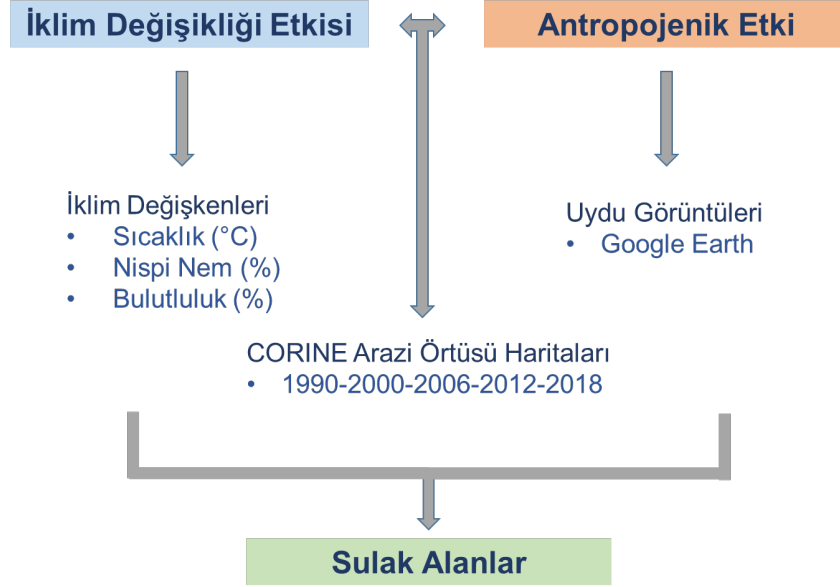
- Günlük Ortalama Sıcaklık (°C) (1988 – 2018)
- Günlük Ortalama Nispi/Bağıl Nem (%) (1970 – 2018)
- Aylık Ortalama Bulutluluk (%) (1960- 2010) verileri temin edilmiştir. Temin edilen verilerin istasyondaki en eski ve kesintisiz kayıt tarihinden alınmasına özen gösterilmiştir. Nispi nem ve bulutluluk verileri sağlıklı bir yağış verisine erişilememesi sebebiyle, yağış hakkında bilgi vermesi amacıyla kullanılmıştır.

2- CORINE Arazi Örtüsü Verisi (1990, 2000, 2006, 2012, 2018)

3- Uydu Görüntüleri (Google Earth) (2005, 2021) verilerinde en net geçmiş ve gelecek görüntüsüne sahip olması sebebiyle 2005 ve 2021 yılları kullanılmıştır.

2.3. Yöntem

Yöntem şemasında (Şekil 4) gösterildiği üzere, yapılan çalışmada elde edilen veriler antropojenik etki ve iklim değişikliği baskısını tespit etmek amacıyla kullanılmıştır. İklim değişkeni verileri iklim değişikliği etkisini, uydu görüntüleri (Google Earth) verileri antropojenik etkiyi ve CORINE arazi örtüsü haritaları iklim değişikliği etkisini ve antropojenik etkiyi belirlemek amacıyla kullanılmıştır.



Şekil 4. Yöntem şeması.

Sıcaklık, nispi nem, bulutluluk değişkenleri incelenerek iklim değişikliği etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda R ortamında Kendall paketi (library(Kendall)) kullanılarak, en az 30 yıllık geçmişe sahip ilgili verilere parametrik olmayan Mann Kendall (MK) trend/eğilim test uygulanarak analiz ve değerlendirmeler yapılmıştır (McLeod, 2011; R Core Team, 2020). Verilere uygulanan trend testte %90 güven aralığı ve bu güven aralığına ait $-1.645/+1.645$ değer aralığı baz alınmıştır (Bulut ve ark., 2006; Kurak, 2013). Trend test sonucunda ilgili verilerde artma ya da azalma eğilimini belirleyen bir 'z' değeri elde edilmiştir ve bu değere göre $-/+$ (azalma/artma) yönündeki ilerleme ortaya konmuştur. z değerinin -1.645 'in altında olması durumu azalma, $+1.645$ 'in üstünde olması durumu ise artma trendini göstermektedir.

Çalışma kapsamında CORINE verileri kullanılmıştır. Bu verilerle üretilen CORINE haritaları temin edilmiş ve CBS ortamında ArcMap 10.7 aracılığıyla işlenmiştir. 1. düzeye göre sınıflandırılarak CORINE haritaları analiz edilerek çalışmaya dâhil edilmiştir. Sulak alanlar başta olmak üzere her bir sınıf için alansal büyüklük değişimi değerlendirilmiştir.

2005 ve 2021 yıllarına ait Google Earth uydu görüntüleri kullanılarak çalışma alanındaki arazi kullanım değişimi görsel değerlendirme ve ölçümlere tabi tutulmuştur. Sulak alan üzerindeki değişimlerin daha iyi ortaya konulabilmesi amacıyla çalışma alanı 5 alt bölüme ayrılmış ve her bölümün 2005 ve 2021 yılına ait uydu görüntüleri kıyaslanmıştır. Alan üzerindeki yol, dolgu gibi fiziksel antropojenik müdahaleler uydu görüntüleri üzerinden ölçülmüştür.

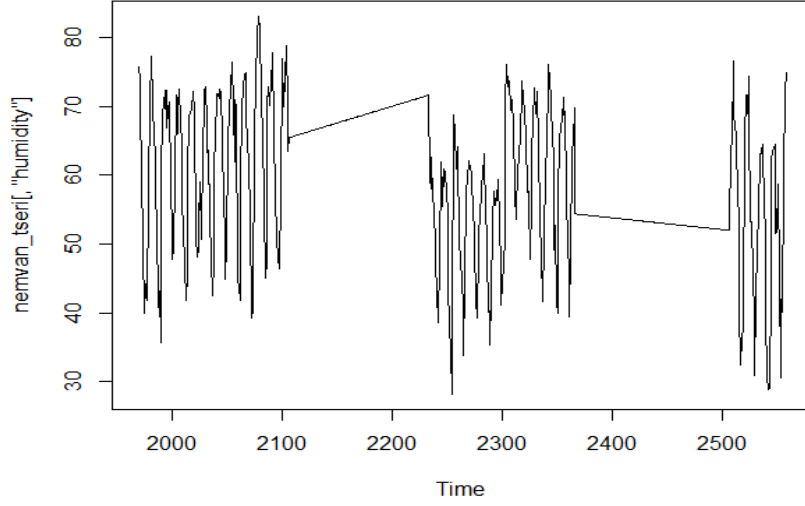
3. Bulgular

3.1. İklim değişkenleri trend analizi değerlendirmesi (Mann Kendall)

Günlük ortalama nispi nem (%) sonuç

1970 ve 2018 yılları arasını kapsayan, 49 yıllık veriler günlük ortalama şeklinde temin edilmiş ve aylık ortalamaya dönüştürülmüştür. Verilere uygulanan Mann Kendall trend test sonucunda; artma

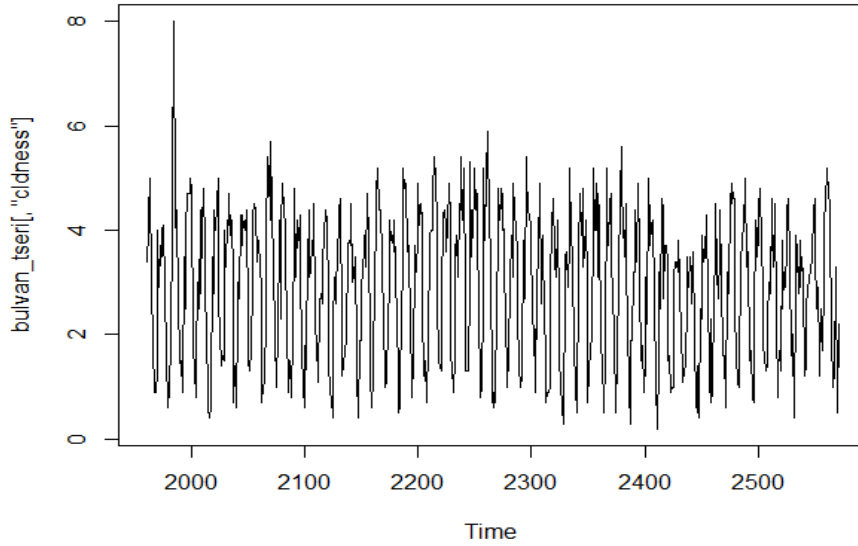
ya da azalma eğilimini ortaya koyan z değerinin-10.607 olduğu ve azalma yönünde anlamlı bir eğilim olduğu ortaya konmuştur.



Şekil 5. Günlük ortalama nispi nem grafiği.

Aylık ortalama bulutluluk sonuç

1960 ve 2010 yılları arasını kapsayan, 51 yıllık verilere uygulanan Mann Kendall trend test sonucunda; z değerinin-1.0912 olduğu ve istatistiksel olarak anlamlı olmayan bir azalma eğilimi olduğu ortaya konmuştur.

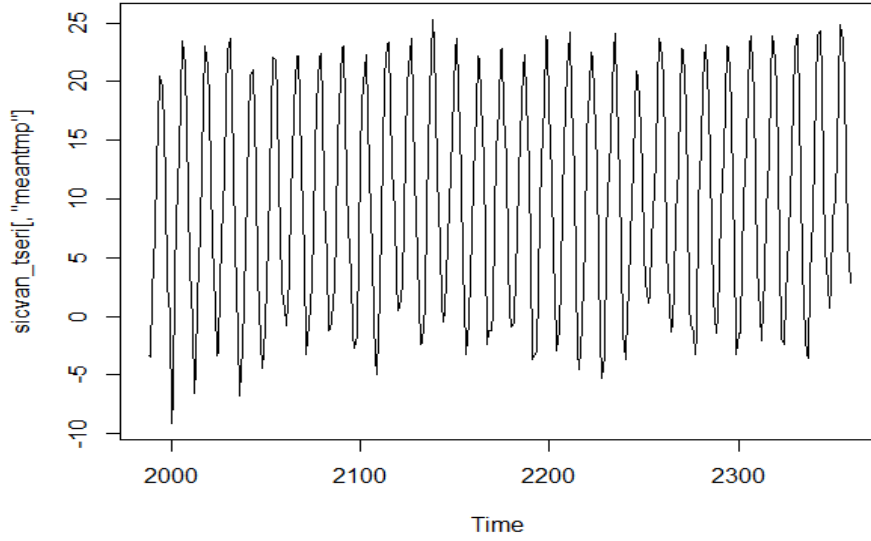


Şekil 6. Aylık ortalama bulutluluk grafiği.

Günlük ortalama sıcaklık (°C) sonuç

1988 ve 2018 yılları arasını kapsayan, 31 yıllık veriler günlük ortalama şeklinde temin edilmiş ve aylık ortalamaya dönüştürülmüştür. Veriye uygulanan Mann Kendall trend test sonucunda;

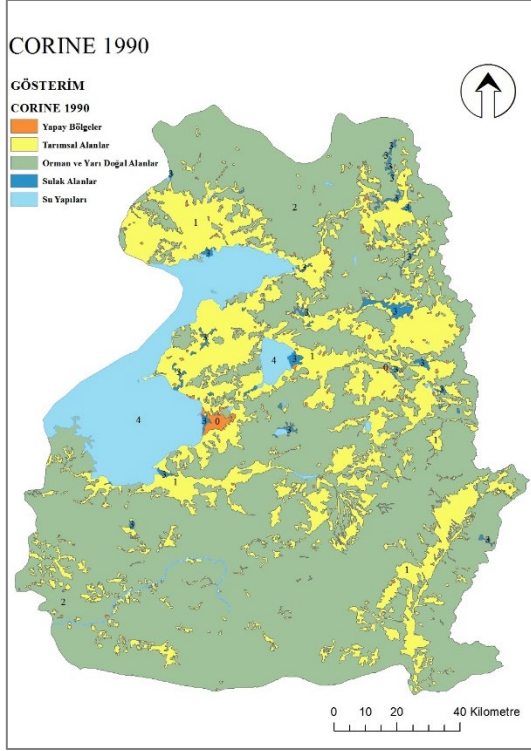
z değerinin 1.5444 olduğu ve istatistiksel olarak anlamlı olmayan bir artış eğilimi olduğu ortaya konmuştur.



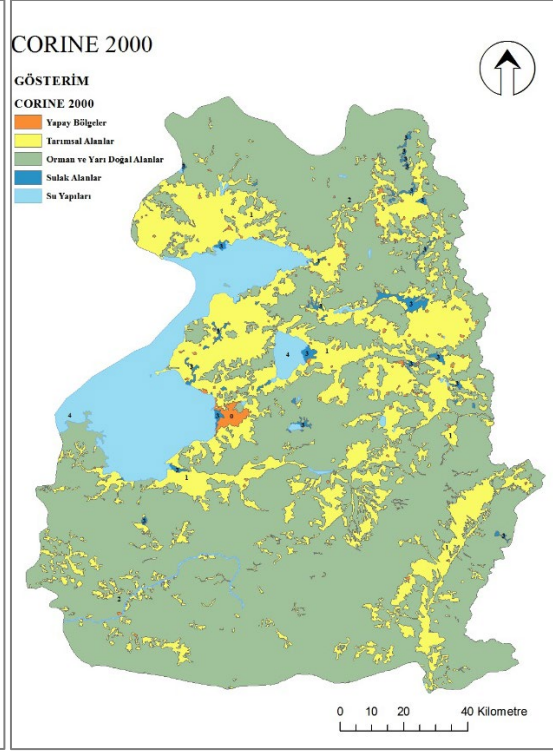
Şekil 7. Günlük ortalama sıcaklık grafiği.

3.2. CORINE arazi örtüsü analizi ve değerlendirilmesi

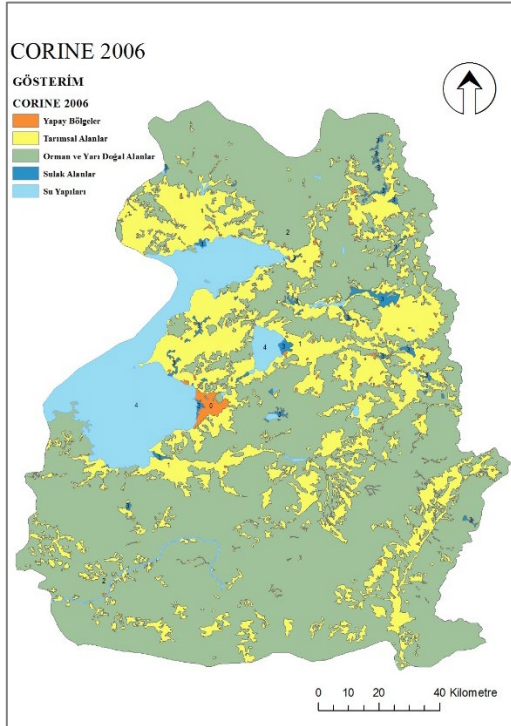
Elde edilen CORINE verisi 1. Derece arazi örtüsü sınıflarına göre yeniden sınıflandırılmıştır. Bu sınıflamaya göre; yapay bölgeler (1), tarımsal alanlar (2), orman ve yarı doğal alanlar (3), sulak alanlar (4) ve su yapıları (5) şeklinde 5 temel başlık altında ele alınmış, haritalandırılmış ve analiz edilmiştir. Yapılan analizlerle 1990 yılından 2018 yılına kadar meydana gelen arazi örtüsü değişimlerine ulaşılmıştır. CORINE haritalarında 1990 (Şekil 8), 2000 (Şekil 9), 2006 (Şekil 10), 2012 (Şekil 11) ve 2018 (Şekil 12) yıllarına ait 5 farklı arazi örtüsü sınıfında ve özellikle sulak alanlarda yaşanan değişimler incelenmiştir. Bu değişimler haritalarda ve çizelgede (Çizelge 1) gösterilmiştir. Sulak alan (4) alansal büyüklüklerinde meydana gelen değişimler ayrıca grafik şeklinde derlenmiştir.



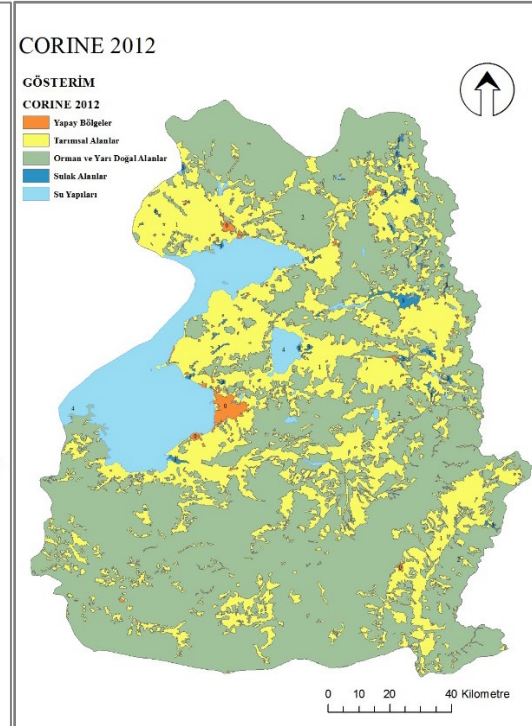
Şekil 8. CORINE 1990 arazi örtüsü haritası.



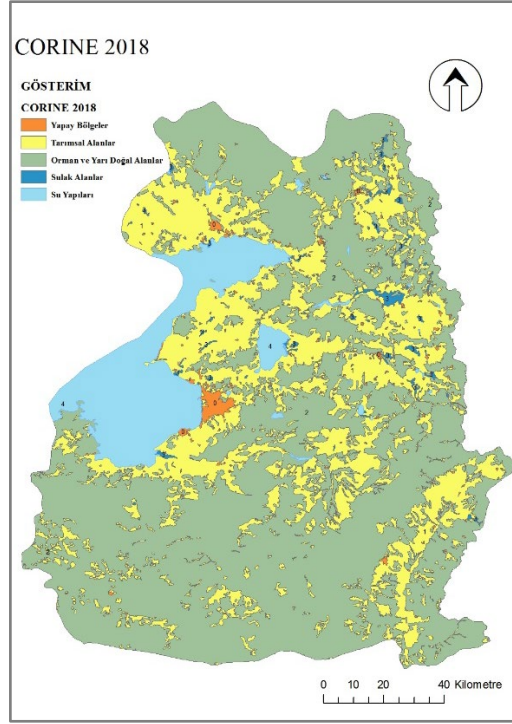
Şekil 9. CORINE 2000 arazi örtüsü haritası.



Şekil 10. CORINE 2006 arazi örtüsü haritası.



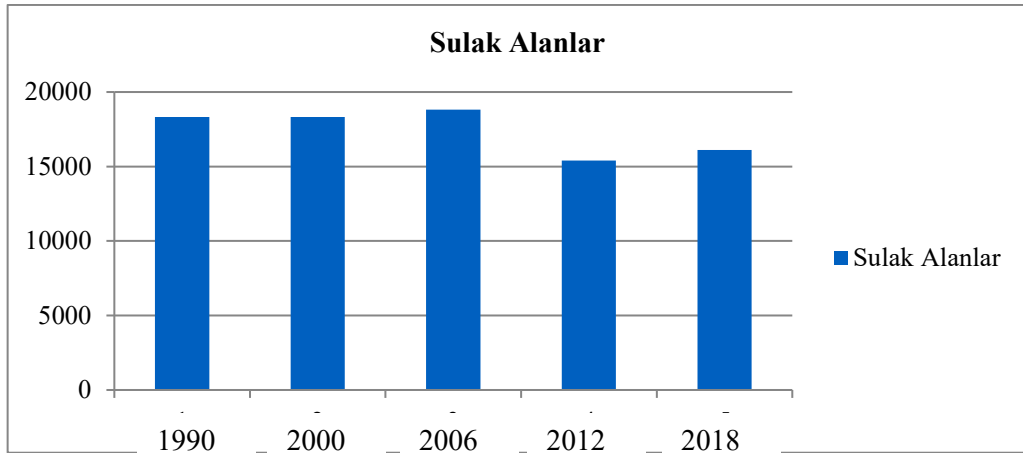
Şekil 11. CORINE 2012 arazi örtüsü haritası.



Şekil 12. CORINE 2018 arazi örtüsü haritası.

Çizelge 1. CORINE arazi örtüsü sınıfları ve alansal değişimleri

Yıl	Arazi Örtüsü Sınıfları ve Alanları (hektar)				
	1 (yapay bölgeler)	2 (tarımsal alanlar)	3 (orman ve yarı doğal alanlar)	4 (sulak alanlar)	5 (su yapıları)
1990	11529,4	491746	1360980	18319,6	199617
2000	12955,9	489736	1360410	18319,6	200774
2006	14215,4	487171	1360950	18826,9	201165
2012	20250,4	605373	1242050	15400,3	199246
2018	22742,9	587510	1256730	16120,3	199644



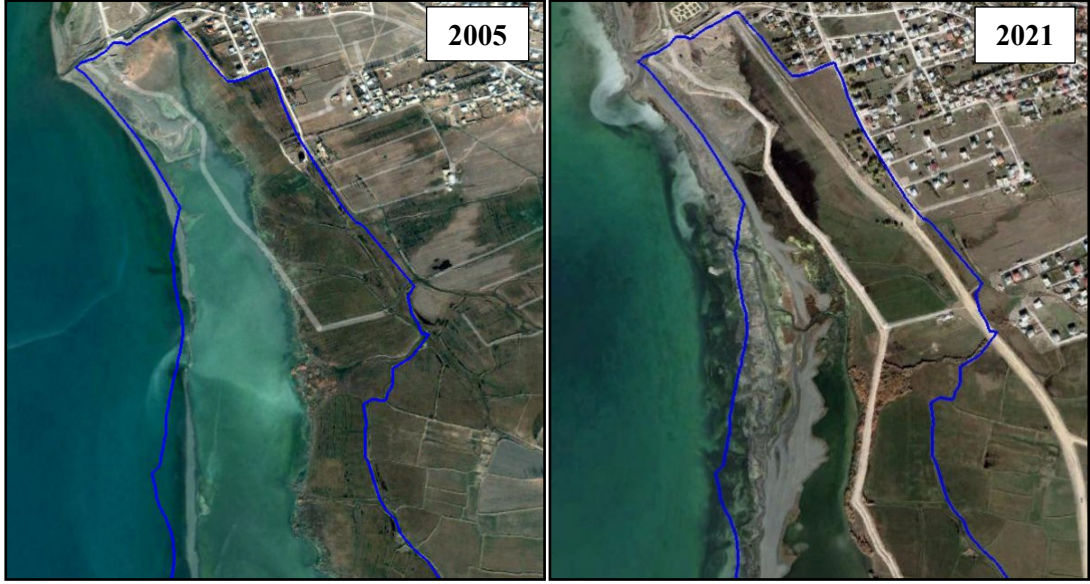
Şekil 13. CORINE arazi örtüsü haritalarının sulak alan değişimi.

Haritaların incelenmesi ve çizelgedeki alansal değişimlerin hesaplanması sonucunda 1990 - 2018 yılları arasındaki değişim oransal olarak ortaya konmuştur. Buna göre; yapay bölgelerin % 97.2

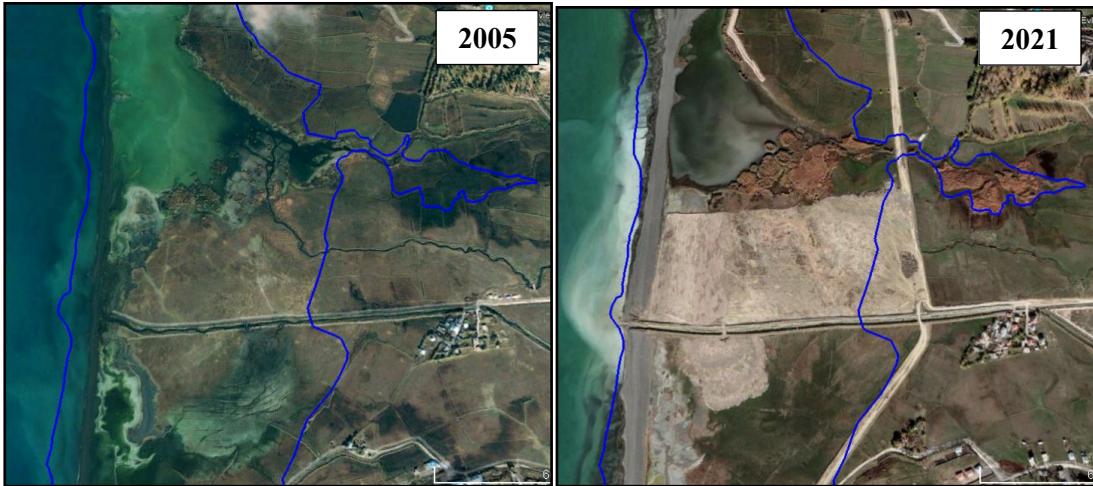
oranında arttığı, tarımsal alanların % 19.4 oranında arttığı, orman ve yarı doğal alanların % 8.2 oranında azaldığı, sulak alanların % 12.1 oranında azaldığı ve su yapılarının % 0.01 oranında arttığı sonucuna ulaşılmıştır. Sulak alanlarda meydana gelen değişim grafikte (Şekil 13) de net bir şekilde görülmektedir.

3.3. Uydu görüntüleri (Google Earth) görsel değerlendirmesi

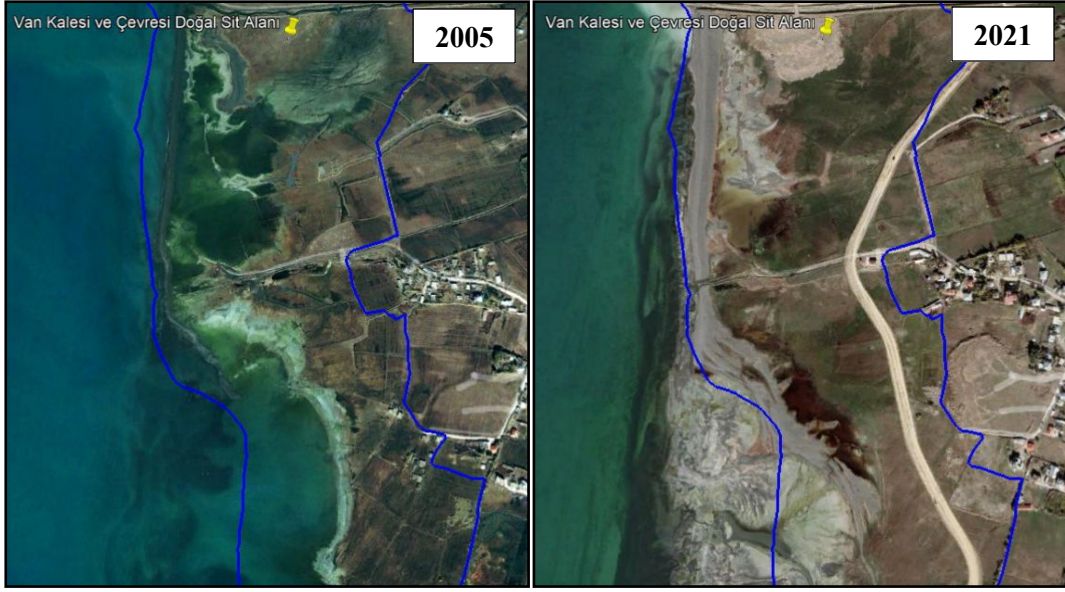
Çalışma alanı sınırları Google Earth uydu görüntüleri üzerinde belirtilmiştir. Sulak alanda meydana gelen arazi kullanım değişiminin sağlıklı ve ayrıntılı bir görsel değerlendirmesinin yapılabilmesi amacıyla alan 5 alt bölgeye ayrılmıştır (Şekil 3). Her bölge için 2005 ve 2021 yıllarına ait görüntüler karşılaştırılmıştır.



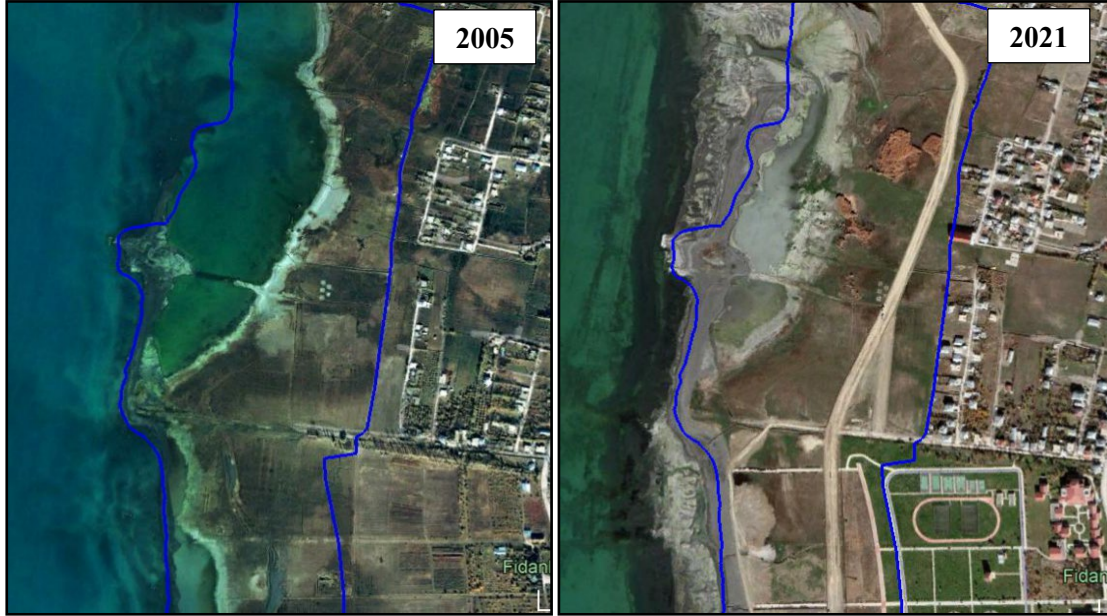
Şekil 14. 1. bölge 2005-2021 uydu görüntüleri.



Şekil 15. 2. bölge 2005-2021 uydu görüntüleri.

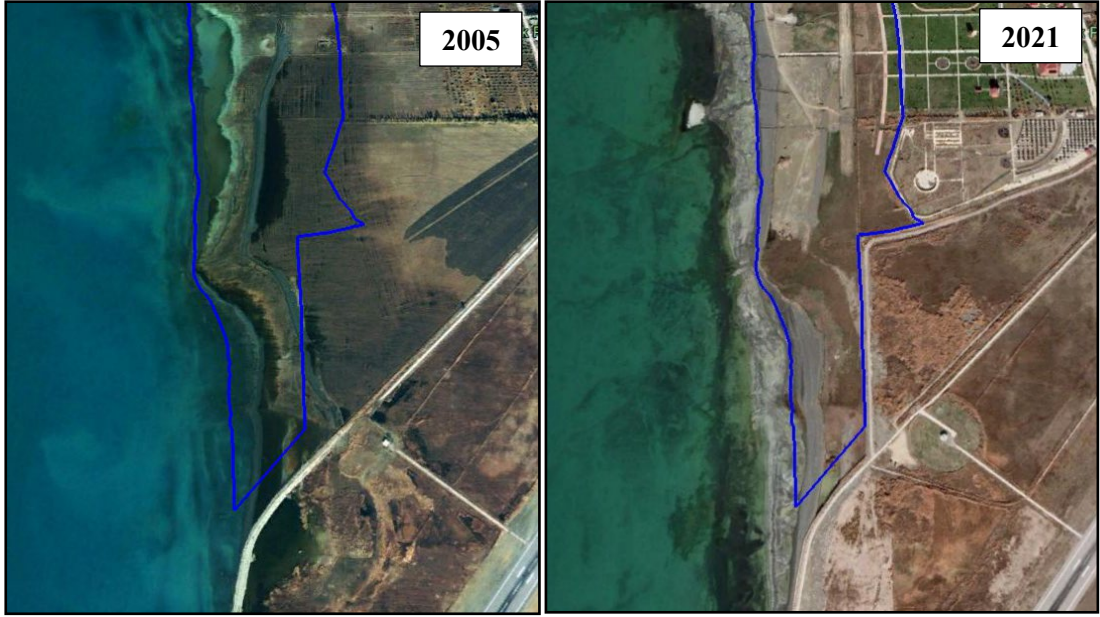


Şekil 16. 3. bölge 2005-2021 uydu görüntüleri.



Şekil 17. 4. bölge 2005-2021 uydu görüntüleri.

Google Earth uydu görüntüleri üzerinden yapılan görsel değerlendirme ve ölçümler sonucunda; alanda tarım ve yerleşim baskısı izlerinin olduğu, arazi kullanımının bu yönde değiştiği görülmüştür. 1. bölgede (Şekil 14) sulak alanda önemli miktarda kuruma ve yol yapımından kaynaklanan değişim ve yok olmaların yaşandığı görülmektedir. 2. bölgede (Şekil 15) aynı şekilde kurumaların olduğu, yol yapımına ek olarak, arazinin neredeyse kale alanı kadar bir doldurmaya maruz kaldığı ve görüntülerdeki iş makineleri ve izlerinden de anlaşılacağı üzere bu müdahalenin devam ettiği görülmektedir. 3. bölgede (Şekil 16) kuruma, yol yapımı ve yer yer dolgu alanların olduğu görülmektedir. 4. bölgede (Şekil 17) alanda kurumalar olduğu, yol yapımı, dolgu ve park alanı şeklinde müdahaleler yapıldığı görülmektedir. 5. bölgede (Şekil 18) kurumalar olduğu ve havaalanı sebebiyle yapılan dolgu ve müdahaleler sonucu sulak alanın bozulduğu, belirtilen alan sınırları dışında da devam eden, daha geniş bir alana sahip olan sulak alanın daraldığı ve tahrip edildiği görülmektedir. Sulak alanda 2005 yılından 2021 yılına kadar geçen zamanda yol alanı hariç, yaklaşık 353.000 m² alanın doldurulduğu, ana ve tali yollar dâhil olmak üzere yaklaşık 8.5 km uzunluğunda yol yapıldığı belirlenmiştir.



Şekil 18. 5. bölge 2005-2021 uydu görüntüleri.

4. Tartışma ve Sonuç

İklim değişikliği baskısı altında sınırları ve işlevi günden güne azalan ve bozulan sulak alanlar bununla birlikte antropojenik baskılar sebebiyle daha da büyük bir tahribata uğramakta ve bu durum yapılan çalışmada da ortaya konmaktadır (Chen ve ark., 2018). İnsanlar uzun yıllardır tarım, yerleşim alanı yaratmak gibi sebeplerle sulak alanlara müdahalede bulunmakta ve sürekli olarak sulak alanları boşaltmakta veya doldurmaktadır. Sulak alanlar, iklim değişikliği sebebiyle sıcaklık, nem, bulutluluk ve yağış değişkenlerinde yaşanan değişimlere karşı oldukça kırılgandır (Dangles ve ark., 2017; Osland ve ark., 2018; Winter, 2000). İklim değişikliğinin sulak alan üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla yapılan trend analiz sonuçları, sulak alanlar üzerinde önemli bir role sahip olan sıcaklık, nem, bulutluluk ve dolayısıyla yağış değişkenlerinde değişimler olduğunu ve bu durumun sulak alanları daha kırılgan hale getirdiğini desteklemektedir (Tong ve ark., 2014). Artan sıcaklıkların ve azalan nem, bulutluluk ve yağışların hidrolojik döngü merkezleri olan sulak alanlardaki su seviyesini değiştirdiği, sulak alanın gölle birleşim noktasında ve iç alanlarında ciddi boyutta kurumların olduğu, sulak alanın iklim değişikliğinden olumsuz etkilendiği belirlenmiştir. Etkili uyum ve önlem politikaları geliştirilmediği takdirde iklim değişikliği kaynaklı, değişen sıcaklık ve yağış düzenlerinin kıyı sulak alanları üzerindeki olumsuz etkisi artarak devam edecektir (Michener ve ark., 1997; Junk ve ark., 2013; Lee ve ark., 2015). Bir kıyı sulak alanı olan Van Kalesi ve Çevresi Doğal Sit Alanında suyun çekildiği, kurumaların meydana geldiği ve floranın değiştiği görülmüştür. Bu durum sulak alan ekosistem hizmetlerinin azalmasına sebep olacak ve habitat kaybını tetikleyecektir. Özellikle su kuşları için büyük önem arz eden bu alanlarda biyoçeşitlilik kaybı olduğu ve olacağı söylenebilir. Antropojenik baskıların sulak alan üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla yapılan çalışma ve analizler sonucunda, CORINE arazi örtüsü değişimlerinden görüldüğü üzere kritik miktarda sulak alan kaybı yaşandığı tespit edilmiştir. İncelenen uydu görüntülerinden de görüldüğü üzere alana yoğun bir antropojenik baskı olduğu, önce tarım daha sonra yerleşim sebebiyle alanda büyük oranda doldurma, yol ve park yapımı çalışmaları olduğu ve bu çalışmaların sürdüğü tespit edilmiştir. Kıyı şeridi boyunca birbiriyle ilişkili hatta tek bir alan halindeki sulak alanlar, yapılan müdahalelerle zamanla birbirinden koparılmakta, lekeler haline gelmekte ve yok olmaktadır. Bütün bunların sonucunda, doğanın insanlara sunduğu ekosistem hizmetlerini sağlayan en önemli alanlar olan sulak alanlar, toprak oluşumu, besin döngüsü, yakıt, tatlı su ve gıda temini, iklim düzenlemesi, afet kontrolü, tozlaşma, biyoçeşitlilik, görsel kalite, rekreasyon gibi hizmetleri yerine getiremeyecektir (Salimi ve ark., 2021). Ekosistem hizmetlerini yerine getiremeyen sulak alanların yok oluşu, iklim değişikliğini hızlandıracak ve bunun telafisi mümkün olmayacaktır. İklim değişikliği ve antropojenik baskılar altında sürekli bozulmaya maruz kalan, yok oluş seyrinde olan sulak alanların sürdürülebilirliği, iklim değişikliği ve antropojenik etkilerin

etkileşimleri, insanların kıyı sulak alanlarına müdahalesi, kaynak sömürüsü, sulak alanların kirletilmesi, doldurulması ve bu alanlardan yapılacak su kullanım durumlarında yaşanacak değişikliklere bağlıdır.

Konu ile ilgili yapılan çalışmalar, mevcut politikaların kıyıdaki sulak alanları etkilediğini, bu noktada etkili kamu politikaları ve rehabilitasyon çalışmaları geliştirilerek kıyı sulak alanlarının korunması gerektiğini ortaya koymaktadır (Erwin, 2009; Gopal, 2013; Vélez ve ark., 2018). Van'da sulak alan dostu bir havza yönetimi ve su kullanım politikası için çok uluslu anlaşmalar gerektirecektir. Sulak alanlar ormansız bir kıyı kenti olan Van için hayati önem taşımaktadır. Öncelikli olarak bu alanlardaki insan faaliyetlerinin durdurulması ve ardından kesin korunacak hassas alan ya da nitelikli doğal koruma alanı statüsüne alınarak korunması, sulak alan dostu bir havza yönetimi ve su kullanım politikası geliştirilmesi gerekmektedir. Bu durum sağladığı ekosistem hizmetleriyle özel bir ilgiyi hak eden sulak alanlar üzerindeki insan baskısı ve faaliyetleri konusunda önleyici olacaktır. Çalışma alanı olan Van Kalesi ve Çevresi Doğal Sit Alanında benzer nitelikte herhangi bir akademik çalışmaya rastlanmamıştır. Bu durum çalışmanın özgün niteliğini ortaya koymakla beraber gelecekte yapılması olası çalışmalara da ön açıcı bir niteliği de oluşturmaktadır. Bu sayede Van ilinde sahip olunan ve ekolojik değeri yukarıda vurgulanan sulak alanların korunmasına yönelik etkin stratejilerin geliştirilmesi için bilimsel bir tartışma zemininin oluşacağı değerlendirilmektedir.

Kaynakça

- Alikhani, S., Nummi, P., & Ojala, A. (2021). Urban wetlands: A review on ecological and cultural values. *Water*, 13(22), 3301. doi.org/10.3390/w13223301
- Anonim, (2019). Su Kalitesi Yönetimi Hizmet İçi Eğitimi. T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı.
- Anonim, (2022a). Wetlands: Key Enablers for a Resilient and Sustainable Recovery. <https://ramsar.org/resources/wetlands-key-enablers-for-a-resilient-and-sustainable-recovery>
Erişim tarihi: 02.06.2022
- Anonim, (2022b). Wetlands, United States Environmental Protection Agency. <https://www.epa.gov/report-environment/wetlands> Erişim tarihi: 25.08.2022.
- Bulut, H., Yeşilata, B., & Yeşilnacar, M. İ. (2006, Nisan). Atatürk baraj gölünün bölge iklimi üzerine etkisinin trend analizi ile tespiti. *GAP V. Mühendislik Kongresi*, 79, 86.
- Chen, H., Zhang, W., Gao, H., & Nie, N. (2018). Climate change and anthropogenic impacts on wetland and agriculture in the Songnen and Sanjiang Plain, Northeast China. *Remote Sensing*, 10(3), 356. doi.org/10.3390/rs10030356
- Dangles, O., Rabatel, A., Kraemer, M., Zeballos, G., Soruco, A., Jacobsen, D., & Anthelme, F. (2017). Ecosystem sentinels for climate change? Evidence of wetland cover changes over the last 30 years in the tropical Andes. *PloS One*, 12(5), e0175814. doi.org/10.1371/journal.pone.0175814
- Erwin, K. L. (2009). Wetlands and global climate change: the role of wetland restoration in a changing world. *Wetlands Ecology and Management*, 17(1), 71-84. doi.org/10.1007/s11273-008-9119-1
- Global Wetland Outlook. (2018). Wetlands are being lost at alarming rates. Ramsar Convention on Wetlands. <https://www.global-wetland-outlook.ramsar.org/> Erişim tarihi: 24.04.2022.
- Gopal, B. (2013). Future of wetlands in tropical and subtropical Asia, especially in the face of climate change. *Aquatic Sciences*, 75, 39-61. doi.org/10.1007/s00027-011-0247-y
- IPCC. (2013). Climate Change 2013: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change [Stocker, T.F., D. Qin, G.-K. Plattner, M. Tignor, S.K. Allen, J. Boschung, A. Nauels, Y. Xia, V. Bex and P.M. Midgley (eds.)]. Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA.
- Junk, W. J., An, S., Finlayson, C. M., Gopal, B., Květ, J., Mitchell, S. A., ... & Robarts, R. D. (2013). Current state of knowledge regarding the world's wetlands and their future under global climate change: a synthesis. *Aquatic Sciences*, 75, 151-167. doi.org/10.1007/s00027-012-0278-z
- Kurak, M. (2013). İzmir'e su sağlayan kuyularda yer altı suyu seviye salınımlarının stokastik analizi. (PhD), Dokuz Eylül Üniversitesi, DEÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, Türkiye.
- Kusler, J. (2003). *Wetlands and Watershed Management*, Institute for Wetland Science and Public Policy of the Association of State Wetland Managers, Publication Number: 28.

- Lee, S. Y., Ryan, M. E., Hamlet, A. F., Palen, W. J., Lawler, J. J., & Halabisky, M. (2015). Projecting the hydrologic impacts of climate change on montane wetlands. *Plos One*, 10(11), e0142960. doi.org/10.1371/journal.pone.0136385
- Majeed, M., Tariq, A., Anwar, M. M., Khan, A. M., Arshad, F., Mumtaz, F., ... & Shaukat, S. (2021). Monitoring of land use-land cover change and potential causal factors of climate change in jhelum district, punjab, pakistan, through gis and multi-temporal satellite data. *Land*, 10, 1026. doi.org/10.3390/land10101026
- McLeod, A. I. (2011). Kendall: Kendall rank correlation and Mann-Kendall trend test. R package version 2.2. <https://cran.r-project.org/web/packages/Kendall/Kendall.pdf>
- Michener, W. K., Blood, E. R., Bildstein, K. L., Brinson, M. M., & Gardner, L. R. (1997). Climate change, hurricanes and tropical storms, and rising sea level in coastal wetlands. *Ecological Applications*, 7(3), 770-801. doi.org/10.2307/2269434
- Morelli, T. L., Barrows, C. W., Ramirez, A. R., Cartwright, J. M., Ackerly, D. D., ... & Thorne, J. H. (2020). Climate-change refugia: biodiversity in the slow lane. *Frontiers in Ecology and the Environment*, 18(5), 225-308. doi.org/10.1002/fee.2189
- Mumtaz, F., Arshad, A., Mirchi, A., Tariq, A., Dilawar, A., Hussain, S., Shi, S., Noor, R., Noor, R., Daccache, A., Siddique, M. A., Bashir, B., Li, L., Wang, D., & Tao, Y. (2021). Impacts of reduced deposition of atmospheric nitrogen on coastal marine eco-system during substantial shift in human activities in the twenty-first century. *Geomatics, Natural Hazards and Risk*, 12, 2023-2047. doi.org/10.1080/19475705.2021.1949396
- Osland, M. J., Gabler, C. A., Grace, J. B., Day, R. H., McCoy, M. L., McLeod, J. L., From, A. S., Enwright, N. M., Feher, L. C., Stagg, C. L., & Hartley, S. B. (2018). Climate and plant controls on soil organic matter in coastal wetlands. *Global Change Biology*, 24(11), 5361-5379. doi.org/10.1111/gcb.14376
- Osman, E. (2013). Sulak Alanların Önemi, İşlev ve Değerleri. Sulak Alanlar, T.C. Orman ve Su İşleri Bakanlığı Doğa Koruma ve Milli Parklar Genel Müdürlüğü.
- RC. (2014). The convention on wetlands and its mission. The Ramsar convention. <https://www.ramsar.org/about/the-convention-on-wetlands-and-its-mission> Erişim tarihi: 02.04.2022.
- R Core Team. (2020). *R: A language and environment for statistical computing*. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. <https://www.R-project.org/>.
- RCS. (2006). *The Ramsar Convention Manual: a guide to the convention on wetlands (Ramsar, Iran, 1971)*, 4th ed. Gland: Ramsar Convention Secretariat.
- Saintilan, N., Rogers, K., Kelleway, J. J., Ens, E., & Sloane, D. R. (2019). Climate change impacts on the coastal wetlands of Australia. *Wetlands*, 39(6), 1145-1154. doi.org/10.1007/s13157-018-1016-7
- Salimi, S., Almuktar, S. A., & Scholz, M. (2021). Impact of climate change on wetland ecosystems: A critical review of experimental wetlands. *Journal of Environmental Management*, 286, 112160. doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.112160
- Sintayehu, D. W. (2018). Impact of climate change on biodiversity and associated key ecosystem services in Africa: a systematic review. *Ecosystem Health and Sustainability*, 4:9, 225-239, doi.org/10.1080/20964129.2018.1530054
- Taillardat, P., Thompson, B. S., Garneau, M., Trottier, K., & Friess, D. A. (2020). Climate change mitigation potential of wetlands and the cost-effectiveness of their restoration. *Interface Focus*, 10(5), 20190129. doi.org/10.1098/rsfs.2019.0129
- Tong, L., Xu, X., Fu, Y., & Li, S. (2014). Wetland changes and their responses to climate change in the “three-river headwaters” region of China since the 1990s. *Energies*, 7(4), 2515-2534. doi.org/10.3390/en7042515
- Uğurlu, Ö., & Somuncu, M. (2019, Haziran). *Mogan ve Eymir Gölleri ekosistem hizmetlerinin Ankara kenti için öneminin değerlendirilmesi*. 1. İstanbul Uluslararası Coğrafya Kongresi. İstanbul, Türkiye.
- Vélez, J. M. M., García, S. B., & Tenorio, A. E. (2018). Policies in coastal wetlands: Key challenges. *Environmental Science & Policy*, 88, 72-82. doi.org/10.1016/j.envsci.2018.06.016

- Winter, T. C. (2000). The vulnerability of wetlands to climate change: a hydrologic landscape perspective. *JAWRA Journal of the American Water Resources Association*, 36(2), 305-311. doi.org/10.1111/j.1752-1688.2000.tb04269.x
- Zhang, Z., Zimmermann, N. E., Stenke, A., Li, X., Hodson, E. L., Zhu, G., ... & Poulter, B. (2017). Emerging role of wetland methane emissions in driving 21st century climate change. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 114(36), 9647-9652. doi.org/10.1073/pnas.1618765114



Research Article

Adult Population Dynamics of the European Grapevine Moth [*Lobesia botrana* Denis & Schiffermüller (Lepidoptera: Tortricidae)] in Midyat Vineyards

Fuat ARGİŞ^{*1}, Mehmet Ramazan RİŞVANLI², Remzi ATLIHAN²

¹ Ministry of Agriculture and Forestry, Van Directorate of Provincial Agriculture and Forestry, 65080, Van, Türkiye

² Van Yüzüncü Yil University, Faculty of Agriculture, Department of Plant Protection, 65080, Van, Türkiye
Fuat ARGİŞ, ORCID No: 0000-0003-3401-6556, Mehmet Ramazan RİŞVANLI, ORCID No: 0000-0002-5882-0533, Remzi ATLIHAN, ORCID No: 0000-0003-3924-7812

* Corresponding author e-mail: risvanli@yyu.edu.tr

Article Info

Received: 31.01.2023
Accepted: 15.04.2023
Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1245314](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1245314)

Keywords

European grapevine moth,
Grape,
Pheromone traps,
Population dynamics

Abstract: The study was conducted to determine the adult population change, the period when they are active in nature, and the number of generations of the European grapevine moth, *Lobesia botrana* [Denis & Schiffermüller (Lepidoptera: Tortricidae)]. The study was carried out in vineyards having the Mazruni variety (unregistered), which is the most common grape in Midyat district of Mardin province, between 2014 and 2015. The results indicated that adults of the moths were first encountered in the pheromone traps in early April, and the pest population was high in both years (an average of 2173 adults/traps in 2014 and 1615 adults/traps in 2015). According to the results, the pest gives three generations, and three or four peaks (three main peaks during the season and a low peak at the end of the season) occur in the vegetation period of grapes. These peaks coincide with the flowering period (May 8-16), the berry (chickpea size) period (June 27-July 6), the sweetening period of the grains (July 27-August 15), and the sweetening-harvest period (September 17-19), respectively. The pest remains active in vineyards for approximately seven months, thereafter overwinters between late October and early November. The results obtained provide essential information that helps pest control at the appropriate time.

Salkım güvesi [*Lobesia botrana* Denis & Schiffermüller (Lepidoptera: Tortricidae)]'nin Midyat Bağ Alanlarındaki Ergin Popülasyon Dinamiği

Makale Bilgileri

Geliş: 31.01.2023
Kabul: 15.04.2023
Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1245314](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1245314)

Anahtar Kelimeler

Feromon tuzağı,
Popülasyon dinamikleri,
Salkım güvesi,
Üzüm

Öz: Bu çalışma Salkım güvesi [*Lobesia botrana* Denis & Schiffermüller (Lepidoptera: Tortricidae)]'nin ergin popülasyon değişimi, doğada aktif olarak bulunduğu süre ve döl sayısının belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Çalışma, 2014 ve 2015 yılları arasında Mardin ilinin Midyat ilçesindeki bağlarda yaygın olarak yetiştirilen yerel 'Mazruni' üzüm çeşidi üzerinde yürütülmüştür. Çalışma sonucunda, her iki yılda da *L. botrana* popülasyonunun yüksek yoğunluğa (2014 yılında ortalama 2173 ergin/tuzak ve 2015 yılında 1615 ergin/tuzak) sahip olduğu ve eşeysel çekici tuzaklarda kelebeklerin ilk olarak Nisan başında görüldüğü belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, zararlının üç döl verdiği ve bağın fenolojisi boyunca üç veya dört tepe noktası (sezon boyunca ana üç tepe noktası ve sezon sonunda zayıf bir tepe noktası) oluşturduğu tespit edilmiştir. Bu tepe noktalardan birincisi çiçek dönemine (8-16 Mayıs), ikincisi koruk (nohut büyüklüğü) dönemine (27 Haziran-6 Temmuz) üçüncüsü tanelerin tatlanma (ben düşme) dönemine (27 Temmuz- 15 Ağustos) dördüncüsü de tatlanma-hasat dönemine (17-19 Eylül) denk gelmektedir. Çalışma sonucunda zararlının

kışlamaya Ekim ayı sonu ile Kasım ayı başları arasında girdiği, doğada yaklaşık olarak yedi ay aktif kaldığı gözlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, zararlı ile mücadeledenin uygun zamanda yapılabilmesine yardımcı olan temel bilgileri sağlamaktadır.

1. Introduction

Turkey has an ancient and deep-rooted viticulture culture; it is ranked 5th globally in vineyards area and ranks 6th in the amount of grape production (OIV, 2022). About 54% of Turkey's grape production is used for table, 31% for drying, and 15% for wine production (TÜİK, 2021).

The importance of viticulture in the South East Anatolia Region has increased with the introduction of the Southeastern Anatolia Project (Güneydogu Anadolu Projesi, GAP). This region has approximately 23.93% of the total vineyard areas of Turkey and realizes 13.68% of the total grape production. In terms of viticulture, the province of Mardin, which is the most important of the southeastern Anatolia region in terms of viticulture, ranks third in Turkey (TÜİK, 2021).

Pests are among the important factors that reduce yield and quality in vineyards, thus increasing input costs and decreasing the market value of the product. Many harmful pest species damage vineyards. The European vine moth [*Lobesia botrana* Denis-Schiffermüller (Lepidoptera: Tortricidae)] is the main pest of vineyards in the world (Öztürk et al., 2005; Kaplan, 2020; Rank et al., 2020). Its larvae can feed on flower buds or berries and cause significant direct losses in grape production (Thiéry et al., 2014). These losses are frequently made worse by fungi, such as the grey mold (Fermaud & Le Menn, 1989), *Aspergillus carbonarius*, and *A. niger* (Cozzi et al., 2006), which can create ochratoxins, a subclass of mycotoxins. In some circumstances, primary berry damage can also result in secondary insect infestations such as *Drosophila*, which can increase the prevalence of sour rot (Barata et al., 2012).

Viticulture has been practiced in the Mardin region for hundreds of years. Currently, *L. botrana* is the main pest of vineyards in Mardin, as in other provinces in the Southeastern Anatolia Region (Diyarbakır, Şanlıurfa, Adıyaman) (Kaplan & Çınar, 1998; Mamay & Çakır, 2014; Çakmak & Mamay, 2021; Mamay & Çakmak, 2021). The control of this pest mainly relies on chemical pesticides. Because of the well-known side effects of chemical pesticides on human health and the environment, it is essential to establish ecosystem-friendly and effective control methods against *L. botrana*. Ecologically sound management programs require a greater understanding of seasonal population dynamics and related information. The aim of this study was to examine the seasonal occurrence of *L. botrana*'s adult population dynamics, the first adult emergence, the duration of being active in nature, and the number of offspring per year in vineyards ecosystems in the Mardin province, Turkey.

2. Material and Methods

The study was carried out in the vineyards composed of the non-registered grape, Mazruni (Synonym: 'Mazrone'), which has grown in the Midyat country of Mardin province since ancient times. Mazruni grape is a serpentine variety that stands on its roots and grows longitudinally. However, its shoots extend towards the soil in a way that wraps the trunk (the shoots extend towards the soil since the vine shoots are not suspended). The samplings were conducted in the most important grape-grown neighbourhoods (Bariştepe, Budaklı, and Mercimekli) of Midyat between March and October 2014 and 2015. The first adult emergence, the adult population dynamics, the duration of being active in the orchards, and the number of generations per year of the pest were determined using Delta-type pheromone traps (Trece[®] incorporated Pherocon[®] CAP, E-7, Z-9-dodecadienyl acetate). A GPS device was used to determine the coordinates, and climate data were obtained from Diyarbakır Meteorology's 15th Regional Directorate. With the help of these meteorological data, the total maximum temperatures (TMT) and the total effective temperatures (TET) of Midyat were calculated.

To decide on spraying against *L. botrana*, TET is crucial in addition to criteria such as population status, egg hatching, and phenological periods of the vine. TMT was calculated by adding the daily highest temperatures as of January 1, and TET was calculated by adding the daily effective temperature values obtained by subtracting 12°C, which is the development threshold temperature of the *L. botrana*, from the daily mean temperature value [(min.+max.): 2]. Spraying is recommended for

the 1st, 2nd, and 3rd generation when TET reaches 120, 520, and 1047 degree days, respectively, from 1 January (Ünlü & Güleç, 2018; Anonymous, 2023).

The trials were established in three different vineyard areas consisting of serpene goble type Mazruni grape variety, which represents the Midyat district and is grown in arid conditions. The sizes, ages, and coordinates of vineyards where pheromone traps were placed are given in Table 1.

Table 1. Information on the location, sizes, ages, and coordinates of vineyards

City	District	Neighbourhood	Area (da)	Age	Coordinate
Mardin	Midyat	Barıştepe	9.00	15	N: 41°22'40.10" E: 37°27'01.85"
		Budaklı	7.00	15	N: 41°20'20.22" E: 37°22'19.49"
		Mercimekli	5.00	20	N: 41°19'34.34" E: 37°27'29.48"

The pheromone traps were hung at the cluster level (about one meter) in the direction of the prevailing wind (north-south) when the temperature approached 1000 degrees as of January 1 (March 18 in 2014, March 25 in 2015) (Anonymous, 2023; Aslan & Gülser, 2018; Ünlü & Güleç, 2018). The shoots and bud break were observed in this period in the vineyards. The controls of the traps were done periodically once a week, and the adults caught in the traps were collected and recorded. The pheromone capsule in the traps was changed once a month.

3. Results and Discussion

We obtained that the *L. botrana* has three generations in the Midyat district, and its population formed peaks after the emergence of adults of every generation. The adults of the pest were actively present in nature from the beginning of April until the end of October when pupation began. The emergence and population dynamics of the adults of the pest in Mazruni, an unregistered grape, in different locations of the Midyat district (Barıştepe, Budaklı, Mercimekli) in 2014 and 2015 are shown in Figures 1, 2, and 3.

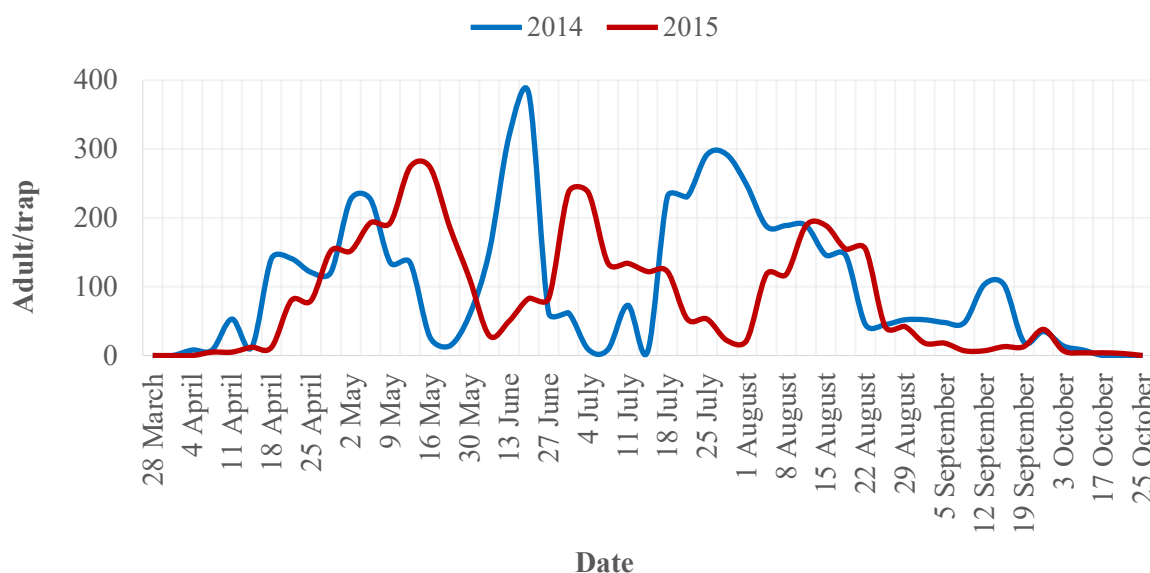


Figure 1. Adult population change of European grapevine moth in the vineyard of Mardin Midyat Barıştepe neighbourhood in 2014 and 2015.

The number of *L. botrana* adults caught in the pheromone traps and its population fluctuations in the Barıştepe neighbourhood in 2014 and 2015 are given in Figure 1. The adults were detected for the first time in the first week of April (04-09 April) in both years. When the adults were seen in the traps for the first time, the temperature was 10.9 °C, and the relative humidity was 44.4% in 2014, and they were 17.8 °C and 39.7%, respectively, in 2015 (Figure 4). The pest formed three peaks in both years; however, the peaks occurred earlier in 2014, and the values of the second and third peaks detected in that year were higher than those obtained in 2015. The results indicate that the pest population density was higher in 2014 compared to 2015; the total number of adults caught in traps was 3210 and 2399 in 2014 and 2015, respectively. The adults of the pest were last encountered on October 10 in 2014, and October 20 in 2015.

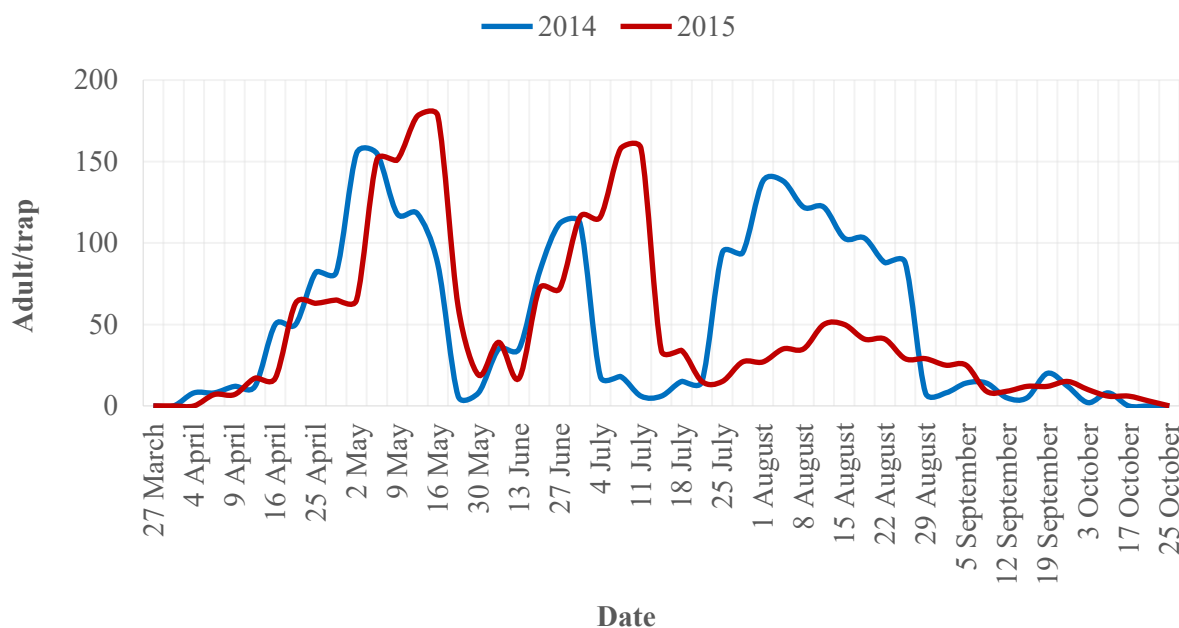


Figure 2. Adult population change of the European grapevine moth in the vineyard of Mardin Midyat Budaklı neighbourhood in 2014 and 2015.

Adults of the pest were first encountered in the traps in Budaklı in the first week of April 2014 (04 April). The pest population showed high fluctuation during the season and formed three peaks (May 2, 155 adults/trap, June 20, 120 adults/trap, and August 1, 188 adults/trap). Adults were last seen in traps on October 10 (8 adults/trap). Adults of the pest were caught in the trap in the first week of April (06 April) in 2015 as in 2014. When the adults were caught in the traps for the first time, the temperature and humidity values were 10.9 °C and 44.4% in 2014 and 15 °C and 67% in 2015, respectively (Figure 4).

The population of the pest began to develop in the first week of April (April 4) and reached its first peak level on May 15 (178 adults/trap). Thereafter, the population declined sharply until June 13 (17 adults/trap), and shortly after, it started to increase and reached the second peak (July 6; 158 adults/trap). The population density declined greatly after the second peak occurrence and fluctuated at low levels until the end of the season. The pest adults were encountered in the vineyards until 20 October. The results indicate that the pest population density was higher in 2014 than that in 2015; the total number of adults caught in traps was 1578 and 1275 in 2014 and 2015, respectively.

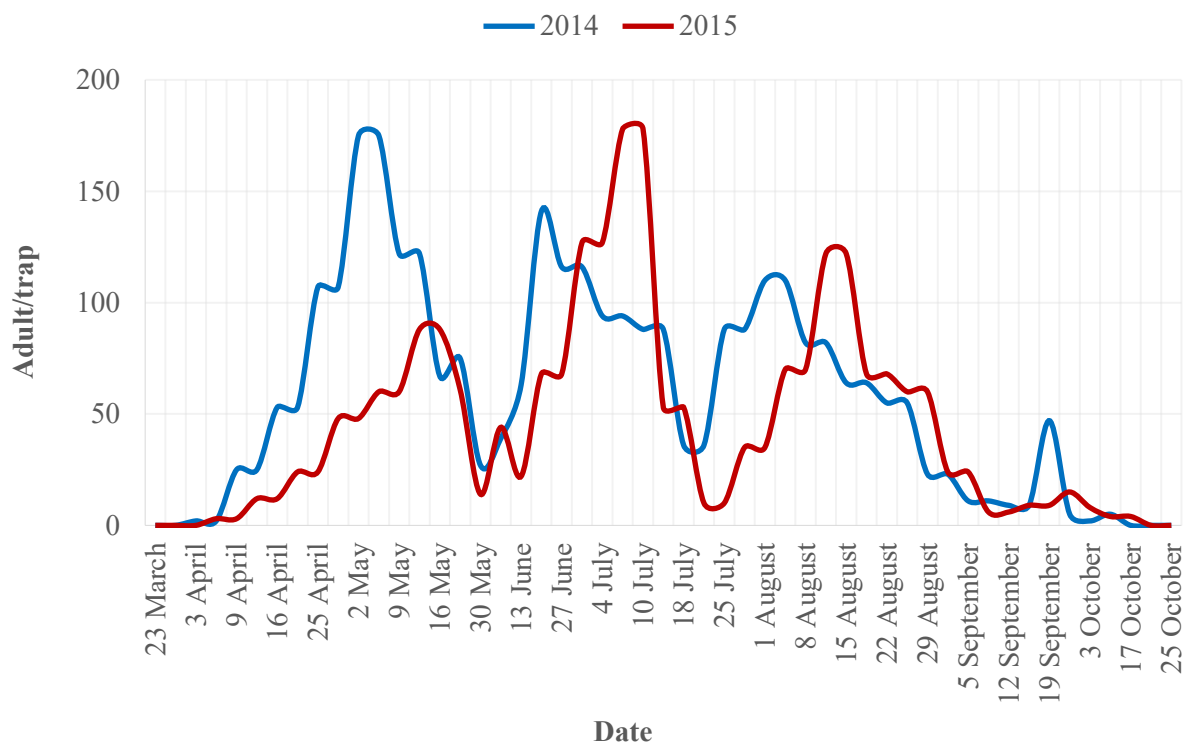


Figure 3. Adult population change of the European grapevine moth in the vineyard of Mardin Midyat Mercimekli neighbourhood in 2014 and 2015.

The adult numbers of *L. botrana* caught in pheromone traps in the vineyard in the Mercimekli neighbourhood, and their population fluctuations are given in Figure 3. The adults were seen for the first time in the first week of April (03-06 April) in both years. The average temperatures were 8.8 °C and 15 °C, and relative humidities were 45.3% and 67% in 2014 and 2015 when the adults were encountered for the first time in the traps. The adults were encountered in pheromone traps for the first time on April 3 (2 adults/trap) in 2014, then the population began to increase and reached a peak level (175 adults/trap) on May 2. Later on, the population dwindled until second-generation adults appeared in traps (30 May). With the increase in the number of adults belonging to the second generation, the pest population formed its second peak on June 20 with 141 adults/trap. The population started to decline rapidly after the peak formation and continued its decline until the adults of the third generation were caught in a trap (18 July). The pest formed the third peak (110 adults/trap) on August 1, and thereafter population gradually declined until September 12, then increased, and a small peak occurred on September 19 (47 adults/trap).

The adults of the pest were caught in traps for the first time (3 adults/trap) on April 6 in 2015. The first peak occurred on May 15 with 88 adults, and the population then decreased until the adults of the second generation were seen in the pheromone traps (14 June). The pest population formed two other peaks with each new generation of adults, the second peak occurred on July 6 with 178 adults/trap, and the third peak occurred on August 13 with 122 adults. Thereafter the population decreased gradually until October 10, when the adults were caught for the last time in the traps.

The total density of *L. botrana* adults caught in the pheromone traps in the vineyard in the Mercimekli neighbourhood was higher in 2014 (1731 adult/trap) compared to 2015 (1233 adult/trap). The study by Mamay & Çakır (2014) found that the pest population in Şanlıurfa (Öğütçü) was considerably high (1333 adults/trap in 2010 and 520 adults/trap in 2011). This finding is consistent with previous studies showing that *L. botrana* populations can vary significantly by regions and years.

The shoots of the Mazruni variety wrap around the trunk and spread toward the ground, therefore, the humidity rate is high in the vineyards of this variety since the air cycle is insufficient in the inner parts of the vineyards, and the clusters are not exposed to sunlight. This creates a suitable environment for the pest activity in terms of temperature and humidity. The population dynamics and status of insect pests on crops are known to be significantly influenced by temperature. These may occur

from both direct effects on the distribution and abundance of pest populations as well as indirect effects on host plants, competitors, and pests' natural enemies (Uygun & Atlihan, 2000; Atlihan & Özgökçe, 2002; Atlihan & Chi, 2008; Satishchandra et al., 2018; Özgökçe et al., 2018). It has been seen that the temperature increase stimulated the pest population to increase. The temperature also has an indirect effect on the population growth of the pest by affecting plant phenology. Temperature and humidity data were given in Figure 1 to illustrate the interaction between meteorological data and the pest population density and fluctuation. Temperature values are important in chemical control against *L. botrana* damage in vineyards. As reported in Aslan & Gülser (2018) and Anonymous (2023), The TET values required for the control of the first, second, and third-generation *L. botrana* are 120, 528, and 1047 degree days, respectively. These values were obtained on May 03, June 16, and July 26 in 2014, and on May 18, June 22, and July 25 in 2015. Based on these results, it would be appropriate to apply chemical control against *L. botrana* in Mardin in mid-May, late June-early July, and early August in case the population of the pest is dense enough to require control.

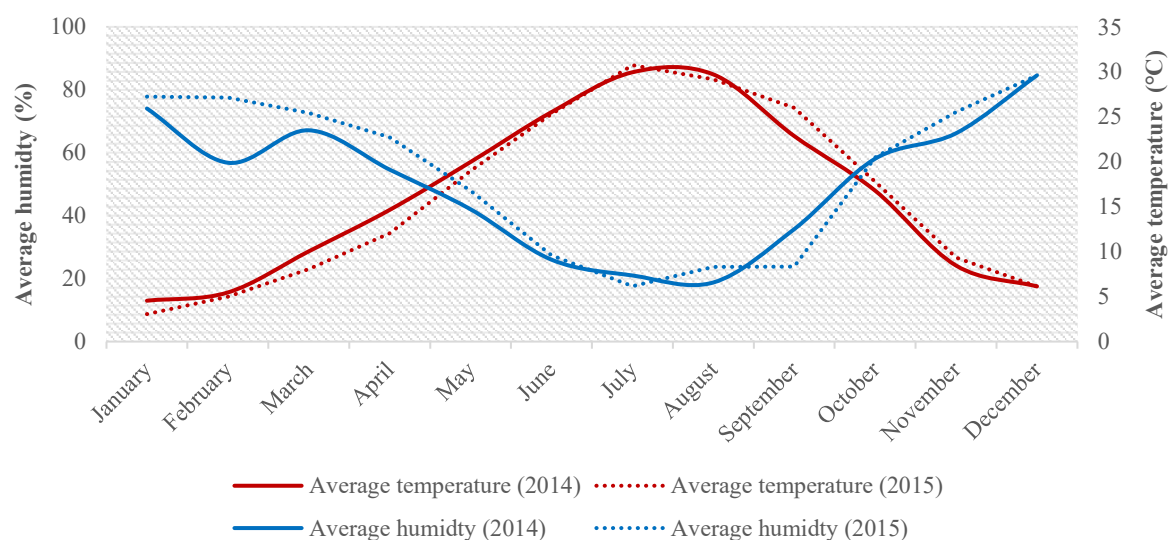


Figure 4. The average temperature and relative humidity values in the Midyat district in 2014 and 2015.

In the Midyat district, the average temperature and relative humidity values of 2014 and 2015 and their trend throughout both years were similar (Figure 4).

Adults of the pest emerge for the first time at different times in the grape-grown regions of Turkey, depending on ecological conditions. For instance, the adults of the pest appear for the first time at the end of April in Diyarbakır, Şanlıurfa, and Elazığ provinces located in the same region as the Midyat district of Mardin (South Anatolian region of Turkey) (Kaplan & Çınar, 1998, Mamay & Çakır, 2014; Kaplan et al., 2016; Kaplan, 2019), between late February and early March in Mersin-Tarsus (Öztürk & Acioz, 2010), between late April-first half of May in the Çanakkale vineyards (Özpinar et al., 2004), in the second half of April in İzmir, Denizli, Manisa (Önçağ, 1975; Kovancı et al., 2005), and Bursa (Altındişli et al., 2005), in Mid-April and at the beginning of May in Gaziantep (Aslan & Gülser, 2018). Depending on the environment and annual weather circumstances, *L. botrana* completes two or three generations in transitional locations. It generally completes two generations per year in central Europe and three generations in southern Europe, however, during the warmest years and in some southern grape-growing regions, a partial fourth generation can be seen (Charmillot, 2005; Pavan et al., 2006; Ioriatti et al., 2011). According to recent studies, the *L. botrana* first appears in April in Diyarbakır province, located in the Southeastern Anatolia region of Turkey, and Ankara province, located in the Central Anatolian region. Although it is active in nature for seven months in Diyarbakır and six months in Ankara, it produces three generations in both provinces annually (Kaplan, 2020; Özdem et al., 2022). The difference between regions regarding the first occurrence of the pest in nature might be attributed to the differences between climatic conditions, especially temperature and relative humidity. *L. botrana*'s first generation typically has no negative economic effects. Due to their activity, the second and third generations can reduce yields and inflict quality harm (Moschos, 2006; Pavan et al., 2014).

We obtained that the pest has three generations in the Midyat district. Our result is in following that of Kaplan & Çınar (1998), who stated that the pest gives three generations per year in Diyarbakır, Şanlıurfa, and Elazığ provinces located in the same region with Midyat district. The pest formed four peaks (three main peaks during the season and a low peak at the end of the season) in Barıştepe and Mercimekli and three peaks in Budaklı in 2014, and three peaks in all neighbourhoods in 2015. The peaks coincided with the flowering period (May), the berry (chickpea size) period (June-July), the sweetening period of the grains (July-August), and the sweetening-harvest period (September), respectively. After the harvest, the population decreased in all neighbourhoods, and overwintering occurred in October-November.

4. Conclusion

In this study, the time of the first emergence of *L. botrana* adults and the period they were active in nature and population fluctuation in this period, and the number of generations were investigated in the vineyard areas of the Midyat district of Mardin province. The results obtained provide important information for pest control at the appropriate time.

Our results indicated that *L. botrana* first appears at the beginning of April in the pheromone traps and reaches the high density that needs to be controlled. It gives three generations and generally forms three or four peaks in the phenology of the vineyard and remains active in nature for approximately seven months, thereafter overwinters between the end of October and the beginning of November.

According to the results, three sprayings should be applied against *L. botrana* in the vineyards in the Midyat district in the first half of May (first generation), in the second half of June (second generation), and in the last week of July (third generation).

Acknowledgements

The article was presented "Ispac, 9. International Conference on Agriculture, Animal Sciences and Rural Development" in Burdur on 19-20 March 2022.

References

- Altındışli, F. Ö., Koçlu, T., Hepdurgun, B., & Özsemerci, F. (2005, September). *Salkım güvesi (Lobesia botrana Den. & Schiff.) ile mücadelede çiftleşmeyi engelleme tekniğinin kullanımında 6 yıllık deneyim*. Türkiye 6. Bağcılık Sempozyumu Bildirileri. Tekirdağ. 1, 297-304.
- Anonymous, (2023). *Bağ Entegre Mücadele Teknik Talimatı*. Tarım ve Köyişleri Bakanlığı. Tarımsal Araştırmalar Genel Müdürlüğü, Ankara. <https://www.tarimorman.gov.tr/TAGEM/Belgeler/Entegre/ba%C4%9F%20entegre.pdf> Access date: 01.01.2023.
- Aslan, M. M., & Gülser C. (2018). Investigations on Effectiveness of *Bacillus thuringiensis* var. kurstaki Against the european grape moth (*Lobesia botrana* (Den. & Schiff.) (Lepidoptera: Tortricidae) and their beneficial insects. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi*, 482-488. doi:10.18016/ksudobil.349828
- Atlıhan, R., & Özgökçe, M. S. (2002). Development, fecundity and prey consumption of *Exochomus nigromaculatus* feeding on *Hyalopterus pruni*. *Phytoparasitica*, 30, 443-450. doi:10.1007/BF02979748
- Atlıhan, R., & Chi H. (2008). Temperature-dependent development and demography of *Scymnus subvillosus* (Coleoptera: Coccinellidae) reared on *Hyalopterus pruni* (Homoptera: Aphididae). *Journal of Economic Entomology*, 101, 325-333. doi:10.1093/jee/101.2.325
- Barata, A., Correia Santos, S., Malfeito-Ferreira, M., & Loureiro, V. (2012). New insights into the ecological interaction between grape berry microorganisms and drosophila flies during the development of sour rot. *Microbial Ecology*, 64, 416-430. doi:10.1007/s00248-012-0041-y
- Charmillot, P. J. (2005). Climat et populations respectives des vers de la grappe eudémis et cochylis, *Revue suisse de viticulture. Arboriculture Et Horticulture*, 37, 53-54.

- Cozzi, G., Pascale, M., Perrone, G., Visconti, A., & Logrieco, A. (2006). Effect of *Lobesia botrana* damages on black aspergilli's rot and ochratoxin A content in grapes. *International Journal of Food Microbiology*, 111, 88-92. doi:10.1016/j.ijfoodmicro.2006.03.012
- Çakmak, S., & Mamay, M. (2021). Besni bağlarında salkım güvesi [*Lobesia botrana* (Denis & Schiffmüller, 1775) (Lepidoptera: Tortricidae)]'nin popülasyon gelişimi. Eds: Kaplan, M., Ölmez Bayhan, S., *Bitki korumada güncel çalışmalar* (s. 51-64). Akademisyen Yayınevi.
- OIV. (2022). *State of the World Vine and Wine Sector*. International Organisation of Vine and Wine. <https://oiv.int/public/medias/8773/pptpress-conf-2022-4-def.pdf> Access date: 02.01.2023.
- Ferroud, M., & Le Menn, R. (1989). Association of *Botrytis cinerea* with grape berry moth larvae. *Phytopathology*, 79, 651-656. doi: 10.1094/Phyto-79-651
- Ioriatti, C., Anfora, G., Tassin, M., De Cristofaro, A., Witzgall, P., & Lucchi, A. (2011). Chemical ecology and management of *Lobesia botrana* (Lepidoptera: Tortricidae). *Journal of Economic Entomology*, 104, 1125-1137. doi:10.1603/EC10443
- Kaplan, C., & Çınar, M. (1998). *Güneydoğu Anadolu Bölgesi bağlarında ana ve ekonomik öneme sahip zararlılar ile yararlıların yıllık popülasyon değişimleri ve zararlıların mücadeleye esas kritik biyolojik dönemlerinin saptanması*. Zirai Mücadele Araştırma Yıllığı. <http://arastirma.tarim.gov.tr/zmmae/Menu/35/Zirai-Mucadele-Arastirma-Yilliklari> Access date: 01.01.2023.
- Kaplan, M., Özgenç, İ., & Kılıç, M. (2016). Determination of adult population fluctuation and infestation rate of bunch of grapes European grapevine moth [*Lobesia botrana* (Denis & Schiffmüller) (Lepidoptera: Tortricidae)] in the vineyards in Mazıdağı (Mardin). *Meyve Bilimi Dergisi*, 3(1) 10-16.
- Kaplan, M. (2019). Determination of Distribution Areas, Harmful Insects and Mite Species in Vineyards. *Research & Reviews in Agriculture, Forestry and Aquaculture Sciences* (pp. 21-29). Gece Kitaplığı.
- Kaplan, M. (2020). Determining the adult population fluctuation and infestation rate of European Grapevine Moth (*Lobesia Botrana* (Denis & Schiffmüller) (Lepidoptera: Tortricidae) in the vineyards in Turkey. *Erwerbs-Obstbau*, 62(1), 69-73. doi:10.1007/s10341-020-00498-7
- Kovancı, B., Türkmen, C., & Kumral, N.A. (2005, April). *Iznik (Bursa) ilçesindeki bağlarda zararlı salkım güvesi [*Lobesia botrana* Den. & Schiff. (Lep.: Tortricidae)]'nin ergin popülasyon dalgalanması üzerinde araştırmalar*. 6. Türkiye Bağcılık Sempozyumu, Tekirdağ.
- Mamay, M., & Çakır, A. (2014). Determination of adult population fluctuation and infestation rate of European grapevine moth [*Lobesia botrana* Denis & Schiffmüller (Lepidoptera: Tortricidae)] in the vineyards in Şanlıurfa Central county. *Plant Protection Bulletin*, 54(2), 103-114.
- Mamay, M., & Çakmak, S. (2021). Salkım güvesi [*Lobesia botrana* (Denis & Schiffmüller, 1775) (Lepidoptera: Tortricidae)]'nin farklı üzüm çeşitlerinde ve farklı terbiye sistemlerinde bulaşıklık oranı. Eds: Kaplan, M., Ölmez Bayhan, S., *Bitki korumada güncel çalışmalar* (s. 65-80). Akademisyen Yayınevi.
- Moschos, T. (2006). Yield loss quantification and economic injury level estimation for the carpophagous generations of the European grapevine moth *Lobesia botrana* Den. et Schiff. (Lepidoptera: Tortricidae). *International Journal of Pest Management*, 52, 141-147. doi:10.1080/09670870600639179
- Önçağ, G. (1975). *Ege Bölgesi'nde salkım güvesi (Lobesia botrana Den.-Schiff.)'nin tanınması, yayılışı, biyolojisi, zararı, doğal düşmanları ve kimyasal savaş imkânları üzerine araştırmalar*, T.C. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı, Zirai Mücadele ve Zirai Karantina Genel Müdürlüğü Araştırma Serisi, Teknik Bülten, İzmir, 26.
- Özdem, A., Aydar, A., & Sabahoğlu, Y. (2022). Investigation of flight activity and damage status of European grapevine moth *Lobesia botrana* (Denis & Schiffmüller) (Lepidoptera: Tortricidae). *Journal of Agricultural Sciences*, 28, 704-710. doi:10.15832/ankutbd.795425
- Özpinar, A., Albayrak, A., & Görür, S.E. (2004, Eylül). *Çanakkale ili bağ alanlarında salkım güvesi [*Lobesia botrana* Den. & Schiff. (Lepidoptera: Tortricidae)]'nin popülasyon gelişmesi ve döl sayısının belirlenmesi*. Türkiye I. Bitki Koruma Kongresi Bildiri Özetleri, Samsun, 101.
- Özgökçe, M. S., Chi, H., Atlıhan, R., & Kara, H. (2018). Demography and population projection of *Myzus persicae* (Sulz.) (Hemiptera: Aphididae) on five pepper (*Capsicum annuum* L.) cultivars. *Phytoparasitica*, 46, 153-167. doi:10.1007/s12600-018-0651-0

- Öztürk, N., Hazır, A., & Ulusoy, M.R. (2005, Eylül). *Türkiye bağlarında saptanan zararlı türler ile doğal düşmanlar*. Türkiye 6. Bağcılık Sempozyumu Bildirileri, Tekirdağ.
- Öztürk, N., & Acıöz, S. (2010). The adult population dynamics of the European grapevine moth [*Lobesia botrana* Den.&Schiff. (Lepidoptera: Tortricidae)] in the vineyards in Tarsus (Mersin-Turkey). *Bitki Koruma Bülteni*, 50, 111-120.
- Pavan, F., Zandigiaco, P., & Dalla Monta L. (2006). Influence of the grape-growing area on the phenology of *Lobesia botrana* second generation, *Bulletin of Insectology*, 59, 105-109.
- Pavan, F., Bigot, G., Cargnus, E., & Zandigiaco, P. (2014). Influence of the carpophagous generations of the European grapevine moth *Lobesia botrana* on grape bunch rots. *Phytoparasitica*, 42, 61-69. doi:10.1007/s12600-013-0338-5
- Rank, A., Ramos, R. S., da Silva, R. S., Soares, J. R. S., Picanço, M. C., & Fidelis, E. G. (2020). Risk of the introduction of *Lobesia botrana* in suitable areas for *Vitis vinifera*. *Journal of Pest Science*, 93, 1167-1179. doi:10.1007/s10340-020-01246-2
- Satishchandra, N. K., Vaddi, S., Naik, S. O., Chakravarthy, A. K., & Atlihan, R. (2018). Effect of temperature and CO₂ on population growth of south american tomato moth, *Tuta absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelechiidae) on tomato. *Journal of Economic Entomology*, 111, 1614-1624. doi:10.1093/jee/toy143
- Thiéry, D., Monceau, K., & Moreau, J. (2014). Larval intraspecific competition for food in the European grapevine moth *Lobesia botrana*. *Bulletin of Entomological Research*, 104(4), 517-524. doi:10.1017/S0007485314000273
- TÜİK. (2021). Turkish Statistical Institute, Crop Production Statistics. Ankara. <http://www.tuik.gov.tr> Access date: 01.01.2023.
- Ünlü, L., & Güleç, F. (2018). Determination of population development and infestation ratio of *Lobesia botrana* Den. & Schiff. (Lep.: Tortricidae) in Ahmetli and Turgutlu (Manisa) districts. *Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi*, 33 (3) , 191-201. doi:10.7161/omuanajas.391372
- Uygun, N., & Atlihan, R. (2000). The effect of temperature on development and fecundity of *Scymnus levillantii*. *BioControl* 45, 453-462. doi:10.1023/A:1026505329762



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Sirken (*Chenopodium album L.*) Bitkisini Silolamanın Silaj Kalitesi, *In vitro* Sindirilebilirlik ve Enerji İçerikleri ile Nispi Yem Değerine Etkisi

Serhat YILDIZ

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Gevaş Meslek Yüksekokulu, Veterinerlik Bölümü, Van, Türkiye

Serhat YILDIZ, ORCID No: 0000-0003-1063-4704

Sorumlu yazar e-posta: syildiz@yyu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 25.02.2023

Kabul: 09.05.2023

Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1256433](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1256433)

Anahtar Kelimeler

Enerji içerikleri,
In-vitro,
Nispi yem değeri,
Silaj kalitesi,
Sindirilebilirlik,
Sirken

Öz: Bu çalışma, üç farklı vejetasyon döneminde hasat edilerek silolanan sirken (*Chenopodium album L.*) bitkisinin, silaj kalitesi, in-vitro sindirilebilirlik ve enerji içerikleri ile nispi yem değerinin (NYD) belirlenmesi amacıyla yürütülmüştür. Yapılan silajlarda ham besin madde düzeyleri, *in vitro* sindirilebilirlik ve enerji içerikleri, Fleig puanları ile NYD; silaj sıvılarında pH, amonyak azotu (NH₃-N) ve uçucu yağ asitleri (UYA) konsantrasyonları belirlenmiştir. Silajlarda en düşük KM (%24.01), NDF (%44.07), ADF (%28.14) ve pH (4.70) ile en yüksek HP (%14.45), AA (%6.50), NYD (141.50), KMS (%69.43), OMS (%66.00), SE (2.91), ME (2.39) ve NE_L (1.50) değeri çiçeklenme başlangıcı dönemde; en yüksek LA (%3.01) çiçeklenme ortası dönemde; en düşük HK (%9.51) ve BA (%9.51) ile en yüksek HY (%2.92) değeri ise tohum bağlama döneminde tespit edilmiştir. Tüm bu silaj parametreleri için gruplar arasındaki farklılık önemli (P<0.05) bulunmuştur. Sirken otunun, yüksek proteinli olmasına ve silajların katkısız olarak yapılmasına rağmen, belirlenen tüm parametreler ile tüm gruplarda tatmin edici düzeyde ve “iyi” nitelik sınıfında silajlar elde edilmiştir. Bitkinin çiçeklenme başlangıcı ile çiçeklenme ortası olan dönemlerde ve özellikle kolay eriyebilir bir karbonhidrat kaynağı ile silolanması durumunda, silajların daha kaliteli olacağı sonucuna varılmıştır.

The Effect of Ensiling Lamb's Quarters (*Chenopodium album L.*) on Silage Quality, In-vitro Digestibility and Energy Contents and Relative Feed Value

Article Info

Received: 25.02.2023

Accepted: 09.05.2023

Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1256433](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1256433)

Keywords

Digestibility,
Energy contents,
In-vitro,
Lamb's quarters,
Relative feed value,
Silage quality

Abstract: This study was carried out to determine the silage quality, in-vitro digestibility, energy content, and relative feed value (RFV) of the lamb's quarters (*Chenopodium album L.*), which was harvested and ensiled in three different vegetation periods. Raw nutrient levels, in-vitro digestibility and energy contents, Fleig scores and RFV in the silages; pH, ammonia nitrogen (NH₃-N) and volatile fatty acids (VFA) concentrations in silage liquids were determined. Silages had the lowest DM (24.01%), NDF (44.07%), ADF (28.14%) and pH (4.70) with the highest CP (14.45%), AA (6.50%), RFV (141.50), DMD (69.43%), OMD (66.00%), DE (2.91), ME (2.39) and NE_L (1.50) values at the beginning of flowering; the highest LA (3.01%) was in the mid-flowering period; the lowest CA (9.51%) and BA (9.51%) and the highest EE (2.92%) values were determined during the seed setting period. For all these silage parameters, the difference between the groups was significant (P<0.05). Despite the high protein content of the lamb's quarters and the silages made without additives, a satisfactory level of “good” quality class silages were obtained in all groups with all the parameters determined. It has been concluded that the silage will be of higher quality, especially in the periods between the beginning and middle of flowering, and especially if it is ensiled with an easily soluble carbohydrate source.

1. Giriş

Türkiye’de büyükbaş ve küçükbaş hayvanların istenilen düzeyde ve verimde olması için ucuz, kaliteli ve bol kaba yem ihtiyacının düzenli olarak karşılanması, çözülmesi gereken en önemli sorunlardan biridir. Ülkemiz hayvancılığında çok ciddi kaliteli kaba yem açığı bulunmakta ve kaba yemler hayvancılıkta vazgeçilmez yem kaynaklarıdır. Hayvanların ancak kaba ve kesif yemle rasyonel bir şekilde beslenmeleri halinde istenilen verimlerin alınması olasıdır. Hayvancılıkta genel olarak üretim maliyetinin %70’ini yem giderleri oluşturmaktadır (Alçıçek ve ark., 2003; Ergün ve ark., 2011). Hayvanların yeme olan ihtiyaçlarını karşılamak için, kaliteli kaba yem açığının kapatılması amaçlanmalı ve bu amaç doğrultusunda, kaliteli bir üretimin yapılabilmesi için alternatif kaba yem kaynakları belirlenmeli, bunların kullanım olanakları ortaya konmalıdır. Ülkemizde kaba yemler, çok çeşitli yem bitkisi kaynaklarından ve tarım ürünlerinin hasadından geriye kalan bitki artıklarından sağlanmaktadır. Hayvancılık işletmelerinin karlılığını artırmada, maliyetlerinin düşük olması nedeniyle kuru ot, yeşil yemler ve silaj gibi kaliteli kaba yemlerin önemi büyüktür. Hayvancılık işletmelerinin yararlanabileceği birçok alternatif yem kaynakları olmasına rağmen, genellikle alışılmış yemler hayvan tüketiminde kullanılmaktadır. Oysaki hayvancılığı gelişmiş ülkelerde farklı kaba yem kaynaklarından da yararlanılmaktadır. Böylece hayvanlar besleme fizyolojisine uygun, kaliteli ve ucuz bir şekilde beslenirken, insanların tükettikleri daha pahalı olan kesif yemlerin hayvan beslemede kullanımı azalmaktadır (Gemalmaz & Bilal, 2016; Harmanşah, 2018; Özkan, 2020);

Hayvancılık işletmelerinde kaba yemlerin kıt olduğu dönemlerde genellikle hayvanlar mecburi olarak, tahıl samanları gibi besin maddesi içeriği düşük yemlerle beslenmektedir. Bununla birlikte önemli bir alternatif oluşturan, taze ve suca zengin, karbonhidrat içeriği yüksek silaj yemlerinin de kullanılması önem arz etmektedir. Artık ülkemizin genelinde kaliteli kaba yem kaynağı olarak tercih edilmeye başlanan silo yemleri; hayvanların tüketebildiği suca zengin yem materyallerinin, sıkıştırılıp havasız bir ortamda fermantasyonu ile elde edilmektedir. Bu tür yemlerde, besin değerinde çok az bir kayıpla, hatta fermantasyon sırasında besin değerini artırarak, yeşil yemlerin bulunmadığı mevsimlerde kullanılmak üzere saklanması olasıdır. Burada vurgulanması gereken nokta; her türlü suca zengin kaba yemin havasız ortam koşullarında süt asidi bakterilerinin fermantasyonuna tabi tutulmasıdır. Ülke koşullarında, yılın ancak belli dönemlerinde süt ve besi hayvanlarının yeşil yem ihtiyaçları taze olarak karşılanabildiğinden, suca zengin kaba yem ihtiyaçlarının karşılanması zorunluluğu sonuç olarak karşımıza çıkmaktadır (Alçıçek & Özdoğan, 1997; Karadağoğlu & Özdüven, 2019; Yıldız, 2019; Şahin & Zaman, 2010).

Bitkisel gen kaynakları yönünden zengin olan ülkemizin doğal vejetasyonunda bulunan bazı bitkiler kaba yem özelliği taşımakta olup, hayvanlar tarafından değerlendirilebilmektedir. Kültürü yapılan yem bitkilerine alternatif olabilecek türlerin belirlenerek tarıma kazandırılması için çalışmalar yapılmaktadır (Acar & Güncan, 2002). Bu amaçla silaj yapımına uygun, potansiyel bitkiler içerisinde yer alan ve hayvan beslemede faydalarından yararlanılabilecek bitkilerden biri de sirken bitkisidir. Tüm dünyada yaygın olarak yetişen sirken bitkisi, insan gıdası ve hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. Tüketildiğinde sağlığa iyi gelen ve hastalık yükünü azaltabilen mükemmel bir "fonksiyonel gıda" örneği olan kinoa (*Chenopodium quinoa*), sirken bitkisinin en yakın akrabasıdır. Kinoa bitkisinin hem dane hem de yeşil aksam besin kalitesinin çok yüksek olduğu bilinmektedir ve sirken bitkisinin de kalitesi kinoaaya yakın olduğu bildirilmektedir. Latince adı "*Chenopodium album L.*", İngilizce adı "lamb's quarters, common lambsquarters, white goosefoot, goosefoot, wild spinach" ve Türkçe adı "ak kazayağı, ak pazı, sirken"dir. Tek yıllık olup, bol yeşil aksam üreten ve kazık köklü olan bu bitki 2 m'ye kadar boyanabilmektedir. Kurak şartlara ve soğuğa dayanıklı, 3.000-20.000 adet tohum oluşturabilen ve tohumları 30 yıla kadar çimlenmeden toprakta kalabilen bir bitkidir. Sirken bitkisinin nitrat depoladığı bilinmekte, bünyesinde bulunan yüksek konsantrasyondaki oksalatın, aşırı miktarlarda ve hızlı tüketildiğinde zehirlenmelere neden olabileceği bildirilmektedir. Türkiye'nin hemen hemen bütün bölgelerinde bitkisel üretim alanları başta olmak üzere her yerde kolayca yetişen ve yoğun olarak yabancı ot mücadelesinin yapıldığı bir bitki olan sirken; yetiştiği yerlerde fazlaca ot vermekte ancak, hayvanlar tarafından sevilerek tüketilmediğinden doğrudan kaba yem olarak kullanılmaya potansiyeli düşük olmaktadır. Bu durumu ortadan kaldırmak için, kolay eriyebilir karbonhidrat kaynaklarıyla takviye edilerek silolanması durumunda daha değerli bir yem haline gelmesi sağlanabilecektir. Sirken otu özellikle silajlık mısır tarlalarında çok yaygın bir yabancı ot olduğundan bu bitkinin silaj değerinin

bilinmesi de ayrı bir önem taşımaktadır (Uygur ve ark., 1986; Çopur, 2012; Tan ve ark., 2012; Değbski ve ark., 2018; Anonymous, 2023).

Çalışma, sirken bitkisinin silolama yeteneğinin belirlenmesi için çiçeklenme başlangıcı, çiçeklenme ortası ve tohum bağlama dönemi olmak üzere üç farklı dönemde silolanması ve oluşturulan silo yemlerinin silaj kalitesi, fermentasyon özellikleri, besin madde içerikleri, *in vitro* sindirilebilirlikleri, enerji içerikleri ile nispi yem değerinin belirlenmesi amacıyla yürütülmüştür.

2. Materyal ve Yöntem

Hayvan Deneyleri Yerel Etik Kurulu'nun 23/02/2023 tarih ve 2023/04-02 sayılı kararına göre; bu çalışmayla ilgili, VAN YUHADYEK'in ilgili yönetmelik hükmü gereğince VAN YUHADYEK'ten "Çalışma ve Araştırma Kesin Sonuç Onay Belgeleri" alınmasına gerek olmadığına karar verilmiştir.

Bu çalışmada kullanılan Sirken bitkisi Van YYÜ kampüs arazisinin farklı lokasyonlarında yetişen bitkilerden temin edilmiştir.

2.1. Silajların yapımı

Sirken bitkisi çiçeklenme başlangıcı (ÇB), çiçeklenme ortası (ÇO) ve tohum bağlama (TB) olmak üzere üç farklı vejetasyon döneminde biçilmiştir. Taze bitki örnekleri silotrak ile parçalanmış, toplam 15 adet silaj örneği hava almayacak şekilde doldurulmuş ve sıkıştırılmıştır. Bunun için 1 litrelik cam kavanozlar kullanılmıştır. Cam kavanozların kapakları, silo suyu drenajı sağlanması için delinmiş ve 48 saat süreyle kavanozlar ters çevrilerek bekletilmiştir. Delinen kavanoz kapakları, silo suyu drenajının bittiği 48 saatin sonunda, tekrar koli bandıyla kapatılmıştır. Kavanozlar, analizlerin yapılması için, 70 günlük inkübasyon süresi bitiminde açılmıştır.

2.2. Kimyasal analizler

Silajlar açıldıktan hemen sonra pH değerleri ölçülmüştür (Polan ve ark., 1968). Tüm silaj örnekleri 65 °C'de 48 saat kurutulmuş ve laboratuvar tipi değirmende 1 mm çapında öğütülmüştür. Silajların kuru madde (KM), ham protein (HP) ve ham kül (HK) analizleri Weende analiz sistemine göre (AOAC, 2000) yapılmıştır. Silajlarda ADF ve NDF analizleri ise Goering & Van Soest (1970)'in bildirdikleri yönteme göre yapılmıştır. Silajların enerji içeriklerinin belirlenmesinde NRC (1989) ve Ishler ve ark. (2000)'nin bildirdiği formüllerden yararlanılmıştır. Silajlarda, asetik (AA), propiyonik (PA), bütirik (BA) ve laktik asit (LA) düzeyleri, HPLC cihazında Agillent Hi- Plex organik asit kolonu ile (Suzuki & Lund, 1980), NH₃-N konsantrasyonunun hesaplanmasında ise distilasyon yöntemi (Markham, 1942) kullanılmıştır.

2.2. Silajlarda *in-vitro* KM sindirilebilirlikleri ve enerji içerikleri

Çalışmada yapılan silajların *in vitro* sindirilebilirliklerinin belirlenmesi için, ANKOM DAISY II INCUBATOR cihazı kullanılmış ve aşağıda verilen formül ile sindirilebilirlikler belirlenmiştir (Ankom, 2002).

$$\text{In-vitro sindirilebilirlik, \% (IVS)} = 100 - ((W3 - (W1 \times C1)) * 100) / W2 \quad (1)$$

Silajlara ait enerji değerlerinin tespit edilmesinde NRC (1989) ve Ishler ve ark. (2000)'nin bildirdiği formüller kullanılmıştır.

$$\begin{aligned} \text{SE, Sindirilebilir Enerji, Mcal/kg KM} \\ \text{SE} = \% \text{TSBM(OMS)} * 0.04409 \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \text{ME, Metabolik Enerji, kcal/kg KM} \\ \text{ME} = \text{SE} * 0.082 \end{aligned} \quad (3)$$

$$\begin{aligned} \text{NEL, Net Enerji Laktasyon, Mcal/kg KM} \\ \text{NEL} = (\% \text{TSBM(OMS)} * 0.0245) - 0.12 \end{aligned} \quad (4)$$

2.3. Silajların Fleig puanları ve nispi yem değerleri (NYD)

Silajlara ait Fleig puanlarının hesaplanmasında Kılıç (1986)'ın bildirdiği formül kullanılmıştır.

$$\text{Fleig Puanı} = 220 + (2x\% \text{KM15}) - 40x\text{pH} \quad (5)$$

Nispi yem değeri (Relative Feed Value, RFV) metodu, ABD'de yonca bitkisinde kalite kontrolü için geliştirilen bir yöntemdir ve bütün bitkiler için kullanılabilir. Yonca için NYD değeri 100 olarak alınmakta ve NYD'nin hesaplanmasında, kaba yemin içerdiği ADF ve NDF miktarı ve kaba yemin hayvan tarafından tüketim potansiyeli ile sağlayacağı enerji değerinin tahminine dayanmaktadır. NYD değeri, bu 100 değerinin altına düşükçe yem kalitesinin düştüğü kabul edilmektedir (Yavuz, 2005; Kaya, 2008; Özdemir & Kaya, 2020).

Van Dyke & Anderson (2000)'a göre; NYD hesaplanması için gerekli formüllerde öncelikli olarak ADF değerlerinden yararlanılarak sindirilebilir kuru madde (SKM) düzeyleri bulunmaktadır.

$$\% \text{SKM} = 88.9 - (0.779 * \% \text{ADF}) \quad (6)$$

Hayvanın canlı ağırlığına bağlı olarak, NDF değerlerinden kuru madde alım yüzdesi (KMA) tespit edilmektedir.

$$\% \text{KMA} = 120 / \text{NDF} \quad (7)$$

SKM ve KMA değerleri formülde yerine konularak, Nispi yem değeri hesaplanmaktadır.

$$\text{NYD} = (\% \text{SKM}) * (\% \text{KMA}) * (0.775) \quad (8)$$

2.4. İstatistiksel analizler

Bu çalışmada elde edilen verilerin istatistiksel analizinde SPSS istatistik Programı (SPSS'in Windows sürümü, salınım 15.00) bünyesindeki varyans analizi (ANOVA) ile gruplar arasındaki farklılıkların kaynaklarını belirlemek için Duncan'ın çoklu karşılaştırma testi kullanılmıştır (Steel & Torrie, 1980; SPSS, 1999).

3. Bulgular ve Tartışma

Kaliteli ve ucuz kaba yem ihtiyacının yeterli düzeyde karşılanması, hayvancılığın geliştirilmesinde çözülmesi gereken önemli sorunlardan biridir. Hem ucuz hem de insan tüketiminde kullanılmayan besinlerden oluşan alternatif kaba yemlerin ruminant beslemede kullanılması oldukça önemlidir. Ülkemizin doğal vejetasyonunda bulunan bazı bitkiler kaba yem özelliği taşımakta ve hayvanlar tarafından değerlendirilebilmektedir. Tarla alanlarında yetiştirilen yem bitkilerine alternatif olabilecek bitkilerin belirlenerek tarıma kazandırılması önem arz etmektedir. Bu amaçla, tüm dünyada yaygın olarak yetişen, silaj yapımına uygun potansiyel bitkiler içerisinde yer alan ve hayvan beslemede faydalarından yararlanılabilecek bitkilerden biri de sirken otudur. Bitki, insan gıdası ve hayvan yemi olarak bilinmekte ve kullanım alanı bulmaktadır. Bu çalışmada, sirken bitkisi üç farklı vejetasyon dönemlerinde biçilerek silolanmıştır. Yapılan silajlarının besin madde içerikleri, silaj kaliteleri, *in vitro* sindirilebilirlikleri ve enerji içerikleri ile nispi yem değeri incelenmiştir.

Çizelge 1. Sirken bitkisinin silolama öncesi besin madde içerikleri (% KM)

Gruplar	KM, %	OM, %	HP, %	HY, %	NDF, %	ADF, %	HK, %
Çiçeklenme Başlangıcı	24.30	83.18	15.05	1.72	42.57	26.52	16.82
Çiçeklenme Ortası	30.51	87.04	13.72	1.82	49.52	28.77	12.96
Tohum Bağlama	42.01	90.82	10.30	1.95	49.37	35.66	9.18

KM: Kuru madde, OM: Organik madde, HK: Ham kül, HP: Ham protein, HY: ham yağ, NDF: Neutral detergent fiber, ADF: Acid detergent fiber

Sirken bitkisinin silolama öncesi besin madde içerikleri incelendiğinde, vejetasyon döneminin ilerlemesine bağlı olarak, KM, OM, HY, NDF ve ADF içeriklerinin yükseldiği, HK ve HP değerlerinin düştüğü tespit edilmiştir. [Abaye ve ark. \(2009\)](#) tarafından yapılan bir çalışmada, meralarda bulunan bazı yabancı otlarının besin değeri ve hayvanların besin gereksinimleriyle ilişkisi incelenmiştir. Çalışmada çiçeklenme döneminde biçilen sirken otunun HP, NDF ve ADF % değerleri sırasıyla; 18, 27 ve 19 olarak verilmiştir. Bu değerler, yaptığımız çalışmadaki değerlerden, HP açısından yüksek, NDF ve ADF değerleri açısından düşük bulunmuştur. Aradaki farklılıkların toprak yapısı, çeşit farklılığı, biçim zamanları, analiz yöntemlerinin farklılığından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Yapılan bir çalışmada, sirken bitkisine ait HP ve HK değerleri %15.75 ve %22.5 şeklinde bulunmuştur. Bu araştırmaya göre bulunan değerler sirken bitkisinin zengin HP ve HK içeren bitkiler sınıfında yer aldığını göstermektedir ([Çopur, 2012](#)). HP değerleri yaptığımız çalışmada elde edilen değerlerle benzerlik göstermektedir. [Atalay & Kamalak \(2019\)](#) tarafından yapılan bir çalışmada, sirken bitkisi farklı olgunlaşma dönemlerinde hasat edilmiştir. Bu çalışmadan elde edilen bulgular, mevcut çalışmadaki bulgularla karşılaştırıldığında, HY değerindeki değişim hariç BM parametreleri vejetasyonun ilerlemesine paralel olarak benzer şekilde değişmiştir. Ancak araştırmacılar, KM hariç genel olarak BM içeriklerini değerlerini daha yüksek tespit etmişlerdir. Aradaki farklılıkların, yöresel ve analiz farklılıklarından kaynaklandığı tahmin edilmektedir. [Temel & Keskin \(2022\)](#) tarafından yapılan bir çalışmada, sirken bitkisine benzeyen ve aynı familyadan olan selvi sirken (*Atriplex nitens Schkuhr*) bitkisinin alternatif kaba yem kaynağı olarak sulu koşullarda bazı verim parametreleri incelenmiştir. Selvi sirken bitkisinin birim alanda yüksek miktarlarda yaş ot, kuru ot ve ham protein verimleri elde edilmiştir. Bu verimlerin geleneksel olarak kültürü yapılan pek çok yem bitkisi türünden daha fazla olduğu belirlenmiştir. Ayrıca bu verim özellikleri göz önüne alındığında bitkinin iyi bir alternatif kaba yem bitkisi olabileceği bildirilmektedir. Benzer çalışmaların sirken bitkisinde de yapılmasıyla, bu bitkinin de benzer verim potansiyelinin olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 2. Sirken silajlarının besin madde içerikleri (% KM; Mean \pm SE)

Gruplar	N	KM %	OM, %	HP, %	HY, %	NDF, %	ADF, %	HK, %
Çiçeklenme Başlangıcı	5	24.01 \pm 0.29 ^c	83.74 \pm 0.68 ^c	14.45 \pm 0.81 ^a	2.17 \pm 0.31 ^b	44.07 \pm 1.57 ^b	28.14 \pm 0.49 ^b	16.26 \pm 0.68 ^a
Çiçeklenme Ortası	5	31.49 \pm 1.67 ^b	87.90 \pm 0.49 ^b	13.00 \pm 0.66 ^b	2.35 \pm 0.29 ^b	50.24 \pm 0.63 ^a	30.55 \pm 2.09 ^a	12.10 \pm 0.49 ^b
Tohum Bağlama	5	39.35 \pm 0.94 ^a	90.74 \pm 0.54 ^a	11.31 \pm 0.52 ^c	2.92 \pm 0.39 ^a	49.07 \pm 2.79 ^a	32.46 \pm 1.79 ^a	9.51 \pm 0.54 ^c
P-değeri		0.000	0.000	0.000	0.021	0.001	0.006	0.000

KM: Kuru madde, OM: Organik madde, HK: Ham kül, HP: Ham protein, HY: ham yağ, NDF: Neutral detergent fiber, ADF: Acid detergent fiber; a,b,c: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir.

Çizelge 2’de verilen besin madde içerikleri incelendiğinde, silolama öncesi besin maddesi değerlerine paralel olarak, vejetasyon döneminin ilerlemesine bağlı olarak, KM, OM, HY, NDF ve ADF içeriklerinin yükseldiği, HK ve HP değerlerinin düştüğü tespit edilmiştir. Tüm silaj parametreleri için gruplar arasındaki farklılığın önemli olduğu belirlenmiştir ($P < 0.05$). [Tan ve ark. \(2012\)](#) tarafından horozibiği ve sirken yabancı otlarının silaj değerlerinin belirlenmesi amacıyla yapılan bir çalışmada, bu bitkilerle yapılan silajların pek kaliteli silajlar olmadıkları ve farklı katkılarla yeni çalışmalara ihtiyaç duyulduğu bildirmişlerdir. Araştırmacılar çalışmalarında sirken bitkisini çiçeklenme başlangıcında ve çiçeklenme sonunda hasat edip, tuz ve arpa kırığı ile silolamışlardır. Yapılan analizlerde silaj KM, HP, NDF ve ADF değerlerini kontrol gruplarında ortalama olarak; %24.42, 8.92, 27.35 ve 17.87 olarak tespit

etmişlerdir. Bu değerlerin yaptığımız çalışmada elde edilen değerlerle karşılaştırıldığında; KM değerinin benzer, HP, NDF ve ADF değerlerinin düşük olduğu görülmektedir. Aradaki farklılığın alınan numunelerin toprak, lokasyon ve analiz farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Sirken silajı ile ilgili başka araştırmalara rastlanılmadığından, silaj kalitesi açısından iyi bilinen mısır ve ayçiçeği silajlarıyla kıyaslanmıştır. Van koşullarında hamur olum dönemlerinde hasat edilip silolanan, mısır ve ayçiçek silajlarının verim parametreleriyle ilgili yapılan bir çalışmada (Yıldız & Erdoğan, 2018), mısır silajlarına ait KM, OM, HK, HP, HY, NDF ve ADF değerleri sırayla; %26.66, 94.85, 5.15, 4.80, 6.69, 50.89 ve 30.47 olarak; mısır silajlarında ise, %19.48, 88.97, 11.02, 11.19, 14.69, 47.42 ve 39.74 olarak belirlenmiştir. Yıldız & Erdoğan (2018)'in çalışması, zamanlama olarak yapılan bu çalışmanın çiçeklenme ortası zamanına denk gelmektedir. Söz konusu çalışmada verilen parametrelerle yapılan bu çalışmanın parametrelerinden mısır silajı örnekleri için kıyaslama yapıldığında; KM, HK ve HP değerlerinin düşük, OM ve HY değerlerinin yüksek, NDF ve ADF değerlerinin benzer olduğu; ayçiçek silajı örnekleri için kıyaslandığında; KM, HK, HP ve NDF değerlerinin düşük, OM, HY ve ADF değerlerinin yüksek olduğu belirlenmiştir. Aradaki farklılıklar materyal farklılıklarından kaynaklanmaktadır. Yapılan başka bir çalışmada, (Yıldız ve ark., 2022a), saf ayçiçek silajlarının hamur olum dönemine ait KM, OM, HK, HP, HY, NDF ve ADF değerleri sırasıyla; %24.97, 87.55, 12.45, 10.66, 11.22, 37.33 ve 18.60 olarak belirlenmiştir. Söz konusu çalışma zamanlama olarak, yapılan bu çalışmanın çiçeklenme ortası zamanına denk gelmektedir. Buna göre, bu çalışmanın silaj BM içerikleri ile karşılaştırıldığında; KM, HP, NDF ve ADF değerlerinin düşük, HY değerinin yüksek, OM ve HK değerlerinin benzer olduğu tespit edilmiştir. Aradaki farklılıklar materyal farklılıklarından kaynaklanmaktadır. Sirken silajlarının fermantasyon değerleri Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3. Sirken silajlarının fermantasyon kalitesi (Mean \pm SE)

Gruplar	N	NH ₃ -N/%TN	LA, %	AA, %	PA, %	BA, %	pH
Çiçeklenme Başlangıcı	5	21.05 \pm 2.68	0.78 \pm 0.03 ^b	6.50 \pm 1.81 ^a	0.65 \pm 0.52	1.06 \pm 0.48 ^a	4.70 \pm 0.11 ^b
Çiçeklenme Ortası	5	23.11 \pm 7.58	3.01 \pm 1.40 ^a	1.21 \pm 0.91 ^b	0.72 \pm 0.60	0.65 \pm 0.12 ^{ab}	4.72 \pm 0.18 ^b
Tohum Bağlama	5	26.10 \pm 11.99	1.44 \pm 0.42 ^b	0.64 \pm 0.21 ^b	0.32 \pm 0.15	0.14 \pm 0.05 ^b	5.11 \pm 0.29 ^a
P değeri		0.700	0.013	0.000	0.464	0.008	0.022

NH₃-N/TN: Toplam nitrojen içinde NH₃-N yüzdesi, LA: Laktik asit, AA: Asetik asit, PA: Propiyonik asit, BA: Bütirik asit, pH: scale for acidity; a,b.: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir.

Çizelge 3'te verilen silaj fermantasyon değerleri incelendiğinde, vejetasyon döneminin ilerlemesine bağlı olarak, pH değerlerinin yükseldiği, AA ve BA değerlerinin ise düştüğü tespit edilmiştir. Silaj fermantasyon parametrelerinden LA, AA, BA ve pH değerleri açısından gruplar arasında farklılık önemli bulunmuştur (P<0.05). Fermantasyon değerleri silajların kalitelerinin belirlenmesinde önemli kriterlerden birisidir. Silo içi fermantasyon düzeyinin belirlenmesinde de özellikle silajın pH değeri önemli bir parametredir. Kaliteli silajın optimum pH değerleri incelendiğinde mısırdaki 3.7 ile 4.2; baklagil silajlarında ve çayır silajlarında 4.3-4.7 arasında; LA değerleri aynı bitkilerde ve sırayla %4-7; 7-8 ve 6-10 arasında; NH₃-N/%TN değerleri ise, 5-7; 10-15 ve 8-12 arasında olması gerektiği bildirilmiştir (Kung & Shaver, 2001). Bu verilerle yapılan bu çalışmada elde edilen parametreler, baklagil ve çayır silajlarıyla karşılaştırıldığında, pH değerleri için çiçeklenme başlangıcı ve çiçeklenme ortası değerinin optimum değerlere yakın fakat, tohum bağlama dönemi pH'sının yüksek olduğu tespit edilmiştir. Silaj materyalindeki kolay fermente olan karbonhidratlar silaj bakterilerince yoğun bir şekilde laktik aside parçalanarak silajın pH'sının düşmesini sağlamaktadır. Vejetasyonun ilerlemesiyle birlikte bitkide kolay fermente olabilen karbonhidrat kaynakları selüloza doğru dönmektedir. Selüloz ise laktik asit bakterileri tarafından parçalanması zor bir materyaldir. Bu nedenle ileri dönemde biçim yapılan sirken otu silajlarında yeterince laktik asit üretilmediğinden pH daha yüksek değerde kalmıştır. Öte yandan, tohumlar protein bakımından zengindir. Silolama esnasında mikrobiyal aktiviteyle parçalanmış proteinler ortamda NH₃-N konsantrasyonunu da arttırarak pH'nın yükselmesine neden olmuş olabilir. pH değeri ile benzer şekilde LA değerlerinin düşük, NH₃-N/%TN değerinin ise yüksek olduğu belirlenmiştir. Aralarındaki

farklılıkların materyal farklılıklarından ve silaj kalitelerinden kaynaklandığı, verilen silaj kalitelerine ulaşmak amacıyla sirken bitkisinin kolay eriyebilir karbonhidrat kaynağı ya da başka kaliteli silaj katkı maddeleriyle silolanması gerekmektedir. Horozibiği ve sirken yabancı otlarının silaj değerlerinin belirlenmesi amacıyla yapılan bir çalışmada (Tan ve ark., 2012), araştırmacılar sirken bitkisine ait silaj fermantasyon parametrelerinden sadece pH değerini belirlemişler ve yapılan analizlerde silaj pH değerini kontrol grubunda ortalama olarak 6.06 olarak belirlemişlerdir. Bu değer mevcut çalışmada belirlenen 4.70 değerinden oldukça yüksek olduğu tespit edilmiştir. Farklılığın ise, silaj kalitelerinin farklı olmasından kaynaklandığı söylenebilir.

Çizelge 4. Sirken silajlarının NYD ve Fleig puanları (Mean \pm SE)

Gruplar	N	NYD	Fleig puanı	Nitelik sınıfı
Çiçeklenme Başlangıcı	5	141.50 \pm 5.98 ^a	65.03 \pm 4.64	İyi
Çiçeklenme Ortası	5	120.52 \pm 2.96 ^b	79.28 \pm 10.41	İyi
Tohum Bağlama	5	128.74 \pm 10.02 ^b	79.31 \pm 12.89	İyi
P değeri		0.001	0.073	

NYD: Nispi yem değeri; a,b: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir.

Çizelge 4'te verilen NYD ve Fleig puanları incelendiğinde, silaj NYD açısından gruplar arasındaki farklılık önemli bulunmuş ($P < 0.05$) olmasına rağmen, Fleig puanları açısından farklılık önemli bulunmamıştır. Tüm gruplarda tatmin edici düzeyde NYD tespit edilirken, katkısız ve yüksek proteinli bir bitki olmasına rağmen "iyi" nitelik sınıfında silajlar elde edilmiştir. Yem bitkilerine ait kimyasal değerler kullanılarak nispi yem değeri ölçülmekte ve yem kalitesi ortaya konmaktadır. Bazı ruminant yemleri ile yapılan bir çalışmada (Yavuz, 2005), nispi yem değerleri yoncada 118, soya fasulyesi kabuğunda 80.3, kamışı yumakta 67.7 ve buğday samanında 48.6 olarak tespit edilmiştir. Mevcut çalışmada ise NYD 120.52-141.50 arasında bulunmuş ve bu değerlerin Yavuz (2005)'un yaptığı çalışmada elde edilen değerlerden yüksek olduğu belirlenmiştir. Yapılan bir çalışmada mısır, sorgum, yonca ve kargı bitkilerine ait Fleig puanları sırasıyla; 150.5, 123.3, 52.5 ve 50.7 şeklinde tespit edilmiştir (Öten ve ark., 2016). Farklı dönemlerde hasat edilen sirken otu silajlarında ise Fleig puanları 65.03-79.31 arasında bulunmuştur. Farklılıklarda birçok parametrenin rol oynadığı tahmin edilmektedir. Üç farklı vejetasyon döneminde biçilen kolza bitkisinin silaj kalitesi ve nispi yem değeri özelliklerinin incelendiği bir çalışmada (Durmaz, 2019), kolza silajlarından elde edilen nispi yem değerleri 92.18-161.35 arasında değiştiği bildirilmektedir. Bu değerlerin yapılan çalışmada elde edilen değerlerden yüksek olduğu belirlenmiştir. Yıldız ve ark. (2022a) tarafından yapılan çalışmada elde edilen saf ayçiçeği silajına ait Fleig puanı ve nitelik sınıfı değerleri (78.14 ve "iyi"), sirken otu silajına ait değerler ile uyum içindedir.

Çizelge 5. Sirken silajların *in vitro* KM ve OM sindirilebilirlikleri (Means \pm SE)

Gruplar	N	KMS, %	OMS, %	SE, Mkal/ kg KM	ME, kkal/kg KM	NE _L , Mkal/ kg KM
Çiçeklenme Başlangıcı	5	69.43 \pm 2.40 ^a	66.00 \pm 2.44 ^a	2.91 \pm 0.11 ^a	2.39 \pm 0.09 ^a	1.50 \pm 0.06 ^a
Çiçeklenme Ortası	5	58.14 \pm 1.90 ^b	55.38 \pm 1.84 ^b	2.45 \pm 0.08 ^b	2.01 \pm 0.07 ^b	1.24 \pm 0.05 ^b
Tohum Bağlama	5	53.15 \pm 1.85 ^c	50.93 \pm 1.51 ^c	2.25 \pm 0.07 ^c	1.84 \pm 0.06 ^c	1.13 \pm 0.04 ^c
P-değeri		0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

KMS: Kuru madde sindirilebilirliği, OMS: Organik madde sindirilebilirliği, SE: Sindirilebilir enerji, ME: Metabolik enerji, NE_L:Net enerji laktasyon, a,b,c: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir.

Sirken silajlarına ait *in vitro* KMS ve OMS değerlerine bakıldığında (Çizelge 5), vejetasyon döneminin ilerlemesine bağlı olarak, selüloz düzeyinin arttığı ve KMS, OMS, SE, ME ile NE_L değerlerinin düştüğü ve yine bu parametreler açısından gruplar arasındaki farklılığın önemli ($P < 0.05$) olduğu tespit edilmiştir. Bitkilerin kendilerini zararlılara karşı korumak amacıyla sentezledikleri sekonder metabolitler daha önce belirtildiği gibi, lezzetin kötüleşmesini sağlamış olabilir. Bu bileşikler aynı zamanda antimikrobiyal etkiye de sahiptirler. Vejetasyonun ilerlemesiyle birlikte bu bileşiklerin

bitkilerde yoğunluğu da artmaktadır. Hasat dönemi ilerledikçe KM ve OM sindirilebilirliğindeki düşüşün bir nedeni olarak da açıklanabilir. *Atalay & Kamalak (2019)* tarafından yapılan bir çalışmada, sirken otuna ait OMS'inin bu çalışmada bulunan değerden yüksek, ME değerinin düşük olduğu bulunmuştur. Sirken silajları ile ilgili *in vitro* KMS ve OMS ile enerji değerlerine ait çalışmaya rastlanılmadığı için, kaliteli silajlar olan mısır ve ayçiçeği silajlarıyla ve diğer bazı silajlarla kıyaslanmıştır. *Sarıççek & Kılıç (2002)* tarafından mısır silajının yem değeri üzerine yapılan bir çalışmada, mısır silajlarının KMS, OMS ve SE, ME, NE_L değerleri sırasıyla; %35.38, 36.26 ve 1595.55, 1316.50, 704.27 kcal/kg KM şeklinde olduğu bildirilmiştir. Tüm bu değerlerin yapılan bu çalışmada elde edilen değerlerden düşük olduğu görülmektedir ve aradaki farklılık materyal farklılığından kaynaklanmaktadır. Yapılan bir çalışmada (*Yıldız ve ark., 2022a*), ayçiçeği silajının *in vitro* KMS ve OMS ile enerji değerleri belirlenmiştir. Buna göre ayçiçeği silajına ait KMS, OMS, SE, ME ve NE_L değerleri sırasıyla 50.75, 54.60, 2.41, 1.97 ve 1.22 şeklinde bulunmuştur. Yapılan bu çalışmada bulunan çiçeklenme ortası değerleriyle karşılaştırıldığında, KMS ve OMS değerlerinin düşük, NE, ME ve NE_L değerlerinin benzer olduğu, KMS ve OMS değerlerindeki farklılık ise, materyal farklılığından kaynaklanmaktadır. Lenoks bitkisinin çiçeklenme başlangıcı, çiçeklenme ortası ve çiçeklenme sonu dönemlerinde hasat edilmesiyle hazırlanan silajlarında KMS, OMS, SE, ME ve NE_L değerleri sırasıyla, 62.65, 57.41, 53.82 – 66.38, 62.11, 55.72 – 2.93, 2.74, 2.46 – 2.40, 2.25, 2.01 ve 1.51, 1.40, 1.25 şeklinde tespit edilmiştir (*Yıldız ve ark., 2022b*). Genelde iki çalışmada da elde edilen parametrelerin benzer olduğu belirlenmiştir.

4. Sonuç

Bu çalışmada yapılan sirken silajlarında incelenen parametreler ele alındığında, vejetasyon döneminin ilerlemesine bağlı olarak, KM, OM, HY, NDF, ADF ve pH içeriklerinin yükseldiği; HK, HP, AA, BA, KMS, OMS, SE, ME ve NE_L değerlerinin düştüğü tespit edilmiştir. Bu bağlamda, vejetasyon döneminin ilerlemesi silajların kalitesinin düşmesine neden olmuştur. Tüm gruplarda tatmin edici düzeyde NYD tespit edilirken, sirken otunun yüksek proteinli bir bitki olması ve silajların katkısız bir şekilde yapılmış olmasına rağmen “iyi” nitelik sınıfında silajlar elde edilmiştir. Sirken otunun çiçeklenme başlangıcı ile çiçeklenme ortası dönemler arasında biçilmesi ve yapılacak olan silajlara en uygun dozlarda kolay eriyebilir karbonhidrat kaynağı ile KM miktarını arttıracak ilave katkıların yapılması durumunda, daha kaliteli silajların elde edilebileceği önerilmektedir. Bu şekilde elde edilen silajlardan ruminantların beslenmesinde kullanılacak alternatif, ucuz ve kaliteli bir kaba yem kaynağı olarak yararlanılabilecektir. Ayrıca bu bitkinin taşıdığı üstün özellikler göz önüne alındığında, kültüre alınmasıyla hem dane özellikleri hem de yeşil ot verimlerinin artırılması ile daha da yararlı hale gelebileceği sonucuna varılmıştır.

Kaynakça

- Abaye, A. O., Scaglia, G., & Teutsch, C. (2009). The nutritive value of common pasture weeds and their relation to livestock nutrient requirements. Virginia Cooperative Extension, <https://vtechworks.lib.vt.edu/handle/10919/55205> Erişim tarihi: 14.02.2023.
- Acar, R., & Güncan, A. (2002). Kaba yem olarak değerlendirilebilecek bazı yabancı ot karakterindeki bitkilerin morfolojik özellikleri ve ham protein oranlarının belirlenmesi. *Selçuk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 16(29), 79-83
- Alçıçek, A., & Özdoğan, M. (1997). Çiftçi koşullarında yapılan mısır ve arpa silo yemlerinde silaj kalitesinin saptanması üzerine bir araştırma. *Hayvansal Üretim*, 37, 94-102.
- Alçıçek, A., Kılıç, A., Ayhan, V., & Özdoğan, M. (2003). Türkiye’de kaba yem üretimi ve sorunları. http://www.zmo.org.tr/resimler/ekler/819fb9034f79627_ek.pdf Erişim tarihi: 11.02.2023.
- Ankom. (2002). Operator’s Manual ANKOM II 200/220 Fiber Analyzer. ANKOM Technology Corp., Fairport, NY.
- Anonymous. (2023). Common lambsquarters (*Chenopodium album L.*). <https://cals.cornell.edu/weed-science/weed-profiles/common-lambsquarters> Erişim tarihi: 11.02.2023.
- AOAC. (2000). *Official Methods of Analysis* (17th Ed.). Maryland, USA: Association of Official Analytical Chemists.

- Atalay, A. İ., & Kamalak, A. (2019). Olgunlaşma dönemlerinin sirken (*Chenopodium album*) otunun kimyasal kompozisyonuna, besleme değerine ve metan üretimine etkisi. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 6(3), 489-493. doi:10.30910/turkjans.595363
- Çopur, N. (2012). *Aksaray doğal meralarında bulunan otsu bitkilerin yem değerlerinin tespiti üzerinde bir araştırma*. (MSc), Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, Türkiye.
- Dębski, B., Gralak, M. A., Bertrandt, J., & Kłos, A. (2018). Comparison of antioxidant potential and mineral composition of quinoa and lamb's quarters weed (*Chenopodium album*). *Problemy Higieny i Epidemiologii*, 99(1), 88-93.
- Durmaz, S. (2019). *Kolzanın Silolanabilirlik Özellikleri ve Yem Değerinin Belirlenmesi*. (MSc), Bursa Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, Türkiye.
- Ergün, A., Tuncer, Ş. D., Çolpan, İ., Yalçın, S., Yıldız, G., Küçükersan, M. K., Küçükersan, S., Şehu, A., & Saçaklı, P. (2011). *Yemler, Yem Hijyeni ve Teknolojisi*. 4.Baskı, Pozitif Baskı, Ankara.
- Gemalmaz, E., & Bilal, T. (2016). Alternatif kaba yem kaynakları. *Lalahan Hayvancılık Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 56(2), 63-69.
- Goering, M. K., & Van Soest, P. J. (1970). *Forage Fibre Analysis*. Agricultural Handbook, No.379. U.S. Agricultural Research Service.
- Harmanşah, F. (2018). Türkiye'de kaliteli kaba yem üretimi, sorunlar ve öneriler. *Türktob Dergisi*, 25, 9-13
- Ishler, V., Heinrichs, J., & Varga, G. (2000). *From Feed to Milk: Understanding rumen function*. Pennsylvania State University College of Agriculture Science Extension Circular 422. USA.
- Karadağoğlu, Ö., & Özduven, M. L. (2019). Bazı tritikale çeşitlerinde farklı olgunlaşma dönemlerinin silolamada fermantasyon özellikleri ve yem değeri üzerine etkileri. *Veteriner Hekimler Derneği Dergisi*, 90(2), 132-142. doi:10.33188/vetheder.499308
- Kaya, Ş. (2008). Relative feed value and relative forage quality in forage evaluation. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*, 1(1), 59-64.
- Kılıç, A. (1986). *Silo Yemi*. (Öğretim, Öğrenim ve Uygulama Önerileri), Bilgehan Basımevi, Bornova, İzmir.
- Kung, L. Jr., & Shaver, R. (2001). Interpretation and use of silage fermentation analysis reports. *Focus on Forage*, 3, 13.
- Markham, P. (1942). A steam distillation apparatus suitable for micro-kjeldahl analyses. *Journal Biochemistry*, 36, 790-797. doi: 10.1042/bj0360790
- NRC. (1989). *Nutrient Requirements of Dairy Cattle*. 6th revised Edit., National Academy Press Washington D.C., USA
- Öten, M., Kiremitci, S., & Çınar, O. (2016). Bazı yem bitkileri ve karışımlarıyla hazırlanan silajların silaj kalitelerinin farklı yöntemlerle belirlenmesi. *ANADOLU Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 26(2), 33-43.
- Özdemir, Ö., & Kaya, A. (2020). Bazı ağaç yapraklarının in vitro gaz üretim tekniğiyle yem değerlerinin belirlenmesi. *YYÜ Tarım Bilimleri Dergisi*, 30(3), 454-461. doi:10.29133/yyutbd.721969
- Özkan, U. (2020). Türkiye yem bitkileri tarımına karşılaştırmalı genel bakış ve değerlendirme. *Türk Ziraat Mühendisliği Araştırmaları Dergisi*, 1(1), 29-43.
- Polan, C. E., Starling, T. M., Huber, J. T., Miller, C. N., & Sandy, R. A. (1968). Yields, composition and nutritive evaluation of barley silage at three stages of maturity for lactating cows. *Journal of Dairy Science*, 51, 1801-1805. doi:10.3168/jds.S0022-0302(68)87281-9
- Sarıçiçek, B. Z., & Kılıç, Ü. (2002). Mısır silajının yem değeri üzerine bir araştırma. *Ondokuz Mayıs Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 17(2), 6-9.
- SPSS. (1999). SPSS for Windows Release 10.01. SPSS Incorporation.
- Steel, R. C. D., & Torrie, J. H. (1980). *Principles and Procedures of Statistics*. A Biometrical Approach. Mc Graw- Hill Book Company New York.
- Suzuki, M., & Lund, C. W. (1980). Improved gas-liquid chromatography for simultaneous determination of volatile fatty acids and lactic acid in silage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 28, 1040-1041. doi:10.1021/jf60231a023
- Şahin, İ. F., & Zaman, M. (2010). Hayvancılıkta önemli bir yem kaynağı: SİLAJ. *Doğu Coğrafya Dergisi*, 15(23), 1-18.

- Tan, M., Dumlu Gül, Z., & Çoruh, İ. (2012). Horozibiği (*Amaranthus retroflexus L.*) ve Sirken (*Chenopodium album L.*) yabancı otlarının silaj değerlerinin belirlenmesi. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 43(1), 43-47.
- Temel, S., & Keskin, B. (2022). Alternatif yem kaynağı olarak selvi sirken bitkisinde farklı ekim ve hasat dönemlerinin ot verim ve bazı verim bileşenlerine etkisi. *Uluslararası Tarım ve Yaban Hayatı Bilimleri Dergisi*, 8(1), 92-107. doi:10.24180/ijaws.1059666
- Uygur, F. N., Koch, W., & Walter, H. (1986). *Çukurova Bölgesi Buğday Pamuk Ekim Sistemindeki Önemli Yabancı Otların Tanımı* (pp.169). Stuttgart: Josef Margraf-Stuttgart-Almanya.
- Van Dyke, N. J., & Anderson, P. M. (2000). *Interpreting a Forage Analysis*. Alabama Cooperative Extension. Circular ANR-890.
- Yavuz, M. (2005). Determination of some ruminant feeds' relative feed value and *in vitro* digestion values. *Journal of Agricultural Faculty of Gaziosmanpaşa University (JAFAG)*, 22(1), 97-101.
- Yıldız, S. (2019). *Silaj Fermantasyon Ürünlerinin Yem Tüketimi, Rumen İçeriği ve Kan Parametrelerine Etkisi*. in: Ziraat, Orman ve Su Ürünleri Alanında Araştırma Makaleleri, Daşdemir, İ., Atik, H. A., Özden, Ö., Eds., (pp.112-131). Gece Kitaplığı, Ankara.
- Yıldız, S., Deniz, S., Kızılırmak, F., & Altaçlı, S. (2022a). Ayçiçek hasılına farklı oranlarda şeker pancarı bitkisi ile silolamanın silaj kalitesi, *in-vitro* sindirilebilirlikleri ve enerji içeriğine etkisi. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 12(2), 1154-1162. doi.org/10.21597/jist.1038616
- Yıldız, S., Deniz, S., Özkan, F., & Kale, Ç. (2022b). Forage turnip (*Brassica rapa*) harvested in different phases of vegetative stage and ensiled with the additives of molasses and barley and the effects of additives on silage quality, *in vitro* digestibility, and energy content. *Turkish Journal of Veterinary & Animal Sciences*, 46(3), 475-482. doi:10.55730/1300-0128.4218
- Yıldız, S., & Erdoğan S. (2018). Van koşullarında yetiştirilen silajlık mısır (*Zea mays L.*) ve ayçiçeği (*Helianthus annuus L.*)'nin verim parametreleri ve besin madde kompozisyonuna ait kalite özellikleri. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*, 5(3), 280-285. doi:10.19159/tutad.457774



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Şırnak İli Silopi İlçesi Tarım Topraklarının Bazı Özellikleri ve Besin Elementi Düzeylerinin Belirlenmesi

Bedriye BİLİR^{*1}, Seyyid IRMAK², Mikail DOĞAN³

¹ Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Bölümü, 46040, Kahramanmaraş, Türkiye

² Şırnak Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bahçe Bitkileri Bölümü, 73000, Şırnak, Türkiye

³ Şırnak İl Tarım ve Orman Müdürlüğü, 73000, Şırnak, Türkiye

Bedriye BİLİR, ORCID No: [0000-0002-0038-9509](https://orcid.org/0000-0002-0038-9509), Seyyid IRMAK, ORCID No: [0000-0002-7839-7912](https://orcid.org/0000-0002-7839-7912), Mikail DOĞAN, ORCID No: [0000-0003-4940-0147](https://orcid.org/0000-0003-4940-0147)

*Sorumlu yazar e-posta: bbilir@ksu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 10.03.2023
Kabul: 16.06.2023
Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1262873](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1262873)

Anahtar Kelimeler

Besin elementleri,
Silopi,
Toprak analizleri,
Toprak verimliliği

Öz: Bu çalışma, Silopi ilçesinde tarımsal üretimin yaygın olarak yapıldığı toprakların bazı fiziksel, kimyasal özellikleri ve besin elementi içeriklerini belirlemek amacıyla yapılmıştır. Bu amaçla; Çardaklı, Başverimli, Ortaköy, Atak, Bostancı, Çiftlik, Yeniköy, Yolağzı, Üç ağaç, Keruh ve Bozalan köyleri ile Şehit Harun Boy mahallesinden 20 ayrı noktadan iki farklı derinlikte (0-30 cm ve 30-60 cm) toprak örnekleri alınmıştır. Alınan toprak örneklerinde tekstür, pH, EC, organik madde, kireç, yarayışlı P, değişebilir K, Ca, Mg ve Fe, Zn, Mn, Cu belirlenmiştir. Elde edilen bulgulara göre; çalışma alanı topraklarının tekstürü %80 oranında kumlu killi tınlı bünyeye sahip, pH'sı hafif ve orta alkalin sınıfta yer alırken, büyük bir kısmında tuzluluk problemi bulunmamaktadır. Toprakların organik madde içerikleri %0.16-%3.89 aralığında belirlenmiş olup organik madde sınıfları çok az ve az sınıfta bulunmuştur. Araştırılan toprakların kireç içeriği ise yüksek bulunmuştur. Makro besin elementlerinden değişebilir Ca, Mg, K ile mikro elementlerden Fe, Cu, Mn yeterli düzeyde bulunurken toprakların %27.5'inde P, %20'sinde ise Zn noksanlığı olduğu belirlenmiştir.

Determination of Some Properties and Nutrient Element Levels of Soils in Silopi District of Sırnak Province

Article Info

Received: 10.03.2023
Accepted: 16.06.2023
Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1262873](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1262873)

Keywords

Nutritional elements,
Silopi,
Soil analysis,
Soil fertility

Abstract: This study was carried out to determine some physical, chemical properties and nutrient levels of the soils where agricultural production is widely carried out in Silopi district. To this end; soil samples at two different depths (0-30 cm and 30-60 cm) were taken from 20 different points from Çardaklı, Başverimli, Ortaköy, Atak, Bostancı, Çiftlik, Yeniköy, Yolağzı, Üç Ağaç, Keruh and Bozalan villages and Şehit Harun Boy neighborhood. Texture, pH, EC, organic matter, lime, available P, exchangeable K, Ca, Mg and Fe, Zn, Mn, Cu were determined in the soil samples taken. According to the findings obtained; while the texture of the soils in the study area is sandy clay loam at the rate of 80%, the pH is in the light and medium alkaline class, there is no salinity problem in most of them. The organic matter contents of the soils were determined in the range of 0.16%-3.89%, and the organic matter classes were found to be very few and few. The lime content of the investigated soils was found to be high. While Ca, Mg, K from macronutrients and Fe, Cu, Mn from microelements were found in sufficient levels, it was observed that 27.5% of the soils had P deficiency and 20% of them had Zn deficiency.

1. Giriş

Toprak; mineraller, organik madde, su ve havadan oluşan kompleks bir sistemdir (Joshi ve ark., 2009; Flores-Magdaleno ve ark., 2011; Ordu, 2020) ve bu sistemin öğeleri bitkiye uygun yetiştirme ortamı sunabilmek için sürekli etkileşim halindedir. Sürdürülebilir tarımla toprak sağlığı arasında yakın bir ilişki bulunmaktadır. Çünkü toprak; bitkisel üretimin ve su kalitesinin sürdürülebilirliğini, topraklardaki besin elementi dönüşümlerini ve atmosferdeki sera gazlarının uzaklaştırılması gibi birçok görevi olan dinamik bir yapıdır (Tahat ve ark., 2020). Toprak sağlığının korunması için yetiştirilecek ürünün besin elementi gereksinimi göz önünde bulundurularak gübre miktarı, uygulama zamanı ve uygulama yöntemi dikkat edilmesi gereken en önemli faktörlerdendir.

Tarımsal üretimde toprak verimliliği veya kalitesi üzerine toprakların mevcut durumdaki fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri etkilidir. Tekstür, yapı, renk vb. toprakların fiziksel özelliklerindenken, pH, EC, organik madde kapsamı, kireç içeriği ve makro-mikro besin elementlerinin miktarı toprağın önemli kimyasal özelliklerdendir (Khadka ve ark., 2017). Bu özellikler toprak verimliliği üzerinde önemli rol oynarlar ve toprak analizleri ile belirlenirler (Brady & Weil, 2002).

Bitkisel üretimde verim ve kaliteyi sınırlayan en önemli faktörlerden birisi toprak verimliliği ve üretkenliğidir. Geleneksel yöntemlerle tarımsal üretimin gerçekleştirildiği topraklarda ekim ve hasat ile topraklardan uzaklaştırılan besin elementlerinin tekrar ilave edilmemesiyle birlikte erozyon ve yıkanma ile besin elementlerinin kaybı toprak verimliliğinin azalmasına neden olmaktadır (Matson ve ark., 1998). Bitkilerin sağlıklı bir şekilde gelişmelerini tamamlayabilmeleri için yetiştikleri topraklar uygun miktar ve formda bitki besin elementi içermelidir (Morgan & Connolly, 2013). Bitki besin elementlerinin birinin ya da birkaçının eksikliği veya fazlalığı ile birlikte toprakların besin elementi alımını engelleyecek özelliklere sahip olması bitkide beslenme problemlerine neden olmaktadır (Uchida, 2000; Freitas & Silva, 2022). Bitkisel üretimde birim alandan alınacak verimin artırılması ve üretimi ekonomik hale getirmenin en önemli unsuru toprakların verimlilik durumlarını belirleyerek gübre tavsiyesinde bulunulmasıdır. Bu amaçla ülkemizde birçok çalışma yürütülmüştür.

Van ili ve çevresinin tarım topraklarının verimlilik düzeylerinin belirlenmesi ve toprak özellikleri ile ilişkisini belirlemek amacıyla 26 noktadan iki farklı derinlikte (0-20 cm ve 20-40 cm) toprak örnekleri alınmıştır. Bölge topraklarının pH'sı ortalama 7.70 olarak çoğunluğu hafif alkalin ve kireç içeriği ise orta düzeydedir. Toprakların büyük bir kısmında fosfor ve çinkonun noksan olduğu belirlenirken, bakır, demir ve manganda herhangi bir noksanlık görülmemiştir (Çimrin & Boysan, 2006).

Saraçoğlu ve ark. (2014) Şanlıurfa ili Halfeti ilçesinde toprakların bazı özellikleri ve besin elementi içeriklerini belirlemek amacıyla yürüttükleri çalışmada 0-20 cm derinlikten 46 farklı noktadan toprak örnekleri alınmıştır. Halfeti bölgesi topraklarının büyük bir kısmının tekstürü killi, pH'sı nötr ve hafif alkalin sınıfında yer alırken tuzluluk problemi görülmemiştir. Çalışma alanı topraklarının tamamında demir, mangan ve bakır yeterli bulunurken %24'ünde çinkonun noksan olduğu belirlenmiştir.

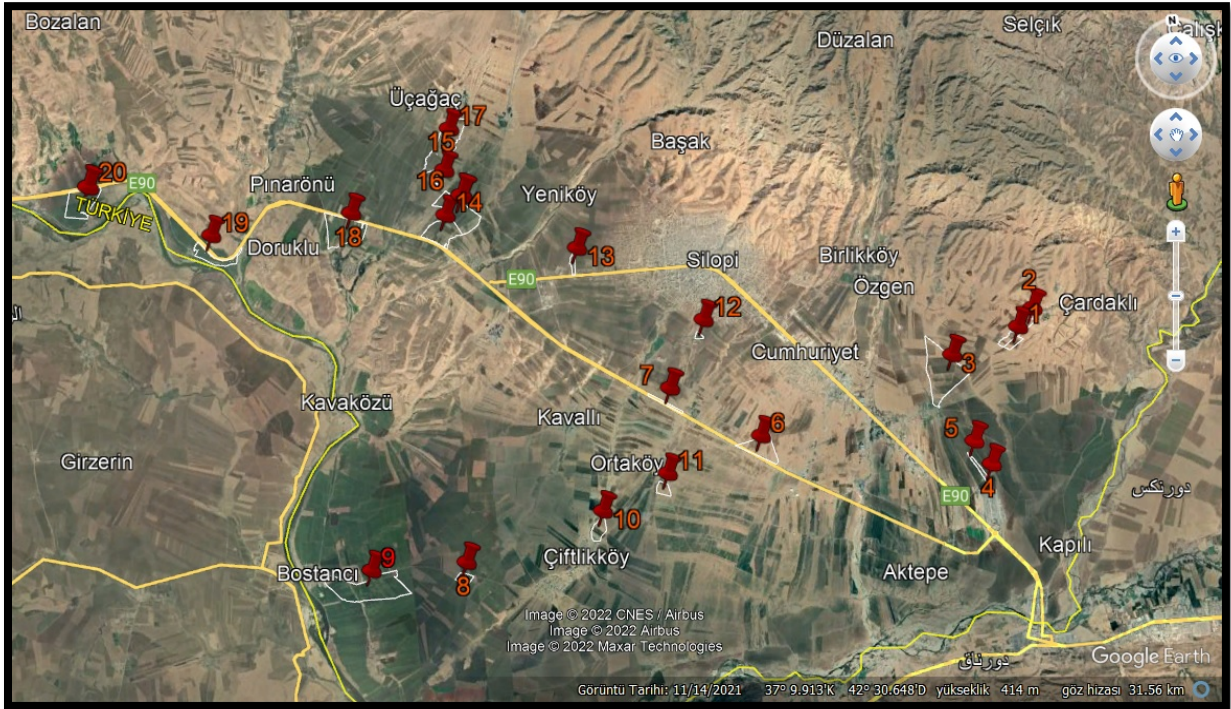
Hakkari ili Çukurca yöresinde toprakların verimlilik düzeylerinin belirlenmesi amacıyla 25 noktadan alınan örneklerde çeşitli toprak analizleri yapılmıştır. Çalışma alanı topraklarının baskın tekstür grubu killi tınlı, toprakların tamamının hafif alkalin ve kireç içeriğinin %36'sında fazla, %8'inde ise çok fazla olduğu belirlenmiştir. Çalışma alanının büyük bir kısmında tuzluluk problemi görülürken, organik madde içeriği toprakların %48'inde az olarak belirlenmiştir. Çalışma alanı topraklarının tamamında magnezyum büyük bir kısmında ise demir, çinko, bakır ve manganın noksan olduğu bulunmuştur (Demirekin & Erdal, 2015).

Son yıllarda yüksek tarımsal potansiyeli ile dikkat çeken Şırnak ili Silopi ilçesinde buğday gibi tarla bitkilerinin yanı sıra yaygın olarak mısır, yer fıstığı ve pamuk gibi endüstri bitkileri yetiştirilmektedir. Yoğun bir şekilde tarım yapıldığı Silopi'de verimlilik durumu üzerine çalışmalar oldukça kısıtlıdır. Bu çalışmada, Silopi ilçesi topraklarının bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri ile besin elementi düzeylerinin belirlenmesi amaçlanmaktadır. Aynı zamanda bu çalışma ile bölgeye özgü besin elementi yönetim planı yapılması hedeflenmektedir.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Çalışma alanı

Şırnak ilinde bulunan Silopi İlçesi 37°31' kuzey enlemi ve 42°28' doğu boylamı arasında yer almaktadır. Silopi ilçesinin güney ve güneybatı kesimi topraklarının büyük bir kısmı Güneydoğu Anadolu Bölgesinde yer alırken kuzey ve kuzey doğudaki toprakları ise Doğu Anadolu Bölgesindedir (Kösen, 2019). Çalışma tarım potansiyeli yüksek, düz veya düze yakın alanların yer aldığı sınırları Güneydoğu Anadolu Bölgesinde kalan Silopi ovasında gerçekleştirilmiştir. Çalışma Çardaklı, Başverimli, Ortaköy, Atak, Bostancı, Çiftlik, Yeniköy, Yolağzı, Üç ağaç köyleri ile Şehit Harun Boy Mahallesi ile Cizre-Silopi sınırları arasında yer alan Keruh ve Bozalan köylerinde yürütülmüştür. Belirlenen köylerin 20 farklı noktasından 0-30 cm ve 30-60 cm olmak üzere iki farklı toprak derinliğinden toplam 40 toprak örneği alınmıştır (Şekil 1). Toprak örneklerinin alındığı alanların kullanım şekilleri ve koordinatları not edilmiştir (Çizelge 1).



Şekil 1. Çalışma alanı ve alınan toprak örneklerin harita üzerindeki konumu.

Çizelge 1. Çalışma için alınan toprak örneklerine ait bazı bilgiler

No	Köy	Mevki	Tarımsal Ürün	Koordinatlar N/E	
1	Çardaklı	Kanyuka	Buğday	3713158	4234096
2	Çardaklı	Kanyuka	Buğday	3713425	4234409
3	Başverimli	Değirmen	Buğday	3712822	4232738
4	Başverimli	Kilise	Buğday	3711041	4233320
5	Başverimli	Kilise	Mısır	3711431	4233018
6	Ortaköy	Nehriman-Millahbeni	Buğday	3711851	4228781
7	Ortaköy	Pituna	Buğday	3712745	4227062
8	Atak	Ömersavaalti	Yer Fıstığı	3710317	4222664
9	Bostancı	Kendal	Boş Arazi	3710333	4220748
10	Çiftlik	Kizir	Yer Fıstığı	3710914	4225486
11	Ortaköy	Kizir	Buğday	3711406	4226850
12	Şehit Harun Boy	Çakazik	Buğday	3713767	4227864
13	Yeniköy	Esenli	Buğday	3715090	4225486

Çizelge 1. Çalışma için alınan toprak örneklerine ait bazı bilgiler (devam)

No	Köy	Mevki	Tarımsal Ürün	Koordinatlar N/E	
14	Yeniköy	Kütnüs	Buğday	3715815	4222928
15	Yolağzı	Çaliluz	Boş Arazi	3716524	4222995
16	Yolağzı	Kur	Buğday	3716074	4223277
17	Üç Ağaç	Üççift	Buğday	3717165	4223169
18	Üç Ağaç	Ova	Nar Bahçesi	3715996	4221053
19	Keruh	Keruh Mah.	Pamuk	3715867	4218201
20	Bozalan	Bozalan Mah.	Pamuk	3716801	4215816

2.2. Toprak analiz yöntemleri

Silopi ilçesinden plastik poşetlere alınan toprak örnekleri laboratuvara getirilip hava kuru seviyesinde kurutulmuştur. Daha sonra tokmak ile ezilip, 2 mm çelik elekten elenerek analize hazır hale getirilmiştir. Analize hazır hale getirilen toprak örneklerinde;

Tekstür tayini:

Gee & Boudier (1986) tarafından geliştirilen metoda göre Bouyoucos Hidrometresi ile %kil, %kum, %silt oranlarını belirleyip, tekstür üçgeninden yararlanılarak tekstür sınıfının belirlenmesi esasına dayanmaktadır.

Toprak reaksiyonu (pH) ve elektriksel iletkenlik (EC):

McLean (1982) tarafından belirlenen yöntemle göre toprak-su (1:2.5) karışımından toprak reaksiyonu Thomas (1996) tarafından belirlenen şekilde pH metre ile elektriksel iletkenlik ise EC metre aleti ile ölçülerek belirlenmiştir (Rhoades, 1996).

Organik madde:

Nelson & Sommers (1996) tarafından bildirilen modifiye Walkley-Black yaş yakma yöntemiyle belirlenmiştir.

Kireç tayini:

Toprağın seyreltik HCl ile muamele edilerek açığa çıkan CO₂ gazının Scheibler kalsimetresindeki kapalı boruda tutularak hacminin ölçülmesi esasına dayanmaktadır (Allison & Moodie, 1965).

Bitkiye yarayışlı P tayini:

Olsen & Sommers (1982) tarafından geliştirilen yöntemle göre toprak 0.5 M NaHCO₃ (pH:8.5) ile ekstrakte edilip kolorimetrik olarak UV-VIS spektrofotometresinde belirlenmiştir.

Değişebilir katyonlar (K, Ca, Mg):

Richard (1954) tarafından bildirildiği şekilde toprağın 1 N amonyum asetatla (pH:7.0) ekstraksiyonu ile elde edilen süzükteki Ca, Mg ve K atomik absorpsiyon spektrofotometresinde belirlenmiştir.

Yarayışlı mikro elementler (Fe, Zn, Mn, Cu):

Topraklarda mikro element tayini Lindsay & Norvell (1978) tarafından belirtilen nötre yakın pH'lı ve kireçli topraklarda ekstrakte edilebilir Fe, Zn, Mn ve Cu konsantrasyonlarını belirlemek için

geliştirilen DTPA metoduna göre yapılmıştır. DTPA-TEA ekstraksiyon solüsyonu ile çalkalanan toprak örneklerinden elde edilen süzüklerdeki Fe, Zn, Mn ve Cu atomik absorpsiyon spektrofotometresinde belirlenmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Toprakların tekstür, pH, EC, organik madde ve kireç içeriklerinin değerlendirilmesi

Tekstür

Şırnak ili Silopi ilçesinden 20 farklı noktadan 0-30 cm ve 30-60 cm olmak üzere iki farklı derinlikten alınan toprak örneklerinin bazı fiziksel ve kimyasal özelliklerine ait bulgular Çizelge 2.'de verilmiştir. Araştırma topraklarının %kil, %kum ve %silt içerikleri sırasıyla en düşük %19.9, %44.3 ve %16.3, en yüksek ise %35.6, %61.8 ve %23.2 olarak belirlenmiştir. Toprak örneklerinin ait olduğu alanların %80'i kumlu killi tın, %12.5'i killi tın, %5'i kumlu killi ve %2.5'i kumlu tın olarak dört farklı tekstür sınıfında yer almaktadır. [Munis & Sakin \(2013\)](#) tarafından Cizre ilçesi topraklarının verimlilik durumlarının belirlenmesi için yapılan çalışmada örneklenen alanlardaki topraklarda tekstür sınıfının killi olduğu belirlenmiştir. Hakkari-Çukurca yöresinde baskın tekstür sınıfının killi ve killi tın olmasının yanı sıra tınlı, killi kumlu tınlı tekstürlere sahip topraklarında olduğu bildirilmiştir ([Demirekin & Erdal, 2015](#)). Çalışma alanında baskın olan toprak tekstürünün kum içeriği yüksek olduğu için hafif bünyelidir. Silopi ilçesinde, tahıllarla birlikte pamuk ve yer fıstığı yetiştiriciliği oldukça yaygındır. Pamuk ve yer fıstığı gibi endüstri bitkileri hafif bünyeli topraklarda daha iyi gelişmektedir ([Kılıç ve ark., 2007](#); [Kalkancı ve ark., 2021](#)).

Toprak reaksiyonu (pH) ve elektriksel iletkenlik (EC)

Çalışma alanı topraklarının pH içeriği 7.70 ile 8.40 arasında değişmekte olup ortalama 7.97 ile hafif ve orta derecede alkalın sınıfında yer almaktadır ([Sağlam, 2012](#)). Toprakların pH'sı alınan örneklerin derinliğine bağlı olarak değişmiş ve 0-30 cm'de ortalama 7.95, 30-60 cm ise 7.99 olarak belirlenmiştir. Toprakların tuz içeriği ise minimum $96 \mu\text{S cm}^{-1}$, maksimum $2000 \mu\text{S cm}^{-1}$ ortalama ise $247 \mu\text{S cm}^{-1}$ 'dir. Çalışmanın yürütüldüğü alanların yalnızca birinde toprak tuzlu, üç toprakta ise hafif tuzlu iken diğer alanlar ise [Dellavalle \(1992\)](#) tarafından belirlenen sınır değerlere ($>400 \mu\text{S cm}^{-1}$) göre tuzsuz sınıfında yer almaktadır (Çizelge 2). Bölge topraklarının büyük bir kısmı tuzluluk açısından değerlendirildiğinde toprak verimliliği için herhangi bir problem teşkil etmediği görülmüştür. [Sakin \(2010\)](#) Cizre ovası Taşhöyük serisinde toprak pH'sının 0-30 cm ortalama 8.41, 30-60 cm derinlikte ise 8.30 olarak belirlemiş olup bölge topraklarının tuzsuz olduğunu bildirmiştir. Şanlıurfa Halfeti ilçesinde yürütülen çalışma topraklarının %96'sının hafif alkalın pH'ya sahip olduğu belirlenmiştir ([Saraçoğlu ve ark., 2014](#)).

Organik madde (%)

Toprakların organik madde içeriği %0.16 ile %3.89 aralığında değişmektedir. Örneklerin yalnızca %2.5'i [Ülgen & Yurtsever \(1974\)](#) tarafından yapılan sınıflandırmaya göre iyi sınıfında yer alırken geriye kalan diğer örneklerin ise yaklaşık %85'nin çok az ve az, %12.5'in ise orta sınıfında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 2). Sonuçlarda beklenildiği gibi derinliğin artması ile organik madde miktarının azaldığı görülmüştür. 0-30 cm derinlikten alınan toprakların organik madde içerikleri ortalama %1.41 iken, 30-60 cm'de %1.17 olarak belirlenmiştir. Siirt ve ilçelerinde yetiştirilen yerel üzüm çeşitlerinin beslenme sorunlarının belirlenmesi amacıyla yürütülen çalışmada Merkez, Pervari 1 ve Pervari 2 bölgelerinde 0-30 cm ve 30-60 cm toprak derinliklerinde organik madde kapsamının az ve çok az sınıfında yer aldığı belirlenmiştir ([Sönmez ve ark., 2013](#)). [Akşahin & Gülser \(2020\)](#) ise organik maddenin az olduğu topraklara organik gübre uygulanmasının bitkinin gelişimi üzerinde oldukça olumlu bir etkiye sahip olduğunu bildirmiştir.

Kireç içeriği (%)

Çalışma alanı topraklarının kireç içerikleri %9.01 ile %53.9 arasından değişmekte olup ortalama %19.5 olarak belirlenmiştir. Çağlar (1949) ve Evliya (1964) tarafından belirlenen sınır değerlerine göre toprakların %37.5'i orta, %37.5'i fazla ve %25'i ise çok fazla kireçli sınıfta yer almaktadır (Çizelge 2). Örnekleme derinliğine göre kireç içeriği incelendiğinde 0-30 cm'de ortalama %17.9 ile 30-60 cm alınan topraklardan daha az olduğu açıkça görülmüştür. Abak & Sakin (2018) kireç miktarının toprak profili boyunca yukarıdan aşağıya doğru artmasının ana materyal, yıkanma veya bitki köklerinin solunumundan kaynaklanacağını bildirmişlerdir. Mardin Kızıltepe yöresinde buğday tarımı alanlarının verimlilik durumlarının belirlenmesi amacı ile yapılan çalışmada bölge topraklarının %39.5'i fazla kireçli, %60.5'i ise çok fazla kireçli sınıfta yer aldığı bildirilmiştir (Eren, 2019). Lalljee & Facknath (2001) ise topraklarda kireç miktarının artması ile Fe, Zn, Cu ve P alınımının azaldığını bildirmişlerdir. Bu nedenle, bölgedeki yüksek kireç içeriğinin mevcut durumda topraklarda yeterli olan mikro besin elementlerinin alınımı kısıtlayabilir. Kalkancı ve ark. (2021) kirecin yüksek olduğu bölgelerde asidik karakterli gübrelerin kullanılabileceğini önermektedir.

Çizelge 2. Toprakların fiziksel ve kimyasal özelliklerini değerlendirmede kullanılan sınır değerler

Toprak Özelliği	Birimi	Sınır Değerleri	Yeterlilik Sınıfı	Kaynak
pH		<4.5	Aşırı Derece Asit	Sağlam (2012)
		4.5-5.0	Çok Kuvvetli Asit	
		5.1-5.5	Kuvvetli Asit	
		5.6-6.0	Orta Derece Asit	
		6.1-6.5	Hafif Asit	
		6.6-7.3	Nötr	
		7.4-7.8	Hafif Alkalin	
		7.9-8.4	Orta Derece Alkalin	
		8.5-9.0	Kuvvetli Alkalin	
		>9.1	Çok Kuvvetli Alkalin	
EC	$\mu\text{S cm}^{-1}$	0-400	Tuzsuz	Dellavalle (1992)
		400-800	Hafif Tuzlu	
		800-1200	Orta Tuzlu	
		1200-1600	Tuzlu	
		1600-3200	Çok Tuzlu	
		>3200	Çok Yüksek Tuzlu	
Organik Madde	%	0-1	Çok Az	Ülgen & Yurtsever (1974)
		1-2	Az	
		2-3	Orta	
		3-4	İyi	
		>4	Yüksek	
Kireç	%	0-1	Az Kireçli	Çağlar (1949); Evliya (1964)
		1-5	Kireçli	
		5-15	Orta Kireçli	
		15-25	Fazla Kireçli	
		>25	Çok Fazla Kireçli	
P	mg/kg	<2.5	Çok Az	FAO (1990)
		2.5-8	Az	
		8-25	Yeterli	
		25-80	Fazla	
		>80	Çok Fazla	
K	mg/kg	<50.7	Çok Az	FAO, (1990)
		50.7-109.2	Az	
		109.2-288.6	Yeterli	
		288.6-998.4	Fazla	
		>998.4	Çok Fazla	
Ca	mg/kg	<238	Çok Az	FAO, (1990)
		238-1150	Az	
		1150-3500	Yeterli	
		3500-10000	Fazla	
		>10000	Çok Fazla	

Çizelge 2. Toprakların fiziksel ve kimyasal özelliklerini değerlendirmede kullanılan sınır değerler (devam)

Toprak Özelliği	Birimi	Sınır Değerleri	Yeterlilik Sınıfı	Kaynak
Mg	mg/kg	<50.4	Çok Az	FAO, (1990)
		50.4-159.6	Az	
		159.6-480	Yeterli	
		480-1500	Fazla	
		>1500	Çok Fazla	
Zn	mg/kg	<0.2	Çok Az	FAO, (1990)
		0.2-0.7	Az	
		0.7-2.4	Yeterli	
		2.4-8	Fazla	
		>8	Çok Fazla	
Fe	mg/kg	<2.5	Az	Lindsay & Norwell (1978)
		2.5-4.5	Orta	
		>4.5	Fazla	
Mn	mg/kg	<1.2	Yetersiz	Lindsay & Norwell (1978)
		>1.2	Yeterli	
Cu	mg/kg	<0.2	Yetersiz	Follet (1969)
		>0.2	Yeterli	

Çizelge 3. Çalışma alanı toprak örneklerinin bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri

Toprak No	Derinlik (cm)	Kil (%)	Kum (%)	Silt (%)	Tekstür	pH	EC (µs/cm)	Organik Madde (%)	Kireç (%)
1	0-30	20.2	59.3	20.5	SCL	7.98	140.2	0.61	11.5
	30-60	19.9	61.8	18.3	SL	8.14	145	1.12	53.9
2	0-30	29.0	52.2	18.8	SCL	7.75	209	1.79	13.8
	30-60	29.3	51.8	18.9	SCL	8.04	154.3	2.05	15.3
3	0-30	26.6	52.8	20.7	SCL	7.80	176.6	0.51	12.7
	30-60	27.5	53.3	19.2	SCL	8.04	137.2	0.64	11.5
4	0-30	24.3	53.0	22.6	SCL	7.93	171.3	1.59	13.9
	30-60	22.5	54.6	22.9	SCL	7.98	157.1	0.96	16.1
5	0-30	24.2	53.4	22.4	SCL	7.77	2000	2.08	9.17
	30-60	26.9	52.3	20.9	SCL	7.4	470	1.68	9.96
6	0-30	29.1	49.9	20.9	SCL	8.22	158.7	0.75	25.5
	30-60	29.1	54.2	16.7	SCL	8.25	164.2	0.16	27.3
7	0-30	28.9	52.4	18.7	SCL	7.96	129	1.12	23.8
	30-60	30.7	52.9	16.4	SCL	8.28	128.2	0.93	24.6
8	0-30	35.0	44.3	20.7	CL	8.18	96	1.84	26.9
	30-60	35.2	48.3	16.6	SC	7.92	255	1.02	26.9
9	0-30	28.7	59.0	12.3	SCL	7.73	660	2.19	21.9
	30-60	35.6	47.6	16.7	SC	7.79	574	2.53	20.2
10	0-30	24.3	55.2	20.5	SCL	7.65	161.8	1.23	28.5
	30-60	24.9	55.2	20.5	SCL	7.94	190.4	1.28	28.8
11	0-30	20.2	61.3	18.5	SCL	8.08	132.4	1.28	9.01
	30-60	27.1	49.7	23.2	SCL	7.96	135.2	1.25	9.64
12	0-30	29.1	50.1	20.9	SCL	7.75	143.9	1.23	19.9
	30-60	28.9	52.3	18.7	SCL	8.04	154.4	1.10	20.6
13	0-30	22.1	59.6	18.3	SCL	8.00	191.2	1.18	11.3
	30-60	24.2	59.5	16.3	SCL	7.87	145	0.99	11.9

Çizelge 3. Çalışma alanı toprak örneklerinin bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri (devam)

Toprak No	Derinlik (cm)	Kil (%)	Kum (%)	Silt (%)	Tekstür	pH	EC (µs/cm)	Organik Madde (%)	Kireç (%)
14	0-30	29.7	49.7	21.1	SCL	7.85	136.6	1.15	28.3
	30-60	29.1	52.1	18.8	SCL	8.24	132.3	0.92	33.7
15	0-30	24.5	58.9	16.5	SCL	7.85	159.8	3.89	10.7
	30-60	24.2	59.6	16.3	SCL	8.08	155.5	2.08	10.2
16	0-30	34.5	45.2	20.4	CL	8.11	196.8	1.44	19.1
	30-60	35.5	45.7	18.8	CL	7.57	353	0.94	18.7
17	0-30	33.8	49.3	16.9	SCL	7.79	164.1	1.39	20.8
	30-60	35.4	47.9	16.6	SCL	7.96	167.6	0.83	19.8
18	0-30	28.8	52.6	18.6	SCL	8.27	185.8	1.48	18.9
	30-60	24.5	59.0	16.5	SCL	8.10	203	0.27	17.8
19	0-30	30.8	52.7	16.5	SCL	8.22	360	0.75	16.5
	30-60	33.1	50.5	16.5	SCL	8.24	207	0.64	14.1
20	0-30	33.1	46.2	20.8	CL	8.26	128	0.83	14.7
	30-60	31.0	46.1	22.9	CL	8.00	161.9	1.92	30.7
Min.		19.9	44.3	16.3		7.40	96	0.16	9.01
Max.		35.6	61.8	23.2		8.28	2000	3.89	53.9
Ort.		28.3	52.8	18.9		7.97	247.3	1.29	19.5
Ort. (0-30 cm)		27.8	52.9	19.3		7.95	285.1	1.41	17.9
Ort. (30-60 cm)		28.7	52.7	18.6		7.97	209.5	1.17	21.1

3.2. Toprak örneklerinin bazı makro ve mikro besin elementi içeriklerinin değerlendirilmesi

Fosfor

Şırnak ili Silopi ilçesinden alınan toprak örneklerine ait makro ve mikro besin elementleri Çizelge 3'de verilmiştir. Araştırma topraklarının yarayıslı fosfor içerikleri en düşük 3.88 mg/kg iken en yüksek 32.8 mg/kg olarak belirlenmiştir. Bitkiler için alınabilir fosfor içerikleri örnekleme derinliği ile değişmekte olup 0-30 cm'de ortalama 15.2 mg/kg iken 30-60 cm'de 10.7 mg/kg olarak saptanmıştır. Çalışma alanı topraklarının alınabilir fosfor içerikleri Çizelge 2'deki sınır değerlerine göre değerlendirildiğinde %27.5'i az, %65'i yeterli, %7.5'i ise fazla sınıfta yer almıştır. Benzer şekilde [Demirekin & Erdal \(2015\)](#) tarafından yapılan çalışmada Hakkari-Çukurca yöresi topraklarının %16'sı az, % 56'sı yeterli, % 28'i ise fazla miktarda alınabilir fosfor içerdiği belirlenmiştir. Silopi ilçesi topraklarının alınabilir fosfor içeriklerindeki dalgalanmalar bölge çiftçisinin yetiştirdikleri ürün çeşidi ve kullandıkları fosforlu gübre miktarındaki farklılıklardan kaynaklandığı düşünülebilir.

Potasyum

Silopi bölgesi topraklarının değişebilir potasyum konsantrasyonları 136 mg/kg ile 821 mg/kg arasında değişmekte olup ortalama 437 mg/kg olarak belirlenmiştir (Çizelge 3). Toprakların potasyum konsantrasyonları örnekleme derinliği ile değişmiş olup 0-30 cm'de ortalama 464 mg/kg belirlenirken 30-60 cm'de 410 mg/kg olarak saptanmıştır. Toprakların değişebilir potasyum içerikleri Çizelge 2'ye göre değerlendirildiğinde yeterli ve fazla sınıfa girecek düzeyde olduğu belirlenmiştir.

Kalsiyum

Araştırma topraklarının kalsiyum konsantrasyonu en düşük 8300 mg/kg en yüksek 15 300 mg/kg, ortalama ise 10 336 mg/kg olarak saptanmıştır. Çalışma alanı topraklarının kalsiyum konsantrasyonu sınır değerlerine göre incelendiğinde %40'ında Ca fazla, geriye kalan topraklarda ise çok fazla sınıfında olduğu tespit edilmiştir.

Magnezyum

Çalışma alanı topraklarının magnezyum konsantrasyonları 207 mg/kg ile 1598 mg/kg arasında değişmekte olup ortalama 890 mg/kg olarak bulunmuştur. Toprakların magnezyum konsantrasyonları toprak örneklerinin derinliğine bağlı olarak değişmiş ve 0-30 cm'de ortalama 875 mg/kg iken 30-60 cm ise 905 mg/kg olarak belirlenmiştir. [FAO \(1990\)](#) tarafından belirlenen sınır değerlere göre toprakların %5'inde Mg yeterli, %2.5 çok fazla ve geriye kalan toprakların tamamı ise fazla sınıfına girmektedir (Çizelge 2). [Aslan ve ark. \(2016\)](#) Bitlis'in Mutki ilçesinde yürüttükleri çalışmada farklı noktalardan aldıkları toprakların magnezyum içeriklerinin 121.5-1106.7 mg/kg potasyum içeriklerini ise 119.7-845.6 mg/kg arasında değiştiğini bildirmişlerdir.

Çinko

Şırnak ili Silopi ilçesinden alınan toprak örneklerinin çinko konsantrasyonları ortalama 1.15 mg/kg olup en düşük 0.31 mg/kg iken en yüksek 2.56 mg/kg arasında değiştiği belirlenmiştir. Toprakların çinko içerikleri toprak örnekleme derinliğine göre değişmekte olup 0-30 cm derinlikte ortalama 1.30 mg/kg, 30-60 cm ise 0.99 mg/kg olarak saptanmıştır. Toprakların çinko içerikleri yapılan sınıflandırmaya göre toprakların %20'si az, %75 yeterli iken %5'de fazla olarak belirlenmiştir ([FAO, 1990](#)). [Demirekin & Erdal \(2015\)](#), Hakkâri, Çukurca bölgesinde yürüttükleri çalışmada toprakların çinko içeriklerinin 0.10-3.87 mg/kg aralığında değişmekte olduğunu ve toprakların %44'de çinkonun noksan olduğu bildirilmiştir. [Öztürkmen ve ark. \(2021\)](#) ise Şanlıurfa Suruç ilçesi topraklarının %67'sinde çinkonun noksan olduğunu belirlemişlerdir.

Demir

Toprakların demir içeriği 3.24-37.7 mg/kg arasında değişmekte ve ortalama olarak 8.28 mg/kg olarak belirlenmiştir. Toprakların demir içerikleri örnekleme derinliği ile değişmekte olup 0-30 cm'de ortalama 9.08 mg/kg, 30-60 cm ise 7.48 mg/kg olarak belirlenmiştir. Çalışma alanı topraklarının demir içerikleri [Lindsay & Norwell \(1978\)](#) tarafından belirlenen sınır değerlerine göre %22.5'i orta, %77.5'i ise fazla sınıfında yer almaktadır. [Munis & Sakin \(2013\)](#) Cizre bölgesinde yaptıkları çalışmada toprakların Fe kapsamını ortalama 8.48 mg/kg olacak şekilde 4.01-20.00 mg/kg arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Çalışma alanı topraklarında yetiştirilecek ürünlere yeterli düzeyde demir olmasına rağmen [Kalkancı ve ark. \(2021\)](#) kaba bünyeli ve kireç içeriğinin yüksek olduğu topraklarda özellikle yer fıstığı bitkisinde Fe ve Zn noksanlığı görülebileceğini bildirmişlerdir.

Mangan

Toprakların mangan içerikleri en düşük 2.36 mg/kg, en yüksek ise 14.2 mg/kg belirlenmiş olup ortalama 6.04 mg/kg olarak bulunmuştur. Toprakların mangan içerikleri derinliğin değişmesi ile değişmiştir. Yüzeye yakın bölgede ortalama 6.64 mg/kg olarak belirlenirken 30-60 cm derinliğinde 5.42 mg/kg olarak belirlenmiştir. [Lindsay & Norwell \(1978\)](#), tarafından bildirilen sınıflandırmaya göre

çalışmanın yürütüldüğü tüm topraklarda mangan yeterli sınıfında bulunmuştur. Bölgeye yakın alanlarda yapılan çalışmalarda benzer sonuçlar elde edilmiştir (Çimrin & Boysan, 2006; Saraçoğlu ve ark., 2014).

Bakır

Araştırma topraklarının alınabilir bakır içerikleri 0.50-3.40 mg/kg arasında değişmekte olup ortalama 1.02 mg/kg olarak belirlenmiştir. Toprakların bakır içerikleri derinlikle ters orantılı olarak değişmiş olup derinlik arttıkça azalmıştır. 0-30 cm derinliğinden alınan toprak örneklerinde bakır içeriği ortalama 1.10 mg/kg iken 30-60 cm'de ise 0.93 mg/kg olarak bulunmuştur. Çalışma alanı topraklarının tamamının bakır içeriği yeterli (>0.2 mg/kg) sınıfına girmektedir. Munis & Sakin (2013), Cizre'de yürüttükleri çalışmada toprakların bakır içeriklerini 0.72-2.03 mg/kg aralığında belirlenmiş olup yeterli düzeyde olduğunu bildirmişlerdir.

Çizelge 4. Çalışma alanı toprak örneklerinin bazı makro ve mikro besin elementi içerikleri

No	Derinlik (cm)	P (mg/kg)	K (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mn (mg/kg)	Cu (mg/kg)
1	0-30	10.7	270.5	12 875	299	1.43	8.80	8.76	0.81
	30-60	6.54	135.5	8875	207	0.44	3.73	2.71	0.51
2	0-30	8.30	421.5	12 525	573	2.53	5.95	6.10	0.70
	30-60	4.06	352.5	12 575	692	0.82	5.52	3.90	0.69
3	0-30	18.6	445.0	9925	691	1.19	7.83	6.53	1.14
	30-60	20.0	435.5	9175	876	0.61	5.20	6.31	1.03
4	0-30	31.2	799.0	9050	824	1.07	4.25	6.82	1.95
	30-60	19.8	697.5	9513	765	0.75	3.91	3.76	1.61
5	0-30	17.0	773.0	8975	810	1.25	4.75	14.2	1.42
	30-60	8.90	752.5	9275	1014	0.87	4.46	8.17	1.36
6	0-30	18.9	821.0	9800	950	0.37	3.24	2.90	0.57
	30-60	10.1	379.0	11 250	1028	0.31	3.60	3.72	0.60
7	0-30	6.36	364.5	11 563	703	1.91	5.74	4.17	0.76
	30-60	4.00	333.5	12 625	705	0.85	4.15	2.36	0.69
8	0-30	12.6	440.5	8713	1280	0.82	6.23	2.48	0.81
	30-60	4.90	408.0	8300	1290	0.98	7.76	3.56	0.91
9	0-30	32.8	624.5	12 575	1339	1.43	37.7	7.94	1.84
	30-60	25.3	646.0	10 825	1372	1.51	31.5	5.45	1.81
10	0-30	12.5	455.5	8525	678	1.30	3.52	4.86	0.58
	30-60	10.4	402.0	9788	644	0.98	3.31	5.00	0.57
11	0-30	11.5	456.5	9775	787	1.44	7.02	8.55	1.24
	30-60	6.42	477.5	9800	883	1.60	5.47	6.74	1.12
12	0-30	3.88	405.0	11 725	725	0.43	6.94	5.04	0.63
	30-60	5.45	486.0	11 975	784	0.57	7.72	5.94	0.67
13	0-30	7.75	490.0	15 300	550	2.56	8.99	7.62	1.00
	30-60	5.82	449.5	13 975	524	1.36	7.55	6.30	0.95
14	0-30	9.26	244.0	8288	543	1.84	5.84	8.41	0.53
	30-60	8.18	209.0	9275	560	1.58	5.39	6.51	0.50
15	0-30	15.6	275.5	7625	786	1.99	8.70	10.9	0.97
	30-60	11.4	361.0	7775	830	1.86	6.50	11.7	0.90
16	0-30	14.6	417.5	11 350	1382	0.99	20.6	6.09	1.00
	30-60	12.9	334.0	13 850	1457	1.67	8.95	3.45	0.87

Çizelge 4. Çalışma alanı toprak örneklerinin bazı makro ve mikro besin elementi içerikleri (devam)

No	Derinlik (cm)	P (mg/kg)	K (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mn (mg/kg)	Cu (mg/kg)
17	0-30	17.6	336.0	10 875	949	0.80	6.76	6.84	0.84
	30-60	5.39	316.5	10 350	902	0.82	5.99	6.33	0.81
18	0-30	20.8	508.5	9825	1246	1.23	10.3	6.03	3.40
	30-60	19.0	398.5	9400	1598	0.77	7.99	7.05	0.97
19	0-30	13.0	400.0	8875	1431	0.52	8.52	5.26	0.80
	30-60	9.99	304.5	8338	946	0.42	8.71	4.97	0.88
20	0-30	21.2	331.0	9038	962	0.96	9.91	3.41	1.04
	30-60	15.9	323.5	9338	1038	1.08	12.3	4.60	1.15
Min.		3.88	136	8300	207	0.31	3.24	2.36	0.50
Max.		32.8	821	15 300	1598	2.56	37.7	14.2	3.40
Ort.		12.9	437	10 337	890	1.15	8.28	6.04	1.02
Ort. (0-30 cm)		15.2	464	10 360	875	1.30	9.08	6.65	1.10
Ort. (30-60 cm)		10.7	410	10 314	905	0.99	7.48	5.43	0.93

4. Sonuç

Şırnak ili Silopi ilçesinin toprak verimlilik durumlarını değerlendirmesi amacı ile yürütülen bu çalışma sonucunda toprakların baskın tekstür grubunun kumlu killi tın olduğu belirlenmiştir. Topraklarda tuzluluk problemi görülmezken, organik madde içeriğinin düşük olduğu görülmektedir. Toprakların fiziksel ve kimyasal özellikleri üzerine olumlu etkilerinden dolayı bölgede organik gübre uygulaması önerilmektedir. Çalışma alanı topraklarının sahip olduğu yüksek pH ve kireç içeriği bölgede yetiştirilen tarım ürünlerinin mikro element alınımını sınırlandırabileceğini söylemek mümkündür. Bu yüzden asidik karakterli gübreler tercih edilmelidir. Bölgeden alınan toprakların bir kısmında fosfor içeriğinin yüksek olduğu görülmüştür. Bu ise çiftçilerin yetiştirecekleri ürünlere uygun bir gübreleme programına sahip olmadıklarını açıkça göstermektedir. Bununla birlikte fosfor ve çinko bazı alanlarda noksan çıkmıştır bu bölgelerde fosfor ve çinko gübrelemesi yapılabilir. Bölge çiftçilerinin toprak analizlerini yaptırarak yetiştirecekleri ürüne uygun gübreleme programlarının yapılması önerilmektedir.

Teşekkür

Bu çalışma “Şırnak-Silopi İlçesi Tarım Arazilerinin Besin Elementi Durumları ve Bazı Toprak Özellikleri ile İlişkisi” konulu projeden hazırlanmıştır. Çalışma Şırnak Üniversitesi BAP birimi tarafından desteklenmiştir (Proje No: 2022.FNAP.05.01.01). Destekleri için Şırnak Üniversitesi BAP birimine teşekkür ederiz.

Kaynakça

- Abak, M., & Sakin, E. (2018). Toprakların C:N oranı ve bazı toprak özellikleri ile ilişkisi: Mardin Mazıdağı örneği. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*, 22 (2), 255-262. doi:10.29050/harranziraat.352347
- Akşahin, V., & Gülser, F. (2020). Bazı organik materyallerin ve inorganik gübrelerin çemen bitkisinin gelişimine etkileri. *Bursa Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 34(2), 255-266.
- Allison, L. E., & Moodie, C. D. (1965). Carbonate. In A. G. Norman (Ed). *Methods of Soil Analysis: Part 2 Chemical and Microbiological Properties* (pp. 1379-1396). American Society of Agronomy. doi:10.2134/agronmonogr9.2.c40
- Aslan, E., Yılmaz, K., & Demir, Ö. F. (2016). Bitlis yöresi topraklarının kil minerali tipleri ve toprak özellikleri ilişkileri. *Çukurova Tarım Gıda Bilimleri Dergisi*, 31(3), 201-206.

- Brady, N. C., & Weil, R. R. (2002). *The nature and properties of soils*. 13th edition. Pearson Education, New Jersey.
- Çağlar, K. Ö. (1949). *Toprak Bilgisi*. Ankara Üniversitesi Ziraat Yayınları.
- Çimrin, K. M., & Boysan, S. (2006). Van yöresi tarım topraklarının besin elementi durumları ve bunların bazı toprak özellikleri ile ilişkileri. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 16(2), 105-111.
- Dellavalle, N. B. (1992). *Determination of specific conductance in supertanat 1:2 Soil:Water Solution*. In Handbook on Reference Methods for Soil Analysis.
- Demirekin, H., & Erdal, İ. (2015). Hakkâri-Çukurca yöresi topraklarının verimlilik durumlarının belirlenmesi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 25(2), 140-147. doi:10.29133/yyutbd.236328
- Eren, A. (2019). Kızıltepe yöresinde buğday tarımı yapılan toprakların bazı verimlilik durumlarının belirlenmesi. *Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi*, 8(1), 1-9.
- Evliya, H. (1964). *Kültür Bitkilerinin Beslenmesi*. Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları.
- FAO. (1990). *Micronutrient, Assesment at the Country Level: An International Study*. FAO Soil Bulletin by Mikko Silanpaa, Rome.
- Flores-Magdaleno, H., Mancilla-Villa, O. R., Mejia-Saenz, E., Olmedo-Bolantilde, M. D. C., & Bautista-Olivas, A. L., (2011). Heavy metals in agricultural soils and irrigation wastewater of mixquiahuala, Hidalgo, Mexico. *African Journal of Agriculture Research*, 6(24), 5505-5511. doi:10.5897/AJAR11.414
- Freitas, J., & Silva, P. (2022). Sustainable agricultural systems for fruit orchards: the influence of plant growth promoting bacteria on the soil biodiversity and nutrient management. *Sustainability*, 14(21), 13952. doi:10.3390/su142113952
- Gee, G.W., & Boudier, J.W. (1986). Particle Size Analysis. In: A. Clute (Ed.) *Methods of Soil Analysis. Part I Agronomy* No:9. Madison, Wisconsin, USA: American Society of Agronomy.
- Joshi, V. D., Palei, N. N., & Rachh, P. R. (2009). Physico-chemical properties of four farm site soils in area surrounding Rajkot, Gujarat, India. *International Journal of Chemical Technical Research*, 1(3), 709-713.
- Kalkancı, N., Şimşek, T., Aslan, N., & Büyük, G. (2021). Tarım topraklarının verimlilik durumlarının tematik düzeyde haritalanarak sürdürülebilir yönetiminin sağlanması: Osmaniye örneği. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi*, 24(4), 859-870. doi:10.18016/ksutarimdog.vi.800468
- Khadka, D., Lamichhane, S., Shrestha, S. R., & Pant, B. B. (2017). Evaluation of soil fertility status of regional agricultural research station, Tarahara, Sunsari, Nepal. *Eurasian Journal Soil Science*, 6(4), 295-306. doi:10.18393/ejss.303512
- Kılıç, T., Koca, K., & Doran, İ. (2007). Bağırvar'da arazi kullanımının corine programına göre değerlendirilmesi. *Marmara Coğrafya Dergisi*, 16, 141-160.
- Kösen, İ. (2019). *Silopi şehrinin fonksiyonel özellikleri*. (MSc), Karabük Üniversitesi, Coğrafya Anabilim Dalı, Karabük, Türkiye.
- Lalljee, B., & Facknath, S. (2001). *Effect of lime on nutrient content of soils, yield and nutrient content of potato and infestation by leafminers*. AMAS 2001. Food and Agricultural Research Council, Réduit, Mauritius.
- Lindsay, W. L., & Norvell, W. A. (1978). Development of a DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. *Soil Science Society of American Proceeding*, 42, 421-428. doi:10.2136/sssaj1978.03615995004200030009x
- Matson, P. A., Naylor, R., & Ortiz-Monasterio, I. (1998). Integration of environmental, agronomic, and economic aspects of fertilizer management. *Science*, 280(5360), 112-115. doi:10.1126/science.280.5360.112
- McLean, E.O. (1982). Soil pH and Lime Requirement. In: A. L. Page, R. H. Miller, and D. R. Keeney (Eds.). *Methods of Soil Analysis, Part 2, Chemical and Microbiological Properties*, Agronomy Monograph Number 9, Madison, Soil Science Society of America.
- Munis, M. M., & Sakin, E. (2013). Cizre ilçesi topraklarının verimlilik durumlarının belirlenmesi. *Türk Doğa ve Fen Dergisi*, 2(2), 38-43.
- Morgan, J. B., & Connolly, E. L. (2013) Plant-Soil interactions: Nutrient uptake. *Nature Education Knowledge*, 4(8), 2.

- Nelson, D. W., & Sommers, L. E. (1996). Total carbon, organic carbon and organic matter. In D. L. Sparks (Ed.). *Methods of Soil Analysis*. Part 3, Chemical Methods, Madison. doi:10.2136/sssabookser5.3.c34
- Olsen, S. R., & Sommers, E. L. (1982). Phosphorus Soluble in Sodium Bicarbonate. In *Methods of Soil Analysis, Part 2, Chemical and Microbiological Properties* (pp. 404-430).
- Ordu, D. (2020). *Bursa ili Karacabey ilçesi mısır tarımı yapılan toprakların (yolağzı bölgesi) verimlilik durumunun belirlenmesi*. (MSc), Bursa Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, Türkiye.
- Öztürkmen, A.R., Ramazanoğlu, E., & Çiçek İ.C. (2021). Şanlıurfa ili Suruç Ovası topraklarının bazı fiziksel özelliklerinin belirlenmesi. *Akademik Ziraat Dergisi*, 10(1): 131-136. doi:10.29278/azd.770614
- Richard, L. A. (1954). *Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils*. Agriculture Handbook, Washington.
- Rhoades, J. D. (1996). Salinity: Electrical Conductivity and Total Dissolved Solids. in: Sparks, D.L., Page, P.A., Helmke, R.H., Loeppert, P.N., Soltanpour, M. A., Tabatabai, C. T., Johnston, M. E. Sumner. (Ed.), *Methods of Soil Analysis*. Part 3, Chemical Methods. doi:10.2136/sssabookser5.3.c14
- Sağlam, T.M. (2012). *Toprak Kimyası*. Namık Kemal Üniversitesi Ziraat Fakültesi.
- Sakin, E. (2010). *Güneydoğu Anadolu Bölgesi Topraklarının Karbon Stokları ve Dengesi*. (PhD), Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa, Türkiye.
- Saraçoğlu, M., Sürücü, A., Koşar, İ., Taş, M.A., Aydoğdu, M., & Kara, H. (2014). Şanlıurfa ili Halfeti ilçesi topraklarının bazı özellikleri ve bitki besin elementi kapsamalarının belirlenmesi. *Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Dergisi*, 2 (2) 38-45.
- Sönmez, F., Uyak, C., & Tüfenkci, Ş. (2013). Siirt ve ilçelerinde yetiştirilen yerel üzüm çeşitlerinin beslenme sorunlarının yaprak ve toprak analizleri ile belirlenmesi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 3(3): 73-78.
- Tahat, M. M., Alananbeh, K. M., Othman, Y. A., & Leskovar, D. I. (2020). Soil health and sustainable agriculture. *Sustainability*, 12, 4859. doi:10.3390/su12124859
- Thomas, G.W. (1996). Soil pH and soil acidity. in: Sparks, D.L. A.L. Page, P.A. Helmke, R.H. Loeppert, P. N. Soltanpour, M. A. Tabatabai, C. T. Johnston, M. E. Sumner (Ed.), *Methods of Soil Analysis*. Part 3, Chemical Methods. SSSA Book Series 5. ISBN: 9780891188254, Madison,1390.
- Uchida, R. (2000). Essential nutrients for plant growth: nutrient functions and deficiency symptoms. *Plant Nutrient Management in Hawaii's Soils, Approaches for Tropical and Subtropical Agriculture*, 31-55.
- Ülgen, N., & Yurtsever, N. (1974). *Türkiye gübreler ve gübreleme rehberi*. Toprak ve Gübre Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, Teknik Yayınlar No:28. Ankara.



Research Article

Influences on to Nutrient Uptake of Lead, Chromium and Cadmium Toxicity in Switchgrass (*Panicum virgatum* L.) Plant and Linear Regression Analyses

Şeyda ZORER ÇELEBİ¹, Özlem SELÇUK ZORER², Abdullah YEŞİLOVA³

¹ Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Agriculture, Department of Field Crops, 65080, Van, Türkiye

² Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Science, Department of Chemistry, 65080, Van, Türkiye

³ Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Agriculture, Department of Biostatistics and Genetic, 65080, Van, Türkiye

Şeyda ZORER ÇELEBİ, ORCID No: [0000-0003-1278-1994](https://orcid.org/0000-0003-1278-1994), Özlem SELÇUK ZORER, ORCID No: [0000-0002-6486-8365](https://orcid.org/0000-0002-6486-8365), Abdullah YEŞİLOVA, ORCID No: [0000-0002-0666-8170](https://orcid.org/0000-0002-0666-8170)

*Corresponding author e-mail: seydazorer@yyu.edu.tr

Article Info

Received: 05.04.2023

Accepted: 19.07.2023

Online December 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1277632](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1277632)

Keywords

Cadmium,
Chromium,
Lead,
Mineral nutrient,
Switchgrass

Abstract: Mining, urban or industrial solid, gas and liquid wastes, pesticide and artificial fertilizer use, paint industry and car exhaust gases cause the release of heavy metals to the nature. This heavy metal stress caused by environmental pollutants limits the growth of plants and reduces product yield and quality. At the same time, heavy metal stress interferes uptake, transport, and utilization of plant nutrients by plants. Consequently, this study was performed to evaluate toxicity and tolerance of lead, cadmium and chromium in switchgrass that can adapt to a wide range of habitats and climates. In order to determine the effects of heavy metals on the nutrient uptake, the switchgrass plant (*Panicum virgatum* L.) was grown in artificially contaminated soil with different concentrations of Cd, Pb, Cr solutions. The changes in macro- and micro-nutrient contents in the switchgrass as affected by the different concentrations of the applied metals were evaluated. Although chromium, cadmium and lead have phytotoxic effect and are non-essential elements for plants, it was observed that these elements easily absorbed and accumulated in the aboveground parts of switchgrass. In general, it was found that macro- and micro-nutrient concentrations in the switchgrass were significantly or relatively decreased in different doses of Pb, Cd and Cr applications. Only Ca concentrations in the plant increased significantly with the applied different Pb doses, due to the competition of Ca^{2+} and Pb^{2+} for introduction to stem cells. However, the obtained results were interpreted using linear regression and Pearson correlation.

Switchgrass (*Panicum virgatum* L.) Bitkisinde Kurşun, Krom ve Kadmiyum Toksisitesinin Besin Alımı Üzerindeki Etkileri ve Lineer Regresyon Analizleri

Makale Bilgileri

Geliş: 05.04.2023

Kabul: 19.07.2023

Online Aralık 2023

DOI:[10.53433/yyufbed.1277632](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1277632)

Öz: Madencilik, kentsel veya endüstriyel katı, gaz ve sıvı atıklar, pestisit ve suni gübre kullanımı, boya sanayi ve araba egzoz gazları ağır metallerin doğaya salınmasına neden olur. Çevresel kirleticilerin neden olduğu bu ağır metal stresi, bitkilerin büyümesini sınırlamakta, ürün verimini ve kalitesini düşürmektedir. Aynı zamanda, ağır metal stresi bitki besin maddelerinin bitkiler tarafından alınmasını, taşınmasını ve kullanılmasını engeller. Sonuç olarak, bu çalışma, geniş bir habitat ve iklim yelpazesine uyum sağlayabilen switchgrass'taki kurşun, kadmiyum ve kromun toksisitesini ve toleransını değerlendirmek için yapılmıştır. Ağır metallerin besin alımı üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla, Switchgrass (*Panicum virgatum* L.) bitkisi farklı konsantrasyonlarda Cd, Pb, Cr

Anahtar Kelimeler

Kadmium,
Krom,
Kurşun,
Mineral besin,
Switchgrass

çözümleri ile suni olarak kontamine edilmiş toprakta yetiştirilmiştir. Uygulanan metallerin farklı konsantrasyonlarından etkilenen switchgrastaki makro ve mikro besin içeriklerindeki değişiklikler değerlendirilmiştir. Krom, kadmium ve kurşun fitotoksik etkiye sahip ve bitkiler için esansiyel olmayan elementler olmalarına rağmen, bu elementlerin switchgrass bitkisinin toprak üstü kısımlarında kolayca emilip biriktiği gözlenmiştir. Genel olarak, switchgrass bitkisindeki makro ve mikro besin konsantrasyonlarının farklı dozlarda Pb, Cd ve Cr uygulamalarında önemli ölçüde veya nispeten azaldığı bulunmuştur. Ca^{2+} ve Pb^{2+} 'nin kök hücrelere giriş için rekabet etmesi nedeniyle, uygulanan farklı Pb dozları ile sadece bitkideki Ca konsantrasyonları önemli ölçüde artmıştır. Bununla birlikte elde edilen sonuçlar lineer regresyon ve Pearson korelasyonu kullanılarak yorumlanmıştır.

1. Introduction

The studies on plants that grow in contaminated agricultural soils with heavy metals have gained momentum in recent years. Transport of heavy metals through food chains has made these studies much more important. Water intake is the most important way for heavy metals to enter the plants. Animals fed with these plants are also exposed to heavy metals. The consumption of animal products and plants polluted with these metals can cause health problems in humans.

Elements with an atomic weight of 20 and above are classified as heavy metals, which are naturally occurring elements and have a relatively high density compared to water (at least 5 times higher than water density) (Tchounwou et al., 2012). Heavy metal threats have continued to increase in ecological and public health fields since they are intensively used in agricultural, industrial, technological, and domestic applications.

Heavy metals, that are abundant in the environment, are iron, zinc, copper, manganese, silver, lead, and nickel. Although mercury, cadmium, chromium, and arsenic are rarely found in environment, even the low concentrations of these metals have toxicological effects. Heavy metals such as Fe, Mn, Cu, Ni, Zn, Mo, and Co are necessary micro-nutrients for animals and plants (Reeves & Baker, 2000; Wintz et al., 2002), since these metals play an important role in the physiological and biochemical functions of animals and plants (Nagajyoti et al., 2010). But at the same time, in plants exposed to high levels of these metals, toxicity symptoms may occur. Therefore, some heavy metals such as Cr, Cd and Pb have phytotoxic effect. Among these metals, Pb has a negative effect on the growth, photosynthesis processes and morphology of plants (Nagajyoti et al., 2010). Negative effects of Cd on mineral nutrition, photosynthetic and respiratory activities, membrane functions, enzyme activities and hormone balance are mentioned (Clysters & Van Assche, 1985; Boussama et al., 1999; Chien & Kao, 2000). Under Cr toxicity stress, it has been reported that ultra-structural modifications in cell membrane and chloroplasts occur, plant growth is reduced, water relations and mineral nutrition are impaired, chlorosis in leaves is persisted, stem cells are damaged, enzymatic activities change and pigment content decrease (Ali et al., 2015; Farooq et al., 2016; Reale et al., 2016).

Heavy metal stress interferes uptake, transport and utilization of plant nutrients by plants. For example, presence of an excess concentration of Pb in soil structure causes imbalance in the intake of mineral nutrients in plants. Most of the effects observed in plants under Pb toxicity occur in nutrient content and internal nutrient ratios as a result of mineral imbalance (Kabata-Pendias & Pendias, 1992). Cadmium contamination in the soil can impair the uptake and migration of mineral nutrients, resulting in reduced growth, so that, there is a negative correlation between the uptake and distribution of fundamental macro/micro-nutrients in several plant species (Kim et al., 2003; Shukla et al., 2003; Adhikari et al., 2006). Excessive Cr concentration may lead to the separation of nutrients from important binding sites, thus reducing the uptake and displacement of essential elements (Mengel & Kirkby, 1987).

Switchgrass (*Panicum virgatum* L.), a characteristic derivative of the Tallgrass Prairie, is a domestic warm seasonal grass and a main element of natural and anthropogenic pastures throughout most of North America (Calles Torrez et al., 2013). Switchgrass can adapt to marginal lands, and tolerates water of soil deficits and low soil nutrient concentrations (Sokhansanj et al., 2009). Switchgrass is defined as a potential bioenergy product for cellulosic ethanol due to its rapid growth rate and nutrient

utilization efficiency (Mann et al., 2012). The objective of the present study was to determine how the heavy metal (Cd, Cr, Pb) affects the relative uptake of macro/micro-nutrients in switchgrass.

2. Material and Methods

2.1. Plant materials and heavy metal treatments

The experiment was conducted as three times replicates completely randomized block design, in plastic pots in the greenhouse. The greenhouse was organized for a day/night temperature of 25/20°C and 16 h light period. The soil used in experiments was dried with air and sieved by using 5-mesh sieve. The soil texture was clay-loamy, organic matter content of the soil was 1.7%, salt content 0.04%, lime content 28%, pH 7.1, total N 0.06%, total P 3.95 mg kg⁻¹, total K 49.61 mg kg⁻¹, Pb 0.026 ppm, Cr 0.377 ppm and Cd 0.0006 ppm.

As the source of soil pollutant, Pb(NO₃)₂ for lead, Cd(NO₃)₂ for cadmium, Cr(NO₃)₃ for chromium were used in the experiment. The solutions of 0, 30, 60, 90, 120 mg kg⁻¹ concentrations of Pb; 0, 2.5, 5, 10, 20 mg kg⁻¹ concentrations of Cd and 0, 40, 80, 120, 160 mg kg⁻¹ concentrations of Cr were prepared for applications. Two kilograms of the soil were weighed for each pot and transferred to the pots. The specified volume of metal solutions was applied to the soils to the pots. Six seeds were planted in each pot and the pots were placed in the greenhouse. After the plantation, DAP (diammonium phosphate), AS (ammonium sulfate) and K₂SO₄ (potassium sulfate) as basic fertilizer were applied in forms of 200 mg kg⁻¹ K, 150 mg kg⁻¹ P and 300 mg kg⁻¹ N to each pot. Then, the plants were watered evenly with distilled water.

2.2. Chemical analyses

The total growth periods for plants were determined as 60 days. The plants were harvested at the end of the growth period. Harvested plants were washed with deionized water and dried up to constant weight at 70°C in an oven. Dried plant samples were pulverized with grinder and wet-digested in HNO₃:HClO₄ (6:2 v/v) solution by microwave digestion (Ethos Easy, Milestone, Italy). Then, the resulting solutions were diluted with deionized water. The macro- (Ca, K, P, Mg) and micro-nutrient (Mn, Zn, Cu, Fe) contents in plant samples were measured by ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry) (iCAP 6000 Series, Thermo Fisher, USA).

2.3. Statistical analyses

Data were statistically analyzed with analysis of variance (One-way ANOVA) using the SAS Statistics with Version 9.4 software. Mean comparisons were performed using the Duncan's Multiple Range Test at a 0.05 level of probability. In tables, a statistical analysis was also conducted independently for each heavy metal. Linear regression and Pearson correlation were used between heavy metals and mineral nutrients.

3. Results

3.1. Effect of heavy metals on macro-nutrients uptake

The influences of different doses of Pb, Cr and Cd metals on the macro-nutrients uptake in the switchgrass are demonstrated in the Fig. 1. Pb physically inhibits the adsorption of many ions (K, Mg, Ca, Cu, Fe, Mn, Zn) from plant roots (Godbold & Kettner, 1991). Similar evaluations have been reported in studies conducted in other plants (Päivöke, 2002; Sinha et al., 2006; Wang et al., 2011; Patel et al., 2017). It has been reported in previous study that at low concentrations of Pb, Cd and Cr heavy metals applied in switchgrass, very little regression was observed in the aboveground biomass (plant height, green and dry biomass) compared to the control. At the same time, it was determined that heavy metal accumulation in the plant increased with increasing doses of heavy metals (Pb, Cd, Cr) applied, and the bioavailability index was above 1 at all concentrations of all three heavy metals (Alacabey & Zorer Çelebi, 2020).

In the present study, the concentrations of P and K in aboveground components of switchgrass significantly decreased, while Ca concentrations increased with increasing Pb doses. Because K⁺ ions have near-ionic radii with Pb (Pb²⁺: 132 pm and K⁺: 133 pm) (Nightingale, 1959), these two ions may cause competition to pass through the same K channels of the plant (Sharma & Dubey, 2005). It has been reported to compete with Pb²⁺ for entry into Ca²⁺ stem cells. In the presence of Ca²⁺ in the medium, Pb²⁺ intake and toxicity decrease (Kim et al., 2002). The increase in Ca concentration despite increasing Pb doses can be explained by this competition. Mg concentrations increased in plants exposed to 60 mg kg⁻¹ Pb dose compared to control group, however, there was no significant change in Mg content in another dose application.

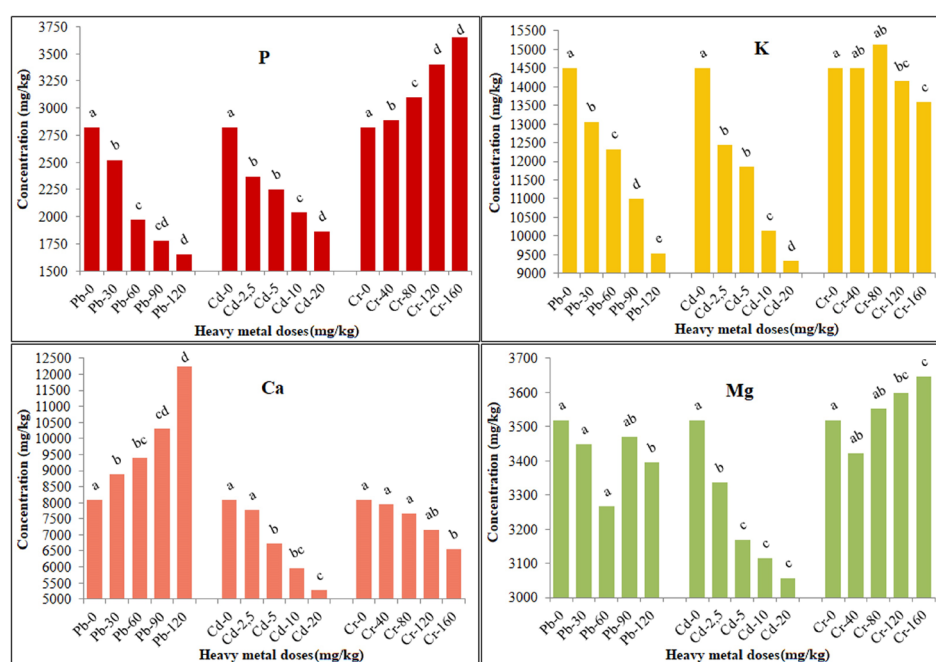


Figure 1. The content of macro-nutrient in switchgrass treated with Pb, Cd and Cr doses.

The macro-nutrient concentrations (Ca, K, P, and Mg) in the aboveground parts of switchgrass significantly decreased in Cd application. The macro-nutrient intake value obtained when the highest Cd dose was applied was found to be approximately 1.5 times higher than the value obtained when the lowest dose was applied. Some studies on macro-nutrient content (Ca, Mg, K) in sunflower plants showed that macro-nutrient concentrations decreased with increasing Cd dose in contaminated soils (Rivelli et al., 2014; Arshad et al., 2016). It has been determined that Cd reduces the intake of necessary nutrients in many plant species (Wahid et al., 2008; Daud et al., 2013; Eren, 2018). Cd and Zn have a chemical similarity with each other due to in the same group of the periodic table. Although Zn is a necessary micro-nutrient for animals and plants, Cd has a toxicity which can lead to breakdown of metabolic processes (Campbell, 2006). In the process of nutrient intake, Cd that acts as Zn is taken into the structure of the plant and prevents the intake of other nutrients. The solubility of Cd(NO₃)₂ used in the experiment also increases the intake of Cd to plant tissue. Solubility in water of Cd(NO₃)₂ at 20°C (136 g 100 g⁻¹) is greater than the solubility of the macro elements (K:31.6 g 100 g⁻¹, Ca:121.2 g 100 g⁻¹, Mg:69.5 g 100 g⁻¹) and thus causes further dissolution in the water in soil structure. This may be thought to facilitate the absorption of Cd from the soil by plants.

Cr has been implicated in interfering with the absorption or deposition of nutrients such as Ca, Mg, K and P in both air and root parts of plants (Samantaray et al., 1998). It may be related to exposure to excess Cr doses to removal of important nutrients from physiological binding sites. This contrary interaction between mineral nutrients and Cr may be due to interactions in both soil and plant tissues. At the same time, synergistic interactions between Cr and some basic nutrients such as P, Mg and Fe were also observed. The P concentration in switchgrass slightly increased in 160 mg kg⁻¹ Cr application as compared to control, but Ca concentrations decreased. It can be said that the addition of Cr inhibits the effect of Ca intake of plants. The concentration of K was slightly increased in the plants exposed to

80 mg kg⁻¹ Cr dose compared to the control group, and K concentration was decreased in 160 mg kg⁻¹ Cr dose application. However, there was no significant change in K concentration in other Cr dose treatments. The concentration of Mg in switchgrass grown in soils with a dose of 40 mg kg⁻¹ Cr decreases compared to the control group, whereas the Mg concentration is increased with increasing Cr doses. However, when compared to the control group, this increase was not significant. The competition of Cr with Ca and K and the reduction intake of these elements of the plant may be due to the fact that Cr(NO₃)₃ has a higher solubility (130 g 100 g⁻¹) than these elements (K:31.6 g 100 g⁻¹, Ca:121.2 g 100 g⁻¹). The competition between Cr and Mg is thought to be related to the hydrated ion radius. It is known that as the hydrated radiuses of the ions increase, the adsorption decreases. Since Cr³⁺ has a higher hydrated radius (461 pm) than Mg²⁺ (428 pm) (Nightingale, 1959), it can be said that its adherence is weakened and Mg is leading.

3.2. Effect of heavy metals on micronutrient uptake

Variations in the micro-nutrient concentrations in aboveground of switchgrass with different doses of Pb, Cr and Cd applications are given in Fig. 2. The micro element concentrations, except for Mn, in switchgrass were affected by different doses of Pb applications. Fe concentrations increased in Pb treated plants as compared to Pb untreated plants. The highest Fe concentration was obtained in 90 mg kg⁻¹ Pb dose application. The excess of Fe intake by the plant can be explained by the fact that the solubility of Fe³⁺ ions (138 g 100 g⁻¹) is higher than the Pb²⁺ (54.3 g 100 g⁻¹) at same temperature. A result similar to the change in Fe concentration of switchgrass was obtained in another study that was conducted on the content of Fe in leaves of *Vallisneria natans* (Lour.) Hara treated with the different concentrations of Pb (Wang et al., 2011). Zn and Cu concentrations of switchgrass were significantly decreased with increasing Pb concentrations. The effect of Pb application on Zn and Cu uptake is due to the difference between the hydrate radiuses of Pb and these elements. The Pb²⁺ has a lower hydrated radius (401 pm) than Zn²⁺ (430 pm) and Cu²⁺ (419 pm) (Nightingale, 1959), which increases Pb retention in the plant. In a study carried out in *Arachis hypogaea* L. cultivars, changes in Zn and Cu contents showed similar results (Nareshkumar et al., 2014). No significant difference in Mn content of switchgrass was observed in varying Pb doses. Similar results in different plants have been obtained with regard to the change in Mn content (Wang et al., 2011; Wojcik & Tukiendorf, 2014; Kisa et al., 2017). The variation in micro-nutrient contents in different Pb doses suggests that there are different mechanisms for the micro-element uptake of plants under the Pb stress.

Also Fig. 2 showed that Cd toxicity significantly affected Mn, Cu, Fe and Zn concentrations in aboveground of switchgrass. When compared to the Cd control dose, all of the micro-nutrient concentrations were decreased by the application of different Cd doses in the growth medium.

Excessive Cd application to plant nutrition medium causes imbalance and nutrient deficiency in plants (Rizwan et al., 2016). Due to the small hydrated radius of Cd²⁺ (Cd²⁺: 426 pm, Fe³⁺: 457 pm, Mn²⁺: 438 pm, Zn²⁺: 430 pm) (Nightingale, 1959), the retention of Cd by the plant is more preferred than Fe³⁺, Zn²⁺ and Mn²⁺ and therefore the adsorption of these elements is reduced. It can be considered that the effect reducing the uptake of Cu by the plant is the difference in solubility between Cd and Cu. Cd (136 g 100 g⁻¹), which has a higher solubility than Cu (125 g 100 g⁻¹), is more adsorbed by the plant and preferred instead of Cu. In the study conducted seven maize genotypes, the concentration of Zn, Cu, and Mn in roots and shoots significantly decreased by the Cd toxicity (Akhtar et al., 2017). The authors stated that Cd reduces the uptake of these micro-nutrients by changing the permeability of plasma membranes and by competing for the same membrane carriers.

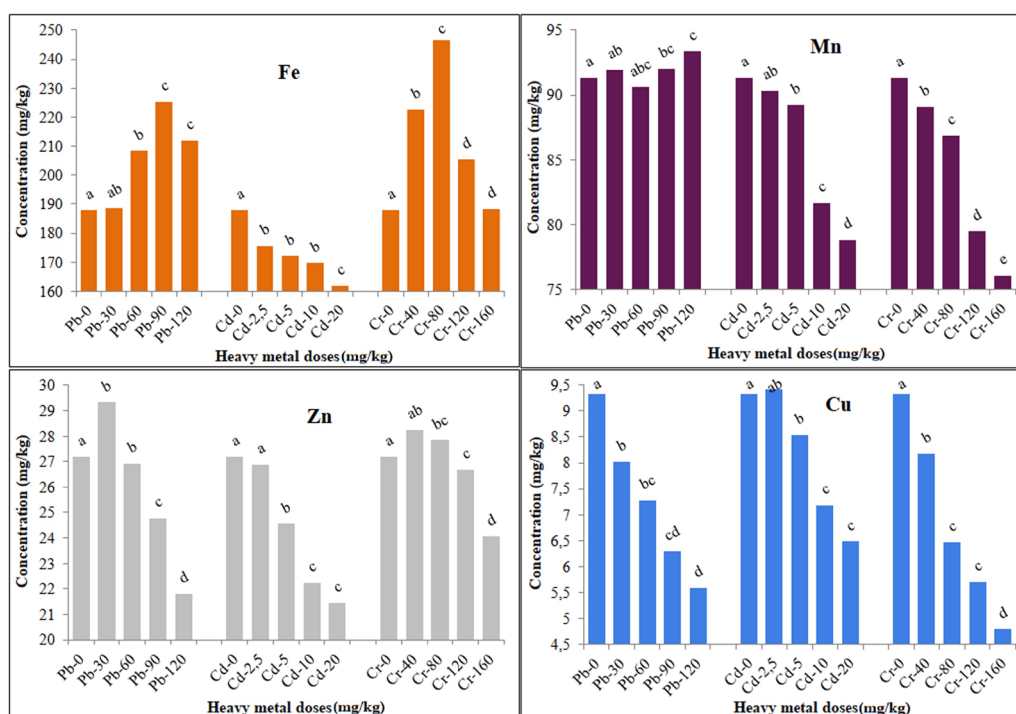


Figure 2. The content of micro-nutrient in switchgrass treated with Pb, Cd and Cr doses.

Mn and Cu concentrations were markedly decreased with increasing Cr concentration compared to control, while changes in Fe and Zn concentrations were considered insignificant (Fig. 2). Cr can reduce the absorption and deposition of important elements such as K, N, Mg, P, Ca, Zn, Fe, Cu, Mn, B and Mo by altering the uptake activity of the plasma membrane due to the competitive binding between common carriers and Cr (Shanker et al., 2005). This reduction in the intake of nutrients in Cr-stressed plants may be due to inhibition of plasma membrane H^+ ATPase activity. Because inhibition of plasma membrane H^+ ATPase activity may cause a reduction in transport activity of the root plasma membrane and thus reduce the intake of most nutrients (Shanker, 2003).

The Cu concentration in the highest Cr dose was found to be approximately 2 times smaller than the control treatment. Zn concentration increases in the dose of 40 mg kg^{-1} Cr according to the control dose, while the Zn content slightly decreases as the Cr dose increases. It was found that increased Cr dose up to 80 mg kg^{-1} increased Fe concentration compared to the control dose, but when the Cr dose increased from 80 mg kg^{-1} to 120 mg kg^{-1} , Fe concentration was found to decrease to the value of the control dose again. This change in the Fe concentrations with the addition of Cr can be explained by the possible competition in the adsorption regions of the plants, especially the ions having the same charge. At the same time, the fact that the ion radii of Cr^{3+} (64 pm) and Fe^{3+} (60 pm) are close to each other, reinforces this competition effect.

3.3. Linear regression and correlation analyses between heavy metals and mineral nutrients

Simple correlation and linear regression analysis were performed to identify the influence of different heavy metals and their different concentrations in soils on nutrient uptake in switchgrass.

Linear regression analysis was applied to compare the relationships between mineral nutrients and different heavy metal concentrations in switchgrass. The comparison of mineral nutrients and Pb, Cd and Cr are demonstrated in Figs. 3, 4 and 5, respectively. As seen from Fig. 3, there is a significant and negative relationship between Pb and K ($r = -0.995, p < 0.01$), Zn ($r = -0.833, p < 0.05$), Cu ($r = -0.994, p < 0.01$) and P ($r = -0.971, p < 0.01$) nutrients. There are similar studies in the literature showing a negative correlation between Pb pollution in the soil and K, P, Zn, Cu (Walker et al., 1997; Päivöke, 2002; Akinçi et al., 2010; Wang et al., 2011; Patel et al., 2017). While the relationship between Pb and Mg, Mn is found to be non-significant, the relationship between Pb and Fe, Ca is a significant and positive ($r = 0.835, p < 0.05$ for Fe and $r = 0.966, p < 0.01$ for Ca). Similarly, some studies in the literature

showed a positive correlation between Pb concentration and Ca, Mn content (Cseh et al., 2000; Malkowski et al., 2002; Wang et al., 2011).

It is determined that the relation between Cd and investigated all mineral nutrients is negative (Figure 4.). While the relation between Cd and Ca, Mn, Cu is significant, according to $p < 0.01$, the relation between Cd and P, K, Mg, Fe, Zn is significant at $p < 0.05$. Similarly, Sikka & Nayyar (2012) found a negative correlation in the content of micronutrients (Mn, Fe, Cu, Zn) in Indian mustard with the application of Cd. and Liu et al. (2011) found a significant negative correlation between Cd and Cu or Zn concentrations in *Lonicera japonica* Thunb.

When investigated Figure 5, it is found that there is a significant and positive relationship between Cr and P ($r = 0.980, p < 0.01$), while non-significant relation between Cr and Mg, Fe, Zn, K. The relationship between Cr and Ca, Mn, Cu is found to be significant and negative ($r = -0.969, p < 0.01$; $r = -0.974, p < 0.01$; $r = 0.990, p < 0.01$, respectively).

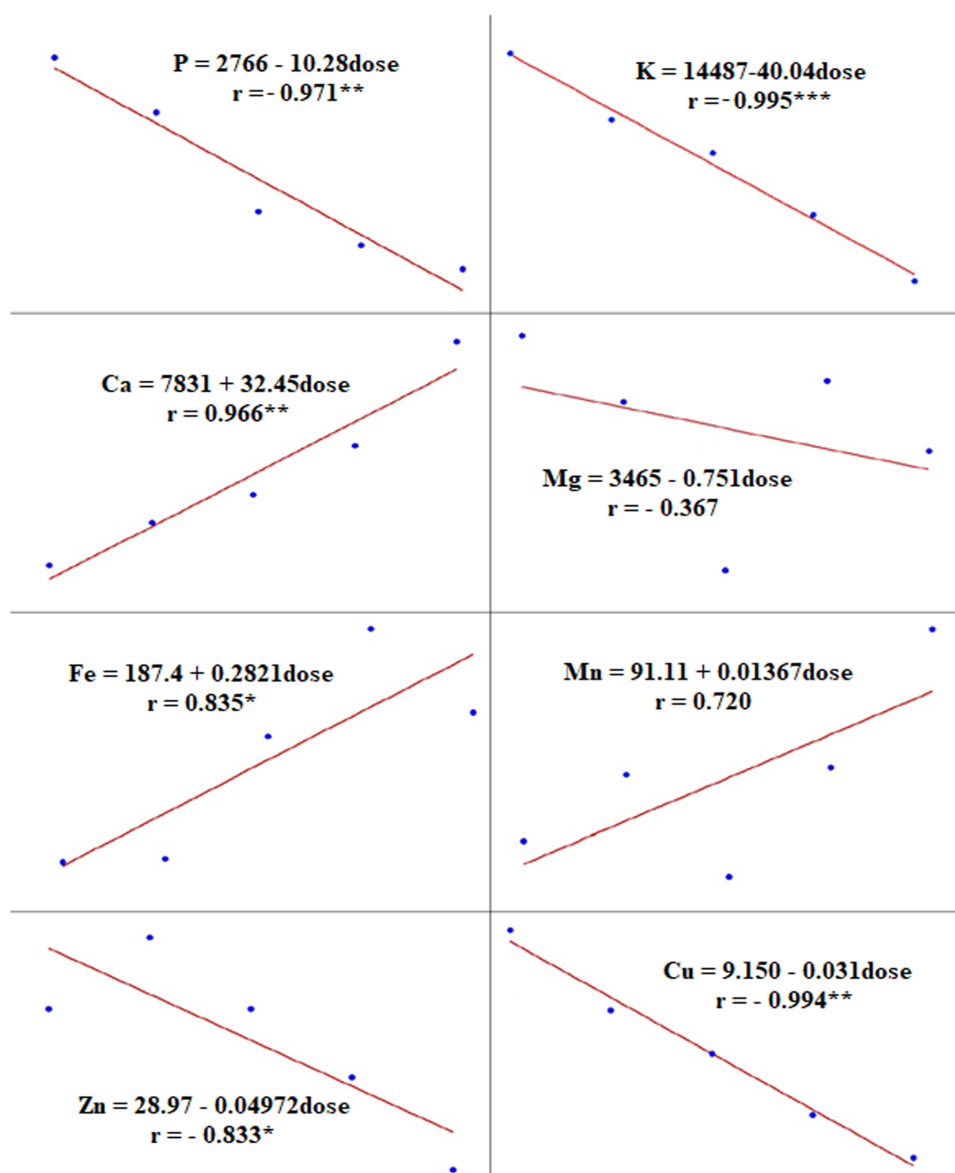


Figure 3. The linear regressions between Pb and macro- and micro-nutrients (x-axis: Pb doses (0, 30, 60, 90, 120 mg kg⁻¹), y-axis: the concentration of each element).

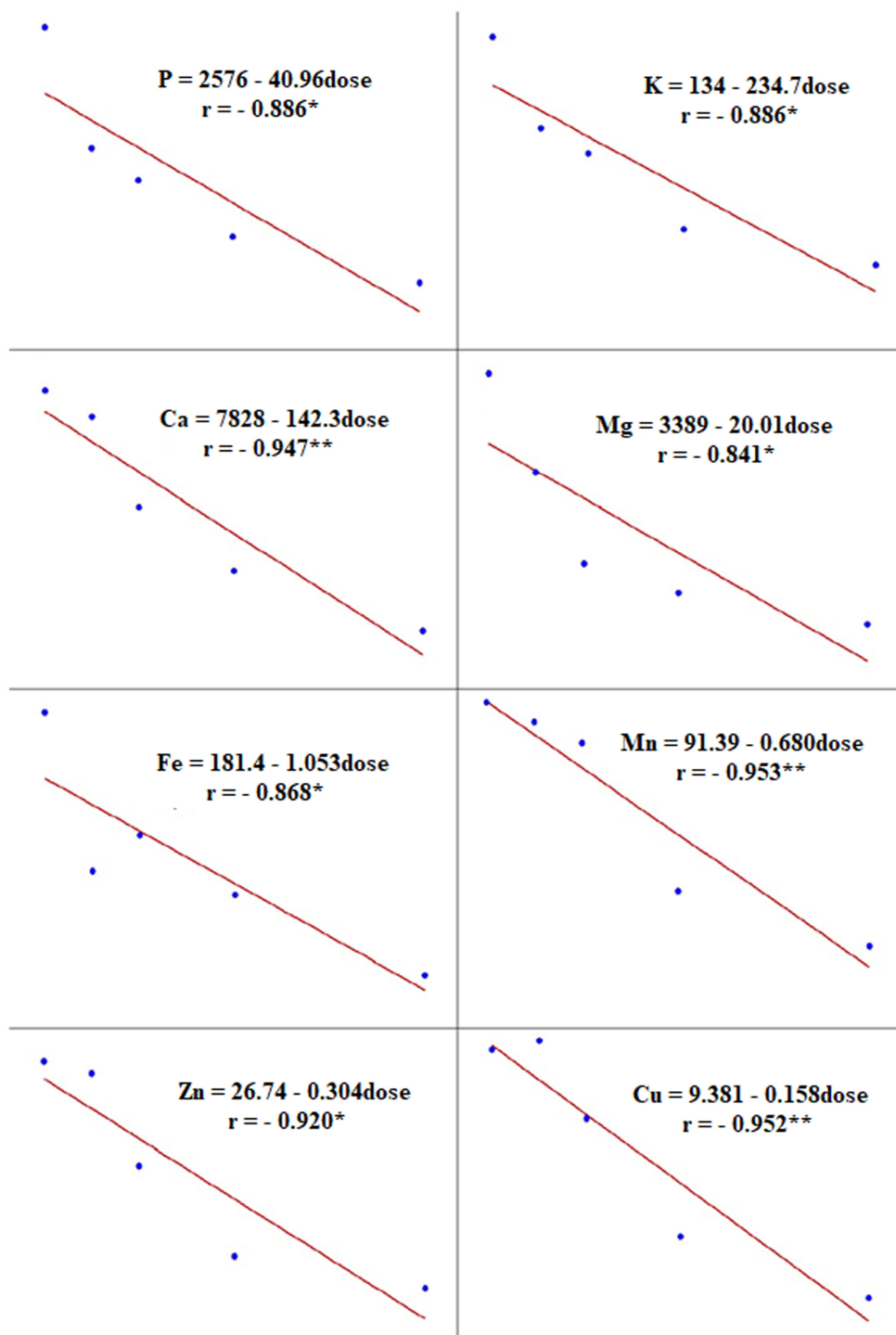


Figure 4. The linear regressions between Cd and macro- and micro-nutrients (x-axis: Cd doses (0, 2.5, 5, 10, 20 mg kg⁻¹), y-axis: the concentration of each element).

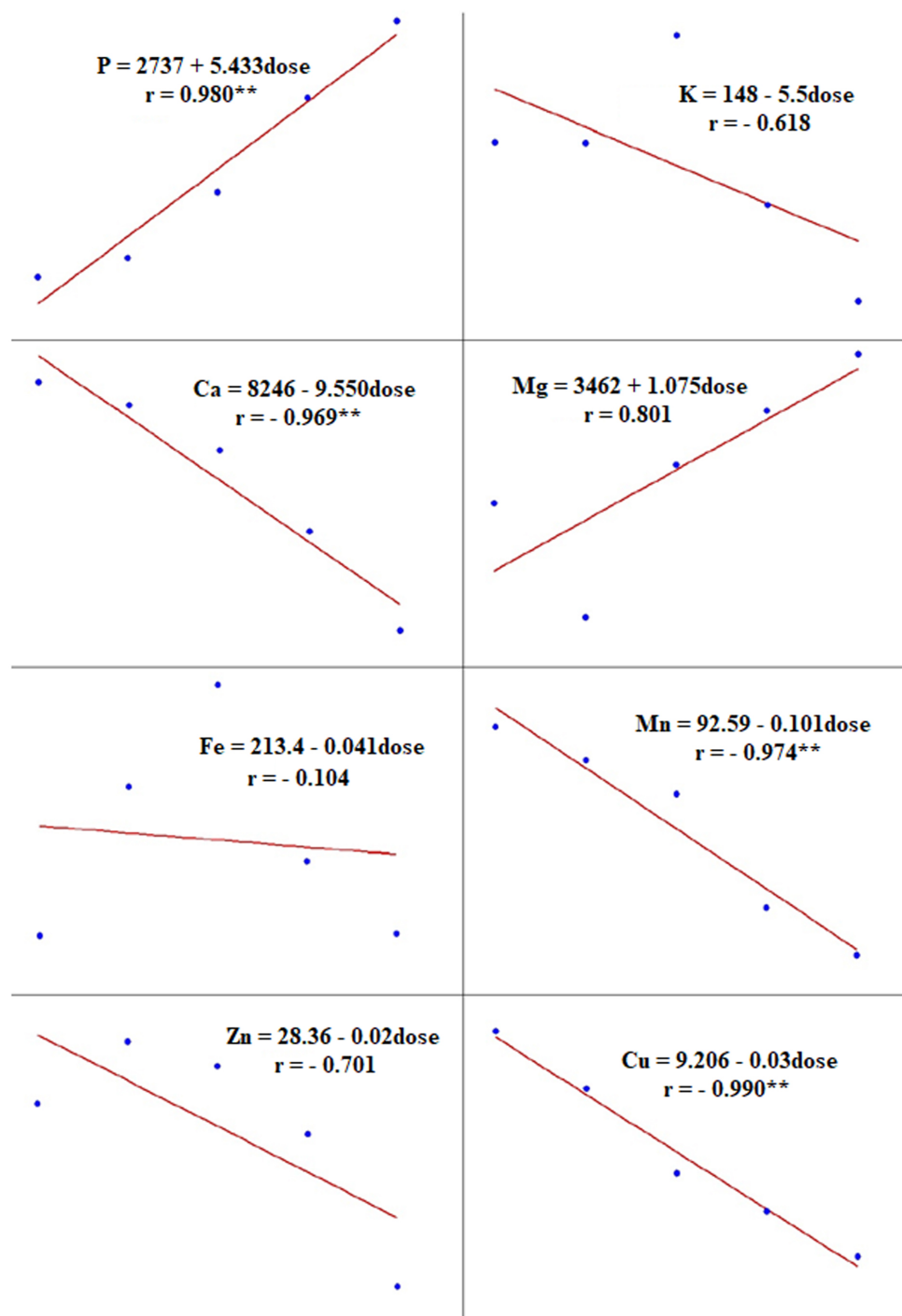


Figure 5. The linear regressions between Cr and macro- and micro-nutrients (x-axis: Cr doses (0, 40, 80, 120, 160 mg kg⁻¹), y-axis: the concentration of each element).

The relationships among plant nutrients in the presence of Pb, Cd, Cr were given as Pearson correlations in Table 1. When used the Pb as a pollutant, it is found in significant relations that the correlation between P and K, Zn, Cu is positive and between P and Fe, Ca is negative. There is a negative correlation between K and Ca, Mn, Fe, while there is a positive correlation between K and Zn, Cu, which both of two correlations K and the other nutrients are significant. The significant correlations between Ca and Fe, Mn and between Ca and Zn, Cu are positive and negative, respectively. Fe and Mn have significant and negative correlation with Zn and Cu. The significant and positive correlation is present between Zn and Cu. However, the correlation between Mg and all nutrients is non-significant.

As seen in correlation analyses, in contaminated soils with Cd, the correlations between all nutrients are found to be significant and positive (Table 1).

In the Cr-media, the correlation between Fe and all elements, except for K and Zn (significant and positive correlation), is non-significant. P has significant and negative correlation with all nutrients with Mg expectation. This correlation is significant and positive. The correlations between K-Mg, Mg-Mn, Mg-Zn, and Mg-Cu are significant and negative, while correlations between K-Zn, K-Mn, Ca-Zn, Ca-Mn, Ca-Cu, Mn-Cu, Mn-Zn and Zn-Cu are significant and positive (Table 1).

Table 1. Pearson correlation coefficients between all nutrients in the presence of Pb, Cd, Cr

Metal	Variable	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn	Zn	Cu
Pb	P	1							
	K	0.933**	1						
	Ca	-0.850**	-0.916**	1					
	Mg	0.350	0.220	-0.146	1				
	Fe	-0.766**	-0.666**	0.579*	-0.159	1			
	Mn	-0.358	-0.587*	0.701**	0.266	0.258	1		
	Zn	0.742**	0.818**	-0.818**	0.137	-0.616*	-0.563*	1	
	Cu	0.893**	0.927**	-0.782**	0.313	-0.738**	-0.529*	0.771**	1
Cd	P	1							
	K	0.961**	1						
	Ca	0.811**	0.862**	1					
	Mg	0.872**	0.857**	0.847**	1				
	Fe	0.894**	0.913**	0.708**	0.728**	1			
	Mn	0.847**	0.902**	0.869**	0.770**	0.775**	1		
	Zn	0.885**	0.911**	0.926**	0.854**	0.757**	0.943**	1	
	Cu	0.844**	0.871**	0.863**	0.820**	0.676**	0.941**	0.948**	1
Cr	P	1							
	K	-0.588*	1						
	Ca	-0.781**	0.453	1					
	Mg	0.694**	-0.532*	-0.299	1				
	Fe	-0.266	0.658**	0.123	-0.356	1			
	Mn	-0.960**	0.630*	0.762**	-0.666**	0.298	1		
	Zn	-0.768**	0.702**	0.720**	-0.558*	0.611*	0.797**	1	
	Cu	-0.896**	0.445	0.811**	-0.569*	-0.042	0.913**	0.673**	1

** $p < 0.01$

* $p < 0.05$

4. Conclusion

Pb, Cd and Cr are important heavy metals in terms of toxicity and tolerance evaluation in plants due to the adverse effects on the photosynthetic and enzymatic activities of plants. Pb accumulation in aboveground of switchgrass changed the balance of nutrients by hindering the uptake of P, K, Mg, Zn and Cu and by increasing Ca, Mn and Fe accumulation relatively. The increased concentration of Cd removed the nutrients from the physiologically important binding sites and thus reduced the uptake and transport of the essential nutrients, in other words, Cd replaced all of the nutrients in the plant. With the application of Cr, the intake of nutrients other than P and Mg was prevented by the plant.

References

- Adhikari, T., Tel-Or, E., Libal, Y., & Shenker, M. (2006). Effect of cadmium and iron on rice (*Oryza sativa* L.) plant in chelator-buffered nutrient solution. *Journal of Plant Nutrition*, 29, 1919-1940. doi:10.1080/01904160600927435
- Akhtar, T., Zia-ur-Rehman, M., Naeem, A., Nawaz, R., Ali, S., Murtaza, G., Maqsood, M. A., Azhar, M., Khalid, H., & Rizwan, M. (2017). Photosynthesis and growth response of maize (*Zea mays*

- L.) hybrids exposed to cadmium stress. *Environmental Science and Pollution Research*, 24(6), 5521-5529. doi:10.1007/s11356-016-8246-0
- Akinci, I. E., Akinci, S., & Yilmaz, K. (2010). Response of tomato (*Solanum lycopersicum* L.) to lead, toxicity: Growth, element uptake, chlorophyll and water content. *African Journal of Agricultural Research*, 5(6), 416-423.
- Alacabey, İ., & Zorer Çelebi, Ş. (2020). Determination of Switchgrass (*Panicum Virgatum*)'s lead, cadmium, crom tolerance and accumulation potential. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 10(3), 2199-2206. doi:10.21597/jist.731527
- Ali, S., Chaudhary, A., Rizwan, M., Anwar, H. T., Adrees, M., Farid, M., Irshad, M. K., Hayat, T., & Anjum, S. A. (2015). Alleviation of chromium toxicity by glycinebetaine is related to elevated antioxidant enzymes and suppressed chromium uptake and oxidative stress in wheat (*Triticum aestivum* L.). *Environmental Science and Pollution Research*, 22, 10669-10678. doi:10.1007/s11356-015-4193-4
- Arshad, M., Ali, S., Nomana, A., Rizwan, M., Farid, M., & Irshad, M. K. (2016). Phosphorus amendment decreased cadmium (Cd) uptake and ameliorates chlorophyll contents, gas exchange attributes, antioxidants, and mineral nutrients in wheat (*Triticum aestivum* L.) under Cd stress. *Archives of Agronomy and Soil Science*, 62(4), 533-546. doi:10.1080/03650340.2015.1064903
- Boussama, N., Ouariti, O., & Ghorbal, M. H. (1999). Changes in growth and nitrogen assimilation in barley seedlings under cadmium stress. *Journal of Plant Nutrition*, 22(4-5), 731-752. doi:10.1080/01904169909365668
- Calles Torrez, V., Johnson, P. J., & Boe, A. (2013). Infestation rates and tiller morphology effects by the switchgrass moth on six cultivars of switchgrass. *Bioenergy Research*, 6, 808-812. doi:10.1007/s12155-013-9306-7
- Campbell, P. G. C. (2006). Cadmium: A priority pollutant. *Environmental Chemistry*, 3(6), 387-388. doi:10.1071/EN06075
- Chien, H. F., & Kao, C. H. (2000). Accumulation of ammonium in rice leaves in response to excess cadmium. *Plant Science*, 156(1), 111-115. doi:10.1016/S0168-9452(00)00234-X
- Clysters, H., & Van Assche, F. (1985). Inhibition of photosynthesis by metal. *Photosynthesis Research*, 7(1), 31-40. doi:10.1007/BF00032920
- Cseh, E., Fodor, F., Varga, A., & Zaray, G. (2000). Effect of lead treatment on the distribution of essential elements in cucumber. *Journal of Plant Nutrition*, 23(8), 1095-1105. doi:10.1080/01904160009382084
- Daud, M. K., Ali, S., Variath, M. T., & Zhu, S. J. (2013). Differential physiological, ultra morphological and metabolic responses of cotton cultivars under cadmium stress. *Chemosphere*. 93(10), 2593-2602. doi:10.1016/j.chemosphere.2013.09.082
- Eren, A. (2018). The effects of cadmium applications on grown rough cocklebur (*Xanthium strumarium* L.). *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 55(3), 265-270. doi:10.20289/zfdergi.358586
- Farooq, M., Ali, S., Hameed, A., Bharwana, S., Rizwan, M., Ishaque, W., Farid, M., Mahmood, K., & Iqbal, Z. (2016). Cadmium stress in cotton seedlings: physiological, photosynthesis and oxidative damages alleviated by glycinebetaine. *South African Journal of Botany*, 104, 61-68. doi:10.1016/j.sajb.2015.11.006
- Godbold, D. L., & Kettner, C. (1991). Lead influences root growth and mineral nutrition of *Picea abies* seedlings. *Journal of Plant Physiology*, 139(1), 95-99. doi:10.1016/S0176-1617(11)80172-0
- Kabata-Pendias, A., & Pendias, H. (1992). *Trace elements in soils and plants*. 2nd ed. CRC Press, Boca Raton, London.
- Kısa, D., Ozturk, L., Doker, S., & Gokce, I. (2017). Expression analysis of metallothioneins and mineral contents in tomato (*Lycopersicon esculentum*) under heavy metal stress. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 97(6), 1916-1923. doi:10.1002/jsfa.7995
- Kim, Y. Y., Yang, Y. Y., & Lee, Y. (2002). Pb and Cd uptake in rice roots. *Physiologia Plantarum*, 116, 368-372. doi:10.1034/j.1399-3054.2002.1160312.x
- Kim, C. G., Bell, J. N. B., & Power, S. A. (2003). Effects of soil cadmium on *Pinus sylvestris* L. seedlings. *Plant and Soil*, 257, 443-449.
- Liu, Z. L., He, X. Y., & Chen, W. (2011). Effects of cadmium hyperaccumulation on the concentrations of four trace elements in *Lonicera japonica* Thunb. *Ecotoxicology*, 20(4), 698-705.

doi:10.1007/s10646-011-0609-1

- Malkowski, E., Kita, A., Galas, W., Karcz, W., & Kuperberg, J. M. (2002). Lead distribution in corn seedlings (*Zea mays* L.) and its effect on growth and the concentrations of potassium and calcium. *Plant Growth Regulation*, 37, 69-76. doi:10.1023/A:1020305400324
- Mann, D. G. J., Lafayette, P. R., Abercrombie, L. L., King, Z. R., Mazarei, M., Halter, M. C., Poovaiah, C. R., Baxter, H., Shen, H., Dixon, R. A., Parrott, W. A., & Stewart Jr, C.N. (2012). Gateway-compatible vectors for high-throughput gene functional analysis in switchgrass (*Panicum virgatum* L.) and other monocot species. *Plant Biotechnology Journal*, 10(2), 226-236. doi:10.1111/j.1467-7652.2011.00658.x
- Mengel, K., & Kirkby, E. A. (1987). *Copper, further elements of importance, Principles of plant nutrition*. 4th ed. International Potash Institute, Berne, Switzerland.
- Nagajyoti, P. C., Lee, K. D., & Srekanth, T. V. M. (2010). Heavy metals, occurrence and toxicity for plants: a review. *Environmental Chemistry Letter*, 8, 199-216. doi:10.1007/s10311-010-0297-8
- Nareshkumar, A., Krishnappa, B. V., Kirankumar, T. V., Kiranmai, K., Lokesh, U., Sudhakarbabu, O., & Sudhakar, C. (2014). Effect of Pb-stress on growth and mineral status of two groundnut (*Arachis hypogaea* L.) cultivars. *Journal of Plant Science*, 2(6), 304-310. doi:10.11648/j.jps.20140206.17
- Nightingale, E. R. (1959). Phenomenological theory of ion solvation. Effective radii of hydrated ions. *The Journal of Physical Chemistry*, 63(9), 1381-1387. doi:10.1021/j150579a011
- Päivöke, A. E. A. (2002). Soil lead alters phytase activity and mineral nutrient balance of *Pisum sativum*. *Environmental and Experimental Botany*, 48(1), 61-73. doi:10.1016/S0098-8472(02)00011-4
- Patel, V. J., Patel, J. C., Rathod, S. V., & Mori, B. J. (2017). Phosphorus uptake by fodder maize (*zea mays* l.) influenced by different levels of lead and farm yard manure grown in texturally different soils. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences (IJCMAS)*, 6(8), 697-701. doi:10.20546/ijcmas.2017.608.088
- Reale, L., Ferranti, F., Mantilacci, S., Corboli, M., Aversa, S., Landucci, F., Baldisserotto, C., Ferroni, L., Pancaldi, S., & Venanzoni, R. (2016). Cyto-histological and morpho-physiological responses of common duckweed (*Lemna minor* L.) to chromium. *Chemosphere*, 145, 98-105. doi:10.1016/j.chemosphere.2015.11.047
- Reeves, R. D., & Baker, A. J. M. (2000). Metal-accumulating plants. In I. Raskin, & B. D. Ensley (Eds.), *Phytoremediation of toxic metals: using plants to clean up the environment* (pp. 193-229). New York: Wiley
- Rivelli, A. R., Puschenreiter, M., & De Maria, S. (2014). Assessment of cadmium uptake and nutrient content in sunflower plants grown under Cd stress. *Plant, Soil and Environment*, 60(2), 80-86. doi:10.17221/520/2013-PSE
- Rizwan, M., Meunier, J. D., Davidian, J. C., Pokrovsky, O. S., Bovet, N., & Keller, C. (2016). Silicon alleviates Cd stress of wheat seedlings (*Triticum turgidum* L. cv. Claudio) grown in hydroponics. *Environmental Science and Pollution Research*, 23, 1414-1427. doi:10.1007/s11356-015-5351-4
- Samantaray, S., Rout, G. R., & Das, P. (1998). Role of chromium on plant growth and metabolism. *Acta Physiologiae Plantarum*, 20, 201-212. doi:10.1007/s11738-998-0015-3
- Shanker, A. K. (2003). *Physiological, biochemical and molecular aspects of chromium toxicity and tolerance in selected crops and tree species*. Dissertation. Tamil Nadu Agricultural University, Coimbatore, India.
- Shanker, A. K., Cervantes, C., Loza-Tavera, H., & Avudainayagam, S. (2005). Chromium toxicity in plants. *Environmental International*, 31(5), 739-753. doi:10.1016/j.envint.2005.02.003
- Sharma, P., & Dubey, R. S. (2005). Lead toxicity in plants. *Brazilian Journal of Plant Physiology*, 17(1), 35-52. doi:10.1590/S1677-04202005000100004
- Shukla, U. C., Singh, J., Joshi, P. C., & Kakkar, P. (2003). Effect of bioaccumulation of cadmium on biomass productivity, essential trace elements, chlorophyll biosynthesis and macromolecules of wheat seedlings. *Biological Trace Element Research*, 92(3), 257-274. doi:10.1385/BTER:92:3:257
- Sikka, R., & Nayyar, V. (2012). Cadmium accumulation and its effects on uptake of micronutrients in Indian mustard *Brassica juncea* (L.) Czern. grown in a loamy sand soil artificially contaminated with cadmium. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 43(4), 672-688.

[doi:10.1080/00103624.2012.644007](https://doi.org/10.1080/00103624.2012.644007)

- Sinha, P., Dube, B. K., Srivastava, P., & Chatterjee, C. (2006). Alteration in uptake and translocation of essential nutrients in cabbage by excess lead. *Chemosphere*, 65(4), 651-656. [doi:10.1016/j.chemosphere.2006.01.068](https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2006.01.068)
- Sokhansanj, S., Mani, S., Turhollow, A., Kumar, A., Bransby, D., Lynd, L., & Laser, M. (2009). Large-scale production, harvest and logistics of switchgrass (*Panicum virgatum* L.)—current technology and envisioning a mature technology. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining (Biofpr)*, 3(2), 124-141. [doi:10.1002/bbb.129](https://doi.org/10.1002/bbb.129)
- Tchounwou, P. B., Yedjou, C. G., Patlolla, A. K., & Sutton, D. J. (2012). *Heavy Metals Toxicity and the Environment*. In A. Luch (Ed.) *Molecular, Clinical and Environmental Toxicology Experientia Supplementum* (vol 101. pp.133-164). Basel: Springer.
- Wahid, A., Ghani, A., & Javed, F. (2008). Effect of cadmium on photosynthesis, nutrition, and growth of mungbean. *Agronomy for Sustainable Development*, 28, 273-280. [doi:10.1051/agro:2008010](https://doi.org/10.1051/agro:2008010)
- Walker, W. M., Miller, J. E., & Hassett, J. J. (1997). Effect of lead and cadmium upon the calcium, magnesium, potassium, and phosphorus concentration in young corn plants. *Soil Science*, 124(3), 145-151. [doi:10.1097/00010694-197709000-00004](https://doi.org/10.1097/00010694-197709000-00004)
- Wang, C., Lu, J., Zhang, S., Wang, P. F., Hou, J., & Qian, J. (2011). Effects of Pb stress on nutrient uptake and secondary metabolism in submerged macrophyte *Vallisneria spiralis*. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 74(5), 1297-1303. [doi:10.1016/j.ecoenv.2011.03.005](https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2011.03.005)
- Wintz, H., Fox, T., & Vulpe, C. (2002). Responses of plants to iron, zinc and copper deficiencies. *Biochemical Society Transactions*, 30(4), 766-768. [doi:10.1042/bst0300766](https://doi.org/10.1042/bst0300766)
- Wojcik, M., & Tukiendorf, A. (2014). Accumulation and tolerance of lead in two contrasting ecotypes of *Dianthus carthusianorum*. *Phytochemistry*, 100, 60-65. doi.org/10.1016/j.phytochem.2014.01.008



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

Mardin İlinde Yaygın Olarak Yetiştirilen Ekmeklik Buğday Çeşitlerinin Kuru Şartlarda Mikro ve Makro Element İçeriklerinin Belirlenmesi

Serap DOĞAN, Yusuf DOĞAN*

Mardin Artuklu Üniversitesi, Kızıltepe Meslek Yüksek Okulu, 47000, Mardin, Türkiye
Serap DOĞAN, ORCID No: [0000-0002-1099-6919](https://orcid.org/0000-0002-1099-6919), Yusuf DOĞAN, ORCID No: [0000-0002-3557-3840](https://orcid.org/0000-0002-3557-3840)

*Sorumlu yazar e-posta: yusufdogan@artuklu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 06.04.2023
Kabul: 24.07.2023
Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1278148](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1278148)

Anahtar Kelimeler

Ekmeklik buğday,
Makro-mikro,
Mardin,
Verim

Öz: Bu araştırma, Mardin ili ve çevresinde yaygın olarak yetiştirilen 10 ekmeklik buğday çeşidinin tane verimi ve tanedeki mikro ve makro element içeriği bakımından mevcut durumunu belirlemek amacıyla yapılmıştır. Çalışma, Mardin-Kızıltepe koşullarında 2019-20 ve 2020-21 yetiştirme sezonlarında yağışa dayalı şartlarda Tesadüf Blokları Deneme Desenine göre 3 tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Varyans analiz sonuçlarına göre çeşitlerin tane verimi 186.4-247.7 kg/da, Zn içeriği 22.2-34.3 mg kg⁻¹; Fe içeriği 27.0-41.6 mg kg⁻¹; Mn içeriği 27.3-43.2 mg kg⁻¹; Ni içeriği 5.66-8.10 mg kg⁻¹; Cu içeriği 3.93-5.88 mg kg⁻¹; Ca içeriği 633.8-1048.8 mg kg⁻¹; Mg içeriği 846.9-1137.5 mg kg⁻¹; K içeriği 2406.3-3279.2 mg kg⁻¹; P içeriği 862.8-977.5 mg kg⁻¹ ve Na içeriği bakımında ise 742.1-876.8 mg kg⁻¹ arasında değiştiği tespit edilmiştir. Pehlivan çeşidi, Zn, Fe, Ni, Cu, Mg, K ve Na içeriği bakımından, Ceyhan-99 çeşidi, tane verimi, Mn ve P içeriği bakımından, Sagittario çeşidi ise özellikle Ca içeriği bakımından üstünlük göstermiştir. Araştırma sonuçlarına göre Ceyhan-99 ve Pehlivan çeşitleri mikro ve makro element içerikleri ve özellikle tane verimi ve P içeriği bakımından yüksek değerlere sahip oldukları belirlenmiştir. Tane verimi yüksek çeşitler yetiştirildiği ve tanedeki mikro ve makro besin element içeriği zengin olan çeşitlerin zengin içeriğe sahip ürünleri tüketildiği takdirde bireyler ve toplum daha sağlıklı olacaktır. Bu çalışmada Ceyhan 99, Pehlivan ve Sgittario çeşitleri tane verimi için Mardin ili ve çevresine önerilebileceği, mikro ve makro besin içeriğinin zengin olduğu sonucuna varılmıştır.

Determination of Micro and Macro Element Contents of Bread Wheat Varieties Widely Grown in Mardin Province under Dry Conditions

Article Info

Received: 06.04.2023
Accepted: 24.07.2023
Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1278148](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1278148)

Keywords

Bread wheat,
Macro-micro,
Mardin,
Yield

Abstract: This research was carried out to determine the current status of 10 bread wheat varieties widely grown in and around Mardin province in terms of grain yield and micro and macro element content in the grain. The study was carried out in Mardin-Kızıltepe conditions in the 2019-20 and 2020-21 growing seasons in rain-based conditions according to the Random Blocks Trial Design with 3 replications. According to the variance analysis results, the grain yield of the cultivars was 186.4-247.7 kg/ha, the Zn content was 22.2-34.3 mg kg⁻¹; Fe content 27.0-41.6 mg kg⁻¹; Mn content 27.3-43.2 mg kg⁻¹; Ni content 5.66-8.10 mg kg⁻¹; Cu content 3.93-5.88 mg kg⁻¹; Ca content 633.8-1048.8 mg kg⁻¹; Mg content 846.9-1137.5 mg kg⁻¹; K content 2406.3-3279.2 mg kg⁻¹; It has been determined that the P content varies between 862.8-977.5 mg kg⁻¹ and the Na content varies between 742.1-876.8 mg kg⁻¹. Pehlivan cultivar showed superiority in terms of Zn, Fe, Ni, Cu, Mg, K, and Na contents, Ceyhan-99 variety in terms of grain yield, Mn and P content, and Sagittario variety especially in terms of Ca content. According to the results of the research, it was

determined that Ceyhan-99 and Pehlivan cultivars had high values in terms of micro and macro element contents and especially grain yield and P content. Individuals and society will be healthier if varieties with high grain yield are grown and products with rich content of micro and macro nutrients in the grain are consumed. In this study, it was concluded that Ceyhan 99, Pehlivan and Sgittario varieties can be recommended to Mardin province and its surroundings for grain yield, and their micro and macro nutrient content is rich.

1. Giriş

Buğday tek yıllık bir bitki olup, geniş adaptasyon yeteneğine sahip olduğu için oldukça geniş bir alanda yetiştiriciliği yapılmaktadır. Dünya’da ve ülkemizde üretimi yapılan tarım ürünlerinden birisi olan buğday, aynı zamanda dünyanın birçok ülkesinde temel gıda maddesi ve insan beslenmesindeki karbonhidrat, protein ve minerallerin ana kaynağıdır. Yetiştiriciliği yapılan birçok buğday çeşidi sert buğday (*Triticum durum* L.) ve yumuşak buğday (*Triticum aestivum* L.) olarak sınıflandırılmaktadır. Sert buğdaylar genel olarak makarna, yumuşak buğdaylar ise çoğunlukla ekmek yapımında kullanılmaktadır. Yapılan birçok araştırmada yumuşak buğdayların, sert buğdaylara göre daha yüksek yağ, nişasta, demir, fosfor ve B vitamini içeriğine sahip olduğu bildirilmektedir (Hegedüs ve ark., 1985).

Ekmeklik buğday üretimi Ülkemizde ve Güneydoğu Anadolu Bölgesi’nde önemli bir bitkisel tahıl ürünüdür. Türkiye’de ekmeklik buğday ekim alanı 54.297.790 da, üretimi 16 milyon ton ve ortalama verim 296 kg/da’dır. Mardin ilinde ekmeklik buğday ekim alanı 857.785 dekar, üretim 315.842 ton elde edilen ortalama verim ise 368 kg/da’dır (Anonim, 2022). Mardin ilinin 2022 yılı verileri Türkiye ortalama verimin üzerinde olmuştur. Türkiye Dünyada en fazla un ihraç eden ülkedir. Mardin’de 42 adet un fabrikası bulunmakta olup Türkiye’nin en fazla un ihracatı yapan ilidir. Un ihracatının %30’dan fazlası Mardin ilinden yapılmaktadır. Mardin’de üretilen ekmeklik buğday büyük oranda söz konusu un fabrikalarında kullanılmaktadır.

Tam tahıl içerikli gıdalar protein, karbonhidrat, E vitamini, B grubu vitaminler, E vitamini, lif, Fe, Zn, Cu, Mg ve çeşitli antioksidanlar içermektedir (Kaur ve ark., 2014). Buğday çeşitleri arasında özellikle Zn, Fe, Mn, Cu ve P gibi mineral içerikleri bakımından büyük farklılıkların olduğu bilinmektedir (Monasterio & Graham, 2000; Akçura ve ark., 2013; Doğan, 2015). Buğdayda kalite faktörleri olarak; protein oranı, un rengi, kepek içeriği ve gluten kalitesi gibi özellikler değerlendirirken, dünyada son zamanlarda buğday tanesindeki makro ve mikro besin elementleri göz önüne alarak değerlendirilmeye başlanmıştır. Çünkü bazı makro ve mikro element eksikliğinde insan sağlığını tehdit eden hastalıklar meydana gelebilmektedir (Tejera ve ark., 2013). Buğday ve ürünlerinde insan ve hayvan beslenmesindeki yeri ve öneminin yanında, tanesindeki besin element içerikleri bakımında insan sağlığına katkıda bulunan ve korunmasına yardımcı olan yararlı maddeler nedeniyle de birçok ölümcül hastalık riskini azaltıcı ve önleyici etkilerinin bulunduğu bilinmektedir (Ryan ve ark., 2011). 2010’lu yıllarda bazı ülkelerde Zn, Fe ve Se gibi mineral eksikliğinden kaynaklanan hastalıkların artmasından dolayı özellikle çocuk mamaları ile gıdalara söz konusu mineralleri ilave edilmeye başlanmış ve seleksiyon çalışmalarında makro ve mikro element içeriği zengin olan genotipler seçilmeye başlanmıştır (Kılıç ve ark., 2021).

Bu grupta yer alan elementlerden, demir, çinko, mangan, bakır gibi elementler organizmada bazı fizyolojik fonksiyonlara sahiptir ve günlük olarak farklı oranlarda alınması gerekmekte olduğu göz önüne alındığında en fazla tüketilen gıda maddesi ekmeğin hammaddesi buğdaydaki element içeriğinin önemi anlaşılabilmektedir. Buğday tanesindeki Fe ve Zn konsantrasyonu, dünyanın birçok yerinde bu elementlerin eksikliğinden dolayı insan sağlığında oluşan olumsuzluklardan dolayı spesifik olarak ilgi çeken bir konu haline gelmiştir (Welch & Graham, 2004). Amerika Tarımsal Gıda bölümü tarafından yapılan araştırmada, günlük Fe ihtiyacının %33’ünün buğday temelli ürünlerden karşılandığını bildirmiştir (Anonymous, 2006). Buğday ve buğday temelli ürünler aynı zamanda Mangan (Mn) elementinin de en önemli kaynağı, günlük Çinko (Zn) ihtiyacının bir kısmını karşılanmasına da katkıda bulunmaktadır (Morgounov ve ark., 2007). Dünya nüfusu hızla artarken, özellikle gelişmekte olan ülkelerdeki nüfusun büyük çoğunluğu mikro element eksikliğinden etkilenmektedir (Muller & Krawinkle, 2005). Yapılan son tahminlerde, 3 milyar insanın, demir eksikliğinden, gelişmekte olan ülkelerdeki nüfusun 1/3’ünün ise çinko eksikliğinden etkilendiği

bildirilmiştir (Ruel & Buis, 1998). Sonuç olarak, tahıllar mikro element eksikliğini tolere etmede değişik stratejilerin oluşturulmasında çok önemlidir (Hussain ve ark., 2010).

Ekmeklik buğday üretiminde son yıllarda verim özelliği yanında kaliteli tane üretilmesine yönelik talep ve bu konudaki bilinçlenme artmıştır. Tane verim artışına yönelik yapılan ıslah çalışmaları kalite konusunun arka planda bırakmış bu durum ise buğday üreticilerin ürünlerini pazarlamada ve işlemede kalite ile ilgili çok sayıda sıkıntılar yaşamasına neden olmuştur. Buğdayda kalite potansiyelinin ortaya çıkmasında genotip, agronomik ve kültürel işlemler ile çevrenin ve bunların karşılıklı etkileşimlerinin etkili olduğu bilinmektedir (Ereku ve ark., 2009). Günümüzde un ve unlu mamuller teknolojisinin ve endüstrisinin gelişmesi, belirli kalite ve nitelikte olan buğdaylara gereksinimi arttırmıştır. Kaliteli buğday açığı, üretim yapan firmaların ürünlerini işlemede, depolamada ve pazarlamada ciddi sıkıntılara yol açmaktadır. Bu nedenle buğday ıslahında sadece tane verimi ve verim öğelerine göre seçim yapılmamalı buğday üretimindeki kalite açığını kapatabilecek çeşitler geliştirilmeli ve bu çeşitlerin kalite potansiyellerini ortaya koyan araştırmalar yapılmalıdır. Bu çalışma, Mardin’de en fazla yetiştirilen ekmeklik buğday çeşitlerinin tane veriminin yanında bazı makro, mikro ve ağır metal tane içeriği bakımından karakterize edilmesi ve mikro-makro element içeriği bakımından mevcut potansiyelin ortaya konulması amacıyla yapılmıştır.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Tarla çalışması

Bu çalışma 2019-2020 ve 2020-2021 yetiştirme döneminde 2 yıl süreyle kuru koşullarda Kızıltepe Meslek Okulu Deneme Alanında yürütülmüştür. Denemede Mardin ve çevresinde en fazla yetiştiriciliği yapılan 10 ekmeklik buğday (Adana-99, Babil, Beyazhan, Ceyhan-99, Dinç, Nurkent, Pehlivan, Sagittario, Toros ve Wafia) çeşidi materyal olarak kullanılmıştır.

Çizelge 1. Deneme yerine ait toprak analiz sonuçları*

Derinlik (cm)	Kum (%)	Silt (%)	Kil (%)	Tekstür	pH	Kireç (%)	Fosfor (kg da ⁻¹)	Potasyum (kg da ⁻¹)	Organik Madde (%)	Toplam Tuz (%)
0-30	37.47	28.45	34.28	Killi-Tınlı	7.82	14.56	2.81	34.08	1.62	0.044

*Kaynak: Toprak- Bitki Analiz Laboratuvarı (MAU)

0-30 cm derinliklerinden alınan toprakların analiz sonuçlarına göre; toprak bünyesi kili-tınlı yapıda, toprak rengi kahverengi, pH değeri 7.82 alkali reaksiyon göstermektedir. Organik maddesi düşük, kireç oranı ise yüksek, hafif tuzlu yapıda, potasyum açısından yeterli ve fosfor bakımından biraz düşük olduğu saptanmıştır.

Çalışmanın yürütüldüğü sezonlara ait aylık ortalama yağış ve sıcaklık değerleri Çizelge 2’de verilmiştir (Anonim, 2023).

Çizelge 2. Mardin İli’ne ait bazı iklim verileri ve uzun yıllar ortalaması (1960-2021)*

Aylar	Sıcaklık (°C)			Yağış (mm)			Nisbi nem (%)		
	2019-20	2020-21	YO	2019-20	2020-21	UYO	2019-20	2020-21	UYO
Kasım	13.5	12.1	11.1	21.5	35.7	71.6	38.1	55.8	55.8
Aralık	7.2	7.5	5.3	148.6	40.8	110.2	74.1	59.2	65.9
Ocak	3.5	6.4	3.0	75.9	99.2	116.4	71.9	54.2	68.7
Şubat	3.8	7.8	4.1	102.8	25.5	104.0	71.3	54.6	65.6
Mart	10.7	8.8	7.9	157.3	62.6	97.0	65.1	58.0	60.3
Nisan	14.1	17.3	13.4	51.6	7.1	82.8	59.8	38.3	55.3
Mayıs	19.9	23.8	19.4	30.5	2.1	46.5	43.5	26.6	44.3
Haziran	26.3	26.9	25.5	31.5	0.0	6.5	26.0	22.6	31.9
Toplam				619.7	273.0	635.0			
Ortalama	12.4	13.8	11.2				56.2	46.2	56.0

*İklim verileri Mardin Meteoroloji Müdürlüğünden alınmıştır. UYO: Uzun Yıllar Ortalaması

Çalışmanın yapıldığı dönemlerde, 2019-20 ve 2020-21 yıllarında ortalama sıcaklık sırasıyla 12.4°C ve 13.8°C olarak gerçekleşirken, uzun yıllar ortalaması 11.2°C olmuştur. Yağış bakımından 2019-20 yılında toplam 619.7 mm olarak yağış düşerken, 2020-21 yılında ise düşük olduğu (273.0 mm) ve her iki yılda da uzun yıllar ortalamasının altında olduğu görülmektedir. Nispi nem 2019-20 yılında %56.2, 2020-21 yılında ise bu oran %46.2 olarak ölçülmüştür (Çizelge 2).

Çalışma tesadüf blokları deneme desenine göre üç tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Metrekareye 450 adet tohum ve parsel alanı 6 metrekare olacak şekilde el markörü ile açıldıktan sonra birinci yıl 28 Kasım 2019, ikinci yıl ise 2 Aralık 2020 tarihlerinde el ile yapılmıştır. Gübreleme için, toplamda saf madde üzerinden 12 kg da⁻¹ azot (N) ve 6 kg da⁻¹ P₂O₅ kullanılmıştır. Fosforun tamamı ile azotun yarısı ekimle birlikte, azotun diğer yarısı ise sapa kalkma döneminde sıra aralarına elle serpmeye şeklinde uygulanmıştır. Çalışmanın yürütüldüğü yıllarda ihtiyaç duyduğu dönemlerde yabancı ot mücadelesi elle yapılmıştır. Hasat işlemi parsel başı ve sonunda 50 cm ve parsel kenarlarında sağlı ve sollu olarak birer sıra atıldıktan sonra kalan kısımlarda yapılmıştır. Hasat birinci yıl 06.06.2020, ikinci yıl ise 11.06.2021 tarihlerinde elle yapılmıştır.

2.2. Laboratuvar analizleri

Makro ve mikro element analizleri MAÜ Merkezi Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır. Bitkiler hasat edildikten sonra tane örnekleri, yaklaşık 0.25 grama denk gelecek şekilde tartılan örnekler, mikrodalga cihazında (Mars Xpress) yaş yakma metoduna göre, örneklerin üzerine 8 ml %65'lik HNO₃ ve 2ml H₂O₂ eklenmiş ve yarım saat süreyle yakılıp saf su ile son hacmi 20 ml'ye tamamlanmış ve mavi bant filtre kağıdından süzümüştür (Hussain ve ark., 2008). Daha sonra bu örneklerde makro ve mikro element analizleri ICP-OES (ICP-20113107, England) cihazı kullanılarak yapılmıştır.

2.3. İstatistiksel analizler

Araştırmada elde edilen verilere tesadüf blokları deneme desenine göre "JMP 5.0" istatistik paket programını kullanarak varyans analiz uygulanmış, ortalamaların karşılaştırılmasında "LSD Çoklu Karşılaştırma" testi yapılmıştır.

3. Bulgular ve Tartışma

İncelenen özelliklere ilişkin varyans analiz tablosu Çizelge 3'de ve çeşitlere ait mikro element içerikleri ortalama değerleri Çizelge 4, 5 ve 6'da verilmiştir.

Çinko içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark %1 seviyesinde önemli olurken, yıl ortalamaları ve çeşit x yıl interaksyonu önemsiz bulunmuştur. Birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre en yüksek çinko içeriği 34.3 mg kg⁻¹ ile Pehlivan çeşidinde ölçüm yapılırken, bunu Sagittorio çeşidi takip etmiş aynı grupta yer alırken, en düşük Zn içeriği ise 22.7 mg kg⁻¹ Beyazhan çeşidinde tespit edilmiştir (Çizelge 3). Akçura ve ark. (2013) yerel ve tescilli buğday genotiplerinde yaptıkları çalışmalarında yerel buğday genotiplerinde Zn içerikleri 40.2-52.2 mg kg⁻¹, tescilli çeşitlerde ise 33.0-42.0 mg kg⁻¹ olduğunu, Dogan (2015), çalışmasında ise Türkiye'de yaygın olarak kullanılan ekmeklik buğday çeşitlerinde Zn içeriği 26.15-37.06 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir. Buğday çeşitleri arasında özellikle Zn içerikleri bakımından büyük farklılıklar olduğunu bildirilmektedir (Monasterio & Graham, 2000; Bálint ve ark., 2001). Nitekim birçok araştırmacı özellikle yerel ve yabancı buğday çinko ve demir içeriği bakımından zengin olduğu ve bu türlerin buğday ıslahı çalışmalarında mikro element içeriğinin artırılmasında mutlak kullanılması gerektiğini, aynı zamanda gübre kullanımı ve agronomik uygulamalarının da bu anlamda önemli olduğu ve bu anlamda araştırmalar yapılması gerektiği bildirilmiştir (Çakmak ve ark., 1999a).

Çizelge 3. İncelenen özelliklere ilişkin varyans analiz tablosu (kareler ortalaması)

İncelenen Faktörler	2019-20	2020-21	Yıllar	
			(birleştirilmiş)	Yıl x Çeşit
Zn	39.18**	49.56**	0.27 ^{ÖD}	3.31 ^{ÖD}
Fe	62.22**	55.68**	0.36 ^{ÖD}	4.31 ^{ÖD}
Mn	91.07**	99.97**	0.22 ^{ÖD}	2.08 ^{ÖD}
Ni	4.90**	2.99**	0.53 ^{ÖD}	0.80 ^{ÖD}
Cu	1.77**	0.81*	0.53 ^{ÖD}	0.80 ^{ÖD}
Ca	87423.1**	79503.3**	4355.0 ^{ÖD}	2910.1 ^{ÖD}
Mg	21100.8**	25066.2**	1.86 ^{ÖD}	1223.14 ^{ÖD}
K	167255.0**	127833.0**	12505.6 ^{ÖD}	1079.21 ^{ÖD}
P	9523.52**	5468.12**	3621.22 ^{ÖD}	1069.21 ^{ÖD}
Na	6768.14**	4011.83**	3644.42 ^{ÖD}	1025.68 ^{ÖD}
Tane Verimi	1581.32**	1150.26**	7352.07**	74.99 ^{ÖD}

* $P < 0.05$ seviyesinde önemli. ** $P < 0.01$ seviyesinde önemli. ÖD: önemli değil

Çizelge 4. Ekmeklik buğday çeşitlerinde Zn, Fe, Mn ait değerler

Çeşit	Zn (mg kg ⁻¹)			Fe (mg kg ⁻¹)			Mn (mg kg ⁻¹)		
	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.
Adana-99	29.8 c*	31.3 bc	30.1 CD	32.5 b	31.5 cd	31.6 C	43.0 a	42.5 a	42.9 A
Babil	27.3 d	26.6 de	27.0 E	31.9 b	31.7 cd	31.8 C	33.8 d	32.9 cd	33.4 D
Beyazhan	22.9 e	21.5 f	22.2 F	26.7 c	28.6 de	27.7 D	29.8 e	30.7 de	30.3 F
Ceyhan-99	32.2 b	31.2 bc	31.7 BC	31.8 b	32.1 c	31.9 C	42.3 a	44.1 a	43.2 A
Diñç	32.4 b	33.4 ab	32.9 AB	34.0 b	37.0 b	35.5 B	37.9 b	38.4 b	38.2 B
Nurkent	26.8 d	25.8 e	26.3 E	31.8 b	31.0 cd	31.4 C	32.1 d	31.3 de	31.7 EF
Pehlivan	34.4 a	34.3 a	34.3 A	41.7 a	41.5 a	41.6 A	35.7 c	34.5 cd	35.1 C
Sagittario	34.2 a	33.3 ab	33.8 A	31.9 b	29.2 ce	30.5 C	32.9 d	31.9 cd	32.4 DE
Toros	29.1 c	29.0 cd	29.0 D	27.2 c	27.7 e	27.4 D	27.1 f	28.6 ef	27.9 G
Wafia	28.5 cd	31.6 ac	30.1 D	27.7 c	26.3 e	27.0 D	28.0 ef	26.7 ef	27.3 G
Yıl Ort.	29.8	29.6	29.7	31.7	31.5	31.6	34.3	34.2	34.2
Yıl (Lsd)			1.77		1.86				1.77
CV(%)	3.50	3.43	4.50	3.98	5.80	4.96	1.89	4.48	3.95
Çeşit(Lsd)	1.79	2.77	1.67	3.15	1.96	2.17	1.89	2.62	1.68
Yıl*Çeşit(Lsd)			2.51		2.93				2.52

*Aynı harfle gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemsizdir.

Demir ve Mangan içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark %1 seviyesinde istatistiki olarak önemli bulunurken, yıl ve çeşit x yıl interaksyonu önemsiz bulunmuştur. Demir (Fe) içeriği ilk yıl, ikinci yıl ve ortalama değerler bakımında en yüksek değer Pehlivan çeşidinde elde edilirken, her iki yılın birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre en yüksek demir içeriği 41.6 mg kg⁻¹ ile Pehlivan çeşidinden elde edilmiş, en düşük değer ise 24.4 mg kg⁻¹ ile Wafia çeşidinden elde edilmiş ve Toros ve Beyazhan çeşitleri ile aynı grupta yer almıştır. Akçura ve ark. (2013) yerel ve tescilli buğday genotiplerinde yaptıkları çalışmalarında yerel buğday genotiplerinde Fe içerikleri 29.5-43.0 mg kg⁻¹, tescilli çeşitlerde ise 24.3-32.0 mg kg⁻¹ olduğunu, Dogan (2015), çalışmasında ise Türkiye’de yaygın olarak kullanılan ekmeklik buğday çeşitlerinde Fe içeriği 25.41-43.38 mg kg⁻¹ arasında olduğunu bildirmiştir. Buğday çeşitleri arasında özellikle içerikleri bakımından büyük farklılıkların olduğunu bildirmektedir (Monasterio & Graham, 2000; Bálint ve ark., 2001). Çakmak ve ark. (1999b) buğday tanesindeki demir içeriğinin 60 mg kg⁻¹ kadar yükseltilmesinin hedeflendiğini ve potansiyel olarak yüksek demir içeriğine sahip buğday genotiplerinin demir ve çinko içeriğinin, agronomik uygulamalarla daha kolay artırılabilirliğini bildirmişlerdir. Bu çalışmada özellikle Pehlivan çeşidinin bu anlamda değerlendirilebileceği öngörülmüştür.

Mangan (Mn) içeriği birinci yıl Adana-99 çeşidinde en yüksek değere (43.0 mg kg⁻¹) sahip ve Ceyhan-99 çeşidi (42.3 mg kg⁻¹) ile aynı grupta yer alırken, ikinci yıl ise 44.1 mg kg⁻¹ ile Ceyhan çeşidinde elde edilirken Adana-99 çeşidi ile (42.5 mg kg⁻¹) aynı grupta yer almıştır. Birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre en yüksek değerler Ceyhan-99 (43.2 mg kg⁻¹) ve Adana-99 (42.9 mg kg⁻¹) çeşitlerinden elde edilmiştir. En düşük değer ise 27.3 mg kg⁻¹ ile Wafia çeşidinden elde edilmiş ve Toros çeşidi ile aynı grupta yer almıştır. Davis ve ark. (1984) 13 lokasyonda yaptığı çalışmasında Mangan içeriğinin 35-65 mg kg⁻¹ arasında değiştiğini, Akçura ve ark. (2014) yerel ve tescilli buğday

genotiplerinde yaptıkları çalışmalarında yerel buğday genotiplerinde Mn içeriklerini 35.17-49.8 mg kg⁻¹, tescilli çeşitlerde ise 24.3-32.0 mg kg⁻¹ olduğunu, Doğan (2015), çalışmasında Türkiye’de yaygın olarak kullanılan ekmeklik buğday çeşitlerinde Mn içeriğini 27.38-42.98 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir. Araştırmacılar çeşitlerdeki Mn içeriğinin yüksek bir varyabiliteye sahip olduğunu bildirmiştir.

Çizelge 5. Ekmeklik buğday çeşitlerinde Ni, Cu, Ca ait değerler

Çeşit	Ni (mg kg ⁻¹)			Cu (mg kg ⁻¹)			Ca (mg kg ⁻¹)		
	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.
Adana-99	6.13 de*	6.05 cd	6.15 DE	3.94 de	4.07 c	4.19 BD	644.0 f	652.1 e	655.8 E
Babil	4.90 f	6.42 cd	5.66 E	4.05 de	4.37 bc	4.21 BC	629.8 f	637.7 e	633.8 E
Beyazhan	5.71 e	6.27 c	5.99 DE	3.98 de	4.39 bc	4.19 CD	639.7 f	634.1 e	636.9 E
Ceyhan-99	6.52 cd	6.62 bc	6.57 CD	4.40 cd	4.97 ab	4.69 B	1039.3 ab	1058.3 a	1048.8 A
Dinç	7.89 ab	6.49 c	7.19 BC	4.74 c	4.54 bc	4.64 BC	825.4 de	901.3 c	863.4 C
Nurkent	7.97 a	8.23 a	8.10 A	5.40 b	5.50 a	5.45 A	775.4 e	761.7 d	768.5 D
Pehlivan	7.73 ab	8.07 ab	7.90 AB	6.20 a	5.57 a	5.88 A	956.8 c	991.7	974.3 B
Sagittario	5.88 de	6.25 cd	6.07 DE	4.10 de	4.82 ac	4.46 BC	1077.7 a	1016.6 ab	1047.2 A
Toros	4.27 f	4.77 d	4.52 F	3.73 e	4.13 bc	3.93 D	878.0 d	888.3 c	883.2 C
Wafia	7.19 bc	7.07 ac	7.13 BC	4.37 cd	4.84 ac	4.61 BC	995.7 bc	918.3 bc	957.0 B
Yıl Ort.	6.62	6.43	6.53	4.71	4.52	4.62	847.7	846	846.9
Yıl (Lsd)			0.45			0.33			31.29
CV(%)	6.17	13.06	10.59	8.21	10.7	9.16	5.20	7.12	6.26
Çeşit_(Lsd)	0.74	1.48	0.86	0.63	0.86	0.53	75.61	103.46	66.51
Yıl*Çeşit_(Lsd)			1.29			0.79			99.72

*Aynı harfle gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemsizdir.

Nikel içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark istatistiki olarak %1 seviyesinde önemli, yıl ve çeşit x yıl interaksyonu önemsiz bulunmuştur. Nikel içeriği bakımından ilk yıl, ikinci yıl ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre en yüksek ortalama Nikel içeriği 8.10 mg kg⁻¹ ile Nurkent çeşidinden, en düşük ortalama değer ise 4.52 mg kg⁻¹ ile Toros çeşidinden elde edilmiştir. Doğan (2015), çalışmasında Türkiye’de yaygın olarak kullanılan ekmeklik buğday çeşitlerinde Ni içeriğinin 3.86-6.14 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir.

Bakır (Cu) içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark istatistiki olarak %1 seviyesinde önemli, yıl ve çeşit x yıl interaksyonu önemsiz bulunmuştur. Bakır (Cu) içeriği bakımından birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre 3.93-5.88 mg kg⁻¹ arasında değişmiş en düşük Toros çeşidinde en yüksek Pehlivan çeşidinde elde edilirken bunu Nurkent çeşidi takip etmiş ve çeşitler arasındaki fark genel olarak düşük olmuştur. Cu mineral içeriği bakımından büyük farklılıkların olduğunu (Monasterio & Graham, 2000; Akçura ve ark., 2013) bildirirken diğer taraftan Doğan (2015), Türkiye’de yaygın olarak kullanılan ekmeklik buğday çeşitlerinde Bakır (Cu) içeriği 3.57-6.07 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir.

Kalsiyum (Ca) içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark istatistiki olarak %1 seviyesinde önemli bulunurken, yıl ve çeşit x yıl interaksyonu önemsiz bulunmuştur. Kalsiyum (Ca) içeriği bakımından ise birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre 633.8-1048.8 mg kg⁻¹ arasında değişmiştir. En yüksek Ceyhan-99 çeşidinde, en düşük ortalama değer ise 6.33.8 mg kg⁻¹ ile Babil çeşidinden elde edilirken Beyazhan ve Adana-99 çeşitleri ile aynı grupta yer almışlar. Araştırmacılar Kalsiyum (Ca) mineral içeriği bakımında çeşitler arasında önemli farklılıklar olduğunu (Monasterio & Graham, 2000; Bálint ve ark., 2001; Akçura ve ark. 2013; Doğan, 2015) bildirmişler.

Magnezyum (Mg) içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark istatistiki olarak %1 seviyesinde önemli, yıl ve çeşit x yıl interaksyonu önemsiz bulunmuştur. Magnezyum (Mg) içeriği bakımından ise birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre 846.9-1137.5 mg kg⁻¹ arasında değişmiş ve en yüksek Pehlivan çeşidinde, en düşük ortalama değer ise Adana-99 çeşidinde elde edilmiştir. Bálint ve ark. (2001) çalışmasında farklı buğday tür ve çeşitlerinde yaptıkları çalışmada Magnezyum (Mg) mineral içeriği 825-2650 mg kg⁻¹ arasında geniş bir varyasyon gösterdiği bildirirken, diğer araştırmacılar Magnezyum (Mg) içeriği bakımında çeşitler arasında önemli farklılıklar olduğunu bildirmişler (Akçura ve ark., 2013; Doğan, 2015).

Çizelge 6. Ekmeklik buğday çeşitlerinde Mg, K ve P ait değerler

Çeşit	Mg (mg kg ⁻¹)			K (mg kg ⁻¹)			P (mg kg ⁻¹)		
	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.
Adana-99	865.6 e*	825.4 f	846.9 F	2766.7 de	2881.7 b	2789.0 D	955.0 a	919.0 ac	953.6 AB
Babil	993.5 bc	950.3 bd	971.9 C	2678.7 e	2651.7 cd	2665.2 E	980.0 a	940.8 ac	960.4 AB
Beyazhan	914.3 de	926.9 ce	920.6 DE	2331.7 f	2481.0 d	2406.3 F	870.9 b	855.9 c	863.4 C
Ceyhan-99	993.2 bc	995.7 b	994.4 C	2860.0 bd	2852.7 b	2856.3 BD	985.0 a	970.0 a	977.5 A
Dinç	1029.6 b	1085.3 a	1057.5 B	2942.3 bc	2871.0 b	2906.7 BC	983.5 a	954.2 ab	968.8 A
Nurkent	984.1 bc	971.5 bc	977.8 C	2816.6 cd	2768.3 bc	2792.5 D	870.2 b	855.3 c	862.8 C
Pehlivan	1141.7 a	1133.3 a	1137.5 A	3266.7 a	3291.7 a	3279.2 A	874.0 b	858.5 c	866.2 C
Sagittario	904.2 de	903.8 de	904.0 E	2751.7 de	2793.3 bc	2772.5 D	849.7 b	880.3 bc	865.0 C
Toros	945.0 cd	961.7 bd	953.3 CD	2776.7 de	2871.7 b	2824.2 CD	911.8 ab	902.0 ac	906.9 BC
Wafia	868.0 e	884.3 ef	876.2 EF	2954.7 b	2905.0 b	2929.8 B	857.8 b	877.7 bc	867.8 C
Yıl Ort.	864.2	863.8	964.0	2836.8	2807.6	2822.2	917.1	901.4	909.2
Yıl (Lsd)			36.01			114.5			27.4
CV(%)	8.21	3.96	3.96	2.72	3.21	3.16	4.72	5.72	5.11
Çeşit_(Lsd)	64.01	65.54	47.88	180.6	131.75	111.6	74.1	88.55	58.12
Yıl*Çeşit_(Lsd)			73.76			167.2			87.06

* Aynı harfle gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemsizdir.

Potasyum (K) içeriği bakımından yıl ortalamaları, her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark istatistik olarak önemli bulunmuştur. Birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre K içeriği 2406.3 mg kg⁻¹ ile 3229.2 mg kg⁻¹ arasında değişirken en düşük Beyazhan çeşidinde, en yüksek oran ise Pehlivan çeşidinde elde edilmiştir. Akçura ve ark. (2013) yerel ve tescilli buğday genotiplerinde yaptıkları çalışmalarında yerel buğdayda K içerikleri 2479.1-5466.5 mg kg⁻¹, tescilli çeşitlerde ise 2787.4-5549.8 mg kg⁻¹ olduğunu, Doğan (2015), çalışmasında ise Türkiye de ekmeklik buğday çeşitlerinde K içeriği 2267.5-2962.5 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir.

Fosfor (P) içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark % 1 seviyesinde önemli olmuştur. Birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre 862.8-977.5 mg kg⁻¹ arasında değişirken en yüksek oran Ceyhan-99 çeşidinde ve bunu Dinç çeşidi takip etmiş istatistik olarak aynı grupta yer almıştır. Doğan (2015), Türkiye de ekmeklik buğday çeşitlerinde 834.4-986.0 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir.

Çizelge 7. Ekmeklik buğday çeşitlerinde Na ve Tane verimine ait değerler

Çeşit	Na (mg kg ⁻¹)			Tane verimi (kg kg ⁻¹)		
	2019-20	2020-21	Ort.	2019-20	2020-21	Ort.
Adana-99	822.4 ab	834.7 ab	827.4 BC	234.3 ab	200.0 b	215.2 B
Babil	744.3 c	795.4 bc	769.9 DE	185.5 d	168.3 d	176.9 C
Beyazhan	724.8 c	759.4 c	742.1 E	218.8 bc	197.2 bc	208.0 B
Ceyhan-99	772.2 bc	802.7 bc	787.5 CE	260.3 a	235.1 a	247.7 A
Dinç	784.6 bc	788.2 bc	786.4 CE	237.1 ab	203.4 b	220.3 B
Nurkent	823.1 ab	830.4 ab	826.7 BC	199.6 cd	176.3 d	187.9 C
Pehlivan	867.8 a	885.8 ab	876.8 A	218.0 bc	203.9 b	211.0 B
Sagittario	831.4 ab	795.9 bc	813.7 BD	219.8 bc	195.8 bc	207.8 B
Toros	862.4 a	852.0 ab	857.2 AB	191.8 cd	181.8 cd	186.8 C
Wafia	791.0 bc	835.0 ab	813.0 BD	198.8 cd	173.9 d	186.4C
Yıl Ort.	817.9	802.2	810.1	216.0 A	193.6 B	204.8
Yıl (Lsd)			26.8			11.81
CV(%)	4.88	4.69	4.85	7.79	5.38	6.68
Çeşit_(Lsd)	67.18	65.92	49.20	28.73	17.88	17.11
Yıl*Çeşit_(Lsd)			73.70			25.62

* Aynı harfle gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemsizdir.

Sodyum (Na) içeriği bakımından her iki yılda ve birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre çeşitler arasındaki fark % 1 seviyesinde önemli olmuştur. Birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre 742.1-876.8 mg kg⁻¹ arasında değişirken, en düşük Beyazhan çeşidinde en yüksek oran ise Pehlivan çeşidinde elde edilmiştir. Doğan (2015), ekmeklik buğday çeşitlerinde-730.9-869.1 mg kg⁻¹ olduğunu bildirmiştir.

Tane verimi bakımından çeşitler ve yıllar arasındaki fark istatistiksel olarak % 1 seviyesinde önemli bulunmuştur. Birleştirilmiş analiz sonuçlarına göre en düşük tane verimi 176.9 kg da⁻¹ ile Babil çeşidinde elde edilirken Nurkent, Toros ve Wafia çeşitleri takip etmiş ve aynı istatistiksel grupta yer almıştır. En yüksek tane verimi Ceyhan-99 çeşidinde 247.7 kg da⁻¹ elde edilmiştir. Konu ile ilgili yapılan çalışmalarda Doğan ve ark. (2014) yaptıkları çalışmalarda 15 ekmeklik buğday çeşitlerinde tane veriminin 211.8-439.7 kg da⁻¹ arasında olduğunu, Güngör ve ark. (2022) 4 çeşit ve 28 ileri ekmeklik buğday hattının tane veriminin 391-641.2 kg da⁻¹ olduğunu bildirmişlerdir. Birçok araştırmacı bakımından çeşit arasında büyük farklılıkların olduğunu bildirmektedir (Doğan & Kendal, 2013; Aktaş ve ark., 2017; Subaşı & Ayrancı, 2021).

Günlük olarak en fazla tüketilen ekmeğin hammaddesi olan buğdayın insan beslenmesinde çok önemli olan makro ve mikro element içeriklerinin artırılması için yapılacak çalışmaların gıda güvenliği açısından ne denli önemli olduğu anlaşılmaktadır. Nitekim, birçok araştırmacı buğday genetik kaynaklarının buğday ıslahı çalışmalarında mikro element içeriğinin artırılmasında mutlak kullanılması gerektiği, aynı zamanda gübre kullanımı ve agronomik uygulamalarının da bu anlamda önemli olduğu, buğday tanesindeki makro, mikro içeriklerinin artırılması insan beslenme kalitesine çok önemli katkılar sağlayacağı birçok araştırmacı tarafından bildirilmiştir (Kutman ve ark., 2011; Çakmak ve ark., 1999a).

4. Sonuç

Günlük olarak en fazla tüketilen ekmeğin hammaddesi olan buğdayın insan beslenmesinde çok önemli olan makro ve mikro element içeriklerinin artırılması için yapılacak çalışmaların gıda güvenliği açısından ne denli önemli olduğu anlaşılmaktadır. Yapılan bu çalışma sonucunda özellikle Pehlivan çeşidinin incelenen birçok makro ve mikro element içeriği bakımından diğer çeşitlere göre daha yüksek değerlere sahip olduğu, buğday tanesinin besleyicilik değerinin artırılmasına yönelik ıslah çalışmalarında genitor olarak kullanılabilir bir çeşit olduğu tespit edilmiştir. Pehlivan çeşidi Zn, Fe, Ni, Cu, Mg, K, ve Na içeriği bakımından, Ceyhan-99 çeşidi tane verimi, Mn ve P içeriği bakımından, Sagittario çeşidi ise özellikle Ca içeriği bakımından üstünlük göstermiştir. Araştırma sonuçlarına göre Ceyhan-99 ve Pehlivan çeşitleri mikro ve makro element içerikleri ve özellikle tane verimi ve P içeriği bakımından yüksek değerlere sahip oldukları belirlenmiştir. Tane verimi yüksek çeşitler yetiştirildiği ve tanedeki mikro ve makro besin element içeriği zengin olan çeşitlerin zengin içeriğe sahip ürünleri tüketildiği takdirde bireyler ve toplum daha sağlıklı olacaktır. Bu çalışmada Ceyhan 99, Pehlivan ve Sgittario çeşitleri tane verimi için Mardin ili ve çevresine önerilebileceği, mikro ve makro besin içeriğinin zengin olduğu sonucuna varılmıştır.

Kaynakça

- Akçura, M., Hocaoğlu, O., Kılıç, H., & Kökten, K. (2013, Eylül). *Karadeniz bölgesine ait yerel ekmeklik buğday hatlarının tanedeki besin elementleri içerikleri yönünden tescilli ekmeklik buğday çeşitleri ile karşılaştırılması*. Türkiye X. Tarla Bitkileri Kongresi, s: 53-60, Konya
- Aktaş, H., Karaman, M., Oral, E., Kendal, E., & Tekdal, S. (2017). Bazı ekmeklik buğday genotiplerinin (*Triticum aestivum* L.) doğal yağış koşullarındaki verim ve kalite parametrelerinin değerlendirilmesi. *Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 26(1), 86-95. doi:10.21566/tarbitderg.323601
- Anonim, (2023). *Mardin 2012 yılı Meteoroloji Bülteni*. Meteoroloji Müdürlüğü, Mardin
- Anonim, (2022). *Türkiye İstatistik Kurumu*. <https://www.tuik.gov.tr> (Erişim Tarihi: 23.03.2023).
- Anonymous, (2006). FAO. *The Statistics Division, United Nations* (United Nations, Rome, 2006)
- Bálint, A. F., Kovács, G., Erdei, L., & Sutka, J. (2001). Comparison of the Cu, Zn, Fe, Ca and Mg contents of the grains of wild, ancient and cultivated wheat species. *Cereal Research Communications*, 29, 375-382. doi.org/10.1007/BF03543684
- Çakmak, İ., Kalaycı, M., Ekiz, H., Braun, H.J., Kılınc, Y., & Yilmaz, A. (1999a). Zinc deficiency as a practical problem in plant and human nutrition in Turkey: A NATO-Science forstability Project. *Field Crops Research*, 60: 175-188 doi:10.1016/S0378-4290(98)00139-7

- Çakmak, I., Tolay, I., Özdemir, A., Özkan, H., & Kling, C.I. (1999b). Differences in zinc efficiency among and within diploid, tetraploid and hexaploid wheats. *Annals of Botany*, 84: 163-171. doi:10.1006/anbo.1999.0902
- Davis, K. R., Peters, L. J., Cain, R. F., Tourneau, D. L. & McGinnis, J. (1984). Evaluation of the nutrient composition of wheat. *III. Minerals, Cereals Foods World*, (29), 246-248
- Doğan, Y., & Kendal, E. (2013). Diyarbakır koşullarında bazı ekmeklik buğday (*Triticum aestivum* L.) genotiplerinin tane verimi ve bazı kalite özelliklerinin belirlenmesi. *Yuzuncu Yıl University Journal of Agricultural Sciences*, 23(3), 199-208.
- Doğan, Y., Toğay, Y., & Toğay, N. (2014). Türkiye’de tescil edilmiş bazı ekmeklik buğday (*Triticum aestivum* L.) çeşitlerinin Mardin-Kızıltepe koşullarında verim ve bazı verim özelliklerinin belirlenmesi. *Yuzuncu Yıl University Journal of Agricultural Sciences*, 24(3), 241-247. doi:10.29133/yyutbd.236278
- Doğan, Y. (2015). Investigation of micro and macro element content of wheat varieties grown commonly in Turkey. *Oxidation Communications*, 38, No 3, 1265-1274.
- Ereku, O., Kautz, T., Ellmer, F., & Turgut, İ. (2009). Yield and bread-making quality of different wheat (*Triticum aestivum* L.) genotypes grown in western Turkey. *Archives of Agronomy and Soil Science*, 55: 169-182. doi:10.1080/03650340802477742
- Güngör, H., Çakır, M.F., & Dumlupınar, Z. (2022). İleri ekmeklik buğday (*triticum aestivum* l.) hatlarının verim, verim unsuru ve kalite özellikleri bakımından değerlendirilmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (35), 123-127. doi:10.31590/ejosat.1063624
- Hegedüs, M., Pedersen, B., & Eggum, B.O. (1985). The influence of milling on the nutritive value of flour from cereal grains. 7. vitamins and tryptophan. *Qual Plant Foods Human Nutrition*, 35, 175-180. doi:10.1007/BF01092134
- Hussain, M., Ahmed S.M., & Abderrahman, W. (2008). Cluster analysis and quality assessment of logged water at an irrigation project, eastern Saudi Arabia. *Journal of Environmental Management*, 86(1), 297-307. doi:10.1016/j.jenvman.2006.12.007
- Hussain, S., Maqsood, M.A., & Rahmatullah, M. (2010). Increasing grain zinc and yield of wheat for the developing world: A Review. *Emirates Journal Food & Agriculture*, 22 (5): 326-339. doi:10.9755/ejfa.v22i5.4821
- Kaur, K.D., Jha, A., Sabikhi, L., & Singh, A.K. (2014). Significance of coarse cereals in health and nutrition: a review. *Journal of Food Science Technology*, 51, 1429-41. doi:10.1007/s13197-011-0612-9
- Kılıç, H., Hatipoğlu, A., & Şahin, M. (2021). İnsan sağlığı esaslı ekmeklik buğday kalite yaklaşımları. *Muş Alparslan Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 9.1: 857-870. doi:10.18586/msufbd.881281
- Kutman U. B., Yıldız B., Öztürk L., & Çakmak İ. (2011). Biofortification of durum wheat with zinc through soil and foliar applications of nitrogen. *Cereal Chemistry*, 87(1), 1-9. doi:10.1094/CCHEM-87-1-0001
- Monasterio, I., & Graham, R.D. (2000). Breeding for trace minerals in wheat. *Food and Nutrition Bulletin*, 21:4 392-396. doi:10.1177/156482650002100409
- Morgounov, A., Gómez-Becerra, H.F., Abugalieva, A., Dzhunusova, M., Yessimbekova, M., Muminjanov, H., Zelenskiy, Y., Ozturk, L., & Çakmak, I. (2007). Iron and zinc grain density in common wheat grown in Central Asia. *Euphytica*, 155:193-203. doi:10.1007/s10681-006-9321-2
- Muller, O., & Krawinkel, M. (2005). Malnutrition and health in developing countries. *Canadian Medical Association Journal*, 173:279-286. doi:10.1503/cmaj.050342
- Ryan, L., Thondre, P.S., & Henry, C.J.K. (2011). Oat-based breakfast cereals are a rich source of polyphenols and high in antioxidant potential. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24: 929-934. doi:10.1016/j.jfca.2011.02.002
- Ruel, M.T., & Buis, H.E. (1998). Plant breeding: a long-term strategy for the control of zinc deficiency in vulnerable populations. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 68: 488-494. doi:10.1093/ajcn/68.2.488S
- Subaşı, K., & Ayrancı, R. (2021). Bazı ekmeklik buğday genotiplerinin Konya ekolojik koşullarında tane verimleri ile tarımsal özelliklerinin korelasyonlarının belirlenmesi. *Bahri Dağdaş Bitkisel Araştırma Dergisi*, 10(1), 13-28.

- Tejera, G., Luis, D., Jose, M., Angel, J., Carmen, R., & Arturo, H. (2013). Metals in wheat flour; comparative study and safety control. *Nutricion Hospitalaria*, 28(2): 506-513. [doi:10.3305/nh.2013.28.2.6287](https://doi.org/10.3305/nh.2013.28.2.6287)
- Welch, R.M., & Graham, R.D. (2004). Breeding formicronutrients in staple food crops from a human nutrition prospective. *Journal of Experimental Botany*, 55:353–364. [doi:10.1093/jxb/erh064](https://doi.org/10.1093/jxb/erh064)



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

İzmir Körfezi (Ege Denizi)'nde Dağılım Gösteren Hamsi *Engraulis encrasicolus* (Linnaeus, 1758) Popülasyonunun Boy-Ağırlık ve Boy-Boy İlişkisi

Bahar BAYHAN, Burcu TAYLAN*

Ege Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi, Temel Bilimler Bölümü, 35100, İzmir, Türkiye
Bahar BAYHAN, ORCID No: 0000-0003-2807-7512, Burcu TAYLAN, ORCID No: 0000-0001-9311-5189

*Sorumlu yazar e-posta: burcu.taylan@ege.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 28.04.2023
Kabul: 17.08.2023
Online Aralık 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1289344

Anahtar Kelimeler

Boy-ağırlık ilişkisi,
Boy-boy ilişkisi,
Ege Denizi,
Engraulis encrasicolus,
Hamsi,
İzmir Körfezi

Öz: İzmir Körfezi'nde dağılım gösteren Hamsi popülasyonunun boy- ağırlık ve boy-boy ilişkisinin mevsimlere ve eşeylere göre çalışıldığı bu araştırmada Eylül 2020-Ağustos 2021 periyodunda körfezde avlanan ticari balıkçılardan toplam 905 adet birey elde edilmiştir. Eşeyi belirlenen 843 adet bireyin %35'i erkek %65'i dişi olarak saptanmıştır. Popülasyonun ortalama total boy ve ağırlık değerleri sırasıyla; 11.42 ± 0.048 cm, 9.19 ± 0.163 g'dır. Türün dişi, erkek ve tüm bireylerinde boy-ağırlık ilişkisi denklemi sırası ile: $W=0.0027*TL^{3.321}$ ($r^2=0.933$); $W=0.0042*TL^{3.132}$ ($r^2=0.925$); $W=0.0030*TL^{3.272}$ ($r^2=0.931$) olarak hesaplanmıştır. Sonuç olarak, popülasyonun dişi, erkek ve tüm bireylerinde pozitif allometrik büyüme belirlenmiştir. Ayrıca tüm bireyler için hesaplanan boy-boy ilişkisi parametrelerinin yüksek düzeyde ilişkili olduğu saptanmıştır ($r^2>0.959$, $P<0.05$).

Length-Weight and Length-Length Relationships of European anchovy *Engraulis encrasicolus* (Linnaeus, 1758) Population Distributed in İzmir Bay (Aegean Sea)

Article Info

Received: 28.04.2023
Accepted: 17.08.2023
Online December 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1289344

Keywords

Aegean Sea,
European anchovy,
Engraulis encrasicolus,
İzmir Bay,
Length-length relationship,
Length-weight relationship

Abstract: In this study, in which the length-length and length-weight relationship of the European anchovy population distributed in the İzmir Bay were studied according to the seasons and sexes, a total of 905 individuals were obtained from commercial fishermen caught in the bay between September 2020 and August 2021. Of 843 individuals whose sexes were determined, 35% were male and 65% female. The mean total length of the population was 11.42 ± 0.048 cm; mean weight value is 9.19 ± 0.163 g. Length-weight relationship equation for female, male and all individuals of the species, respectively: $W=0.0027*TL^{3.321}$ ($r^2=0.933$); $W=0.0042*TL^{3.132}$ ($r^2=0.925$); It was calculated as $W=0.0030*TL^{3.272}$ ($r^2=0.931$). As a result, positive allometric growth was determined in female, male and all individuals of the population. In addition, it was determined that the length-length relationship parameters calculated for all individuals were highly correlated ($r^2>0.959$, $P<0.05$).

1. Giriş

Engraulidae familyası dünya denizlerinde 17 cinse ait 155 tür ile temsil edilmektedir. Subtropikal iklim kuşağındaki denizlerin kıyıya yakın sığ sularından 400 metre derinliğe kadar yaşayabilen Hamsi, oseanodrom bir türdür (Schneider, 1990; Riede, 2004). Ekonomik öneme sahip ve sürü oluşturan türler Atlantik, Hint ve Pasifik Okyanuslarında dağılım göstermektedir (Froese & Pauly,

2023). Daha çok Karadeniz, Marmara Denizi, Azov Denizi ve Akdeniz'de bulunan tür az sayıda da olsa Süveyş Kanalı, Güney Afrika kıyıları, Estonya ve doğu Atlantik kıyılarından bazı bölgelerinden de bildirilmiştir bulunmaktadır (Whitehead ve ark., 1988).

Familiyanın Türkiye denizlerinde dağılım gösteren 3 cinse ait 3 türü (*Engraulis encrasicolus*, *Encrasicholina punctifer*, *Stolephorus insularis*) dağılım göstermektedir (Karataş ve ark., 2021). Bu türlerden *Encrasicholina punctifer* ve *Stolephorus insularis* yakın bir geçmişte balık faunamıza dahil olmuş ve sadece Akdeniz kıyılarımızda dağılım gösteren yabancı türlerdir. Buna karşılık tüm denizlerimizde dağılım gösteren *Engraulis encrasicolus* türü, esas pelajik balıkçılığa dayanan ülkemiz balıkçılığında büyük bir öneme sahiptir. Tür en çok Karadeniz'de avlanmakta olup bunu ikinci sırada Ege Denizi takip etmektedir. Hamsi avcılık üretimi yıllara göre az çok değişmekle birlikte genel olarak ülkemizdeki yıllık ortalama 300 bin ton olan avcılık üretim miktarının $\geq 50\%$ 'sini bu tür oluşturmaktadır (TÜİK, 2023). Küçük pelajik balıklar arasında yer alan Hamsi tıpkı diğer küçük pelajik balıklardan olan Sardalya, İstavrit, Tirsi vb. kısa yaşam döngüsü, yüksek fekondite ve plankton ile beslenmeleri nedeni ile yaşadıkları ekosistemlerdeki duyarlı türler olduğu için yıllara göre avcılık üretim miktarları büyük oranda değişiklik gösterebilmektedir (Alheit ve ark., 2019).

Boy-ağırlık ilişkisi (LWR) verileri, balıkçılık yönetimi için türlerin popülasyon dinamiklerini değerlendirmek amacı ile yaygın olarak kullanılmaktadır (Ricker, 1968). Ayrıca balık türlerinin durumunu, üreme dönemini, yaşam döngüsünü ve genel sağlığını değerlendirmeye yardımcı olmakta ve türlerin bölgeler arası morfolojik yapılarının karşılaştırılmasına katkı sağlamaktadır (Pauly, 1993). Hesaplama sonucunda elde edilen bu veriler, tür için büyüme modellerini saptamaya yardımcı olmaktadır (Muchlisin ve ark., 2010; Ndiaye ve ark., 2015). Balıkçılık biyolojisi saha çalışmalarında, balık boyu genellikle ağırlığından daha hızlı ve kolay bir şekilde ölçülebilir. Boy-ağırlık ilişkisinin bilinmesi, sadece balık uzunluğunun bilindiği durumlarda ağırlığının da belirlenmesini kolaylaştırması bakımından değerlidir.

Balıklarda boy-boy ilişkisi (LLR) verileri ise farklı çalışmalarda kullanılan farklı boy tiplerini standardize etmek için kullanılmaktadır. Ayrıca balıklarda kaudal yüzgecin zarar görmesi, total boyun doğru bir şekilde ölçülmesini zorlaştırmaktadır. Bu durumda çatal boy ve standart boy gibi diğer boy tiplerinin bilinmesi total boy değerinin hesaplamasını sağlamaktadır.

Dünya ve Türkiye balıkçılığında ekonomik olarak önemli bir role sahip olan Hamsi türünün L-WR ilişkisi hakkında yapılmış çok sayıda çalışma bulunmaktadır (Froese & Pauly, 2023). Genellikle çok sayıda türün bir arada değerlendirildiği araştırmalarda türün L-RW ilişkisi verileri de kaydedilmiştir. Ancak aynı türün L-RW ilişkisi parametreleri, popülasyondaki beslenme, üreme faaliyetleri, balıkçılık vb. nedenleri başta olmak üzere diğer birçok faktöre göre farklı olabilmektedir. Bu nedenledir ki, balıkçılık biyolojisi çalışmalarında bir bölgede belli bir periyotta yakalanan balıkların L-RW ilişkilerinin bilinmesi oldukça önemlidir (Bayhan ve ark., 2008). Dolayısıyla bu araştırmanın amacı, Eylül 2020-Ağustos 2021 periyodunda İzmir Körfezi'nde dağılım gösteren Hamsi popülasyonunda mevsimlere ve eşeylere göre L-RW ilişkilerini belirlemek ve elde edilen sonuçları yapılmış benzer diğer çalışmalar ile karşılaştırmaktır. Ayrıca çalışmada tür için hesaplanan L-LR ilişkisi ile total boy, çatal boy ve standart boy dönüşümü için kullanılacak özgün bir eşitlik elde edilmiştir.

Sonuç olarak bu çalışma ile elde edilen verilerin tür hakkında gerek İzmir Körfezi'nde gerekse diğer bölgelerde yapılacak biyolojik çalışmalara katkı sağlayacağı ümit edilmektedir.

2. Materyal ve Yöntem

Bu çalışmada, Ege Denizi'nin önemli bir balıkçılık sahası olan İzmir Körfezi'nden avlanan ticari balıkçılardan Eylül 2020-Ağustos 2021 periyodunda toplam 905 adet birey temin edilmiş ve incelenmiştir. Ege Denizi'nin önemli balıkçılık sahası olan İzmir Körfezi, toplam 200 km² alanı ve 11.5 milyar metreküplük su kapasitesi ile Akdeniz'in en büyük doğal körfezlerinden biridir. Türkiye'nin Ege Denizi sahilinde yer alan körfezlerinden gerek deniz ulaşımı gerekse deniz ticareti açısından en önemlisi olan İzmir Körfezi aynı zamanda bir balıkçılık sahasıdır. 38° 20' N ve 38° 40' N enlemleri ile 26° 30' E ve 27° 10' E boylamları arasında yer alan körfez 5-7 km genişliğinde ve 20 km uzunluğundadır.

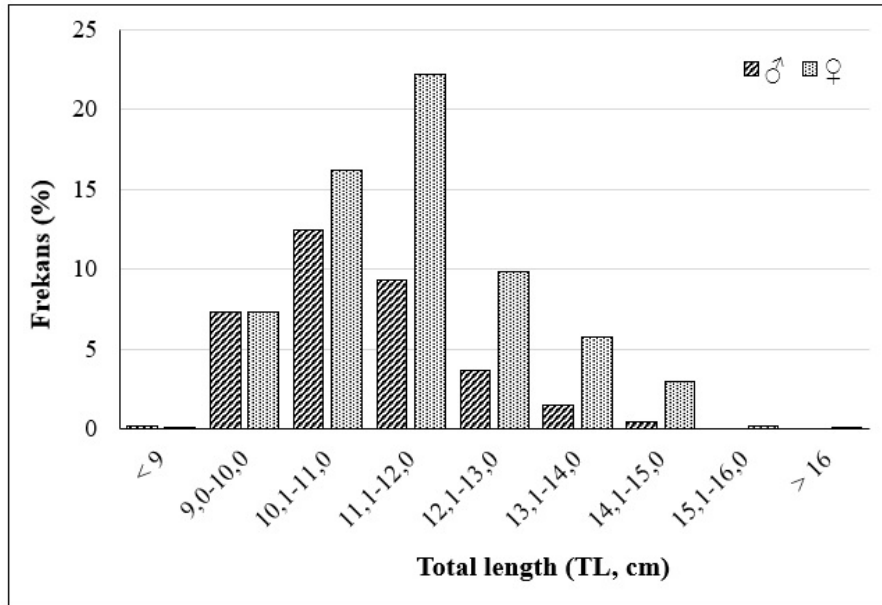
Körfezden mevsimlik olarak elde edilen bireylerin eşey tayini makroskobik olarak gerçekleştirilmiştir. Tüm bireylerin total boy (TL), çatal boy (FL) ve standart boyları (SL) 0,1 cm'lik sınıf aralığına sahip balık ölçüm tahtası kullanılarak kaydedilmiştir. Her örneğin toplam ağırlığı ise Sartorius marka (W) 0.01g hassasiyetli dijital terazi ile ölçülmüştür. Popülasyonun L-RW ilişkisini

belirlemek amacı ile $W = a * TL^b$ eşitliğinden yararlanılmıştır (Ricker, 1979). Bu eşitlikte: TL: balığın total boyu (cm), W: toplam ağırlık (g), a ve b regresyon sabitleri olup, a : L-RW ilişkisini belirleyen eğrinin Y eksenini kestiği noktayı, b : L-RW ilişkisini belirleyen eğrinin eğimini ifade etmektedir. Ayrıca b değerinin standart hatası saptandıktan sonra hesaplanan %95 güven aralığına göre türün büyüme tipi belirlenmiştir. Buna göre; b sayısı 3.0'dan büyük veya küçük ise allometrik büyüme tipi olarak belirlenmiştir. b değeri > 3 olup pozitif allometrik büyüme; $b < 3$ ve 3.0'a eşit olduğunda ise sırası ile negatif allometrik büyüme ve izometrik büyüme olarak kaydedilmiştir (Bagenal & Tesch, 1978).

L-LR ilişkisi hesaplamalarında lineer regresyon kullanılmıştır. Tüm istatistiksel analizler $P < 0.05$ anlamlılık düzeyinde değerlendirilmiştir.

3. Bulgular

Bu araştırmada 296 adeti erkek, 547 adeti dişi ve 62 adet belirsiz olmak üzere toplam 905 adet birey incelenmiştir. İncelenen tüm Hamsi bireylerinin, 8.8-16.1 cm total boy ile 2.99-26.73 g ağırlık arasında dağılım gösterdiği saptanmıştır. Türün ortalama total boy ve ağırlık değerleri ise sırasıyla 11.42 ± 0.48 cm ve 9.19 ± 0.163 g'dır (Çizelge 1). Dişi bireylerde 11.1-12.0 cm'lik boy aralığı %22.19, erkek bireylerde ise 10.1-11.0 cm total boy aralığı %12.46'lık oran ile ilk sırada yer almaktadır (Şekil 1).

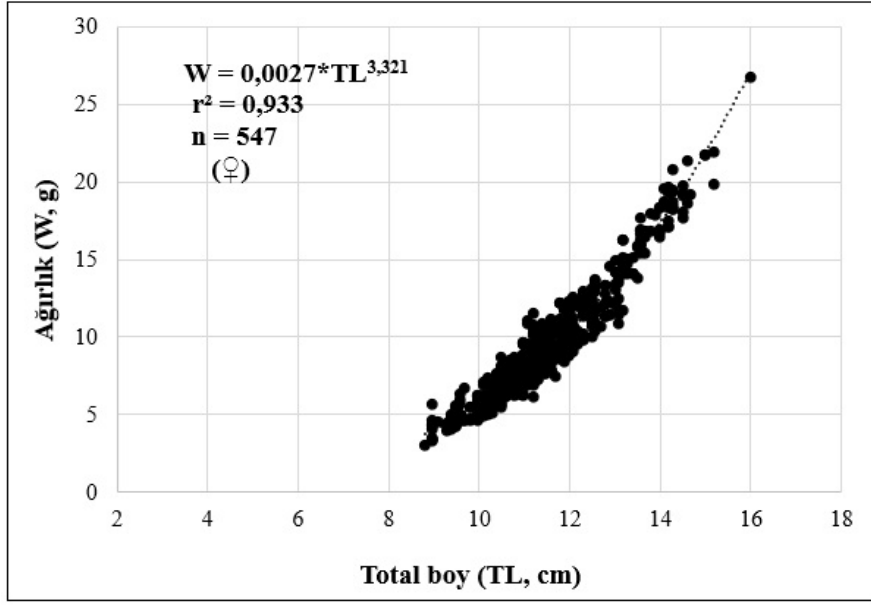


Şekil 1. Hamsi popülasyonunun dişi (♀) ve erkek (♂) bireylerinde boy frekans dağılımı.

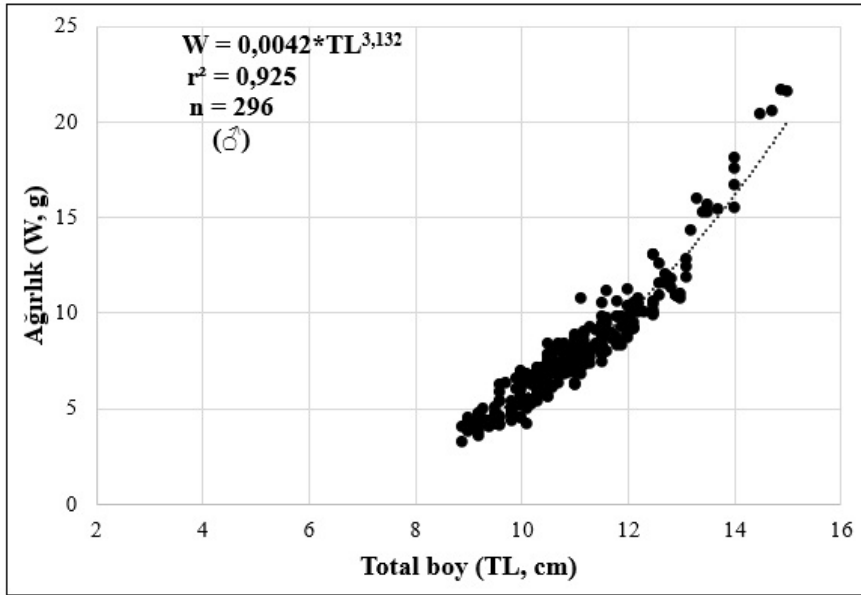
Dişi, erkek ve tüm Hamsi bireylerinde boy-ağırlık ilişkisi denklemi sırasıyla; $W=0.0027*TL^{3.321}$ ($r^2=0.933$); $W=0.0042*TL^{3.132}$ ($r^2=0.925$); $W=0.0030*TL^{3.272}$ ($r^2=0.931$) olarak hesaplanmıştır (Şekil 2, Şekil 3 ve Şekil 4).

Çizelge 1. İzmir Körfezi'nde dağılım gösteren erkek (♂), dişi (♀), tüm (Σ) Hamsi bireylerinin mevsimlere göre tanımlayıcı istatistikleri ve boy-ağırlık ilişkisi parametreleri (n: birey sayısı, *a*: sabit, *b*: eğim, *r*²: determinasyon katsayısı, *SE*: Standart hata)

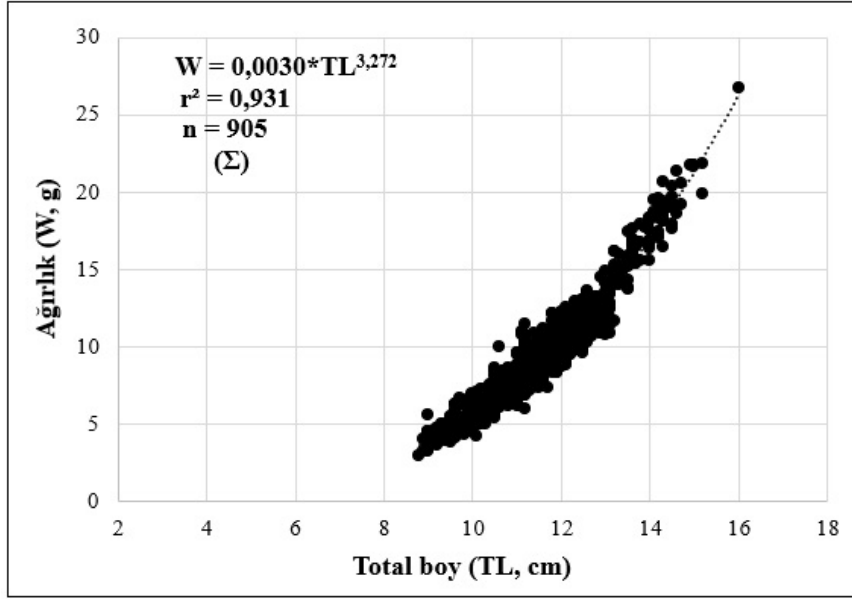
Araştırma periyodu	Eşey	n	Min.-maks. / Ort±SE Toplam boy (TL, cm)	Min.-maks. / Ort±SE Ağırlık (W, g)	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>SE</i> (<i>b</i>)	Güven aralığı <i>b</i> (%95)	<i>r</i> ²	Büyüme tipi
Sonbahar 2020	♂	120	9.2-12.8 / 11.09±0.267	4.61-11.33 / 7.49±0.461	0.0171	2.519	0.347	1.825-3.213	0.957	isometrik
	♀	256	9.5-15.0 / 11.91±0.251	4.25-21.74 / 10.47±0.807	0.0011	3.677	0.274	3.129-4.225	0.951	+allometrik
	Σ	380	9.2-15.0 / 11.65±0.192	4.25-21.74 / 9.48±0.575	0.0019	3.435	0.124	3.187-3.683	0.943	+allometrik
Kış 2021	♂	141	8.9-13.1 / 11.07±0.083	3.28-11.88 / 7.52±0.178	0.0027	3.289	0.109	3.071-3.507	0.934	+allometrik
	♀	208	8.8-13.2 / 11.17±0.064	3.09-11.67 / 7.78±0.144	0.0024	3.332	0.143	3.046-3.618	0.919	+allometrik
	Σ	378	8.8-13.2 / 11.16±0.048	3.09-11.88 / 7.73±0.106	0.0026	3.305	0.043	3.129-3.391	0.924	+allometrik
İlkbahar 2021	♂	18	12.6-15.0 / 13.69±0.177	11.58-21.63 / 16.06±0.801	0.0009	3.739	0.435	2.869-4.609	0.944	isometrik
	♀	51	12.0-16.1 / 13.71±0.119	10.11-26.73 / 16.16±0.465	0.0035	3.739	0.175	2.869-4.609	0.927	isometrik
	Σ	97	12.0-16.1 / 13.52±0.082	10.11-26.73 / 15.32±0.330	0.0024	3.358	0.101	3.156-3.560	0.923	+allometrik
Yaz 2021	♂	17	8.9-13.5 / 10.51±0.073	4.05-15.68 / 7.25±0.177	0.0171	3.305	0.108	3.089-3.521	0.957	+allometrik
	♀	32	9.0-14.7 / 11.39±0.075	4.02-19.17 / 9.27±0.212	0.0011	3.251	0.052	3.147-3.355	0.951	+allometrik
	Σ	50	8.9-14.7 / 11.10±0.060	4.02-19.17 / 9.03±0.167	0.0019	3.301	0.052	3.147-3.355	0.943	+allometrik
Eylül 2020_ Ağustos 2021	♂	296	8.9-15.0 / 11.00±0.068	3.28-21.63 / 7.94±0.173	0.0042	3.132	0.058	3.016-3.248	0.925	+allometrik
	♀	547	8.8-16.1 / 11.55±0.056	2.99-26.73 / 9.70±0.162	0.0027	3.321	0.043	3.235-3.407	0.933	+allometrik
	Σ	905	8.9-16.1 / 11.42±0.048	2.99-26.73 / 9.19±0.163	0.0030	3.272	0.033	3.235-3.407	0.931	+allometrik



Şekil 2. Hamsi popülasyonunun dişi (♀) bireylerinde boy frekans dağılımı.



Şekil 3. Hamsi popülasyonunun erkek (♂) bireylerinde boy frekans dağılımı.



Şekil 4. Hamsi popülasyonunun tüm (Σ) bireylerinde boy-ağırlık ilişkisi.

Sonbahar mevsiminde erkek bireyler için ilkbahar mevsiminde dişi ve erkek bireyler için isometrik büyüme ($b = 2.5-3.5$) tespit edilmiştir. Diğer tüm hesaplamalarda türün pozitif allometrik büyüme gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 2).

Türün tüm bireyleri için hesaplanan boy-boy ilişkisi parametreleri Çizelge 2’de verildiği gibidir. Hesaplanan tüm değerler anlamlı ($P < 0.05$) olup determinasyon katsayısı 0.959 değerinden büyüktür.

Çizelge 2. İzmir Körfezi’nde dağılım gösteren tüm (Σ) Hamsi bireylerinin boy-boy ilişkisi parametreleri (n: birey sayısı, a ve b: regresyon sabitleri, r^2 : determinasyon katsayısı)

Eşey	Eşitlik	n	a	b	r^2
Σ	TL= a+b*FL	905	1.0441	0.6104	0.978
	TL= a+b*SL		1.1078	0.5345	0.981
	FL= a+b*SL		1.0374	0.1643	0.959

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada 905 adet Hamsi bireyinin mevsimlere göre dişi, erkek ve tüm bireylerinde L-RW ile tüm popülasyon için L-LR değerleri hesaplanmıştır. İncelenen tüm bireylerde maksimum 16.1 cm total boy belirlenmiştir. Dünya denizlerinde ise maksimum total boy değeri 21.3 cm ile Kuzey Denizi’ne aittir (Wilhelms, 2013). Bu total boy değerini 20.0 cm ile Biscay Körfezi (Dorel, 1986) ve Kuzey-Doğu Atlantik Okyanusu (Mahé ve ark., 2018)’ndan elde edilen bireyler takip etmektedir. Balıkların boy ve ağırlıklarındaki artış, türlerin yayılış gösterdiği bölgelerin fizikokimyasal ve biyolojik özelliklerine göre değişiklik göstermektedir. Soğuk ve besin elementleri yüksek sularda dağılım gösteren aynı türe ait popülasyonlara ait bireyler, diğer bölgelerde yayılış gösteren bireylere göre daha büyük boylara erişmektedir.

Bu çalışmada hesaplanan L-RW değerine göre dişi ve erkek Hamsi bireylerinde pozitif allometrik büyüme ($b \geq 3$) saptanmıştır. L-RW’de hesaplanan b değeri 2.5 ile 3.5 (Froese, 2006) veya 2 ile 4 (Tesch, 1971) arasında değişim gösterebilmektedir. Bu çalışmada incelenen tüm bireylerde hesaplanan b değeri söz konusu değerler aralığındadır (Çizelge 1). Benzer şekilde türün boy-ağırlık ilişkisi hakkında yapılmış önceki çalışmalar incelendiğinde seçilmiş 96 adet araştırma bulgularına göre b değeri 3.06’dır (Froese & Pauly, 2023).

Bununla birlikte boy-ağırlık ilişkisi mevsimlere değişim gösterebilir. *b* değerindeki bu farklılıklar balığın büyüklüğü, olgunluk durumu, avlanma yöntemi, ortamın sıcaklık, tuzluluk değerleri, besin durumu ve çalışılan birey sayısı vb. birçok faktörden biri veya birkaçının kombinasyonu ile meydana gelebilir (Moutopoulos & Stergiou, 2002; Wootton, 2003; Eagderi ve ark., 2020).

Ekonomik açıdan önemli balık türleri, balıkçılar için her zaman hedef türlerdir ve bu nedenledir ki korunmaları için kalıcı yönetim stratejileri geliştirilmedikçe stoklarının tehlikeye girmesi kaçınılmazdır (Heral & Bayhan, 2020). *Engraulis encrasicolus* günümüzde Dünya Doğayı Koruma Birliği (IUCN) tarafından en az endişe verici (LC) kategorisinde yer almaktadır (Froese & Pauly, 2023), bu da popülasyonun mevcut durumunun belirlenmesinin ve zaman içindeki değişimin izlenmesinin çok önemli olduğunu göstermektedir.

Sonuç olarak Ege Denizi'nin önemli balıkçılık sahalarından olan İzmir Körfezi'nde dağılım gösteren Hamsi popülasyonu için hesaplanan L-RW verilerine göre tür bölgede iyi düzeyde kondisyona sahiptir.

Kaynakça

- Alheit, J., Di Lorenzo, E., Rykaczewski, R. R., & Sundby, S. (2019). Drivers of dynamics of small pelagic fish resources: environmental control of long-term changes. *Deep Sea Research Part II: Topical Studies in Oceanography*, 159, 1-3. doi:10.1016/j.dsr2.2018.12.005
- Bagenal, T. B., & Tesch, F. W. (1978). Age and Growth. In T. Bagenal (Ed.), *Methods for Assessment of Fish Production in Fresh Waters* (pp. 101-136). Oxford: Blackwell Science Publications.
- Bayhan, B., Sever, T. M., & Taşkavak, E. (2008). Length-weight relationships of seven flatfishes (pisces: pleuronectiformes) from Aegean Sea. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 8(2), 377-379.
- Dorel, D. (1986). Poissons de l'Atlantique nord-est relations taille-poids. Institut Francais de Recherche pour l'Exploitation de la Mer. Nantes, France.
- Eagderi, S., Mouludi-Saleh, A., & Cicek, E. (2020). Length-weight relationship of ten species of Leuciscinae sub-family (Cyprinidae) from Iranian inland waters. *International Aquatic Research*, 12(2), 133-136. doi:10.22034/iar(20).2020.1891648.1004
- Froese, R. (2006). Cube law, condition factor and weight-length relationships: history, meta-analysis and recommendations. *Journal of Applied Ichthyology*, 22, 241-253. doi:10.1111/j.1439-0426.2006.00805.x
- Froese, R., & Pauly, D. (2023). FishBase. World Wide Web electronic publication. www.fishbase.org, version (02/2023).
- Heral, O., & Bayhan, B. (2020). Age and growth of Morocco Dentex *Dentex maroccanus* Valenciennes, 1830 (Actinopterygii: Sparidae) in Izmir Bay, Central Aegean Sea, Turkey. *Acta Zoologica Bulgarica*, 72(1), 149-154.
- Karataş, A., Filiz, H., Erciyas-Yavuz, K., Özeren, S. C., & Tok, C. V. (2021). The Vertebrate biodiversity of Turkey. In M. Öztürk, V. Altay, & R. Efe (Eds.), *Biodiversity, conservation and sustainability in Asia* (pp. 175-274). Springer Nature Switzerland, doi:10.1007/978-3-030-59928-7_10
- Mahé, K., Bellamy, E., Delpech, J. P., Lazard, C., Salaun, M., Vérin, Y., Coppin, F., & Travers-Trolet, M. (2018). Evidence of a relationship between weight and total length of marine fish in the North-eastern Atlantic Ocean: physiological, spatial and temporal variations. *Journal of the Marine Biological Association of the United Kingdom*, 98(3), 617-625. doi:10.1017/S0025315416001752
- Moutopoulos, D. K., & Stergiou, K. I. (2002). Length-weight and length-length relationships of fish species of the Aegean Sea (Greece). *Journal of Applied Ichthyology*, 18(3), 200-203. doi:10.1046/j.1439-0426.2002.00281.x
- Muchlisin, Z. A., Musman, M., & Siti Azizah, M. N. (2010). Length-weight relationships and condition factors of two threatened fishes, *Rasbora tawarensis* and *Poropuntius tawarensis*, endemic to Lake Laut Tawar, Aceh Province, Indonesia. *Journal of Applied Ichthyology*, 26(6), 949-953. doi:10.1111/j.1439-0426.2010.01524.x
- Ndiaye, W., Diouf, K., Samba, O., Ndiaye, P., & Panfili, J. (2015). The length-weight relationship and condition factor of white grouper (*Epinephelus aeneus*, Geoffroy Saint Hilaire, 1817) at the

- south-west coast of Senegal, West Africa. *International Journal of Advanced Research*, 3(3), 145-153.
- Pauly, D. (1993). Fishbyte Section. Editorial. *Naga. ICLARM Quarterly*, 16, 26.
- Ricker, W. E. (1968). Methods for Assessment of Fish Production in Fresh Waters. IBP Handbook No. 3.
- Ricker, W. E. (1979). Growth Rates and Models. In W. S. Hoar, D. J. Randall, & J. R. Brett, (Eds.), *Fish Physiology, III, Bioenergetics and Growth* (pp. 677-743). Academic Press.
- Riede, K. (2004). Global register of migratory species - from global to regional scales. Final Report of the R&D-Project 808 05 081, Federal Agency for Nature Conservation, Bonn.
- Schneider, W. (1990). FAO species identification sheets for fishery purposes: Field guide to the commercial marine resources of the Gulf of Guinea. FAO Regional Office for Africa, Rome.
- Tesch, W. (1971). Age and Growth. In W. E. Ricker (Ed.), *Methods for Assessments of Fish Production in Freshwaters* (pp. 97-130). Oxford: International Biological Programme.
- TÜİK. (2023). Türkiye İstatistik Kurumu. <https://www.tuik.gov.tr/> Erişim tarihi: 25.04.2023
- Wilhelms, I. (2013). Atlas of length-weight relationships of 93 fish and crustacean species from the North Sea and the North-East Atlantic (No. 12). Johann Heinrich von Thünen Institute, Federal Research Institute for Rural Areas, Forestry and Fisheries.
- Whitehead, P. J. P., Nelson G. J., & Wongratana, T. (1988). FAO species catalogue. Vol. 7. clupeoid fishes of the world (Suborder Clupeoidei). An annotated and illustrated catalogue of the herrings, sardines, pilchards, sprats, shads, anchovies and wolf-herrings. *FAO Fish. Synop.*, 125(7/2), 305-579.
- Wootton, R. J. (2003). *Ecology of Teleost Fishes*. Chapman and Hall Ltd.



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Derleme

BCL-2 Protein Ailesi ve Kanser

Derya OKUYAN

Bandırma Onyedli Eylül Üniversitesi, Susurluk Meslek Yüksekokulu, Veterinerlik Bölümü, 10600, Balıkesir, Türkiye

Derya OKUYAN, ORCID No: 0000-0001-6758-8556

Sorumlu yazar e-posta: dokuyan@bandirma.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 26.12.2022
Kabul: 19.04.2023
Online Aralık 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1220984](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1220984)

Anahtar Kelimeler

Apoptoz,
BCL-2,
Kanser,
Programlanmış hücre ölümü

Öz: Bu derlemenin odak noktası, BCL-2 ailesi proteinlerinin apoptozu düzenlemedeki rolüdür. Apoptoz, gelişimsel süreçte ve stres yanıtı olarak ortaya çıkan çok önemli bir biyolojik süreçtir. Bozulmuş apoptotik mekanizma kanser gelişiminde merkezi bir rol oynar ve ayrıca bilinen sitotoksik tedavilerin etkinliğini azaltır. B-hücreli lenfoma 2 (BCL-2) protein ailesinin üyeleri, proveya anti-apoptotik aktivitelere sahiptir ve son on yılda apoptozu, tümör oluşumunu ve antikanser tedavisine hücrel yanıtın düzenlemedeki önemleri açısından yoğun bir şekilde incelenmiştir. Apoptoz kaynaklı hücre ölümünün indüklediği inflamatuvar yanıtlardan dolayı günümüzde apoptozu hedef alan antikanser ilaçların geliştirilmesi giderek daha fazla dikkat çekici hale gelmiştir. BCL-2 ailesi proteinlerinin apoptoz regülasyon mekanizması araştırılmış ve bütün bulgular, BCL-2 ailesi proteinlerinin kanser tedavisindeki potansiyelinin ne kadar önemli olduğunu vurgulamaktadır.

BCL-2 Protein Family and Cancer

Article Info

Received: 26.12.2022
Accepted: 19.04.2023
Online December 2023

DOI: [10.53433/yyufbed.1220984](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1220984)

Keywords

Apoptosis,
BCL-2,
Cancer,
Programmed cell death

Abstract: The main goal of this review is to highlight the most recent findings about the regulation of apoptosis by BCL-2 family members. Apoptosis, a crucial biological mechanism, is a reaction to cellular stress or developmental stimuli. Impaired apoptosis is a major contributor to cancer formation and lowers the effectiveness of conventional cytotoxic therapy. Over the last ten years, researchers have heavily focused on understanding the pro- or anti-apoptotic activities of members of the B-cell lymphoma 2 (BCL-2) protein family and its significance in controlling carcinogenesis, apoptosis, and cellular reactions to anticancer treatment. The development of anticancer medications targeting apoptosis is currently receiving increasing attention because the inflammatory response brought on by apoptosis-induced cell death is extremely little. Additionally, it was investigated how BCL-2 family proteins control apoptosis. The promise of BCL-2 family proteins in cancer treatment is suggested by all of the research.

1. Giriş

Apoptoz, embriyogenez ve yetişkin doku homeostazı gibi fizyolojik süreçlerde anahtar rolleri üstlenen bunun yanı sıra tümör baskılayıcı mekanizmada da aktif olarak rol oynayan evrimsel olarak korunmuş programlı hücre ölüm mekanizmasıdır (Green, 2018). Apoptoz, DNA hasarları, sitotoksik ilaçlar ya da radyoterapi gibi birçok uyarana aktif olmaktadır. Apoptozu regüle eden 2 yolak vardır. Bunlardan ilki intrinsik yolaktır. Bu yolak BCL-2 tarafından düzenlenmektedir. Diğer yolak ise

mitokondriyal ve ekstrinsik yolak olarak bilinen ölüm reseptörünün neden olduğu yoldur (Kaloni ve ark., 2022). B hücreli lenfoma 2 (BCL-2) protein ailesinin üyeleri, pro- ve anti-apoptotik aktivitelere sahip anahtar düzenleyici proteinlerdir. BCL-2 protein ailesi üyeleri sağlıklı hücrelerde ince ve hassas bir dengede tutulur. Bu proteinler hücrelerin geri dönüşümsüz bir şekilde hücre ölümüne yönelmesini sağlarlarken tam tersi durum olarak hücrelerin apoptozdan kalıcı olarak kaçmasına ve tümör oluşumunu regüle edebilirler (Carneiro & El-Deiry, 2020). BCL-2 protein ailesi üyeleri, işlevlerine ve amino asit dizisi benzerliğine göre üç alt gruba ayrılırlar; 1) Proapoptotik BH3 proteinlerini (BIM, BID, PUMA, BMF, NOXA, BIK, BAD, HRK), 2) pro-hayatta kalma proteinlerini (BCL-2, BCLXL, BCL-W, MCL-1, A1/BFL-1) ve 3) apoptoz efektörleri (BAX, BAK, BOK) (Youle & Strasser, 2008; Czabotar ve ark., 2014).

2. BCL-2 ailesinin yapısal domainleri

BCL-2 protein ailesi üyeleri birbirine bağlı sekiz α -sarmal parçasından oluşan BH1, BH2, BH3 ve BH4 olarak adlandırılan dört korunmuş BCL-2 homoloji (BH) domainine sahiptir (Luna-Vargas & Chipuk, 2016). Yüksek oranda korunluk gösteren BH domainleri, BCL-2 ailesi moleküllerinin karakterizasyonu ve işlevlerini belirleyen en önemli faktördür. Aile üyesi her proteinin homolojisine ve işlevine göre bulundukları BH domainine göre memelilerde bulunan BCL-2 proteinleri üç alt gruba ayrılır. Buna göre BCL-2 ve BCL-XL anti-apoptotik proteinler, BAX ve BAK proapoptotik proteinler, BAD ve BID BH3-domain proteinleri (Choi ve ark., 2005).

Anti-apoptotik protein ailesine dahil olan BCL-2 ve BCL-XL hücreler üzerinde anti-apoptotik aktivite sergilerler ve domain yapılarına bakıldığında BH1- BH4 domain homolojisi gösterirler. Proapoptotik protein ailesine dahil BAX ve BAD hücreler üzerinde proapoptotik aktiviteler sergilerler ve domain yapılarına bakıldığında BH1, BH2 ve BH3 domain homolojisini paylaşırlar. Ancak bu aileye dahil üyelerde BH4 domaini bulunmamaktadır. Son olarak ise yalnızca BH3 domaini içeren proapoptotik protein ailesi üyeleri BAD ve BID'dir. Bu proteinlerin hücreler üzerindeki proapoptotik aktiviteleri yalnızca sahip oldukları BH3 domaini tarafından regüle edilir ve sahip oldukları tek domain olan BH3 domaini nedeniyle BH3 proteinleri olarak adlandırılırlar (Petros ve ark., 2004).

Domain yapılarını kendi içinde ele alacak olursak BH4 domaini kararlı bağlanmadan sorumludur ve yerleşim alanı olarak BH3 domainini de kapsar. Bundan dolayı BH3 domaininin etkisini inhibe eder. Özellikle BH3 ve BH4 domainine sahip BCL-2 ve BCL-XL proteinlerine bakıldığında bu proteinlerin anti-apoptotik etki gösterme sebepleri bundan kaynaklanır. Çünkü etkisi baskılanan BH3 domaini apoptotik karakterini gösteremez. BH3 domaini pro-apoptotik proteinlerin ve anti-apoptotik proteinlerin dimer oluşturmaları için gereklidir ve bu dimerizasyonda BCL-2 aile üyelerinin pro-apoptotik fonksiyona sahip olmalarını sağlar. BH4 domaini BCL-2 ailesi proteinlerinin antiapoptotik işlevinde oldukça önemlidir ve apoptotik proteinlere özgüdür. BH4 domaini olmadığında ya da bloke edildiğinde BCL-2 ailesi proteinleri anti-apoptotik yeteneğini tamamen kaybeder. Ayrıca BH4 domaini olmayan proteinler hedef diziyeye bağlanma etkisindedir kaybeder. BH4 domaini delesyon çalışmaları proteinin anti-apoptotik işlevini kaybetmesine ve hatta pro-apoptotik bir mutant üretmesine neden olduğunu göstermektedir. Ayrıca BH4 domaini anjiyogenez, otofaji ve diğer apoptoz yolların regülasyonundaki efektör moleküllerin ve apoptoz düzenleyicilerin ifadesini de belirlemektedir (Gabellini ve ark., 2017).

2.1. BCL-2 ailesinin anti-apoptotik proteinleri

BCL-2 protein ailesinin anti-apoptotik aktiviteleri ve hücrel zarlara bağlanma yetenekleri BH4 ve transmembran domainlerinin varlığı ile belirlenir (Dadsena ve ark., 2021). BCL-2 protein ailesinin anti-apoptotik proteinleri, mitokondriyal membran geçirgenlik değişikliğini regüle ederek apoptozun düzenlenmesine katılır. BCL-2 protein ailesinin anti-apoptotik karaktere sahip birçok izoformları vardır. Bunlar; BCL-2, BCL-2-like 1 (BCL-XL), BCL-2-like 2 (BCLW), BCL-2 ile ilişkili protein A1 (BFL-1) ve miyeloid hücreli lösemi -1 (MCL-1)'dir. Bu proteinler esas olarak mitokondride bulunurlar ve mitokondriyal membran geçirgenliğini regüle ederler (Pinton ve ark., 2000; Dai ve ark., 2016; Tilokani ve ark., 2018).

2.1.1. BCL-2

BCL-2, BCL-2 protein ailesindeki en karakteristik anti-apoptotik proteindir. Protein boyutu 26 kDa'dur ve 18. kromozom üzerinde yer alır. BAX ile heterodimer oluşturarak apoptozu inhibe edebilir. Ayrıca Ca^{2+} konsantrasyonunu ve antioksidan seviyesini düzenleyerek hücre canlılığını regüle etmektedir (Park ve ark., 2021). Bunun yanı sıra kaspaz-9, 3, 6 ve 7'nin aktivitelerini de inhibe edebilir, böylece apoptozu inhibe ederek tümör hücrelerinin yaşam sürelerini uzatır ve hücrelerin malign transformasyonuna neden olur (Arbab ve ark., 2012; Siddiqui ve ark., 2015).

2.1.2. BCL-XL

BCL-XL proteini, BCL-2 protein ailesinde uzamsal yapısı aydınlatılmış ilk proteindir (Lee & Fairlie, 2019). Çoklu BH domain proteinleri arasında BCL-XL, BH domaini bakımından en uzun diziye sahiptir (González-García ve ark., 1994). Mitokondri dış zarında yer alan bir proteinler nükleer proteinlere bağlanan ve transkripsiyon faktör aktivitesini düzenleyen nükleer membran transmembran proteinleridir (Bessou ve ark., 2020). BCL-XL'nin tümör hücrelerdeki yüksek ekspresyon seviyesi, apoptoz direnci, proliferasyon, hücre büyümesi ve metastaz, anjiyogenez ve invaziv karakterle ilişkilidir. Yapılan çalışmalar kanser hücrelerindeki BCL-XL proteini ekspresyon seviyesinin sağlıklı hücrelere oranla daha yüksek olduğunu göstermektedir (Hartman & Czyz, 2020).

2.1.3. BCL-W

BCL-W, insan kromozomu 14q11'e lokalizedir. BCL-W proteini BAX, BAK, BAD, BIM ve PUMA proteinleri ile etkileşime girerek apoptozu regüle eder (O'Connor ve ark., 1998; Ayllón ve ark., 2002; Zhu ve ark., 2020). BCL-W proteini esas olarak mitokondride bulunmaktadır ancak apoptoz sırasında mitokondriyal membran yapısına girerek apoptozu regüle eder (O'Reilly ve ark., 2001). BCL-W ekspresyonu çeşitli sinyal yolları tarafından kontrol edilir. Regülasyon birçok transkripsiyon faktörü tarafından regüle edilir (Gong ve ark., 2013). BCL-W'nin yarı ömrü oldukça kısadır. Hücrelerin yaşlanması düzenlerken, ilaca dirençli hücrelerin de hayatta kalmasına yardımcı olur (Yamaguchi ve ark., 2019). Ayrıca hücre migrasyonu ve invazyonunu teşvik etmektedir (Nazeri ve ark., 2020).

2.1.4. BFL-1

BFL-1, GRS veya BCL2A1 (murin) olarak da bilinir ve BCL-2 ailesinin 175 aminoasitlik dizisi ile en küçük moleküllerinden birisidir (Harvey ve ark., 2020). BFL-1, yüksek oranda korunmuş BH1 ve BH2, BH3 ve BH4 domainlerini ihtiva eder. NOXA ve BID gibi proapoptotik proteinlere bağlanır (Caro-Gómez ve ark., 2019). Mitokondride yerleşim gösterir ve anti-apoptotik fonksiyonlar gerçekleştirir (Liu ve ark., 2021). Ayrıca allerjik reaksiyonda makrofaj ve mast hücrelerinin proliferasyonu, BFL-1'in Beclin-1 proteinine bağlanması ile düzenlenmektedir (Kathania ve ark., 2011). Anti-apoptotik BFL-1 BAX ve BAK dimerizasyonunu inhibe ederek mitokondriyal membranın depolarizasyonu ve apoptotik faktörlerin salınması da engellemektedir. Bu şekilde BFL-1 tarafından bloke edilen yolak apoptozu inhibe eder (Harvey ve ark., 2020; Feng ve ark., 2022).

2.2. BCL-2 ailesinin proapoptotik proteinleri

Apoptoz, esas olarak mitokondriyal dış zar geçirgenliği (MOMP) ile ilgilidir. MOMP meydana gelirse, mitokondriyal membran boşluğunda bulunan pro-apoptotik proteinler sitoplazmaya salınır ve hücre apoptozunu destekleyen bir kaspaz kaskadını tetikler (Qian ve ark., 2022).

2.2.1. BAX

BAX proteinleri temel olarak ailesel yapısal özelliklere sahip domainlere sahiptir: BH1, BH2 ve BH3 (Lalier ve ark., 2007). Aktive edilmiş BAX, oligomerizasyon yoluyla mitokondrinin dış zarında gözenekler oluşturur (Hantusch ve ark., 2018). BAX ve BCL-2 ayrı ayrı etki gösterebilir ya da dimer oluşturmak için birbirleriyle etkileşime girebilirler. Bu proteinlerin seviyesi doğrudan apoptozun

düzenlenmesi ile ilgilidir: BAX arttığında, hücre apoptozu indükleneciktir, BCL-2 arttığında ise apoptoz inhibe etmiş olacaktır (Edlich, 2018). BAX genellikle sitoplazmada bulunur ancak apoptoz sırasında BAX, mitokondriyal membrana bağlanarak geçirgen bir membran oluşturarak mitokondriyal bir membran kanalı oluşturur (Hauseman ve ark., 2020). Apoptoz süreci, mitokondriyal membrana BAX insersiyonunu inhibe ederek veya doğrudan/ dolaylı olarak BAX kanallarının aktivitesini inhibe ederek sitokrom C salınımı ile regüle olur. Hücreler apoptoz sinyallerine yanıt verdiğinde, BAX mitokondri yüzeyinde yer değiştirir ve mitokondri zarının bütünlüğünü bozarak etki gösterir (Jeng ve ark., 2018). BAX aktivitesi esas olarak tümör P53 ve BCL-2 ailesinin diğer üyeleri tarafından sitoplazma birikim miktarının bağlı olarak değişkenlik gösterir. (Lee & Oh, 2021).

2.2.2. BAK

BAK, apoptotik sinyallerle aktive olan transmitokondriyal membran proteini olan bir diğer önemli apoptotik efektördür (Dai ve ark., 2011). BAK, BCL-2'nin BH1, BH2 ve BH3'ü ile yüksek homolojiye sahiptir (Jeng ve ark., 2018). Bu nedenle BAK, apoptoz sürecinde aktif rol oynayan önemli bir regülatör proteindir (Peña-Blanco & García-Sáez, 2018). BAK geni tarafından kodlanan BAK proteini doğrudan veya dolaylı olarak apoptozu teşvik edebilir. BAK tek başına BCL-2 ve BCL-XL'in apoptoz aktivitesini inhibe ederek apoptozu dolaylı olarak indükleyebilir (Imre, 2020; Chen ve ark., 2022). BAK, doğrudan apoptoz yolunu aktive edebilir (Flores-Romero ve ark., 2020; Luo ve ark., 2020; Zhang ve ark., 2020). Yapılan araştırma bulguları, BAK ekspresyonunun eksikliğinin mide, cilt, pankreas ve kolorektal kanserleri ile ilişkili olduğunu göstermiştir (Carberry ve ark., 2018; Jackson ve ark., 2000; Westphal & Kalthoff, 2003; Kondo ve ark., 2020).

2.2.3. BOK

BCL-2 ailesinin yüksek oranda korunmuş bir üyesidir ve çok domainli BCL-2 ailesinin üyeleriyle aynı dizilim ve yapıya sahiptir. BOK proteini, BAX ve BAK kadar kararlı değildir ve hücresele seviyesi endoplazmik retikulumla ilişkili degradasyon (ERAD) yolu tarafından düzenlenir (Schulman ve ark., 2019). İnsan BOK'u, BCL-2'de bir lösin sekansına sahip tek proteindir ve yüksek BOK ekspresyonu, mitokondri, ER ve golgi cisimciklerinde morfolojik değişiklikleri hızlandırır. Bu bulgu, BOK'un organel zarlarının şekillendirilmesinde önemli bir rol oynayabileceğini ve BH3 alanında nükleer çıkış sinyallerinin varlığını önermektedir (Schulman ve ark., 2019; Shalaby ve ark., 2020; Roufayel ve ark., 2022).

2.2.4. BCL-XS

BCL-XS, BCL-2 ailesinin pro-apoptotik bir üyesi ve BCL-2 ile BCL-XL'nin bir ters regülatörü olan BCL-X'in küçük bir fragmentli mRNA ürünüdür (González-García ve ark., 1994; Park ve ark., 2021). BH3, BH4 ve transmembran bölgeleri dahil olmak üzere mitokondride bulunur ve sitokrom C'nin serbest bırakılması yoluyla BH3'e bağlı bir şekilde apoptoz ve kaspaz aktivasyonu ile indüklenir. BH3 ve BH4 domainlerini ve bir transmembran bölgesini içerir. BCL-XS apoptozu ve sitokrom c salınımını içeren bir mekanizma ile kaspaz aktivasyonunu indükler (Zhang ve ark., 2020). Lindenboim ve ark. BAX'in tek başına apoptozu indükleyebileceğini ve apoptotik üyeler ve BCL-2'nin birden fazla alanında apoptotik cisimler içermeyen farelerden alınan embriyonik fibroblastları kullanarak apoptoz mekanizmasını tetikleyebileceğini ve BCL-XS tarafından indüklenen apoptotik mekanizmanın BAK'ın aktivasyonuna bağlı olduğunu bulmuşlardır (Lindenboim ve ark., 2005).

2.3. Yalnızca BH3 domainli proteinler

Yalnızca BH3 domainli proteinler sınıfına dahil olan BCL-2 ailesi üyeleri; BAD, BIM, BID ve PUMA'dır. Hücredeki apoptotik sinyallere verilen yanıtlardan en önemlisi BH3 domainli proteinler tarafından regüle olundadır. Apoptotik sinyaller dahilinde BH3 domainli proteinlerin ifadesi artar ve posttranslasyonel modifikasyonlar meydana gelir (Montero & Letai, 2018). İki önemli etki yoluna sahiptirler; BAX ve BAK'ı aktif hale getirebilir veya hayatta kalma proteinlerini aktive edip BAX ve BAK proteinlerini inhibe edebilir (Matthew-Onabanjo ve ark., 2020).

2.3.1. BAD

BAD geninin proapoptotik etkiye sahip bir proteindir. BAD ve BCL-2 arasındaki heterodimer oluşumu BCL-2'nin anti-apoptotik etkisinin inhibe eder (Luo ve ark., 2021). BAD geni aslında Ser112, Ser136 ve Ser155 rezidülerinin fosforillenmesiyle apoptozu indükler (Boac ve ark., 2019). BAD'nin yüksek ekspresyonu, tümör hücresi apoptozu ile yakından ilişkilidir. Bu nedenle, BAD ekspresyonunun teşvik edilmesi, tümör tedavisinde giderek daha fazla dikkat çekmiştir (Wu ve ark., 2020).

2.3.2. BIM

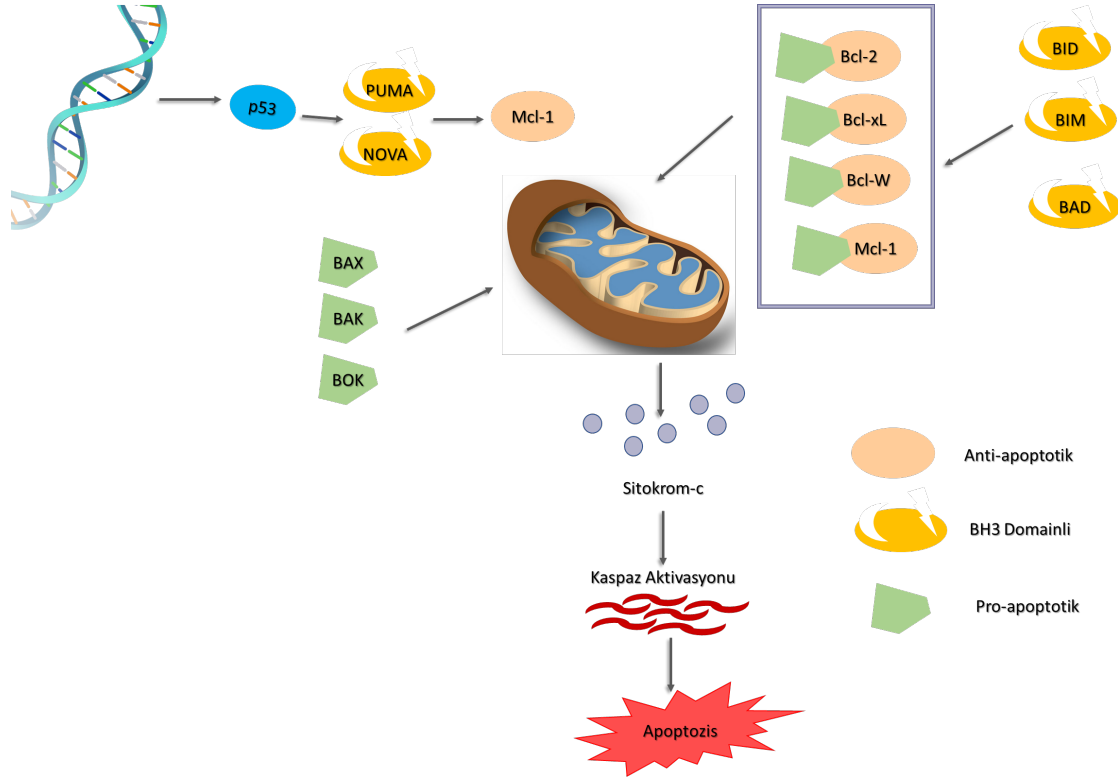
BIM proteini mikrotübüller veya diğer hayatta kalma yanlısı proteinlerle kompleks oluşturarak inaktif durumda bulunur (Westphal ve ark., 2011). BID proteini epitel hücrelerde, üreme hücrelerinde, hematopoietik hücrelerde, sinir hücrelerinde ve diğer normal doku hücrelerinde bulunur ve tümör oluşumunda ayrıca otoimmünitenin düzenlenmesinde çok önemli bir rol oynar (O'Reilly ve ark., 2000). BIM proteini, hücrel olarak uyarıldıktan sonra sitoplazmik protein kompleksinden ayrılır ve apoptozu indükler (Liu ve ark., 2019). Bunlara ek olarak BIM, hücre DNA hasarını indükleyerek ve ölüm sinyallerinin iletilmesinde önemli bir rol oynarlar. BIM gen ekspresyonunun artışı, tümör hücrelerinin apoptotik aktivitesini artırır (Matuszyk & Klopowska, 2020; Mei ve ark., 2020).

2.3.3. BID

BID proteininin biyolojik etkisi apoptozu indüklemek olan proapoptotik bir proteindir. Tam uzunluktaki BID, normal fizyolojik koşullar altında genellikle etkin değildir (Lim ve ark., 2021). BID aktivasyon yolu genellikle FAS/TNF-R1 ölüm reseptör sinyal yollarına yanıt olarak kaspaz 8 tarafından aktive edilir (Yin, 2000). BID'nin BH3 domaini, BCL-2 ve BCL-XL tarafından indüklenen hücre canlılığını azaltmak için BCL-2, BCL-XL ve BAX ile çalışır (Greaves ve ark., 2019). Normalde aktif BID sitoplazmada bulunur, ancak hücreler bölünmeye başladığında BID kesilir ve mitokondriye taşınır. BID proteininin neden olduğu mitokondriyal sitokrom C salımı, mitokondriyal geçirgenlik değiştirme kanallarından bağımsızdır. BID proteini genellikle BAX proteini ile çalışarak BAX'ın mitokondri ile füzyonunu hızlandırır, böylece BAX'ın yapısını değiştirir ve BAX'ın neden olduğu mitokondriyal hasarı artır (Lee ve ark., 2018; Hung ve ark., 2021).

2.3.4. PUMA

2001 yılında kolon kanseri hücrelerinde keşfedilen proapoptotik bir gen olan PUMA, BBC3 (BCL-2 bağlayıcı bileşen 3) olarak da adlandırılır, mitokondrinin dış zarında bulunur (Nakano & Vousden, 2001; Zheng ve ark., 2020). PUMA, apoptozu teşvik etmek için BCL-2/BCL-XL'nin (Sun ve ark., 2020) BH1, BH2 ve BH3'ü ile etkileşime girerek BCL-2 anti-apoptotik inhibitör etkisini ortadan kaldırır. Ayrıca doğrudan BAX/BAK üzerinde etki ederek hücreyi apoptoza yönlendirir (Li, 2021). Otofaji hücre ölümü, ökaryotlarda hücre ölümünün bir başka önemli biyolojik modudur. PUMA'nın BH3 domainin bağlanma işleviyle doğrudan mitokondriyal otofajiye katılabilir veya BAX/BAK tarafından seçici olarak PUMA'nın inaktif hale getirilmesiyle mitokondriyal otofajiyi indüklenebilir (Han ve ark., 2021; Li ve ark., 2021; Saha ve ark., 2021; Roufayel ve ark., 2022).



Şekil 1. Apoptotik moleküllerin düzenlenmesi (Qian ve ark., 2022).

2.4. BCL-2 ailesi proteinlerinin apoptozu düzenlemedeki mekanizması

Reaktif oksijen türleri (ROS), oksijen içeren reaktif kimyasallardır. ROS, normal oksijen metabolizmasının doğal bir yan ürünü olarak oluşur. Hücre sinyal yollarında ve homeostazda önemli rollere sahiptir (Bergamini ve ark., 2004; Lennicke & Cochemé, 2021). ROS, fizyolojik ve patolojik koşullar altında apoptozun indüklenmesinde önemli roller oynar (Simon ve ark., 2000). ROS tarafından indüklenen apoptotik mekanizmada mitokondriyal çift katmanlı zarın geçirgen gözenekleri (PT gözenekleri) açılır. Kalsiyum iyonları, sitokrom C ve apoptozu tetikleyen faktör AIF'yi serbest bırakır ve kaspaz aktivasyonu başlar (Orrenius, 2007).

Apoptozun üç ana yolu açıklığa kavuşturulmuştur. Bunlardan biri, TNF reseptör üst ailesindeki ölüm reseptörlerini bağlayarak aktive olan ve üç ana reseptör indükleyen alt apoptoz sinyal yolunu, yani CD95/CD95L, TNFR ve AP03L/TRAILR 'yi içeren ekzojen/ölüm reseptör yoludur. Bu yolların ortak özelliği, apoptoz sinyalinin başlatılmasının reseptörün ligant aracılığıyla oluşturulması ve ardından kaspaz kaskadının uyarılarak apoptozun aktif olmasıdır (Schneider & Tschopp, 2000; Guicciardi & Gores, 2009; Meng ve ark., 2020). Diğer apoptoz yolu, mitokondriden bağımsız yoldur. Ökaryotlarda enerji ve metabolizma merkezi olan mitokondri, hücre apoptoz sinyal iletiminin düzenlenmesinde de anahtar rol oynar (Xia ve ark., 2019). Mitokondriden sitokrom C'nin salınması apoptoz süreçteki en önemli adımdır. dATP varlığında, sitoplazmaya salınan sitokrom C, APAF-1'e bağlanarak bir polimer oluşturur. Kaspaz-9 APAF-1'e bağlanarak apoptotik cisimler oluşur ve kaspaz-9 aktive olur (Kalpage ve ark., 2019). Aktifleştirilmiş Kaspaz-9, kaspaz-3 gibi diğer kaspazları indükler ve böylece apoptoz başlatılmış olur. Üçüncü apoptoz yolu endoplazmik retikulum yolu olarak adlandırılır. Endoplazmik retikulum (ER), esas olarak hücre fonksiyonlarının dinamik dengesinin sağlanmasından sorumlu olan hücrelerde çok amaçlı bir organdır (Fernández ve ark., 2015). İç ortam değiştiğinde, ER homeostazının dengesizliğine neden olur ve böylece endoplazmik retikulum stresini (ERS) indükler. ERS'nin erken başlangıcı, hücre hayatta kalmasını desteklerken, uzun süreli ERS, apoptoz yollarının başlamasını tetikler. BCL-2'nin aşırı ekspresyonu, oksijensiz radikal üretimini ve lipid peroksit oluşumunu azaltır. BCL-2 proteini kalsiyum iyonlarının transmembran akışını azaltmaktadır bu da BCL-2'nin kalsiyum kanalları yoluyla apoptozu düzenlediğini düşündürür. Apoptotik faktörler endoplazmik retikuluma birikir ve Ca^{2+} salarak haberci kaspaz-12'yi aktive eder, aktive edilen kaspaz-12 sonrasında sırasıyla

kaspaz-9 ve kaspaz-3'ü aktive eder ve sonunda apoptoza yol açar. Yukarıdaki üç yol sonunda aynı noktada birleşir; yani, aktive edilmiş kaspaz 8, kaspaz 9 ve kaspaz 12, kaspaz 3'ü keser ve aktive eder, bu da sonuçta apoptoza yol açar (Jeong & Seol, 2008; Kim & Kim, 2018).

Apoptoz, doku homeostazında, özellikle hematopoietik kompartmanda çok önemli bir rol oynar ve DNA hasarı, tümör oluşumu veya otoimmün hastalıklara neden olmaktadır (Tsujimoto ve ark., 1985). BCL-2 protein ailesinin üyeleri arasındaki etkileşimler, stres altındaki hücrelerin hayatta kalıp kalamayacağını büyük ölçüde belirler. BCL-2 ailesinin dört ana işlevi vardır: inhibe edici etkiler (BCL-2, BCL-XL, BCL-W, BCL2-A1 ve MCL-1), aktivasyon (BIM ve PUMA), efektör (BAX ve BAK) ve sensitizasyon (NOXA). BCL-2 ve homologları hücrenin hayatta kalmasını desteklerken, diğer gruptaki proteinler apoptozu destekler (Suraweera ve ark., 2021). Memeli hücrelerinde, çoğu dış mitokondriyal zarın üzerinde bulunan ve dış mitokondriyal zarın geçirgenliğini düzenlerler. Yalnızca BH3 domaini içeren proteinler stres sinyallerini algılar ve iletebilir. Prosurvival proteinler kanser, otoimmünite ve viral enfeksiyonlar için çok önemli terapötik hedeflerdir (Kelly & Strasser, 2011).

2.5. BCL-2 ailesi proteinlerinin kanserlerin apoptozunu düzenlemedeki rolü

Apoptoz inhibisyonu, kanser proliferasyonunun ana nedenidir ve BCL-2 ailesi üyeleri, apoptozun düzenlenmesinde merkezi bir rol oynar. Kanserlerin onkogenezi genellikle BCL-2 ailesi proteinlerinin üyelerinin anormal ekspresyonu ile ilişkilidir. Göğüs kanseri, mide kanseri, prostat kanseri ve hepatoselüler karsinom dahil olmak üzere çeşitli kanserlerde BCL-2 proteininin ekspresyonunu dikkat çekmektedir. Açıkçası, birçok kanser hücresinde BCL-2 proteininin ekspresyon seviyesi önemli ölçüde artar. Ek olarak, yüksek antiapoptotik protein seviyesi, normal hücre apoptoz mekanizmasını da bozarak, tümör hücrelerini apoptotik sinyallere karşı duyarsız hale gelmesini, büyüme mekanizmasının indüklenerek aşırı büyümelerine neden olur (Qian ve ark., 2022).

2.5.1. BCL-2 ve mide kanseri

Mide kanseri, mide mukozasından köken alan kötü huylu bir tümördür (Adams & Cory, 2007). Ishida ve arkadaşları ilk kez deoksiniükleotit terminal transferaz aracılı (DUtP-biotin) terminal etiketleme teknolojisini kullanmış ve mide kanserli hastaların dokularında apoptozun var olduğunu bulmuşlardır. Apoptozun mide kanseri gelişimi ile çok önemli bir ilişkisi olduğunu ve kanser öncesi lezyonlardaki birçok hücrenin apoptoz geçirdiğini bulmuşlardır. Aslında, mide kanserinin ortaya çıkması sırasında, genel mide mukozasının apoptotik etkisi büyük ölçüde zayıflayacak, bu da kanser hücrelerinin hayatta kalmasına ve çok sayıda hücrenin birikmesine neden olacaktır (Ishida ve ark., 1996). Ek olarak, BCL-2'nin sadece apoptozu inhibe etmediğini, aynı zamanda tümör baskılayıcı genlerin bir antagonisti olarak da hareket ettiği gösterilmiştir. Bu genler mutasyona uğradığında, kaybolduğunda veya inaktive edildiğinde hücrelerde habis transformasyonu ve tümör oluşumu gözlenir. BCL-2 vücutta yüksek oranda ifade edildiğinde, kanser hücreleri tedavi sırasında ilaçlara veya kemoterapiye direnç gösterecek ve kanserin terapötik etkisini azaltacaktır. BCL-2, gastrik mukozanın anormal hiperplazisi mevcut olduğunda yüksek oranda eksprese edilir. BCL-2'nin ekspresyonu, mide kanserinin erken evresinde en yüksek seviyede, kanser gelişimi sırasında kademeli olarak azalmaktadır (Adams & Cory, 2007).

2.5.2. BCL-2 ve meme kanseri

Meme kanseri, meme bezi epitel hücrelerinin çeşitli kanserojen faktörlerin etkisi altında kontrol dışı çoğalma olgusudur ve dünya çapında kadınların yaşantısını, sağlığını ciddi şekilde tehlikeye atan kötü huylu bir tümördür. İnsidansı yıldan yıla artmaktadır ve daha genç yaşlarda görülme sıklığı artmaktadır. Veriler kadın malign tümörlerinin yaklaşık %25'ini oluşturduğunu göstermektedir (Xu ve ark., 2001). Meme kanserinin oldukça heterojen bir tümör olduğu ve hastalık evrimi sürecinde çok genli ve çok aşamalı gibi karmaşık biyolojik süreçler yaşandığı bilinmektedir (Ilkhomovna, 2021). Ek olarak, (Sun & Zhao, 2021), meme kanseri oluşumunun sadece bazı protoonkogenlerin ve tümör baskılayıcı genlerin mutasyonu, silinmesi veya aktivasyonu ile değil, aynı zamanda apoptozun inhibisyonu ile de ilişkili olduğunu bulmuşlardır. Aslında, hücre apoptozunda yer alan BCL-2 geni, meme kanseri oluşumu ve meme kanseri hücrelerinin çoğalması ile yakından ilişkilidir. BCL-2 geninin

sadece apoptozu inhibe edemediğini, aynı zamanda hücre döngüsünü uzattığını ve ardından tümör hücresi proliferasyonunu geciktirdiğini yapılan çalışmalarla gösterilmiştir. Bu nedenle, BCL-2 ekspresyonu azaldığında meme kanseri indüklenebilir (Raha ve ark., 2015).

2.5.3. BCL-2 ve lenfoma

Lenfoma, lenfatik hematopoietik sistemden köken alan ve apoptoz mekanizması ile karakterize malign bir tümördür (Sirotković-Skerlev ve ark., 2021). Lenfoma oluşumu sırasında B hücrelerinin apoptozdan kaçışını tetikleyen onkojen aktivasyonu, DNA hasarı ve oksijen ve sitokin eksikliği dahil olmak üzere çok çeşitli stres uyaranlarına maruz kalır. B-hücreli lenfomada BCL-2'nin yüksek ekspresyonu sorununun bulmuş ve anti-apoptotik BCL-2'yi inhibe etmek için bazı klinik yöntemler önererek, B-hücreli lenfomanın nasıl tedavi edileceğinin araştırılmasına olağanüstü katkılar sağlamıştır (Knittel ve ark., 2018)

2.5.4. BCL-2 ve prostat Kanseri

Prostat epitelinde meydana gelen prostat kanseri, erkeklerde en sık görülen malignitedir ve birçok Avrupa ülkesinde kansere bağlı ölümlerin ikinci sıradadır. Malign transformasyonun moleküler yolları ve prostat kanserinin indüklenmesi dikkat çekmektedir. Çeşitli onkogenlerdeki ve tümör baskılayıcı genlerdeki değişiklikler, sonunda proliferasyon ile programlanmış hücre ölümü arasında bir dengesizliğe yol açarak net tümör büyümesine ve tümör ilerlemesine yol açabilir. Örneğin, Bubendorf ve arkadaşları, prostat kanserinde BCL-2'nin aşırı ekspresyonunu tespit etmek için immünohistokimyasal yöntemler kullandılar. Yapılan çalışmalarda lenfositlerde, bazal hücrelerde ve periferik sinir dokusunda BCL-2'nin yüksek seviye ekspresyonu olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, BCL-2'nin aşırı ekspresyonu, prostat kanserinin ilerlemesini ve tümör hücrelerinin hayatta kalma oranını artırır (Bubendorf ve ark., 1996).

2.5.5. BCL-2 ve hepatoselüler karsinom

Hepatoselüler karsinom (HCC), dünyada kansere bağlı ikinci en büyük ölümdür. 5 yıllık sağ kalım oranı sadece %18'dir, yüksek mortalite, güçlü invazivlik, kemoterapi ilaçlarına düşük duyarlılık ve kolay direnç ile karakterizedir (Sia ve ark., 2017). Çalışmalar, BCL-2'nin HCC hastalarında yüksek oranda ekspresye edildiğini ve BCL-2 ailesinin HCC kemo-direnç mekanizmasında yer aldığını göstermiştir (Craig ve ark., 2020). BCL-2, hepatoselüler karsinom hücrelerinin apoptozu önleyebilir ve esas olarak Fas/FasL apoptoz yolunu bloke ederek ve BAX ile bir kompleks oluşturup tümör oluşumunu indükler. BCL-2 apoptozu inhibe eder ancak aşırı ekspresyonu ve fosforilasyonu hücre proliferasyonunun düzenlenmesine katılarak tümör oluşumunda ve çoklu ilaç direncinde son derece önemli bir rol oynar. Çalışmalar BCL-2'nin mRNA ve protein seviyelerinin HCC dokularında yukarı regüle edildiğini gösterir (Lohitesh ve ark., 2018).

2.5.6. BCL-2 ve akciğer kanseri

Akciğer kanseri, morbidite ve mortalitesi en hızlı artan, toplumun sağlığı ve yaşamı için en büyük tehdidi oluşturan kötü huylu tümörlerden biridir (Chen & Wu, 2020). Akciğer kanserinde BCL-2 ekspresyonu anormal ise, onarılamaz genetik değişikliklere sahip hücrelerin ölmesi ve hücre döngüsüne girmesi engellenir. Çeşitli genetik değişikliklerin birikmesi tümör oluşumuna yol açabilir (Zhou ve ark., 2019). BCL-2'nin aşırı ekspresyonu, akciğer kanseri erken gelişimine sebep olur. Hastalığın gelişmesiyle birlikte akciğer kanseri hücrelerinin büyüme hızı ve yayılma hızı artmaya devam ederek tedaviyi oldukça zorlaştırır. Ortaya çıkan kanıtlar, BCL-2 ekspresyon seviyesinin erken saptanmasının akciğer kanserli hastaların tedavisi için büyük önem taşıdığını ortaya koymaktadır. Martin ve arkadaşları, BCL-2 aile üyelerinin akciğer kanseri için prognostik göstergeler olarak kullanılabileceğini ve kanserin ileri tedavisine ve önlenmesine olağanüstü katkılar sağladığını bulmuşlardır (Martin ve ark., 2003). Ayrıca, Alam ve arkadaşları, EGFR yolunun küçük hücreli olmayan akciğer kanserinde (KHDAK) BAX/BCL-2 kaskadını regüle edebildiğini göstermişlerdir. EGFR'nin

inhibisyonu, apoptotik yolları aktive ederek apoptozu uyaran proapoptotik proteinlerin yukarı regülasyonu ile sonuçlanır (Alam ve ark., 2022).

3. Sonuç

BCL-2 protein ailesi üyeleri, apoptozun önemli düzenleyicilerini oluşturur. BCL-2 protein ailesinin pro-hayatta kalma veya pro-apoptotik üyelerinin ekspresyonundaki anormallikler, tümör gelişimini destekler ve habis hücreleri anti-kanser tedavisine dirençli hale getirebilir. Hayatta kalma yanlısı BCL-2 proteinlerini inhibe ederek apoptoz mekanizmasını doğrudan aktive edebilen BH3-domainli proteinler yeni kanser önleyici ilaçların geliştirilmesini sağlamıştır. Yapılan çalışmalar, MCL-1 veya BCL-XL'yi inhibe eden BH3-domainli proteinleri indükleyici ilaçlar için etkili ve tolere edilebilir tedavi programları geliştirmeyi, etkili ve güvenli kanser tedavisi elde etmek için bu ilaçlarla başka hangi anti-kanser ajanlarının birleştirilebileceğini keşfetmeyi amaçlamaktadır. Son birkaç on yılda, kanser tedavisi için BCL-2 inhibitörlerini bulmak için birçok araştırma yapıldı, ancak hala hücre düzeyinde kalan ve nadiren hayvan modelleri oluşturan bazı prospektif ilaçlar var. Bu alanda devam eden araştırmalar, apoptozu kontrol eden hücre ve moleküler hedefleri tanımlamaya, bunun klinik transkripsiyon potansiyelini keşfetmeyi amaçlamaktadır.

Kaynakça

- Adams, J. M., & Cory, S. (2007). Bcl-2-regulated apoptosis: mechanism and therapeutic potential. *Current Opinion in Immunology*, 19(5), 488-496. doi:10.1016/j.coi.2007.05.004
- Alam, M., Alam, S., Shamsi, A., Adnan, M., Elsbali, A. M., Abu Al-Soud, W., ... & Hassan, I. (2022). Bax/Bcl-2 cascade is regulated by EGFR pathway: Therapeutic targeting of non-small cell lung cancer. *Frontiers in Oncology*, 12, 869672. doi:10.3389/fonc.2022.869672
- Arbab, I. A., Looi, C. Y., Abdul, A. B., Cheah, F. K., Wong, W. F., Sukari, M. A., ... & Ibrahim Abdelwahab, S. (2012). Dentatin induces apoptosis in prostate cancer cells via Bcl-2, Bcl-xL, Survivin downregulation, caspase-9,-3/7 activation, and NF-κB inhibition. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2012, 856029. doi:10.1155/2012/856029
- Ayllón, V., Cayla, X., García, A., Fleischer, A., & Rebollo, A. (2002). The anti-apoptotic molecules Bcl-xL and Bcl-w target protein phosphatase 1α to Bad. *European Journal of Immunology*, 32(7), 1847-18. doi:10.1002/1521-4141(200207)32:7%3C1847::AID-IMMU1847%3E3.0.CO;2-7
- Bergamini, C. M., Gambetti, S., Dondi, A., & Cervellati, C. (2004). Oxygen, reactive oxygen species and tissue damage. *Current Pharmaceutical Design*, 10(14), 1611-1626. doi:10.2174/1381612043384664
- Bessou, M., Lopez, J., Gadet, R., Deygas, M., Popgeorgiev, N., Poncet, D., ... & Gillet, G. (2020). The apoptosis inhibitor Bcl-xL controls breast cancer cell migration through mitochondria-dependent reactive oxygen species production. *Oncogene*, 39(15), 3056-3074. doi:10.1038/s41388-020-1212-9
- Boac, B. M., Abbasi, F., Ismail-Khan, R., Xiong, Y., Siddique, A., Park, H., ... & Marchion, D. C. (2019). Expression of the BAD pathway is a marker of triple-negative status and poor outcome. *Scientific Reports*, 9(1), 1-14. doi:10.1038/s41598-019-53695-0
- Bubendorf, L., Sauter, G., Moch, H., Jordan, P., Blöchliger, A., Gasser, T. C., & Mihatsch, M. J. (1996). Prognostic significance of Bcl-2 in clinically localized prostate cancer. *The American Journal of Pathology*, 148(5), 1557.
- Carberry, S., D'Orsi, B., Monsefi, N., Salvucci, M., Bacon, O., Fay, J., ... & Prehn, J. H. (2018). The BAX/BAK-like protein BOK is a prognostic marker in colorectal cancer. *Cell Death & Disease*, 9(2), 1-10. doi:10.1038/s41419-017-0140-2
- Carneiro, B. A., & El-Deiry, W. S. (2020). Targeting apoptosis in cancer therapy. *Nature Reviews Clinical Oncology*, 17(7), 395-417. doi:10.1038/s41571-020-0341-y
- Caro-Gómez, L. A., Rosas-Trigueros, J. L., Mixcoha, E., Vique-Sánchez, J. L., Gasperin-Sánchez, H., Benítez-Cardoza, C. G., & Zamorano-Carrillo, A. (2019). Exploring the conformational space of Bcl-2 protein variants: dynamic contributions of the flexible loop domain and transmembrane region. *Molecules*, 24(21), 3896. doi:10.3390/molecules24213896

- Chen, S., & Wu, S. (2020). Identifying lung cancer risk factors in the elderly using deep neural networks: quantitative analysis of web-based survey data. *Journal of Medical Internet Research*, 22(3), e17695. doi:10.2196/17695
- Chen, P. H., Hsueh, T. C., Wu, J. L., & Hong, J. R. (2022). Infectious spleen and kidney necrosis virus (ISKNV) triggers mitochondria-mediated dynamic interaction signals via an imbalance of Bax/Bak over Bcl-2/Bcl-xL in fish cells. *Viruses*, 14(5), 922. doi:10.3390/v14050922
- Choi, J., Choi, K., Benveniste, E. N., Hong, Y. S., Lee, J. H., Kim, J., & Park, K. (2005). Bcl-2 promotes invasion and lung metastasis by inducing matrix metalloproteinase-2. *Cancer Research*, 65(13), 5554-5560. doi:10.1158/0008-5472.can-04-4570
- Craig, A. J., Von Felden, J., Garcia-Lezana, T., Sarcognato, S., & Villanueva, A. (2020). Tumour evolution in hepatocellular carcinoma. *Nature Reviews Gastroenterology & Hepatology*, 17(3), 139-152. doi:10.1038/s41575-019-0229-4
- Czabotar, P. E., Lessene, G., Strasser, A., & Adams, J. M. (2014). Control of apoptosis by the BCL-2 protein family: implications for physiology and therapy. *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, 15(1), 49-63. doi:10.1038/nrm3722
- Dadsena, S., Jenner, A., & García-Sáez, A. J. (2021). Mitochondrial outer membrane permeabilization at the single molecule level. *Cellular and Molecular Life Sciences*, 78(8), 3777-3790. doi:10.1007/s00018-021-03771-4
- Dai, H., Smith, A., Meng, X. W., Schneider, P. A., Pang, Y. P., & Kaufmann, S. H. (2011). Transient binding of an activator BH3 domain to the Bak BH3-binding groove initiates Bak oligomerization. *Journal of Cell Biology*, 194(1), 39-48. doi:10.1083%2Fjcb.201102027
- Dai, H., Meng, W., & Kaufmann, S. (2016). BCL2 family, mitochondrial apoptosis, and beyond. *Cancer Translational Medicine*, 2(1), 7-20.
- Edlich, F. (2018). BCL-2 proteins and apoptosis: Recent insights and unknowns. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 500(1), 26-34. doi:10.1016/j.bbrc.2017.06.190
- Feng, X., Yan, Z., Zhou, F., Lou, J., Lyu, X., Ren, X., ... & Zhao, Y. (2022). Discovery of a selective and covalent small-molecule inhibitor of BFL-1 protein that induces robust apoptosis in cancer cells. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 236, 114327. doi:10.1016/j.ejmech.2022.114327
- Fernández, A., Ordóñez, R., Reiter, R. J., González-Gallego, J., & Mauriz, J. L. (2015). Melatonin and endoplasmic reticulum stress: relation to autophagy and apoptosis. *Journal of Pineal Research*, 59(3), 292-307. doi:10.1111/jpi.12264
- Flores-Romero, H., Ros, U., & Garcia-Saez, A. J. (2020). Pore formation in regulated cell death. *The EMBO Journal*, 39(23), e105753. doi:10.15252/embj.2020105753
- Gabellini, C., Trisciuglio, D., & Del Bufalo, D. (2017). Non-canonical roles of Bcl-2 and Bcl-xL proteins: relevance of BH4 domain. *Carcinogenesis*, 38(6), 579-587. doi:10.1093/carcin/bgx016
- Gong, J., Zhang, J. P., Li, B., Zeng, C., You, K., Chen, M. X., ... & Zhuang, S. M. (2013). MicroRNA-125b promotes apoptosis by regulating the expression of Mcl-1, Bcl-w and IL-6R. *Oncogene*, 32(25), 3071-3079. doi:10.1038/onc.2012.318
- González-García, M., Pérez-Ballester, R., Ding, L., Duan, L., Boise, L. H., Thompson, C. B., & Nunez, G. (1994). bcl-XL is the major bcl-x mRNA form expressed during murine development and its product localizes to mitochondria. *Development*, 120(10), 3033-3042. doi:10.1242/dev.120.10.3033
- Greaves, G., Milani, M., Butterworth, M., Carter, R. J., Byrne, D. P., Evers, P. A., ... & Varadarajan, S. (2019). BH3-only proteins are dispensable for apoptosis induced by pharmacological inhibition of both MCL-1 and BCL-XL. *Cell Death & Differentiation*, 26(6), 1037-1047. doi:10.1038/s41418-018-0183-7
- Green, D. R. (2018). *Cell Death. Apoptosis and Other Means to an End*. New York, NY, USA: Cold Spring Harbor Laboratory Press.
- Guicciardi, M. E., & Gores, G. J. (2009). Life and death by death receptors. *The FASEB Journal*, 23(6), 1625-1637. doi:10.1096/fj.08-111005
- Han, C. W., Lee, H. N., Jeong, M. S., Park, S. Y., & Jang, S. B. (2021). Structural basis of the p53 DNA binding domain and PUMA complex. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 548, 39-46. doi:10.1016/j.bbrc.2021.02.049

- Hantusch, A., Das, K. K., García-Sáez, A. J., Brunner, T., & Rehm, M. (2018). Bax retrotranslocation potentiates Bcl-xL's antiapoptotic activity and is essential for switch-like transitions between MOMP competency and resistance. *Cell Death & Disease*, 9(4), 1-13. doi:10.1038/s41419-018-0464-6
- Hartman, M. L., & Czyz, M. (2020). BCL-w: apoptotic and non-apoptotic role in health and disease. *Cell Death & Disease*, 11(4), 1-16. doi:10.1038/s41419-020-2417-0
- Harvey, E. P., Hauseman, Z. J., Cohen, D. T., Rettenmaier, T. J., Lee, S., Huhn, A. J., ... & Walensky, L. D. (2020). Identification of a covalent molecular inhibitor of anti-apoptotic BFL-1 by disulfide tethering. *Cell Chemical Biology*, 27(6), 647-656. doi:10.1016/j.chembiol.2020.04.004
- Hauseman, Z. J., Harvey, E. P., Newman, C. E., Wales, T. E., Bucci, J. C., Mintseris, J., ... & Walensky, L. D. (2020). Homogeneous oligomers of pro-apoptotic BAX reveal structural determinants of mitochondrial membrane permeabilization. *Molecular Cell*, 79(1), 68-83. doi:10.1016/j.molcel.2020.05.029
- Hung, C. L., Chang, H. H., Lee, S. W., & Chiang, Y. W. (2021). Stepwise activation of the pro-apoptotic protein Bid at mitochondrial membranes. *Cell Death & Differentiation*, 28(6), 1910-1925. doi:10.1038/s41418-020-00716-5
- Ilkhomovna, K. D. (2021). Morphological features of tumor in different treatment options for patients with locally advanced breast cancer. *International Journal of Innovative Analyses and Emerging Technology*, 1(2), 4-5.
- Imre, G. (2020). Cell death signalling in virus infection. *Cellular Signalling*, 76, 109772. doi:10.1016/j.cellsig.2020.109772
- Ishida, M., Gomyo, Y., Tatebe, S., Ohfuji, S., & Ito, H. (1996). Apoptosis in human gastric mucosa, chronic gastritis, dysplasia and carcinoma: analysis by terminal deoxynucleotidyl transferase-mediated dUTP-biotin nick end labelling. *Virchows Archiv*, 428(4), 229-235. doi:10.1007/bf00196695
- Jackson, S., Harwood, C., Thomas, M., Banks, L., & Storey, A. (2000). Role of Bak in UV-induced apoptosis in skin cancer and abrogation by HPV E6 proteins. *Genes & Development*, 14(23), 3065-3073. doi:10.1101/2Fgad.182100
- Jeng, P. S., Inoue-Yamauchi, A., Hsieh, J. J., & Cheng, E. H. (2018). BH3-dependent and independent activation of BAX and BAK in mitochondrial apoptosis. *Current Opinion in Physiology*, 3, 71-81. doi:10.1016/j.cophys.2018.03.005
- Jeong, S. Y., & Seol, D. W. (2008). The role of mitochondria in apoptosis. *BMB Reports*, 41(1), 11-22. doi:10.5483/bmbrep.2008.41.1.011
- Kaloni, D., Diepstraten, S. T., Strasser, A., & Kelly, G. L. (2022). BCL-2 protein family: Attractive targets for cancer therapy. *Apoptosis*, 28, 20-38. doi:10.1007/s10495-022-01780-7
- Kalpage, H. A., Bazylanska, V., Recanati, M. A., Fite, A., Liu, J., Wan, J., ... & Huttemann, M. (2019). Tissue-specific regulation of cytochrome c by post-translational modifications: respiration, the mitochondrial membrane potential, ROS, and apoptosis. *The FASEB Journal*, 33(2), 1540-1553. doi:10.1096/fj.201801417r
- Kathania, M., Raje, C. I., Raje, M., Dutta, R. K., & Majumdar, S. (2011). Bfl-1/A1 acts as a negative regulator of autophagy in mycobacteria infected macrophages. *The International Journal of Biochemistry & Cell Biology*, 43(4), 573-585. doi:10.1016/j.biocel.2010.12.014
- Kelly, P. N., & Strasser, A. (2011). The role of Bcl-2 and its pro-survival relatives in tumorigenesis and cancer therapy. *Cell Death & Differentiation*, 18(9), 1414-1424. doi:10.1038/cdd.2011.17
- Kim, C., & Kim, B. (2018). Anti-cancer natural products and their bioactive compounds inducing ER stress-mediated apoptosis: A review. *Nutrients*, 10(8), 1021. doi:10.3390/nu10081021
- Knittel, G., Rehkämper, T., Nieper, P., Schmitt, A., Flümman, R., & Reinhardt, H. C. (2018). DNA damage pathways and B-cell lymphomagenesis. *Current Opinion in Hematology*, 25(4), 315-322. doi:10.1097/moh.0000000000000433
- Kondo, S., Shinomura, Y., Miyazaki, Y., Kiyohara, T., Tsutsui, S., Kitamura, S., ... & Matsuzawa, Y. (2000). Mutations of the bak gene in human gastric and colorectal cancers. *Cancer Research*, 60(16), 4328-4330.

- Lalier, L., Cartron, P. F., Juin, P., Nedelkina, S., Manon, S., Bechinger, B., & Vallette, F. M. (2007). Bax activation and mitochondrial insertion during apoptosis. *Apoptosis*, 12(5), 887-896. doi:10.1007/s10495-007-0749-1
- Lee, E. F., & Fairlie, W. D. (2019). The structural biology of Bcl-xL. *International Journal of Molecular Sciences*, 20(9), 2234. doi:10.3390/ijms20092234
- Lee, H. Y., & Oh, S. H. (2021). Autophagy-mediated cytoplasmic accumulation of p53 leads to apoptosis through DRAM-BAX in cadmium-exposed human proximal tubular cells. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 534, 128-133. doi:10.1016/j.bbrc.2020.12.019
- Lee, Y. S., Lee, D. H., Choudry, H. A., Bartlett, D. L., & Lee, Y. J. (2018). Ferroptosis-induced endoplasmic reticulum stress: cross-talk between ferroptosis and apoptosis. *Molecular Cancer Research*, 16(7), 1073-1076. doi:10.1158/1541-7786.MCR-18-0055
- Lennicke, C., & Cochemé, H. M. (2021). Redox metabolism: ROS as specific molecular regulators of cell signaling and function. *Molecular Cell*, 81(18), 3691-3707. doi:10.1016/j.molcel.2021.08.018
- Li, M. (2021). The role of P53 up-regulated modulator of apoptosis (PUMA) in ovarian development, cardiovascular and neurodegenerative diseases. *Apoptosis*, 26(5), 235-247. doi:10.1007/s10495-021-01667-z
- Li, W., He, P., Huang, Y., Li, Y. F., Lu, J., Li, M., ... & Feng, D. (2021). Selective autophagy of intracellular organelles: recent research advances. *Theranostics*, 11(1), 222. doi:10.7150/thno.49860
- Lim, Y., De Bellis, D., Sandow, J. J., Capalbo, L., D'Avino, P. P., Murphy, J. M., ... & Kumar, S. (2021). Phosphorylation by Aurora B kinase regulates caspase-2 activity and function. *Cell Death & Differentiation*, 28(1), 349-366. doi:10.1038/s41418-020-00604-y
- Lindenboim, L., Kringel, S., Braun, T., Borner, C., & Stein, R. (2005). Bak but not Bax is essential for Bcl-xS-induced apoptosis. *Cell Death & Differentiation*, 12(7), 713-723. doi:10.1038/sj.cdd.4401638
- Liu, Q., Osterlund, E. J., Chi, X., Pogmore, J., Leber, B., & Andrews, D. W. (2019). Bim escapes displacement by BH3-mimetic anti-cancer drugs by double-bolt locking both Bcl-XL and Bcl-2. *Elife*, 8, e37689. doi:10.7554/elife.37689
- Liu, N., Wang, D., Lian, C., Zhao, R., Tu, L., Zhang, Y., ... & Li, Z. (2021). Selective covalent targeting of anti-apoptotic BFL-1 by a sulfonium-tethered peptide. *ChemBioChem*, 22(2), 340-344. doi:10.1002/cbic.202000473
- Lohitesh, K., Chowdhury, R., & Mukherjee, S. (2018). Resistance a major hindrance to chemotherapy in hepatocellular carcinoma: an insight. *Cancer Cell International*, 18(1), 1-15. doi:10.1186/s12935-018-0538-7
- Luna-Vargas, M. P., & Chipuk, J. E. (2016). The deadly landscape of pro-apoptotic BCL-2 proteins in the outer mitochondrial membrane. *The FEBS Journal*, 283(14), 2676-2689. doi:10.1111/febs.13624
- Luo, X., O'Neill, K. L., & Huang, K. (2020). The third model of Bax/Bak activation: a Bcl-2 family feud finally resolved?. *F1000Research*, 9. doi:10.12688/f1000research.25607.1
- Luo, Y., Wu, Y., Huang, H., Yi, N., & Chen, Y. (2021). Emerging role of BAD and DAD1 as potential targets and biomarkers in cancer. *Oncology Letters*, 22(6), 1-13. doi:10.3892/ol.2021.13072
- Martin, B., Paesmans, M., Berghmans, T., Branle, F., Ghisdal, L., Mascaux, C., ... & Sculier, J. P. (2003). Role of Bcl-2 as a prognostic factor for survival in lung cancer: a systematic review of the literature with meta-analysis. *British Journal of Cancer*, 89(1), 55-64. doi:10.1038/sj.bjc.6601095
- Matthew-Onabanjo, A. N., Janusis, J., Mercado-Matos, J., Carlisle, A. E., Kim, D., Levine, F., ... & Shaw, L. M. (2020). Beclin 1 promotes endosome recruitment of hepatocyte growth factor tyrosine kinase substrate to suppress tumor proliferation. *Cancer Research*, 80(2), 249-262. doi:10.1158/0008-5472.can-19-1555
- Matuszyk, J., & Kłopotowska, D. (2020). miR-125b lowers sensitivity to apoptosis following mitotic arrest: Implications for breast cancer therapy. *Journal of Cellular Physiology*, 235(10), 6335-6344. doi:10.1002/jcp.29610

- Mei, A. H. C., Tung, K., Han, J., Perumal, D., Laganà, A., Keats, J., ... & Cho, H. J. (2020). MAGE-A inhibit apoptosis and promote proliferation in multiple myeloma through regulation of BIM and p21Cip1. *Oncotarget*, 11(7), 727. doi:10.18632/oncotarget.27488
- Meinhardt, A. L., Munkhbaatar, E., Höckendorf, U., Dietzen, M., Dechant, M., Anton, M., ... & Jost, P. J. (2022). The BCL-2 family member BOK promotes KRAS-driven lung cancer progression in a p53-dependent manner. *Oncogene*, 41(9), 1376-1382. doi:10.1038/s41388-021-02161-1
- Meng, X., Zhang, J., Wu, H., Yu, D., & Fang, X. (2020). Akkermansia muciniphila aspartic protease Amuc_1434* inhibits human colorectal cancer LS174T cell viability via TRAIL-mediated apoptosis pathway. *International Journal of Molecular Sciences*, 21(9), 3385. doi:10.3390/ijms21093385
- Montero, J., & Letai, A. (2018). Why do BCL-2 inhibitors work and where should we use them in the clinic?. *Cell Death & Differentiation*, 25(1), 56-64. doi:10.1038/cdd.2017.183
- Nakano, K., & Vousden, K. H. (2001). PUMA, a novel proapoptotic gene, is induced by p53. *Molecular Cell*, 7(3), 683-694. doi:10.1016/S1097-2765(01)00214-3
- Nazeri, M., Mirzaie-Asl, A., Saidijam, M., & Moradi, M. (2020). Methanolic extract of Artemisia absinthium prompts apoptosis, enhancing expression of Bax/Bcl-2 ratio, cell cycle arrest, caspase-3 activation and mitochondrial membrane potential destruction in human colorectal cancer HCT-116 cells. *Molecular Biology Reports*, 47(11), 8831-8840. doi:10.1007/s11033-020-05933-2
- O'Connor, L., Strasser, A., O'Reilly, L. A., Hausmann, G., Adams, J. M., Cory, S., & Huang, D. C. (1998). Bim: a novel member of the Bcl-2 family that promotes apoptosis. *The EMBO Journal*, 17(2), 384-395. doi:10.1093/emboj/17.2.384
- O'Reilly, L. A., Cullen, L., Visvader, J., Lindeman, G. J., Print, C., Bath, M. L., ... & Strasser, A. (2000). The proapoptotic BH3-only protein bim is expressed in hematopoietic, epithelial, neuronal, and germ cells. *The American Journal of Pathology*, 157(2), 449-461. doi:10.1016%2FS0002-9440(10)64557-9
- O'Reilly, L. A., Hausmann, G., Moriishi, K., Cory, S., Huang, D. C. S., & Strasser, A. (2001). Tissue expression and subcellular localization of the pro-survival molecule Bcl-w. *Cell Death & Differentiation*, 8(5), 486-494. doi:10.1038/sj.cdd.4400835
- Orrenius, S. (2007). Reactive oxygen species in mitochondria-mediated cell death. *Drug Metabolism Reviews*, 39(2-3), 443-455. doi:10.1080/03602530701468516
- Park, H. A., Broman, K., & Jonas, E. A. (2021). Oxidative stress battles neuronal Bcl-xL in a fight to the death. *Neural Regeneration Research*, 16(1), 12. doi:10.4103%2F1673-5374.286946
- Peña-Blanco, A., & García-Sáez, A. J. (2018). Bax, Bak and beyond—mitochondrial performance in apoptosis. *The FEBS Journal*, 285(3), 416-431. doi:10.1111/febs.14186
- Petros, A. M., Olejniczak, E. T., & Fesik, S. W. (2004). Structural biology of the Bcl-2 family of proteins. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Molecular Cell Research*, 1644(2-3), 83-94. doi:10.1016/j.bbamcr.2003.08.012
- Pinton, P., Ferrari, D., Magalhães, P., Schulze-Osthoff, K., Di Virgilio, F., Pozzan, T., & Rizzuto, R. (2000). Reduced loading of intracellular Ca²⁺ stores and downregulation of capacitative Ca²⁺ influx in Bcl-2-overexpressing cells. *The Journal of Cell Biology*, 148(5), 857-862. doi:10.1083%2Fjcb.148.5.857
- Qian, S., Wei, Z., Yang, W., Huang, J., Yang, Y., & Wang, J. (2022). The role of BCL-2 family proteins in regulating apoptosis and cancer therapy. *Frontiers in Oncology*, 12, 985363. doi:10.3389/fonc.2022.985363
- Raha, P., Thomas, S., Thurn, K. T., Park, J., & Munster, P. N. (2015). Combined histone deacetylase inhibition and tamoxifen induces apoptosis in tamoxifen-resistant breast cancer models, by reversing Bcl-2 overexpression. *Breast Cancer Research*, 17(1), 1-16. doi:10.1186%2Fs13058-015-0533-z
- Roufayel, R., Younes, K., Al-Sabi, A., & Murshid, N. (2022). BH3-only proteins Noxa and Puma are key regulators of induced apoptosis. *Life*, 12(2), 256. doi:10.3390%2Flife12020256
- Saha, A., Saleem, S., Paidi, R. K., & Biswas, S. C. (2021). BH3-only proteins Puma and Beclin1 regulate autophagic death in neurons in response to Amyloid-β. *Cell Death Discovery*, 7(1), 1-13. doi:10.1038/s41420-021-00748-x

- Schneider, P., & Tschopp, J. (2000). Apoptosis induced by death receptors. *Pharmacochimistry library*, 31, 281-286.
- Shalaby, R., Flores-Romero, H., & García-Sáez, A. J. (2020). The mysteries around the BCL-2 family member BOK. *Biomolecules*, 10(12), 1638.
- Schulman, J. J., Szczesniak, L. M., Bunker, E. N., Nelson, H. A., Roe, M. W., Wagner, L. E., ... & Wojcikiewicz, R. J. (2019). Bok regulates mitochondrial fusion and morphology. *Cell Death & Differentiation*, 26(12), 2682-2694.
- Sia, D., Villanueva, A., Friedman, S. L., & Llovet, J. M. (2017). Liver cancer cell of origin, molecular class, and effects on patient prognosis. *Gastroenterology*, 152(4), 745-761.
- Siddiqui, W. A., Ahad, A., & Ahsan, H. (2015). The mystery of BCL2 family: Bcl-2 proteins and apoptosis: an update. *Archives of toxicology*, 89(3), 289-317.
- Simon, H. U., Haj-Yehia, A., & Levi-Schaffer, F. (2000). Role of reactive oxygen species (ROS) in apoptosis induction. *Apoptosis*, 5(5), 415-418.
- Sirotković-Skerlev, M., Plavetić, N. D., Sedlić, F., Kuna, S. K., Vrbanec, D., Belev, B., ... & Kulić, A. (2021). Prognostic value of circulating Bcl-2 and anti-p53 antibodies in patients with breast cancer: A long term follow-up (17.5 years). *Cancer Biomarkers*, 30(1), 95-104.
- Sun, B., & Zhao, H. (2021). The bioinformatics analysis of R10X2 gene in lung adenocarcinoma and squamous cell carcinoma. *Plos one*, 16(12), e0259447.
- Sun, Y. L., Jiang, W. Q., Luo, Q. Y., Yang, D. J., Cai, Y. C., Huang, H. Q., & Sun, J. (2020). A novel Bcl-2 inhibitor, BM-1197, induces apoptosis in malignant lymphoma cells through the endogenous apoptotic pathway. *BMC cancer*, 20(1), 1-12.
- Suraweera, C. D., Hinds, M. G., & Kvensakul, M. (2021). Structural investigation of orf virus bcl-2 homolog orfv125 interactions with bh3-motifs from bh3-only proteins puma and hrk. *Viruses*, 13(7), 1374.
- Tilokani, L., Nagashima, S., Paupe, V., & Prudent, J. (2018). Mitochondrial dynamics: overview of molecular mechanisms. *Essays in biochemistry*, 62(3), 341-360.
- Tsujimoto, Y., Cossman, J., Jaffe, E., & Croce, C. M. (1985). Involvement of the bcl-2 gene in human follicular lymphoma. *Science*, 228(4706), 1440-1443.
- Wu, W., Yang, B., Qiao, Y., Zhou, Q., He, H., & He, M. (2020). Kaempferol protects mitochondria and alleviates damages against endotheliotoxicity induced by doxorubicin. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 126, 110040.
- Westphal, D., Dewson, G., Czabotar, P. E., & Kluck, R. M. (2011). Molecular biology of Bax and Bak activation and action. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Molecular Cell Research*, 1813(4), 521-531.
- Westphal, S., & Kalthoff, H. (2003). Apoptosis: targets in pancreatic cancer. *Molecular cancer*, 2(1), 1-14.
- Xia, M., Zhang, Y., Jin, K., Lu, Z., Zeng, Z., & Xiong, W. (2019). Communication between mitochondria and other organelles: a brand-new perspective on mitochondria in cancer. *Cell & Bioscience*, 9(1), 1-19.
- Xu, A. G., Li, S. G., Liu, J. H., & Gan, A. H. (2001). Function of apoptosis and expression of the proteins Bcl-2, p53 and C-myc in the development of gastric cancer. *World Journal of gastroenterology*, 7(3), 403.
- Yamaguchi, R., Lartigue, L., & Perkins, G. (2019). Targeting Mcl-1 and other Bcl-2 family member proteins in cancer therapy. *Pharmacology & therapeutics*, 195, 13-20.
- Yin, X. M. (2000). Bid, a critical mediator for apoptosis induced by the activation of Fas/TNF-R1 death receptors in hepatocytes. *Journal of molecular medicine*, 78(4), 203-211.
- Youle, R. J., & Strasser, A. (2008). The BCL-2 protein family: opposing activities that mediate cell death. *Nature reviews Molecular cell biology*, 9(1), 47-59.
- Zhang, H., Holzgreve, W., & De Geyter, C. (2000). Evolutionarily conserved Bok proteins in the Bcl-2 family. *FEBS letters*, 480(2-3), 311-313.
- Zhang, Z., Guo, M., Liu, Y., Liu, P., Cao, X., Xu, Y., & Zhu, X. (2020). RNPS1 inhibition aggravates ischemic brain injury and promotes neuronal death. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 523(1), 39-45.
- Zheng, C., Liu, T., Liu, H., & Wang, J. (2020). Role of BCL-2 family proteins in apoptosis and its regulation by nutrients. *Current Protein and Peptide Science*, 21(8), 799-806.

- Zhou, X., Ouyang, S., Li, J., Huang, X., Ai, X., Zeng, Y., ... & Cai, M. (2019). The novel non-immunological role and underlying mechanisms of B7-H3 in tumorigenesis. *Journal of Cellular Physiology*, 234(12), 21785-21795.
- Zhu, P. J., Yu, Z. Z., You, Q. D., & Jiang, Z. Y. (2020). Myeloid cell leukemin-1 inhibitors: A growing arsenal for cancer therapy. *Drug discovery today*, 25(10), 1873-1882.

