



e-ISSN: 2149-3367

e-ISSN: 2149-3367

CİLT / VOLUME: XXIV

SAYI / NUMBER: 2

NİSAN / APRIL 2024

FEN BİLİMLERİ DERGİSİ

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

Afyon Kocatepe Üniversitesi FEN ve MÜHENDİSLİK BİLİMLERİ DERGİSİ

Afyon Kocatepe University
Journal of Science and
Engineering



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

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

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

*Afyon Kocatepe University
Journal of Science and Engineering*

Cilt / Volume 24
Sayı / Number 2

e – ISSN: 2149-3367

NİSAN 2024

APRIL 2024

Dergi Hakkında

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

Eski adıyla “Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi”, 1999 yılında yılda 2 sayı olarak Türkçe ve İngilizce makalelerle yayın hayatına başlamıştır. Ocak 2013’ten itibaren isim değiştirerek “Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi” olarak yayın hayatına devam etmiştir. Makale değerlendirme sürecinin şeffaflaştırılması ve optimizasyonu için Şubat 2013 itibarıyla çevrimiçi makale değerlendirme ve takip sistemi uygulamaya alınmıştır. Ocak 2015 itibaren yazarların başvuru işlemlerinin kolaylaştırılması, değerlendirme sürecindeki çalışmaların olabildiğince şeffaf takip edebilmesi, yazar ve editöryal ekip arasındaki iletişimin daha etkin kullanılabilmesi, yayımlanma sürecindeki düzenleme işlemlerinin kolaylaştırılması, okuyucuların yayımlanan makalelere daha kolay ulaşma imkânları gibi avantajlar sağlayan elektronik dergi (e-ISSN: 2149-3367) olarak yayımlanmaktadır. 2015 yılından itibaren yayımlanan sayılarla birlikte TRDizin’de (TÜBİTAK-ULAKBİM) indekslenerek mühendislik ve temel bilimler konularında makaleler yayımlamaya devam etmektedir. Ocak 2020 yılından itibaren AKÜ FEMÜBİD yılda 6 sayı (Şubat, Nisan, Haziran, Ağustos, Ekim ve Aralık) olarak Türkçe ve İngilizce makaleleri Dergi Park aracılığıyla online olarak kabul etmektedir.

Makale göndermek isteyen yazarlarımız, dergi internet sayfamızdan (<https://dergipark.org.tr/tr/pub/akufemubid>) kayıt yaptırarak, özgün bilimsel araştırma makalelerini çevrimiçi olarak gönderebilir ve süreci takip edebilirler. Dergimize yayımlanmak üzere başvurusu yapılan makaleler Dergi Park arayüzü ile en az iki hakem (çift taraflı kör hakemlik sistemi) tarafından değerlendirilmektedir. Yazıları değerlendiren hakemlerin adları yazarlara bildirilmez. Hakemler de yazarların adlarını göremez.

Derginin amacı

Ulusal ve uluslararası temel bilimler ve mühendislik ile ilgili çeşitli disiplinler üzerine çalışan akademisyenler, araştırmacılar ve öğrencilerin Türkçe ve İngilizce yayın yapabilmesini sağlamak, ayrıca bu alanda nitelikli akademik yayınların toplumsal ve bilimsel gelişime katkı sağlaması için bir ortam sunmak amacını gütmektedir.

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, özgün bilimsel araştırmalar ile uygulama çalışmalarına yer veren bir dergidir. Dergide, fen ve mühendislik bilimlerinde yapılmış deneysel ve teorik ilerlemeleri içeren bilimsel ve özgün araştırma makalesi türündeki çalışmalara yer verilir. Ayrıca, lisansüstü tezlerden hazırlanan yayınlar veya bu tezlerin bir alt çalışması olarak hazırlanan özgün ve daha önce hiçbir yerde yayımlanmamış olan araştırma makaleleri kabul edilmektedir.

Dergideki yayın çeşitliliği

Özellikle araştırma makaleleri, orijinal modelleme ve matematiksel çalışmalar, disiplinlerarası mühendislik uygulamalarını içeren çalışmalar ve son teknoloji araştırmaları dergimize kabul edilmektedir. Teknik notlar, derlemeler, editöre mektuplar ve kısa bildirimler kabul edilmemektedir. Lütfen gönderiminizi yaparken seçenekler listesinden uygun makale türünü seçtiğinizden emin olunuz. Özel sayılara başvuru yapan yazarların, özel sayı makale türünü bu listeden seçtiklerinden emin olmaları gerekmektedir.

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

İMTİYAZ SAHİBİ/OWNER

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

EDİTÖR / EDITOR-IN-CHIEF

Ziya Özgür YAZICI, Materials Science and Engineering, Afyon Kocatepe University,
(Türkiye)
e-mail: zyazici@aku.edu.tr

YARDIMCI EDİTÖRLER/ ASSOCIATE EDITORS

Şükrü TORTOP Mathematics, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
stortop@aku.edu.tr

Ayça H. ATLI, Statistics, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
aturkan@aku.edu.tr

Bekir ORUNCAK Physics, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
boruncak@aku.edu.tr

Emre AKARSLAN Renewable Energy Systems, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
akarслан@aku.edu.tr

Erhan ÜNAL, Internet and Info. Technol. Management, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
eunal@aku.edu.tr

Fatih ÖZDİNÇ Management Information Systems, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
fozdinc@aku.edu.tr

Fatma KAYNARCA Mathematics, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
fkaynarca@aku.edu.tr

Hakan TERZİ Molecular Biology and Genetics, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
hterzi@aku.edu.tr

İ. Sinan ATLI Metallurgical and Materials Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
sinanatli@aku.edu.tr

Mehmet KILINÇ Food Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
mkilinc@aku.edu.tr

Melih ÖZÇATAL Mechatronic Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
mozcatal@aku.edu.tr

Oğuzhan ALAGÖZ Chemical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
oalagoz@aku.edu.tr

Oğuzhan DEMİREL Mathematics, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
odemirel@aku.edu.tr

Ömer F. GÜLER Mechanical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
ofguler@aku.edu.tr

Ömer G. NARİN Geomatics Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
gokberknarin@aku.edu.tr

Ramazan EROL Mathematics and Science Education, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
rerol@aku.edu.tr

Recep KURTULUŞ Materials Science and Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
rkurtulus@aku.edu.tr

Sami S. İŞOĞLU Geology Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
samiserkanisoğlu@aku.edu.tr

Şükrü A. BAYDIR Automotive Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
abaydir@aku.edu.tr

Uğur FİDAN Biomedical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
ufidan@aku.edu.tr

Veli BAŞARAN Civil Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
vbasaran@aku.edu.tr

Z. Ebru SAYIN Mining Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
zerkan@aku.edu.tr

ALAN EDİTÖRLERİ / EDITORIAL BOARD

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Ertuğrul ERGÜN, Internet and Information Technologies Management, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: ertugrulergun@gmail.com, ertue@aku.edu.tr

Fatih Onur HOCAOĞLU, Electrical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: fohocaoglu@gmail.com

Hüseyin Ali YALIM, Physics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: hayalim@aku.edu.tr

İbrahim MUTLU, Automotive Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: ibrahimmutlu@aku.edu.tr

İbrahim Hakkı CİĞERCİ, Molecular Biology and Genetics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: cigerci@aku.edu.tr

İsmail Sedat BÜYÜKSAGIŞ, Mining Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: sbsagis@aku.edu.tr

İsmail ZORLUER, Civil Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: izorluer@aku.edu.tr

Levent ÖZCAN, Biomedical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: leventozcan@aku.edu.tr

Mehmet KAHRAMAN, Computer, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: kahraman@aku.edu.tr

C. Betül EMRULLAHOĞLU ABİ, Nano-Science and Nano-Technology, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: cbetul@aku.edu.tr

Meltem DİLEK, Chemical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: mdilek@aku.edu.tr

Abdurrahman KARABULUT, Mechanical Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: akarabulut@aku.edu.tr

Mustafa Kemal YILDIZ, Mathematics, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: myildiz@aku.edu.tr

Yusuf KAYALI, Metallurgy and Materials Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: ykayali@aku.edu.tr

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

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

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

Harun DIRAMAN, Food Engineering, Afyon Kocatepe University, (Turkey)
e-mail: hdiraman@aku.edu.tr

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

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

DİL EDİTÖRLERİ / LANGUAGE EDITORS

İ. Sinan ATLI Metallurgical and Materials Engineering, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
sinanatli@aku.edu.tr

MİZANPAJ EDİTÖRÜ / LAYOUT EDITOR

Ismail YILDIZ İncehisar Vocational School, Afyon Kocatepe University, (Türkiye)
iyildiz@aku.edu.tr

ADRES/ADDRESS:

Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,
Ahmet Necdet Sezer Kampusu, 03200, AFYONKARAHİSAR
Telefon: 444 03 03 / 1472-1473
Belgegeçer: 0 272 218 14 62
e-posta: fmbd@aku.edu.tr

İÇİNDEKİLER / CONTENTS

FEN BİLİMLERİ / SCIENCE

BİYOLOJİ / BIOLOGY (10)

Araştırma Makalesi / Research Article Brassicaceae Familyasına ait Üç Lepidium Türünün Karşılaştırmalı Fitokimyasal İçerikleri ve Antioksidan Kapasiteleri Comparative Phytochemical Contents and Antioxidant Capacities of Three Lepidium Species of the Brassicaceae Family Saliha AYDIN, Hakan TERZİ, Mustafa YILDIZ, Mustafa KARGIOĞLU, Ahmet SERTESER, Emre PEHLİVAN	021001 (248-254)
---	-------------------------

FİZİK / PHYSICS (11)

Araştırma Makalesi / Research Article Investigation of Dielectric Constants of Alcohol-Water Mixtures by Microwave (MW) Spectroscopy Technique Alkol-Su Karışımlarının Dielektrik Sabitlerinin Mikrodalga (MD) Spektroskopi Tekniği ile İncelenmesi Cengiz Okay	021101 (255-259)
---	-------------------------

MATEMATİK & İSTATİSTİK / MATHEMATICS & STATISTICS (13)

Araştırma Makalesi / Research Article Monoidlerin Bruck-Reilly Genişlemelerinin İkinci Tamsayı Homolojisi On the Second Integral Homology of Bruck-Reilly Extensions of Monoids Melek YAĞCI	021301 (260-265)
Araştırma Makalesi / Research Article Elliptic Inversions in Taxicab Geometry Taksi Geometride Eliptik İncersiyonlar Zeynep CAN*	021302 (266-272)
Araştırma Makalesi / Research Article Palindromik Dönüşümler Yarigrubunun Üst Rankı Upper Rank of Palindromic Transformations Semigroup Osman KELEKÇİ*	021303 (273-276)

<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>On ρ-Statistically Convergence Defined by a Modulus Function in Fuzzy Difference Sequences</p> <p>Bulanık Fark Dizilerinde Bir Modülüs Fonksiyonu Yardımıyla Tanımlı ρ-İstatistiksel Yakınsaklık Üzerine</p> <p>Damla BARLAK</p>	<p>021304 (277-283)</p>
---	--------------------------------

MÜHENDİSLİK BİLİMLERİ / ENGINEERING

BİLGİSAYAR & BİLİŞİM / COMPUTER & INFORMATICS (51)

<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Cilt Kanseri Görüntülerinde Gürültü Temizliği ve Lezyonun Dört Sınıfa Ayrılması</p> <p>Noise Removal in Skin Cancer Images and Classification of Lesions into Four Classes</p> <p>Cihan AKYEL , Nursal ARICI</p>	<p>025101 (284-293)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Transfer Derin Öğrenme Teknikleri ile Görüntü Sınıflandırmada Aktivasyon Fonksiyonlarının Performans Üzerindeki Etkisi</p> <p>The Effect of Activation Functions on Performance in Image Classification with Transfer Deep Learning Techniques</p> <p>Gül Cihan HABEK , Şakir TAŞDEMİR , Fatih BAŞÇİFTÇİ , Ahmet YILMAZ</p>	<p>025102 (294-307)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Projeksiyon Tabanlı Kinestetik İngilizce Öğrenme Modülünün Tasarımı ve Geliştirilmesi</p> <p>Design and Development of Projection Based Kinesthetic English Learning Module</p> <p>Deniz YILDIZ , Büşra ER , Uğur FİDAN , Mehmet YILDIZ</p>	<p>025103 (308-319)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Meme Kanseri Erken Teşhisi için MAMA ve KTB Kullanarak Geliştirilen Model</p> <p>Enhancing Early Breast Cancer Diagnosis with MRMR and GRU-based Model</p> <p>Samet AYMAZ</p>	<p>025104 (320-329)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Gerçek Zamanlı Kusur Tespiti: LPG Tüplerinin Yüzeylerinde Kirlilikleri Tanımlama için Görüntü İşleme ve Makine Öğrenimi Teknikleri ile Yenilikçi Bir Yaklaşım</p> <p>Real-Time Defect Detection: An Innovative Approach to Identifying Surface Impurities on LPG Cylinders Using Image Processing and Machine Learning Techniques</p> <p>Hikmetcan ÖZCAN , Tuğrul Hakan GENÇTÜRK , Gülay GENÇ , Taha Erdem YILDIRIM , Fatih DURMUŞ Atakan GÜRLEYEN</p>	<p>025105 (330-340)</p>

Araştırma Makalesi / Research Article Effect of Storage on the Antioxidant, Color and Sensory Properties of Local Bread Yöresel Ekmeğin Antioksidan, Renk ve Duyusal Özelliklerine Depolamanın Etkisi Seda YALÇIN	025401 (341-349)
---	-------------------------

HARİTA MÜHENDİSLİĞİ (55)

Araştırma Makalesi / Research Article Generation of PM10 Map with Sentinel-2 Satellite Images: The Case of Çankırı Province Sentinel-2 Uydu Görüntüleri ile PM10 Haritasının Üretilmesi: Çankırı İli Örneği Osman KARAKOÇ, Semih EKERCİN	025501 (350-359)
Araştırma Makalesi / Research Article Düşük Maliyetli GNSS Alıcılarının Çoklu-GNSS PPP Performanslarının Farklı Anten Tipleri ve Ağırlık Modellerine Göre Araştırılması Investigation of Multi-GNSS PPP Performance of Low-Cost GNSS Receivers with Different Antenna Types and Weight Models Sinan Birinci, Furkan Soğukkuyu, Nezir Sözen, Mustafa İkiz, Miray Ezgi Kerimoğlu, Mehmet Halis Saka	025502 (360-373)

İNŞAAT & ULAŞTIRMA / CIVIL ENGINEERING & TRANSPORTATION (56)

Araştırma Makalesi / Research Article Investigation of Displacements in Tunnel-Constructed Liquefiable Soils with Numerical Analysis Tünel İnşa Edilmiş Sıvılaştırılabilir Zeminlerdeki Yer Değiştirmelerin Sayısal Analizlerle İncelenmesi İsa VURAL, Dua KAYATÜRK, Ayşe SAÇAR	025601 (374-387)
Araştırma Makalesi / Research Article Sınıfsız Afşin – Elbistan Uçucu Külüne Amorf Silis İkame Edilerek Elde Edilen Sınıflı Kül ile Üretilen Harçların Mekanik Özelliklerinin Araştırılması Investigation of the Mechanical Properties of Mortars Produced with Classified Ash Obtained by Substituting Amorphous Silica into Classless Afşin-Elbistan Fly Ash Mustafa EKEN, Ela AVŞAROĞLU	025602 (388-399)

<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Elektrik Akımı Destekli Sinterleme Yöntemi ile Üretilen Bronz Esaslı Seramik Takviyeli Fren Balatalarının Tribolojik Özelliklerine B2O3 Etkisi</p> <p>B2O3 Effect on Tribological Properties of Bronze Based Ceramic Reinforced Brake Pads Produced by Electric Current Assisted Sintering Method</p> <p>Nuri ERGİN , Bora ÇALIŞKANÖZTÜRK , Yasin ÇİPİL , Necati KOÇAK, Mehmet UYSAL Özkan ÖZDEMİR</p>	<p>025701 (400-407)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Filtration and Optimization for the Recovery of Powder Soap Used in Wire Drawing Process</p> <p>Tel Çekme İşleminde Kullanılan Toz Sabunun Geri Kazanımı İçin Filtreleme ve Optimizasyon</p> <p>Orhan EREN , Esra BENLİCE , Ali DURAN , Erkan YILMAZ</p>	<p>025702 (408-413)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Klinoptilolit Katkılı Hidroksiapatitin Sentezi ve Karakterizasyonu</p> <p>Synthesis and Characterization of Clinoptilolite Doped Hydroxyapatite</p> <p>Esmâ DALDİKEN , Fatma Zehra KOÇAK , Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ</p>	<p>025703 (414-423)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Nadir Toprak Elementi (Gd) Katkılı ZnO Nanoparçacıkların Sol-Jel Yöntemi ile Sentezlenmesi ve Karakteristik Özelliklerinin İncelenmesi</p> <p>Synthesis of Rare Earth Element (Gd) Doped ZnO Nanoparticles by Sol-Gel Method and Examination of Their Characteristic Properties</p> <p>Fatma AYDIN ÜNAL</p>	<p>025704 (424-433)</p>
<p>Araştırma Makalesi / Research Article</p> <p>Polipropilen/Haşhaş Sapı (Papaver Somniferum) Polimer Kompozitinin Fiziksel Özelliklerine MAPP'nin Etkisi</p> <p>Effect of MAPP on the Physical Properties of Polypropylene/Poppy Stalks (Papaver Somniferum) Polymer Composite</p> <p>Münir TAŞDEMİR , Gizem KARADİREK</p>	<p>025705 (434-440)</p>

Araştırma Makalesi / Research Article Ultrasonik Dalgaların Yüksek Kül-Kükürt İçerikli Kömürün Flotasyonunda Kullanılabilirliği Utilization of Ultrasonic Waves in the Flotation of Coal with High Ash-Sulfur Content Ercan ŞAHİNOĞLU	025801 (441-446)
---	-------------------------

Araştırma Makalesi / Research Article Kardan Mili Çatalı Flanş Parçasının Topoloji Optimizasyon Yöntemiyle Hafifletilmesi Lightweightening of Cardan Shaft Yoke Flange with Topology Optimization Method Melih HATUN , Selda AKGÜN KAYRAL , Murat ÖZBAKIŞ	025901 (447-456)
Araştırma Makalesi / Research Article Effect of Mold Materials Used During Hot Embossing on Feature Fidelity for Microfabrication in Cyclic Olefin Polymer (COP) Substrate Sıcak Kabartma Sırasında Kullanılan Kalıp Malzemelerinin Döngüsel Olefin Polimer (COP) Alttaşta Mikrofabrikasyonda Yapıların Doğruluğuna Etkisi Ahmet Can ERTEN	025902 (457-464)
Araştırma Makalesi / Research Article Synchronization of a 4D Hyperchaotic System with Active Disturbance Rejection Control and Its Optimization via Particle Swarm Algorithm 4D Hiperkaotik Sistemin Aktif Bozucu Reddetme Kontrolü ile Senkronizasyonu ve Parçacık Sürü Algoritması ile Optimizasyonu Erdem ILTEN	025903 (465-475)

Brassicaceae Familyasına ait Üç *Lepidium* Türünün Karşılaştırmalı Fitokimyasal İçerikleri ve Antioksidan Kapasiteleri

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 11.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Comparative Phytochemical Contents and Antioxidant Capacities of Three *Lepidium* Species of the Brassicaceae Family

Saliha AYDIN^{ID}, Hakan TERZİ*^{ID}, Mustafa YILDIZ^{ID}, Mustafa KARGIOĞLU^{ID}, Ahmet SERTESER^{ID}, Emre PEHLİVAN^{ID}

Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Afyonkarahisar.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Bazı *Lepidium* (Brassicaceae) türlerinin biyolojik aktiviteleri çalışılmış olmasına rağmen, bazı *Lepidium* türlerinin kimyasal bileşimleri ve antioksidan aktiviteleri hakkındaki bilgiler halen yetersizdir. Mevcut çalışmada *L. draba* (LD) ve *L. perfoliatum* (LP) ile fitokimyasal içeriği çalışılmamış olan *L. cartilagineum* (LC)'un farklı dokularından elde edilen metanol ekstraktlarında toplam fenolik ve toplam flavonoid içerikleri ile antioksidan kapasitelerinin karşılaştırılması olarak değerlendirilmesi amaçlanmıştır. En yüksek toplam fenolik içeriği çiçek ekstraktlarında (LC'de 153.9 µg GAE/mg ekstrakt, LD'de 143.1 µg GAE/mg ekstrakt ve LP'de 118.7 µg GAE/mg ekstrakt) belirlenmiştir. Toplam flavonoid içerikleri ise en yüksek yaprak ekstraktlarında (LP'de 39.3 µg QE/mg ekstrakt, LD'de 34.6 µg QE/mg ekstrakt ve LC'de 33.1 µg QE/mg ekstrakt) saptanmıştır. Ekstraktların antioksidan kapasiteleri farklı antioksidan testleriyle analiz edilmiştir. Çiçek dokularında toplam fenolik içeriğe benzer olarak toplam antioksidan kapasite ve serbest radikal süpürücü aktivite en yüksek bulunmuştur. LC ve LP türlerinin yaprak ve çiçek ekstraktları en yüksek bakır ve demir indirgeyici etki göstermiştir. Sonuçlar, LD ve LP türlerinin yanı sıra LC türünün de farmakolojik özelliklere sahip potansiyel tıbbi bir bitki olarak kabul edilebileceğini göstermektedir.

Anahtar Kelimeler Antioksidan; *Lepidium cartilagineum*; *L. draba*; *L. perfoliatum*; Fenolikler.

Abstract

Although the biological activities of some *Lepidium* (Brassicaceae) species have been studied, information about the chemical compositions and antioxidant activities of some *Lepidium* species is still insufficient. In the current study, it was aimed to comparatively evaluate the total phenolic and total flavonoid contents and antioxidant capacities of methanol extracts obtained from different tissues of *L. draba* (LD) and *L. perfoliatum* (LP) and *L. cartilagineum* (LC), whose phytochemical contents have not been studied. The highest total phenolic content was determined in flower extracts (153.9 µg GAE/mg extract in LC, 143.1 µg GAE/mg extract in LD and 118.7 µg GAE/mg extract in LP). Total flavonoid contents were highest in leaf extracts (39.3 µg QE/mg extract in LP, 34.6 µg QE/mg extract in LD and 33.1 µg QE/mg extract in LC). The antioxidant capacities of the extracts were analyzed with different antioxidant tests. Similar to the total phenolic content, total antioxidant capacity and free radical scavenging activity were found to be highest in flower tissues. Leaf and flower extracts of LC and LP species showed the highest copper and iron reducing effects. The results indicate that the LC species, as well as the LD and LP species, can be considered a potential medicinal plant with pharmacological properties.

Keywords Antioxidant; *Lepidium cartilagineum*; *L. draba*; *L. perfoliatum*; Phenolics

1. Giriş

Aerobik organizmalar, metabolik süreçler yoluyla reaktif oksijen türleri (ROT) üretmekte ve organizmalarda aşırı ROT üretimi hücrenin antioksidan kapasitesini aşarak oksidatif strese yol açmaktadır (Sousa *et al.* 2015). Oksidatif stres, kardiyovasküler hastalıklar, katarakt, kanser ve diyabet gibi birçok kronik hastalığın ortaya çıkmasına sebep olmaktadır (Singh ve Kumari 2015). Antioksidanlar, oksidasyonu geciktirerek veya azaltarak oksidatif zincir reaksiyonlarını inhibe edebilen ve serbest radikallerin vücutta daha düşük konsantrasyonlarda tutulmasını sağlayan moleküllerdir (Almeida *et al.* 2016). Bitki sekonder metabolitlerinin, serbest radikallerin sebep

olduğu çeşitli hastalıklara karşı koruyucu antioksidanlar olarak rol oynadığı bilinmektedir (Hou *et al.* 2003). Ayrıca bitkilerin sahip olduğu antioksidan kapasite, farklı fenolik bileşiklerin konsantrasyonu ile doğrudan ilişkilidir (Djeridane *et al.* 2006). Dünya genelinde 372 cins ve 4,060 tür içeren Brassicaceae, dünyanın ekonomik açıdan en önemli bitki familyalarından biridir (Zhu *et al.* 2023).

Brassicaceae familyası, glukozinolatlar, fenolik asitler ve flavonoidler gibi sekonder metabolitler açısından zengindir ve bu bileşiklerle ilişkili olarak antioksidan, antibakteriyel ve antikanser etki gibi çeşitli biyolojik aktiviteler sergilemektedir (Dias *et al.* 2021). *Lepidium* cinsi 234 tür ile Brassicaceae familyasının en büyük

cinslerinden biridir ve çoğunlukla ılıman ve subtropikal bölgelerde yayılış göstermektedir (Bona 2012). Tıbbi bir bitki olarak kabul edilen *L. draba* (= *Cardaria draba*), glukozinolatlar adı verilen çok değerli ikincil metabolitlere sahiptir (Halkier and Gershenzon 2006). *L. draba* ekstraktlarının antioksidan ve antibakteriyel aktiviteleri çeşitli araştırmacılar tarafından rapor edilmiştir (Sharifi-Rad *et al.* 2015, Ali *et al.* 2020). Ayrıca *L. draba* bitkisinin alkaloidler, terpenoidler, tanenler, flavonoid ve fenolik asit gibi çeşitli sekonder metabolitlerce zengin olduğu bildirilmiştir (Mahomoodally *et al.* 2018, Wang *et al.* 2021, Eruygur *et al.* 2022). *L. perfoliatum* dünya genelinde yayılış göstermekte ve ekimi yapılmaktadır. Bu bitkinin tohumları, farmasötik etkileri nedeniyle geleneksel tıp reçetelerinde uzun süredir kullanılmaktadır (Yousefi *et al.* 2022). *L. cartilagineum*, halofit bir tür olarak kabul edilmektedir (Schmotzer 2021). Literatürde *L. draba* ve *L. perfoliatum* türlerinden elde edilen farklı ekstraktların antioksidan kapasiteleri değerlendirilmiş olmasına karşın, *L. cartilagineum* ile ilgili herhangi bir çalışma bulunmamaktadır. Bu nedenle, bu çalışmada, *L. cartilagineum*, *L. draba* ve *L. perfoliatum* türlerinin yaprak, çiçek ve kök kısımlarından elde edilen metanol ekstraktlarının toplam fenolik ve flavonoid içerikleri ve antioksidan kapasitelerinin karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi amaçlanmıştır.

2. Materyal ve Metot

2.1 Bitki materyalleri ve metanol ekstraktlarının hazırlanması

L. cartilagineum (LC), *L. draba* (LD) ve *L. perfoliatum* (LP) türlerinin toprak üstü kısımları ve kökleri, Afyon Kocatepe Üniversitesi yerleşkesi içerisindeki doğal popülasyonlarından (38°48' K, 30°31' D) Mayıs 2023'te çiçeklenme aşamasında toplanmıştır. Toplanan bitkiler oda sıcaklığında ve gölgede kurutulmuştur. Kurutulan bitkiler yaprak, çiçek ve kök dokularına ayrılmış ve elektrikli öğütücü ile ince toz haline getirilmiştir. Her bir örnek için 1 g kuru bitki dokusu 10 mL metanol ile ekstrakte edilmiştir. Karışımlar 15 dakika çalkalayıcıda tutulduktan sonra +4°C'de 24 saat inkübe edilmiştir. Bu süre sonunda ekstraktlar adi filtre kağıdı ile süzölmüş ve çözücü metanol vakumlu evaporatör (Heidolph Laborota 4001, Almanya) ile uçurulmuştur. Dokulara ait kuru ekstraktlar analizler yapılncaya kadar +4°C'de saklanmıştır.

2.2 Toplam fenolik içeriğinin belirlenmesi

Ekstraktların toplam fenol içeriği, Singleton ve Rossi'nin (1965) yöntemine göre spektrofotometrik (Optizen POP, Mecasys Co., Kore) olarak belirlenmiştir. Bitki dokularından elde edilen ekstraktlar (1 mg/mL), Folin-

Ciocalteu reaktifi ve %20 Na₂CO₃ çözeltisi ile karıştırılmıştır. Karışımlar oda sıcaklığında ve karanlıkta 2 saat inkübe edildikten sonra absorbanları 760 nm'de spektrofotometrik olarak ölçülmüştür. Ekstraktların toplam fenolik içerikleri, gallik asit (GA) standart eğrisi kullanılarak belirlenmiş ve GA eşdeğerleri (µg GAE/mg ekstrakt) olarak verilmiştir.

2.3 Toplam flavonoid içeriğinin belirlenmesi

Toplam flavonoid tayini için alüminyum klorür kolorimetrik yöntemi kullanılmıştır (Deng and van Verkel 1998). Metanol ekstraktları (1 mg/mL), %10 alüminyum klorür ve 1 M potasyum asetat ile karıştırılmıştır. Reaksiyon karışımları 30 dakika oda sıcaklığında inkübe edilmiş ve absorbanları 415 nm'de ölçülmüştür. Ekstraktların toplam flavonoid içerikleri, kersetin (Q) standart eğrisi kullanılarak belirlenmiş ve kersetin eşdeğerleri (µg QE/mg ekstrakt) olarak verilmiştir.

2.4 Toplam antioksidan kapasitenin (TAK) belirlenmesi

Ekstraktların toplam antioksidan kapasitesi fosfomolibden testi kullanılarak değerlendirilmiştir (Prieto *et al.* 1999). İlk olarak ekstraktlar (1 mg/mL) reaktif çözeltisi (0.6 M sülfürik asit, 28 mM sodyum fosfat ve 4 mM amonyum molibdat) ile karıştırılmıştır. Reaksiyon karışımı içeren tüpler 95°C'de 90 dakika inkübe edildikten sonra karışımların absorbanı 695 nm'de ölçülmüştür. Ekstraktların toplam antioksidan kapasitesi, askorbik asit (AA) standart eğrisi kullanılarak belirlenmiş ve AA eşdeğerleri (µg AAE/mg ekstrakt) olarak verilmiştir.

2.5 DPPH serbest radikal süpürücü aktivitenin belirlenmesi

Ekstraktların serbest radikal süpürücü aktivitesi, modifiye 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) testi ile belirlenmiştir (Espín *et al.* 2000). Ekstrakt (0.1 – 2 mg/mL) ve 0.1 mM DPPH metanol solüsyonundan (40 µg/mL) oluşan reaksiyon karışımı, oda sıcaklığında 30 dakika inkübe edilmiş ve absorbanı spektrofotometrik olarak 517 nm'de ölçülmüştür. Kör olarak metanol, negatif kontrol olarak metanol solüsyonu ve pozitif kontrol olarak askorbik asit kullanılmıştır. Serbest radikal süpürücü aktivite aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{DPPH inhibisyonu (\%)} = \frac{[(\text{Absc} - \text{Abs}_s) / \text{AC}] \times \%100}{1} \quad (1)$$

Absc negatif kontrolün absorbanı, Abs_s ise reaksiyon karışımının absorbanıdır.

2.6 Demir indirgeyici antioksidan güç (FRAP) testi

Ekstraktların Fe⁺³ tripiridiltriazin (Fe(III)-TPTZ) kompleksini

düşük pH'ta Fe^{+2} tripiridiltriazine ($Fe(II)$ -TPTZ) indirgemek için toplam antioksidan gücü FRAP testi kullanılarak belirlenmiştir (Tuberoso *et al.* 2010). Sırasıyla 10:1:1 (v/v/v) oranında sodyum asetat tamponu (300 mM), 40 mM HCl içinde 10 mM TPTZ ve 20 mM $FeCl_3$ solüsyonu içerecek şekilde taze hazırlanan FRAP reaktifi, kullanımdan önce 37°C'ye ısıtılmıştır. Ekstraktlar (1 mg/mL), FRAP reaktifi ile karıştırılmış, 37°C sıcaklıkta 10 dakika süreyle inkübe edilmiş ve reaksiyon karışımının absorbansı, 593 nm'de ölçülmüştür. Ekstraktların FRAP değerleri, troloks (TR) standart eğrisi kullanılarak belirlenmiş ve TR eşdeğerleri (μM TRE/mg ekstrakt) olarak verilmiştir.

2.7 Bakır iyonu indirgeyici antioksidan kapasite (CUPRAC) testi

CUPRAC testi için Apak vd. (2006) önerdiği protokol kullanılmıştır. Her bir ekstrakt (1 mg/mL) 10 mM $CuCl_2$, 7.5 mM neokuproin (2,9-dimetil-1,10-fenantrolin) ve 1 mM amonyum asetat tamponu (pH 7.0) çözeltileri ile karıştırılmıştır. Oda sıcaklığında 30 dakikalık inkübasyondan sonra karışımın absorbansı 450 nm'de ölçülmüştür. Ekstraktların CUPRAC değerleri, troloksun molar absorplama katsayısı ($\epsilon = 16.700 L mol^{-1}.cm^{-1}$) kullanılarak hesaplanmış ve TR eşdeğerleri (μM TRE/mg ekstrakt) olarak verilmiştir.

2.8 İstatistiksel analizler

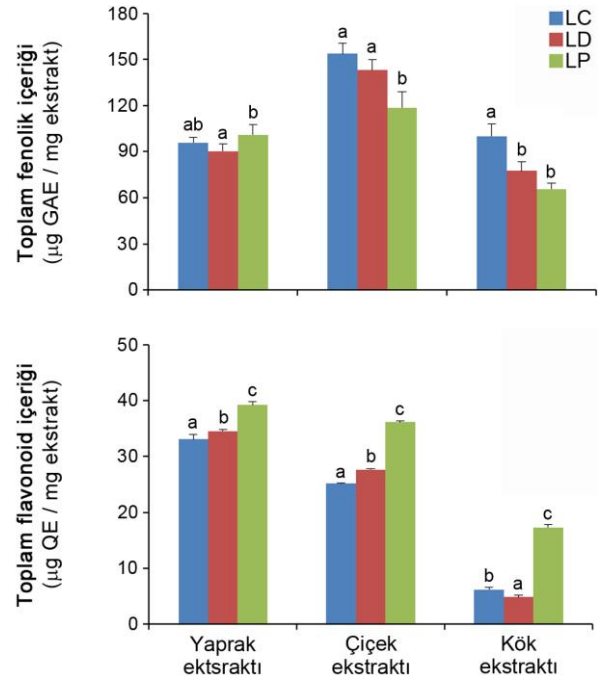
Tüm deneyler üç tekrarlı olacak şekilde iki kez gerçekleştirilmiştir. İstatistiksel analizler, SPSS 22.0 yazılımı kullanılarak varyans analizi (ANOVA) ile yapılmıştır. Veriler Duncan çoklu karşılaştırma testi (DMRT) ile kullanılarak analiz edilmiştir.

3. Bulgular

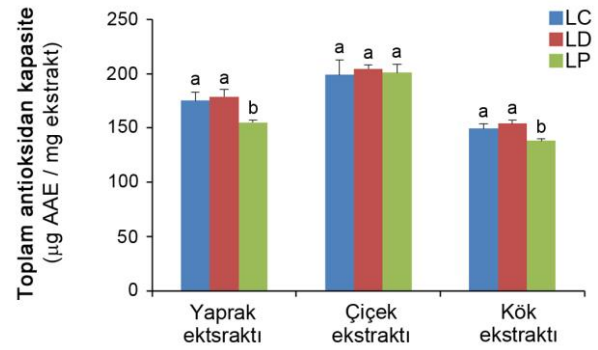
3.1 Toplam fenolik ve flavonoid içerikleri

L. cartilagineum (LC), *L. draba* (LD) ve *L. perfoliatum* (LP) türlerinin farklı doku ekstraktlarının toplam fenolik ve flavonoid içerikleri Şekil 1'de verilmiştir. Toplam fenolik içeriği için en yüksek konsantrasyonlar üç tür için de çiçek ekstraktlarında (LC'de 153.92 μg GAE/mg ekstrakt, LD'de 143.10 μg GAE/mg ekstrakt ve LP'de 118.68 μg GAE/mg ekstrakt) bulunmuştur. Toplam flavonoid içeriklerinin en yüksek konsantrasyonları türlerin yaprak ekstraktlarında (LC'de 33.13 μg QE/mg ekstrakt, LD'de 34.60 μg QE/mg ekstrakt ve LP'de 39.25 μg QE/mg ekstrakt) belirlenmiştir. En düşük flavonoid içeriklerine ait değerler ise kök ekstraktlarında (LC'de 6.19 μg QE/mg ekstrakt, LD'de 4.81

μg QE/mg ekstrakt ve LP'de 17.34 μg QE/mg ekstrakt) saptanmıştır (Şekil 1).



Şekil 1. *Lepidium* türlerinin farklı dokularına ait metanol ekstraktlarının toplam fenolik ve flavonoid içerikleri. Her bir dokudaki farklı harfler (a – b), DMRT analizine göre ortalamalar arasındaki önemli farklılıkları göstermektedir ($P < 0.05$).



Şekil 2. *Lepidium* türlerinin farklı dokularına ait metanol ekstraktlarının toplam antioksidan kapasiteleri. Her bir dokudaki farklı harfler (a – b), DMRT analizine göre ortalamalar arasındaki önemli farklılıkları göstermektedir ($P < 0.05$).

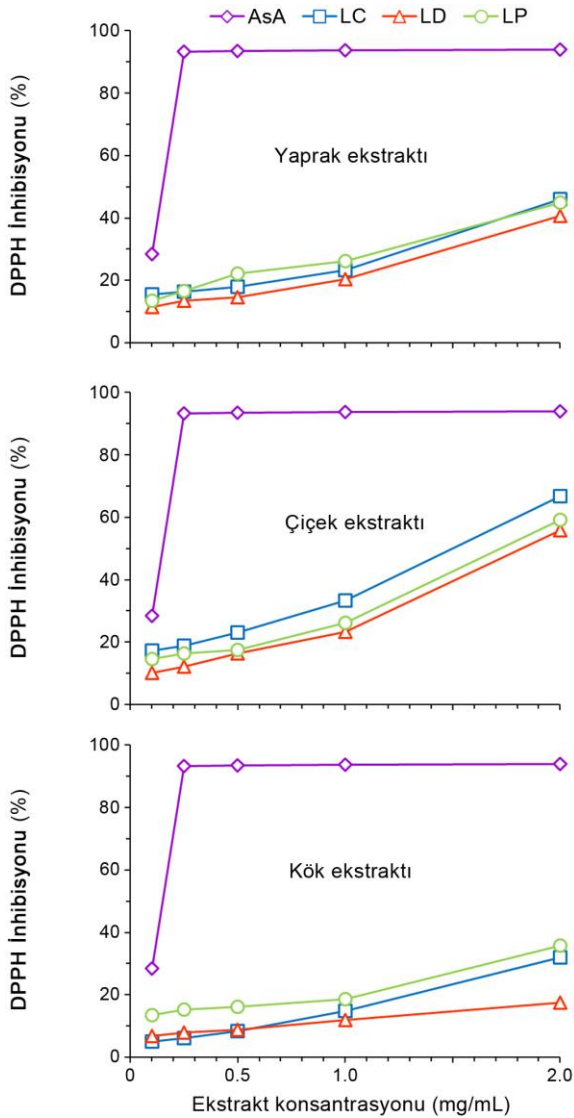
3.2 Toplam antioksidan kapasite

Lepidium türlerinin farklı doku ekstraktlarının toplam antioksidan kapasite değerleri Şekil 2'de verilmiştir. Türlerin antioksidan kapasiteleri en yüksek çiçek ekstraktlarında (LC'de 198.80 μg AAE/mg ekstrakt, LD'de 204.55 μg AAE/mg ekstrakt ve LP'de 200.98 μg AAE/mg ekstrakt) ve en düşük kök ekstraktlarında (LC'de 149.55

μg AAE/mg ekstrakt, LD'de 154.17 μg AAE/mg ekstrakt ve LP'de 138.18 μg AAE/mg ekstrakt) belirlenmiştir.

3.3 DPPH serbest radikal süpürücü aktivite

Lepidium türlerinin DPPH indirgeme potansiyelleri doku tipine göre değişiklik göstermiştir. Türlerin DPPH indirgeme potansiyelleri en yüksek çiçek ekstraktlarında, en düşük ise kök ekstraktlarında belirlenmiştir. LD türüne göre LC ve LP türlerinin üç farklı doku ekstraktının daha yüksek inhibisyon potansiyeline sahip olduğu bulunmuştur (Şekil 3).



Şekil 3. *Lepidium* türlerinin farklı dokularına ait metanol ekstraktlarının DPPH serbest radikal süpürücü aktiviteleri.

3.4 Demir indirgeyici antioksidan potansiyel

Lepidium türlerinin FRAP analizinde en yüksek demir indirgeyici antioksidan potansiyel en yüksek yaprak (LC'de 0.34 μM TRE/mg ekstrakt, LD'de 0.22 μM TRE/mg ekstrakt ve LP'de 0.34 μM TRE/mg ekstrakt) ve çiçek

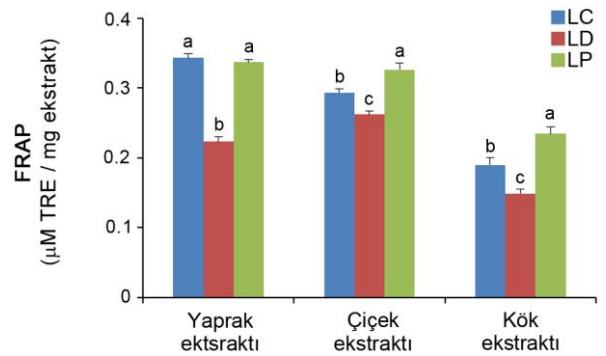
(LC'de 0.29 μM TRE/mg ekstrakt, LD'de 0.26 μM TRE/mg ekstrakt ve LP'de 0.33 μM TRE/mg ekstrakt) dokularında belirlenirken en düşük antioksidan kapasite kök ekstraktlarında (LC'de 0.19 μM TRE/mg ekstrakt, LD'de 0.15 μM TRE/mg ekstrakt ve LP'de 0.23 μM TRE/mg ekstrakt) belirlenmiştir (Şekil 4).

3.5 Bakır iyonu indirgeyici antioksidan kapasite

Lepidium türlerinin CUPRAC analizinde en yüksek bakır indirgeyici antioksidan kapasite en yüksek yaprak (LC'de 0.32 μM TRE/mg ekstrakt, LD'de 0.20 μM TRE/mg ekstrakt ve LP'de 0.33 μM TRE/mg ekstrakt) ve çiçek (LC'de 0.32 μM TRE/mg ekstrakt, LD'de 0.27 μM TRE/mg ekstrakt ve LP'de 0.30 μM TRE/mg ekstrakt) ekstraktlarında tespit edilirken en düşük antioksidan kapasite kök ekstraktında (LC'de 0.19 μM TRE/mg ekstrakt, LD'de 0.14 μM TRE/mg ekstrakt ve LP'de 0.14 μM TRE/mg ekstrakt) tespit edilmiştir (Şekil 5).

4. Tartışma

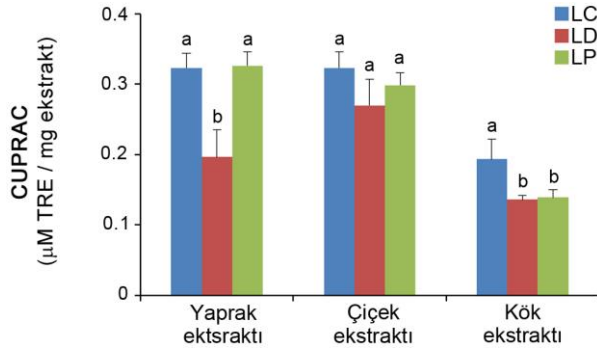
Bu çalışmada, Afyonkarahisar'da doğal olarak yayılış gösteren üç *Lepidium* türünün fenolik ve flavonoid içerikleri ile antioksidan kapasiteleri metanol ekstraktlarında araştırılmıştır. Fitokimyasal içerikleri ve antioksidan kapasiteleri incelenen üç *Lepidium* türünde en yüksek toplam fenolik içeriği çiçek dokularında belirlenirken, en yüksek toplam flavonoid içeriği yaprak dokularında belirlenmiştir.



Şekil 4. *Lepidium* türlerine ait metanol ekstraktlarının demir indirgeyici antioksidan potansiyelleri (FRAP). Her bir dokudaki farklı harfler (a – c), DMRT analizine göre ortalamalar arasındaki önemli farklılıkları göstermektedir ($P < 0.05$).

Çalışmamıza benzer olarak, Eryugur vd. (2022), en yüksek toplam fenolik içeriğini *L. draba* çiçek sulu ekstraktında (64.32 mg GAE/g ekstrakt) belirlerken, en yüksek toplam flavonoid içeriğini ise yaprak etanol ekstraktında (141.47 mg QE/g ekstrakt) belirlemiştir. Aynı araştırmacılar, kök etanol ekstraktında fenolik içeriği (12.86 mg GAE/g

ekstrakt) ve kök metanol ekstraktında flavonoid içeriğini (1.21 mg QE/g ekstrakt) en düşük olarak saptamışlardır.



Şekil 5. *Lepidium* türlerine ait metanol ekstraktlarının bakır iyonu indirgeyici antioksidan kapasiteleri (CUPRAC). Her bir dokudaki farklı harfler (a – b), DMRT analizine göre ortalamalar arasındaki önemli farklılıkları göstermektedir (P<0.05).

Diğer taraftan, *L. draba*'nın toprak üstü dokularında en yüksek toplam fenolik içeriğinin (31.67 mg GAE/g ekstrakt) aseton ekstraktında, en yüksek flavonoid içeriğinin (26.98 mg RUE/g ekstrakt) ise sulu ekstraktta olduğu bildirilmiştir (Mahomoodally *et al.* 2018). Literatürde *L. cartilagineum* ve *L. perfoliatum* bitki ekstraktlarının toplam fenolik ve flavonoid içerikleri hakkında çalışma bulunmamaktadır. Araştırma sonuçlarımıza göre, *L. cartilagineum*'un incelenen diğer *Lepidium* türlerine benzer olarak çiçek ekstraktında yüksek fenolik içeriğe ve yaprak ekstraktında yüksek flavonoid içeriğe sahip olması nedeniyle *L. cartilagineum*'un biyoaktif özelliklere sahip alternatif bir fenolik kaynağı olarak potansiyel kullanımı önerilebilir. Flavonoidler ve fenolik asitler de dahil olmak üzere fenolik bileşiklerin bitkilerde antioksidan aktiviteden sorumlu olduğu bilinmektedir (RiceEvans and Miller 1996). Literatürde her biri farklı mekanizmalara dayanan çeşitli antioksidan analiz yöntemleri bulunmaktadır. Moharram ve Youssef (2014), bitki dokularının antioksidan kapasitelerinin belirlenmesi için esas bir yöntemin olmadığını, bu nedenle farklı analizlerin yapılmasının gerekliliğini vurgulamıştır. Bu çalışmada, *Lepidium* türlerinin antioksidan potansiyeli, toplam antioksidan kapasite, serbest radikal temizleme potansiyeli (DPPH) ve metal iyonu indirgeme kapasiteleri (CUPRAC ve FRAP) açısından araştırılmıştır. Toplam fenolik içeriği ile paralel olarak, en yüksek toplam antioksidan kapasite ve DPPH indirgeme potansiyeli üç *Lepidium* türü için de çiçek ekstraktlarında belirlenirken, en düşük aktivite kök ekstraktlarında belirlenmiştir. Mocan vd. (2020), antioksidan kapasitenin fenolik/flavonoid bileşiklerin içeriği ile ilişkili olduğunu göstermiştir. Bu korelasyon, polifenoller ve flavonoidler açısından zengin bitkilerin

önemli bir antioksidan aktivite gösterdiği yönündeki genel hipoteze dayanarak açıklanabilir. Diğer taraftan, ekstraktların antioksidan kapasitesi, kanıtlanmış antioksidan potansiyeli olan diğer sekonder metabolitlerin varlığıyla da ilişkilendirilebilir (Huang *et al.* 2005).

Metal iyonu indirgeme gücü önemli bir antioksidan mekanizma olarak kabul edilir ve antioksidanların elektron verme yeteneği ile ilişkilidir (Llorent-Martínez *et al.* 2017). FRAP analizi, demir iyonlarını indirgeme yeteneği olarak antioksidan kapasiteyi ölçmek için kullanılmaktadır. FRAP, bir antioksidanın yoğun mavi ferrik tripiridiltriazin kompleksini demir formuna indirgeme ve böylece absorbansını değiştirme yeteneğini ölçen kolorimetrik bir analizdir (Badarinath *et al.* 2010). CUPRAC testi, antioksidan bileşiklerin varlığında bir Cu(II) kompleksinin indirgenmesine dayanmaktadır (Marques *et al.* 2014). FRAP ve CUPRAC analizlerinden elde edilen sonuçlar yaprak ve çiçek ekstraktlarının kök ekstraktlarından daha yüksek antioksidan aktiviteye sahip olduklarını göstermiştir. Bununla birlikte, *L. cartilagineum* ve *L. perfoliatum* bitkilerinden elde edilen yaprak ve çiçek ekstraktlarının *L. draba* ekstraktlarına göre daha yüksek FRAP ve CUPRAC değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. Literatürde *L. draba*'nın farklı dokularının farklı çözücüler kullanılarak fitokimyasal profillemeye ve antioksidan kapasite belirleme ile ilgili çalışmalara rastlanmıştır. Bu çalışmada, *L. cartilagineum* ve *L. perfoliatum*'un farklı dokularından elde edilen metanol ekstraktlarının antioksidan potansiyelleri ilk kez değerlendirilmiştir.

5. Sonuç

Bu çalışmada, ilk kez *L. cartilagineum* bitkisinin farklı dokularının antioksidatif kapasiteleri ortaya konulmuştur. *L. cartilagineum*, *L. draba* ve *L. perfoliatum* bitkilerinden elde edilen metanol ekstraktlarının antioksidan potansiyelleri farklı analizler ile değerlendirilmiştir. *Lepidium* türlerinin metanol ekstraktları için fenolik ve flavonoid içerikleri ile antioksidan kapasite arasında bir ilişki olduğu belirlenmiştir. Mevcut bulgular, özellikle *L. cartilagineum* türünün, potansiyel farmakolojik özelliklere sahip çok sayıda biyolojik olarak aktif bileşiği içerebileceğini göstermektedir. Terapötik ajan olarak kullanılacak bu bileşiklerin etki mekanizmalarını ortaya koyacak ileri çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

- Yazar 1: Metodoloji, Deneysel tasarım, Analiz ve yorumlama
Yazar 2: Metodoloji, Analiz ve yorumlama, Araştırma, Yazma –orijinal taslak, Yazma – inceleme ve düzenleme, Görselleştirme
Yazar 3: Yazma –orijinal taslak, Yazma – inceleme ve düzenleme, Denetleme/danışmanlık
Yazar 4: Kaynak sağlama
Yazar 5: Kaynak sağlama
Yazar 6: Metodoloji, Analiz ve yorumlama

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

5. Kaynaklar

- Ali, Q., Khalil, R., Nadeem, M., Azhar, M., Hafeez, M. and Malik, A., 2020. Antibacterial, antioxidant activities and association among plant growth related traits of *Lepidium draba*. *Biological and Clinical Sciences Research Journal*, **11**, 1–6.
- Almeida, M.L.B., Freitas, W.E.S., Morais, P.L.D., Sarmiento, J.D.A. and Alves, R.E., 2016. Bioactive compounds and antioxidant potential fruit of *Ximenia americana* L. *Food Chemistry*, **192**, 1078–1082.
- Apak, R., Güçlü, K., Demirata, B., Özyürek, M., Çelik, S. E., Bektaşoğlu, B. and Özyurt, D., 2007. Comparative evaluation of various total antioxidant capacity assays applied to phenolic compounds with the CUPRAC assay. *Molecules*, **12**, 1496–1547.
- Badarinath, A., Rao, K.M., Chetty, C.M.S., Ramkanth, S., Rajan, T. and Gnanaprakash, K., 2010. A review on in-vitro antioxidant methods: comparisons, correlations and considerations. *International Journal of PharmTech Research*, **2**, 1276–1285.
- Bona, M., 2012. *Lepidium* taxa in Turkey. *Boccone*, **24**, 221–225.
- Deng, H. and van Verkel, G.J., 1998. Electrospray mass spectrometry and UV/visible spectrophotometry studies of aluminum (III)-flavonoid complex. *Journal Mass Spectrometry*, **33**, 1080–1087.
- Dias, M.C., Pinto, D.C.G.A. and Silva, A.M.S., 2021. Plant flavonoids: Chemical characteristics and biological activity. *Molecules*, **26**, 5377.
- Djeridane, A., Yousfi, M., Nadjemi, B., Boutassouna, D., Stocker, P. and Vidal, N., 2006. Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, **97**, 654–660.
- Eruygur, N., Ayaz, F., Bağcı, Y., Güler, E. and Çağıl, E.M., 2022. Phenolic composition, *in-vitro* antioxidant and enzyme inhibition activities of *Cardaria draba* different parts. *European Journal of Science and Technology*, **35**, 424–431.
- Espín, J.C., Soler-Rivas, C. and Wichers, H.J., 2000. Characterization of the total free radical scavenger capacity of vegetable oils and oil fractions using 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl radical. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **48(3)**, 648–656.
- Halkier, B.A. and Gershenzon, J., 2006. Biology and biochemistry of glucosinolates. *Annual Reviews in Plant Biology*, **57**, 303–333.
- Hou, W.C., Lin, R.D., Cheng, K.T., Hung, Y.T., Cho, C.H., Chen, C.H., Hwang, S.Y. and Lee, M.H., 2003. Free radical-scavenging activity of taiwanese native plants. *Phytomedicine*, **10**, 170–175.
- Huang, D., Ou, B. and Prior, R., 2005. The chemistry behind antioxidant capacity assays. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, **53**, 1841–1856.
- Llorent-Martínez, E., Ortega-Barrales, P., Zengin, G., Mocan, A., Simirgiotis, M., Ceylan, R., Uysal, S. and Aktumsek, A., 2017. Evaluation of antioxidant potential, enzyme inhibition activity and phenolic profile of *Lathyrus cicera* and *Lathyrus digitatus*: potential sources of bioactive compounds for the food industry. *Food and Chemical Toxicology*, **107**, 609–619.
- Mahomoodally, M.F., Zengin, G., Aumeeruddy, Z.M., Sezgin, M. and Aktümsek, A., 2018. Phytochemical profile and antioxidant properties of two Brassicaceae species: *Cardaria draba* subsp. *draba* and *Descurainia sophia*. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, **16**, 453–458.
- Marques, S.S., Magalhães, L.M., Tóth, I.V. and Segundo, M.A., 2014. Insights on antioxidant assays for biological samples based on the reduction of copper complexes—The importance of analytical conditions. *International Journal of Molecular Science*, **15**, 11387–11402.
- Mocan, A., Babotă, M., Pop, A., Fizeşan, I., Diuzheva, A., Locatelli, M., Carradori, S., Campestre, C., Menghini, L., Sisea, C.R., Sokovic, M., Zengin, G., Păltinean, R., Bădărău, S., Vodnar, D.C. and Crişan, G., 2020. Chemical constituents and biologic activities of sage species: A comparison between *Salvia officinalis* L., *S. glutinosa* L. and *S. transylvanica* (Schur ex Griseb. & Schenk) Schur. *Antioxidants*, **9(6)**, 480.

- Moharram, H. and Youssef, M., 2014. Methods for determining the antioxidant activity: a review. *Alexandria Journal of Food Science and Technology*, **11**, 31–42.
- Prieto, P., Pineda, M. and Aguilar, M., 1999. Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: Specific application to the determination of vitamin E. *Analytical Biochemistry*, **269**, 337–341.
- RiceEvans, C.A. and Miller, N.J., 1996. Antioxidant activities of flavonoids as bioactive components of food. *Biochemical Society Transactions*, **24**, 790–795.
- Schmotzer, A., 2021. New locality of *Lepidium cartilagineum* in the Hortobágy Region (East Hungary). *Acta Biologica Plantarum Agriensis*, **9(1)**, 16–31.
- Sharifi-Rad, J., Hoseini-Alfatemi, S.M., Sharifi-Rad, M., da Silva, J.A.T., Rokni, M. and Sharifi-Rad, M., 2015. Evaluation of biological activity and phenolic compounds of *Cardaria draba* (L.) extracts. *Journal of Biology and Today's World*, **4**, 180–189.
- Singh, R. and Kumari, N., 2015. Comparative determination of phytochemicals and antioxidant activity from leaf and fruit of *Sapindus mukorrossi* Gaertn—A valuable medicinal tree. *Industrial Crops and Products*, **73**, 1–8.
- Singleton, V.L. and Rossi, J.A., 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, **16**, 144–158.
- Sousa, E.O., Miranda, C.M., Nobre, C.B., Boligon, A.A., Athayde, M.L. and Costa J.G., 2015. Phytochemical analysis and antioxidant activities of *Lantana camara* and *Lantana montevidensis* extracts. *Industrial Crops and Products*, **70**, 7–15.
- Tuberoso, C.I.G., Rosa, A., Bifulco, E., Melis, M.P., Atzeri, A., Pirisi, F.M. and Dessi, M.A., 2010. Chemical composition and antioxidant activities of *Myrtus communis* L. berries extracts. *Food Chemistry*, **123**, 1242–1251.
- Wang, Y., Bai, L., Li, H., Yang, W. and Li, M., 2021. Protective effects of *Lepidium draba* L. leaves extract on testis histopathology, oxidative stress indicators, serum reproductive hormones and inflammatory signalling in oxymetholone-treated rat. *Andrologia*, **53(11)**, e14239.
- Yousefi, A., Elmarhoum, S., Khodabakhshaghdam, S., Ako, K. and Hosseinzadeh, G., 2022. Study on the impact of temperature, salts, sugars and pH on dilute solution properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum. *Food Science and Nutrition*, **10**, 3955–3968.

Investigation of Dielectric Constants of Alcohol-Water Mixtures by Microwave (MW) Spectroscopy Technique

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 20.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Alkol-Su Karışımlarının Dielektrik Sabitlerinin Mikrodalga (MD) Spektroskopi Tekniği ile İncelenmesi

Cengiz OKAY* 

Marmara University, Faculty of Science, Department of Physics, İstanbul, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Son birkaç on yılda, endüstride mikrodalga (MW) spektroskopi uygulamalarının kullanımı önemli ölçüde artmıştır. Bu teknik, dielektrik parametrelerin (ϵ' ve ϵ'') ölçümü yoluyla alkol-su karışımları hakkında çok önemli ayrıntılar vermesi nedeniyle oldukça kullanışlıdır. Bu çalışmada, saf sudan saf alkole doğru konsantrasyon değişimleri için etanol-su ve metanol-su karışımlarının dielektrik parametreleri (ϵ' ve ϵ'') belirlendi. Etanol-su ve metanol-su karışımlarının dielektrik parametrelerinin (ϵ' ve ϵ'') kırılma noktalarının %43 ve %44 hacim fraksiyonlarında, $x_{et} \approx 0.20M$ ve $x_{met} \approx 0.26M$ molar fraksiyonlarında olduğu tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Mikrodalga tekniği; Dielektrik parametre; Permittivity; Alkol-su karışımları

Abstract

Over the last few decades, the utilization of microwave (MW) spectroscopy applications in industry has grown dramatically. This technique is very useful as it gives very important details about alcohol-water mixtures through the measurement of dielectric parameters (ϵ' and ϵ''). This research determined the dielectric parameters (ϵ' and ϵ'') of ethanol-water and methanol-water mixtures for concentration changes from pure water to pure alcohol. The ethanol-water and methanol-water mixture volume fractions of 43% and 44%, respectively, as well as the molar fractions $x_{et} \approx 0.20M$ and $x_{met} \approx 0.26M$, obtained the breaking points of the dielectric parameters (ϵ' and ϵ'').

Keywords: Microwave technique; Dielectric parameter; Permittivity; Alcohol-water mixtures

1. Introduction

Many industrial applications involve using ethanol and other alcohols, as well as their aqueous water mixtures. Ethanol and methanol are the most often utilized alcohols when water is dissolved at room temperature. Alcohol heterogeneity, which results from the development of alcohol-alcohol, water-water, or alcohol-water clusters, is a crucial characteristic. Alcohol-water binary combinations have already been thoroughly researched using a variety of techniques, such as molecular dynamics simulations (MDS) (Benmore and Loh 2000, Tanaka et al. 1985), X-ray scattering (Hayashi et al. 1990, Nishikawa and Lijima 1993), mass spectroscopy (Takamuku et al. 2000), nuclear magnetic resonance with time domain (TD-NMR) technique (Jora et al. 2017, Okay 2023, Yoshida et al. 2006), Microwave dielectric spectroscopy (Kanse et al. 2006, Mohsen-Nia et al. 2010, Morlyoshl et al. 1990, Oğuzhan Akgöl 2020). Due to its remarkable sensitivity to molecule polarization or collective dynamics, dielectric spectroscopy (DS) is thought to be one of the most attractive techniques for investigating the unique

structures of water clusters and alcohol structures. One important physicochemical property of a solvent is its dielectric constant. Dielectric constants have important scientific and biological applications. A charged particle's dielectric constant tells us how strong the electric field is around it in a solvent (Mohsen-Nia et al. 2010). Permittivity is a measure of a material's dielectric properties. The dielectric loss factor on the imaginary part of the permittivity constant's ϵ'' real portion is referred to as ϵ' . The material's dielectric constant (ϵ') indicates how much energy it can hold, and the dielectric loss factor (ϵ'') indicates how much energy is created by the material. It claims that it can take in energy and turn it into heat (McSweeney and B. P. L. H 1995, Tataroğlu 2013).

In this study, the permittivity constants ϵ' and ϵ'' known as dielectric parameters of the ethanol-water and methanol-water mixture have been investigated from pure water to pure alcohol. The dielectric behavior of alcohol-water mixtures is explored using the hydrogen-bonded hypothesis.

2. Materials and Methods

2.1. Experimental Procedures

The liquid forms of methanol and ethanol were purchased from Sigma-Aldrich® (99%). Deionized water (Milli-Q, 18.2 M) with various volumes and molar fractions was used to create a mixture of ethanol and methanol that was also maintained at room temperature. Agilent Technologies' E8364B PNA series network analyzer (VNA) and Agilent 85070E Dielectric Slimform Probe Kit were used to measure a set of samples with varied alcohol concentrations in alcohol-water combinations (Figure 1). A 50-ohm load terminal, pure water, and air at 25 °C were used to calibrate the liquid test fixture. Alcohol-water mixture samples were measured at 25 °C in a frequency range of 10 MHz to 50 GHz.

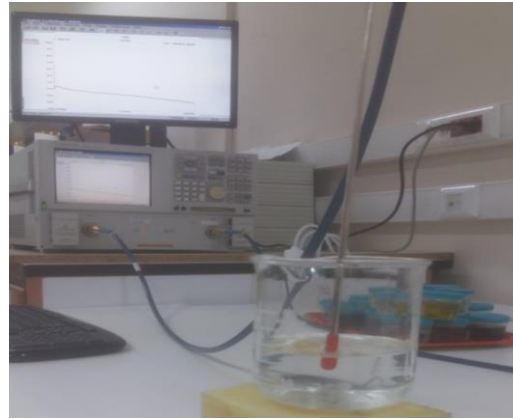


Figure 1. Photo of Agilent Network Analyzer (VNA) and Dielectric Kit.

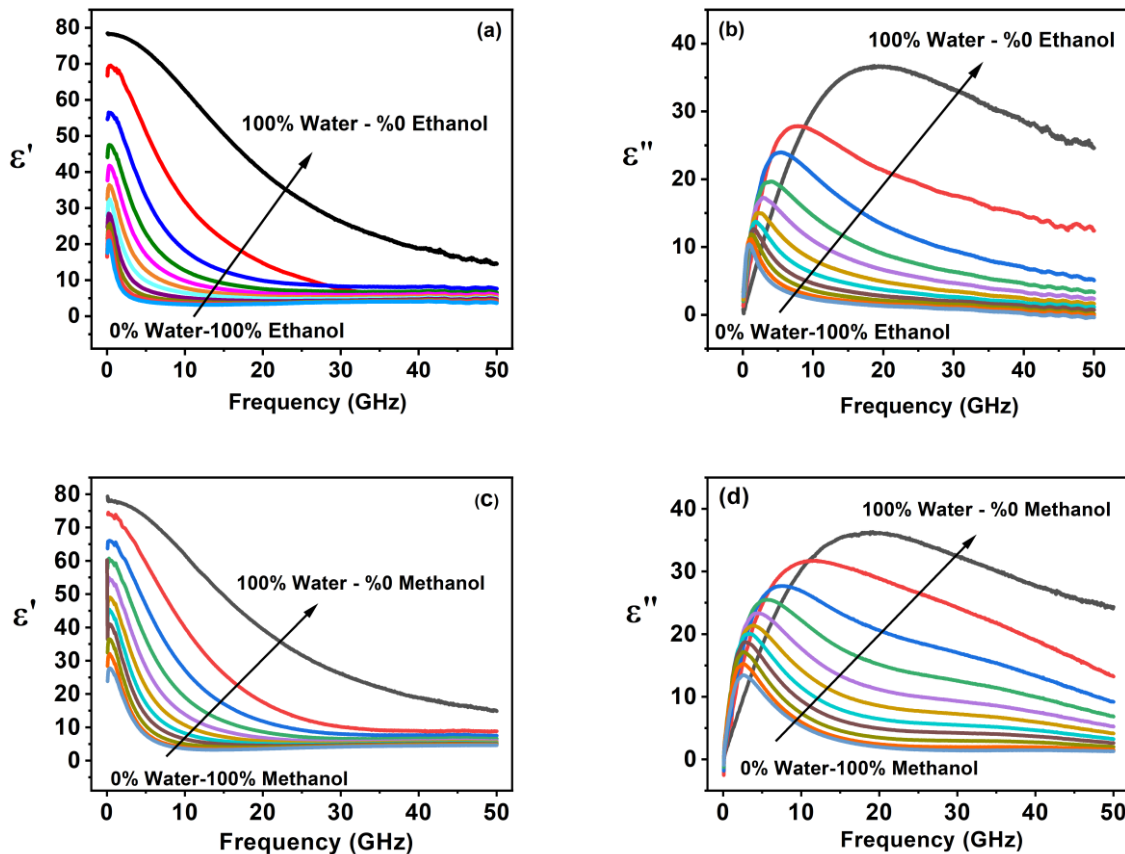


Figure 2.a-d. Real and imaginary parts of dielectric spectra of ethanol-water, and methanol-water mixtures (molar fractions at 25 °C).

3. Results and Discussions

Figure 2. a-b-c-d. displays the dielectric constants (ϵ' and ϵ'') spectra of the two types of alcohol-water mixture from pure alcohol to pure water—ethanol-water and methanol-water (molar fractions)—as a function of frequency, from 10 MHz to 50 GHz. At least three repeats of each measurement were performed. The measurements of the dielectric constant ϵ' and ϵ'' were taken as the average value (at 1 GHz). The obtained dielectric constants (ϵ' and ϵ'') from pure water to pure

alcohol (volume and molar fractions) are displayed in Figures 3. a–b and Figures 4. a–b, respectively. The figures demonstrate that for all of the investigated aqueous solutions, the dielectric constant values (ϵ') dropped as the concentrations of methanol and ethanol increased. In addition, the results show that for all of the aqueous solutions under investigation, the dielectric constant values (ϵ'') rose as the concentrations of methanol and ethanol increased. The trends in the ϵ' and ϵ'' values for varied amounts of water-methanol and water-ethanol combinations (Figures 3 and 4) are similar. After the

measurements were made, the dielectric constant was compared to values reported in the literature, which demonstrated the accuracy of the data (Kanse et al. 2006, Lone et al. 2008, Mohsen-Nia et al. 2010). When comparing my findings to the values reported in the literature, the margin of error for the dielectric measurements of pure water, methanol, and ethanol was roughly 2,4%, 10%, and 38%, respectively. It is clear that the outcomes produced by the commercial Agilent 85070E Dielectric Slimform Probe Kit and Agilent E8364B PNA series network analyzer devices are in agreement with one another.

Returning to Figures 3 and 4, the results show that the ϵ' values for methanol-water mixtures are consistently

higher than those for ethanol-water mixtures. Physical properties of compounds, such as solubility, melting and boiling points, and intermolecular interactions, are correlated with their molecular polarity. It is known how the polarity of the molecule and the dielectric constants relate to each other. Additionally, molecules that possess O-H bonds have the ability to form hydrogen bonds. As the length of an alcohol's alkyl chain increases, London dispersion forces between molecules can increase and even surpass (as in the case of ethanol). Consequently, methanol displays a minimal London dispersion force, and its reported dielectric constants are greater than ethanol's, as expected (Kanse et al. 2006, Lone et al. 2008, Mohsen-Nia et al. 2010).

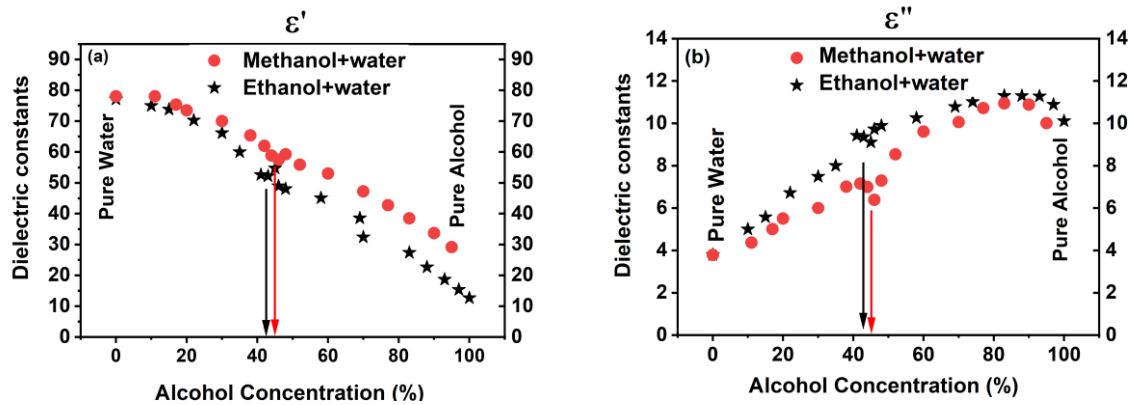


Figure 3. a–b Dielectric constants (at 1 GHz) ethanol-water and methanol-water for volume fraction

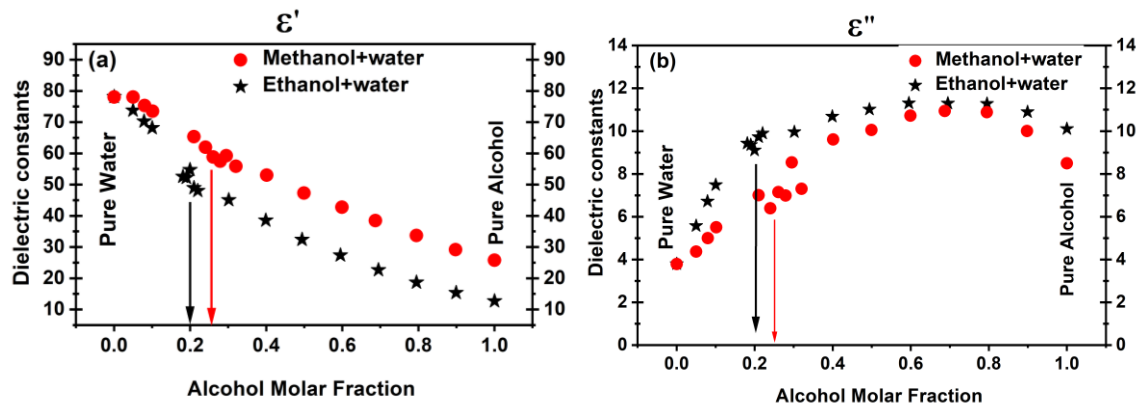


Figure 4. a–b Dielectric constants (at 1 GHz) ethanol-water and methanol-water for molar fraction

As we previously stated, both types of alcohol show a fairly similar tendency in the dependence of ϵ' and ϵ'' vs. concentration. The only difference between ethanol-water and methanol-water mixture is the values of the turnover (breaking) points. Arrows are provided as references to indicate certain volumes-molar fraction (breaking) points in the ϵ' and ϵ'' values. Arrows are provided as a guide to indicate special volume concentrations; they read 43% for ethanol and 44% for methanol. These values correspond to $x_{et} \approx 0.20$ and $x_{met} \approx 0.26$ in the molar fractions of ethanol and methanol-water mixes, respectively. ϵ' decreases with the increase of concentration toward turnover points. Following that, ϵ' values rise and subsequently fall with larger alcohol fractions in the direction of pure alcohol liquid. Similarly,

ϵ'' rises as alcohol content increases approaches turnover points. After that, ϵ'' values decline and then increase with larger alcohol fractions toward pure alcohol liquid.

The alteration in the alcohol-water clusters' transition structure is connected to this breaking point. Additionally, it is reliant on the forming of hydrogen bonds between molecules of alcohol and water. The rotational and translational motion of water and molecules are also impacted by this clumping phenomenon. Several research teams (Burikov et al. 2010, Matsugami et al. 2016, Takamuku et al. 2001, 2004) have used a variety of methodologies to examine the hydrogen-bonding characteristics of the alcohol-water system. We provided the following explanation for the observed concentration

dependence using information from the literature. It is well known that pure water molecules, even when they are in a liquid condition, prefer a tetrahedral arrangement. This means that, on average, neighboring molecules are orientated to one another so that they create water clusters that are tetrahedral for a brief period (in the near range). A small amount of alcohol does not immediately change this dynamic organization, but as the alcohol concentration rises, the water molecules' near-range arrangement begins to change. At volume concentrations of %43 ($x_{\text{et}} \approx 0.20\text{M}$) for ethanol and %44 to ($x_{\text{met}} \approx 0.26\text{M}$) for methanol, the tetrahedral-like organization breaks down in the intermediate concentration range because alcohol-water clusters rather than water-water clusters occur in the mixes. An increase in the number of chain-like clusters of alcohol molecules and a drop in the ratio of alcohol-water clusters are the effects of raising the alcohol concentration above turnover concentrations (Noskov et al. 2005, Takamuku et al. 2000, Yoshida et al. 2006).

4. Conclusions

In this study, the dielectric parameters (ϵ' and ϵ'') of ethanol-water and methanol-water mixtures from pure water to pure alcohol (volume and molar fractions) have been examined using the microwave (MW) spectroscopy technique. Both types of alcohol showed the same tendency in terms of how concentration affects dielectric parameters. ϵ' decreased as concentration increased approaches turnover points. Following that, ϵ' values raised and then fell with increasing alcohol fractions in the direction of pure alcohol liquid. Similarly, ϵ'' climbed as alcohol content reached turnover points. After that, ϵ'' values decreased and subsequently increased with increasing alcohol fractions toward pure alcohol liquid. The observed behavior is qualitatively explained.

Declaration of Ethical Standards

The author declares that they comply with all ethical standards.

Credit Authorship Contribution Statement

Author: Conceptualization, investigation, methodology and software, supervision, visualization, and writing – original draft, review, and editing.

Declaration of Competing Interest

The author declares that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data Availability Statement

The author declares that the main data supporting the findings of this work are available within the article.

Acknowledgement

I would like to thank Prof. Dr. Bulat Rami and Dr. Ayşe Maraşlı from Gebze Technical University for providing laboratory facilities and access to equipment.

5. References

- Benmore, C. J., & Loh, Y. L. (2000). The structure of liquid ethanol: A neutron diffraction and molecular dynamics study. *Journal of Chemical Physics*, **112**(13), 5877–5883.
<https://doi.org/10.1063/1.481160>
- Burikov, S., Dolenko, T., Patsaeva, S., Starokurov, Y., & Yuzhakov, V. (2010). Raman and IR spectroscopy research on hydrogen bonding in water-ethanol systems. *Molecular Physics*, **108**(18), 2427–2436.
<https://doi.org/10.1080/00268976.2010.516277>
- Hayashi, H., Nishikawa, K., & Iijima, T. (1990). Small-angle X-ray scattering study of fluctuations in 1-propanol-water and 2-propanol-water systems. *Journal of Physical Chemistry*, **94**(21), 8334–8338.
<https://doi.org/10.1021/j100384a062>
- Jora, M. Z., Cardoso, M. V. C., & Sabadini, E. (2017). Correlation between viscosity, diffusion coefficient and spin-spin relaxation rate in ^1H NMR of water-alcohols solutions. *Journal of Molecular Liquids*, **238**, 341–346.
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.05.006>
- Kanse, K. S., Chavan, S. D., Mali, C. S., Kumbharkhane, A. C., & Mehrotra, S. C. (2006). Structural study of methanol-water mixture from dielectric parameters. *Indian Journal of Physics*, **80**(3), 265–269.
- Lone, B. G., Undre, P. B., Patil, S. S., Khirade, P. W., & Mehrotra, S. C. (2008). Dielectric study of methanol-ethanol mixtures using TDR method. *Journal of Molecular Liquids*, **141**(1–2), 47–53.
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2008.03.001>
- Matsugami, M., Yamamoto, R., Kumai, T., Tanaka, M., Umecky, T., & Takamuku, T. (2016). Hydrogen bonding in ethanol-water and trifluoroethanol-water mixtures studied by NMR and molecular dynamics simulation. *Journal of Molecular Liquids*, **217**(D), 3–11.
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2015.06.050>
- McSweeney, F. B. . and B. P. L. H. (1995). *Advanced Dairy Chemistry* (P. L. H. M. and P. F. Fox (ed.); 3rd ed., Vol. 2. Ireland, Springer, 768-770.
- Mohsen-Nia, M., Amiri, H., & Jazi, B. (2010). Dielectric constants of water, methanol, ethanol, butanol and acetone: Measurement and computational study. *Journal of Solution Chemistry*, **39**(5), 701–708.
<https://doi.org/10.1007/s10953-010-9538-5>
- Morlyoshi, T., Ishii, T., Tamal, Y., & Tado, M. (1990). Static Dielectric Constants of Water + Ethanol and Water +. *J. Chem. Eng. Data*, **35**, 17–20.
- Nishikawa, K., & Iijima, T. (1993). Small-angle X-ray scattering study of fluctuations in ethanol and water mixtures. *Journal of Physical Chemistry*,

97(41), 10824–10828.

<https://doi.org/10.1021/j100143a049>

Noskov, S. Y., Lamoureux, G., & Roux, B. (2005). Molecular dynamics study of hydration in ethanol-water mixtures using a polarizable force field. *Journal of Physical Chemistry B*, **109(14)**, 6705–6713.

<https://doi.org/10.1021/jp045438q>

Oğuzhan Akgöl. (2020). *Metamalzeme Tabanlı Sensör İle Sahte Rakıdaki Metanol Tespiti. TUBİTAK 1002 Proje No: 119E034, İskenderun Teknik Üniversitesi, Hatay.*

Okay, C. (2023). *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi Investigation of Relaxation Times of Alcohol-Water Mixtures by Time Domain NMR Technique Alkol- Su Karışımlarının Durulma Sürelerinin Zaman Boyutlu NMR Tekniği ile İncelenmesi.* **23**, 300–305.

<https://doi.org/10.35414/akufemubid.1152842>

Takamuku, T., Maruyama, H., Watanabe, K., & Yamaguchi, T. (2004). Structure of 1-propanol-water mixtures investigated by large-angle X-ray scattering technique. *Journal of Solution Chemistry*, **33(6–7)**, 641–660.

<https://doi.org/10.1023/B:JOSL.0000043631.21673.8b>

Takamuku, T., Yamaguchi, A., Matsuo, D., Tabata, M., Kumamoto, M., Nishimoto, J., Yoshida, K., Yamaguchi, T., Nagao, M., Otomo, T., & Adachi, T. (2001). Large-angle X-ray scattering and small-angle neutron scattering study on phase separation of acetonitrile-water mixtures by addition of NaCl. *Journal of Physical Chemistry B*, **105(26)**, 6236–6245.

<https://doi.org/10.1021/jp003011n>

Takamuku, T., Yamaguchi, T., Asato, M., Matsumoto, M., & Nishi, N. (2000). Structure of clusters in methanol-water binary solutions studied by mass spectrometry and X-ray diffraction. *Zeitschrift Fur Naturforschung - Section A Journal of Physical Sciences*, **55(5)**, 513–525.

<https://doi.org/10.1515/zna-2000-0507>

Tanaka, H., Nakanishi, K., & Touhara, H. (1985). Computer experiments on aqueous solutions. VII. Potential energy function for urea dimer and molecular dynamics calculation of 8 mol % aqueous solution of urea. *The Journal of Chemical Physics*, **82(11)**, 5184–5191.

<https://doi.org/10.1063/1.448643>

Tataroğlu, A. (2013). Dielectric permittivity, AC conductivity and electric modulus properties of metal/ferroelectric/semiconductor (MFS) structures. *Gazi University Journal of Science*, **26(3)**, 501–508.

Yoshida, K., Kitajo, A., & Yamaguchi, T. (2006). 17O NMR

relaxation study of dynamics of water molecules in aqueous mixtures of methanol, ethanol, and 1-propanol over a temperature range of 283–403 K. *Journal of Molecular Liquids*, **125(2–3)**, 158–163.

<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2005.11.009>

Monoidlerin Bruck-Reilly Genişlemelerinin İkinci Tamsayı Homolojisi

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 15.08.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

On the Second Integral Homology of Bruck-Reilly Extensions of Monoids

Melek YAĞCI* 

Sinop Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Matematik Bölümü, Sinop, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

M bir monoid ve θ , M üzerinde bir endomorfizm olsun. \mathbb{N}^0 negatif olmayan tamsayıların kümesi, $r = \max\{n, p\}$ ve θ^0 , M üzerinde birim dönüşüm olmak üzere $\mathbb{N}^0 \times M \times \mathbb{N}^0$ kümesi

$$(m, a, n)(p, b, q) = (m - n + r, (a\theta^{r-n})(b\theta^{r-p}), q - p + r)$$

ikili işlemi ile birlikte bir monoid tanımlar. Bu monoide θ nin belirlediği M nin Bruck-Reilly genişlemesi denir ve $BR(M, \theta)$ ile gösterilir. Bu çalışmada, bir sonlu M monoidinin Bruck-Reilly genişlemesinin ikinci tamsayı homolojisinin, öyle bir $k \in \mathbb{N}$ için

$$H_2(BR(M, \theta)) = H_2(M) \times \mathbb{Z}^k$$

olduğu gösterilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Monoid; Bruck-Reilly Genişlemesi; İkinci Tamsayı Homolojisi; Takdim.

Abstract

Let M be a monoid and let θ be an endomorphism on M . Then the set $\mathbb{N}^0 \times M \times \mathbb{N}^0$ where \mathbb{N}^0 is the set of non-negative integers, is a monoid together with the binary operation

$$(m, a, n)(p, b, q) = (m - n + r, (a\theta^{r-n})(b\theta^{r-p}), q - p + r)$$

where $r = \max\{n, p\}$ and θ^0 is the identity map on M , which is called the Bruck-Reilly extension of M determined by θ and denoted by $BR(M, \theta)$. In this paper, we show that the second integral homology of Bruck-Reilly extension of a finite monoid M is

$$H_2(BR(M, \theta)) = H_2(M) \times \mathbb{Z}^k$$

for some $k \in \mathbb{N}$.

Keywords: Monoid; Bruck-Reilly Extension; Second Integral Homology; Presentation.

1. Giriş

M bir monoid olmak üzere 1_M , M nin birim elemanı ve $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olsun. \mathbb{N}^0 negatif olmayan tamsayıların kümesi, $r = \max\{n, p\}$ ve θ^0 , M üzerinde birim dönüşüm olmak üzere $\mathbb{N}^0 \times M \times \mathbb{N}^0$ kümesi üzerinde tanımlanan

$$(m, a, n)(p, b, q) = (m - n + r, (a\theta^{r-n})(b\theta^{r-p}), q - p + r)$$

ikili işlemi ile birim elemanı $(0, 1_M, 0)$ olan bir monoid olur. Bu monoide θ nin belirlediği M nin Bruck-Reilly genişlemesi denir ve $BR(M, \theta)$ ile gösterilir. Carvalho (2005)'nin vurguladığı gibi bu yapı Bruck (1958), Reilly (1966) ve Munn (1970) yapılarının genelleştirilmiştir halidir.

Yarıgrup Teorisinde bir yarıgrupun (monoidin) bir sonlu yarıgrup (monoid) takdimini bulmak ve üstelik monoidlerin Bruck-Reilly genişlemelerinin özelliklerini incelemek önemli bir çalışma alanıdır ve literatürde uzun yıllardır çalışılır (örneğin, Araujo and Ruskuc 2001, Carvalho 2006, Carvalho 2007, Carvalho 2009, Karpuz 2015, Yamamura 2001).

Bir sonlu takdime sahip S yarıgrupunun yarıgrup noksanlığı $\text{def}_S(S)$ ile gösterilir ve $\langle A|R \rangle, S$ nin bir sonlu yarıgrup takdimi olmak üzere

$$\text{def}_S(S) = \min\{|R| - |A|\}$$

şeklinde tanımlıdır. Bir sonlu takdime sahip M monoidinin monoid noksanlığı $\text{def}_M(M)$ ile gösterilir ve $\langle A|R \rangle, M$ nin bir sonlu monoid takdimi olmak üzere

$$\text{def}_M(M) = \min\{|R| - |A|\}$$

şeklinde tanımlıdır. Bir sonlu S yarigrubu (M monoidi) için $\text{def}_S(S) \geq 0$ ($\text{def}_M(M) \geq 0$) olduğu iyi bilinmektedir. Pride 1997 yılında, $H_2(M)$ M nin ikinci tamsayı homolojisi ve $\text{rank}(U)$ da bir U yarigrubunun (monoidinin) tüm yarigrup (monoid) üreteç kümelerinin kardinalitesinin minimumu olmak üzere, bir sonlu M monoidi için

$$\text{def}_M(M) \geq \text{rank}(H_2(M))$$

olduğunu (yayınlanmamış) gösterdi. S^1 , S ye gerekirse birim eleman eklenerek elde edilen monoid olmak üzere

$$\text{def}_S(S) = \text{def}_M(S^1) \geq \text{rank}(H_2(S^1))$$

olduğu gösterilmiştir (Ayık et al. 2000). S sonlu bir yarigrup olmak üzere eğer $\text{def}_S(S) = \text{rank}(H_2(S^1))$ ise S ye etkin yarigrup aksi takdirde etkin olmayan yarigrup denir. Benzer şekilde, M sonlu bir monoid olmak üzere eğer $\text{def}_M(M) = \text{rank}(H_2(M))$ ise M ye etkin monoid aksi takdirde etkin olmayan monoid denir. Sonlu değişmeli grupların, n çift iken D_{2n} dihedral gruplarının ve sonlu dikiörtgensel bandların etkin yarigruplar; fakat mertebesi en az 3 olan sonlu sıfır yarigrupların ve $|A| \geq 2$ olan sonlu bir A kümesi üzerindeki sonlu serbest yarılatislerin etkin olmayan yarigruplar olduğu gösterilmiştir (Ayık et al. 2000). S ve T sonlu monoidlerinin $S \diamond T$, Schützenberger çarpımının ikinci tamsayı homolojisinin

$$H_2(S \diamond T) = H_2(S) \times H_2(T) \times (H_1(S) \otimes_{\mathbb{Z}} H_1(T))$$

olduğu ve S ve T monoidlerinin her ikisi de sol veya sağ tersinir eleman içermiyor ise $S \diamond T$ nin etkin olmadığı gösterilmiştir (Yağcı et al. 2015). Böylece açıkça görülmektedir ki bir yarigrubun (monoidin) etkin olup olmadığını belirtmek için yarigrubun (monoidin) ikinci tamsayı homolojisini bulmak oldukça önemlidir ve literatürde bu konu ile ilgili pek çok ilginç çalışma bulunmaktadır (Ayık et al. 2000, Ayık et al. 2007, Çevik 2003, Yağcı et al. 2015). (Burada açıklanmayan yarigrup teorisindeki diğer tanımlar için Howie (1995), Johnson (1990), Ruskuc (1995)' e bakınız.)

Bu çalışmalardan esinlenerek, bir sonlu M monoidinin Bruck-Reilly genişlemesinin ikinci tamsayı homolojisinin, öyle bir $k \in \mathbb{N}$ için

$$H_2(\text{BR}(M, \theta)) = H_2(M) \times \mathbb{Z}^k$$

olduğu gösterilmiştir.

2. Ön Hazırlık

Bu bölümde, çalışmanın ana sonucunu elde etmek için Squier çözümlemesi (Squier 1987) kullanılacağından, burada verilmeyen tanımlamalar, basit terimler ve

notasyonlar için Squier (1987)'e ya da Yağcı et al. (2015)'a bakınız. Şimdi kolaylık olması açısından sık kullanılacak olan tanımlamaları vereceğiz.

Yardımcı Teorem 2.1 A boş olmayan bir küme ve R, A üzerinde bir sınırlı yerine-yazma sistemi olsun. O zaman aşağıdakiler birbirine denktir.

- i) R confluentdir.
- ii) $r_2 \neq \varepsilon$ olmak üzere $\forall (r_1 r_2, s_{1,2}), (r_2 r_3, s_{2,3}) \in R$ için $s_{1,2} r_3 \xrightarrow{*} w$ ve $r_1 s_{2,3} \xrightarrow{*} w$ olacak şekilde bir $w \in A^*$ vardır ve $\forall (r_1 r_2 r_3, s_{1,2}), (r_2, s_{2,3}) \in R$ için $s_{1,2} \xrightarrow{*} w$ ve $r_1 s_{2,3} r_3 \xrightarrow{*} w$ olacak şekilde bir $w \in A^*$ vardır.
- iii) Her $w \in A^*$ için w nin bir tek indirgenemez formu vardır.

İspat: Guba and Pride (1996), Teorem 1.1'e ve Squier (1987), Teorem 2.1'e ve bakınız.

Squier (1987)'de R , tek sınırlı yerine-yazma sistemi olduğunda $P_3 \xrightarrow{\partial_3} P_2 \xrightarrow{\partial_2} P_1 \xrightarrow{\partial_1} P_0 \xrightarrow{\varepsilon} \mathbb{Z} \rightarrow 0$ dizisinin tam olduğunu gösterdi. O halde bu çözümlmeye $\mathbb{Z} \otimes_{\mathbb{Z}M}$ - tensör çarpımı uygulanırsa kısaca

$$\bar{P}_3 \xrightarrow{\bar{\partial}_3} \bar{P}_2 \xrightarrow{\bar{\partial}_2} \bar{P}_1 \xrightarrow{\bar{\partial}_1} \mathbb{Z} \rightarrow 0 \quad (1)$$

şeklinde değişmeli grupların zincir kompleksi elde edilir. Burada $a \in A$ ve $r_2 \neq \varepsilon$ için $(r_1 r_2, s_{1,2}), (r_2 r_3, s_{2,3}), (r, s) \in R$ olmak üzere \bar{P}_1, \bar{P}_2 ve \bar{P}_3 sırasıyla $[a], [r, s]$ ve $[(r_1 r_2, s_{1,2}), (r_2 r_3, s_{2,3})]$ formal sembol kümeleri üzerinde serbest değişmeli gruplardır. Açıkça $\bar{\partial}_1: \bar{P}_1 \rightarrow \mathbb{Z}$ sıfır dönüşümdür. $w \in A^*$ ve $a \in A$ için w daki a -ların sayısına w nin a uzunluğu denir ve $\|w\|_a$ ile gösterilir. Ayrıca her $w = a_1 \cdots a_m \in A^*$ için $C[w] = [a_1, \dots, a_m]$ şeklinde bir liste olarak tanımlansın. $\bar{\partial}_2: \bar{P}_2 \rightarrow \bar{P}_1$ dönüşümü

$$\bar{\partial}_2([r, s]) = \sum_{a \in A} (\|r\|_a - \|s\|_a)[a]$$

şeklinde tanımlıdır. Son olarak eğer $\Phi(w) = \sum_{i=1}^q \phi(u_i)[r_i, s_i]$ ise $\bar{\Phi}: A^* \rightarrow \bar{P}_2$ dönüşümü $\bar{\Phi}(w) = \sum_{i=1}^q [r_i, s_i]$ şeklinde tanımlı olmak üzere

$$\bar{\partial}_3: \bar{P}_3 \rightarrow \bar{P}_2 \text{ dönüşümü}$$

$$\bar{\partial}_3([(r_1 r_2, s_{1,2}), (r_2 r_3, s_{2,3})]) = [r_2 r_3, s_{2,3}]$$

$$- [r_1 r_2, s_{1,2}] + \bar{\Phi}(r_1 s_{2,3}) - \bar{\Phi}(s_{1,2} r_3)$$

şeklinde tanımlıdır. Böylece bir M monoidinin ikinci tamsayı homolojisi

$$H_2(S) = \text{Ker}\bar{\delta}_2 / \text{im}\bar{\delta}_3$$

şeklinde tanımlı serbest değişmeli gruptur.

3. Monoidlerin Bruck-Reilly Genişlemelerinin İkinci Tamsayı Homolojisi

M bir monoid ve $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olsun. Howie and Ruskuc (1994)'de göstermiştir ki A, M nin bir üreteç kümesi olmak üzere

$$\{(0, a, 0) : a \in A\} \cup \{(0, 1_M, 1), (1, 1_M, 0)\}$$

kümesi $BR(M, \theta)$ nin bir üreteç kümesidir. Bu durumda $(m, a, n) \in BR(M, \theta)$ için $a \in M = \langle A \rangle$ olup $a = a_1 \cdots a_t$ olacak şekilde $a_1, \dots, a_t \in A$ ve $t \in \mathbb{N}$ vardır. O halde

$$(m, a, n) = (m, 1_M, 0)(0, a, 0)(0, 1_M, n)$$

ve her bir çarpan

$$(m, 1_M, 0) = (1, 1_M, 0)^m,$$

$$(0, a, 0) = (0, a_1 \cdots a_t, 0) = (0, a_1, 0) \cdots (0, a_t, 0),$$

$$(0, 1_M, n) = (0, 1_M, 1)^n$$

şeklinde yazılabileceğinden

$$(m, a, n) = (1, 1_M, 0)^m (0, a_1, 0) \cdots (0, a_t, 0) (0, 1_M, 1)^n$$

olarak yazılabilir.

Ayrıca Howie and Ruskuc (1994)'de yine göstermiştir ki $a \in A$ olmak üzere

$$\beta = \langle A, b, c | R, bc = 1, ba = (a\theta)b, ac = c(a\theta) \rangle$$

takdimi $BR(M, \theta)$ yı tanımlar.

$BR(M, \theta)$ için verilen β takdiminde ki ilişkiler kümesi Q ile gösterilirse $a \in A, w \in A^*$ ve $k \in \mathbb{N}$ olmak üzere $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olduğundan ve $BR(M, \theta)$ üzerinde tanımlanan çarpma işleminden

$$\begin{aligned} bw &= (w\theta)b, & wc &= c(w\theta), \\ b^k a &= (a\theta^k)b^k, & ac^k &= c^k(a\theta^k), \\ b^k w &= (w\theta^k)b^k, & wc^k &= c^k(w\theta^k) \end{aligned}$$

ilişkilerinin Q nun bir sonucu olduğunu görmek kolaydır (Bugay, 2010).

Yardımcı Teorem 3.1 M bir sonlu monoid ve $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olsun. R, A üzerinde tek sınırlı yerine-yazma sistemi olmak üzere $\langle A | R \rangle M$ nin bir sonlu monoid takdimi olsun. O zaman $a \in A$ olmak üzere

$$Q = R \cup \{bc = 1, ba = (a\theta)b, ac = c(a\theta)\}$$

kümesi $A \cup \{b, c\}$ üzerinde sınırlı ve confluent (ve böylece tam) bir sistemdir.

İspat: $w \in (A \cup \{b, c\})^*$ olsun. Yukarıda verilen Q nun sonucu olan ilişkiler kullanılarak $w_0 \in A^*$, A da indirgenemez olmak üzere w nın indirgenmiş formunun $\bar{w} = c^k w_0 b^t$ şeklinde olduğu görülür. R, A üzerinde sınırlı olduğu için Q da $A \cup \{b, c\}$ üzerinde sınırlıdır. Ayrıca, R sınırlı ve confluent olduğu için $\bar{w} \in (A \cup \{b, c\})^*$, w nın bir tek indirgenemez formudur. Böylece Yardımcı Teorem 2.1 den $Q, A \cup \{b, c\}$ üzerinde confluent bir sistemdir.

Yardımcı Teorem 3.2 M bir sonlu monoid ve $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olsun. R, A üzerinde tek sınırlı yerine-yazma sistemi olmak üzere $\langle A | R \rangle M$ nin bir sonlu monoid takdimi olsun. Yukarıdaki notasyonlar ile birlikte $a \in A$ ve $\bar{a\theta}, a\theta$ nın bir tek indirgenemez formu olmak üzere

$$Q'' = R \cup \{bc = 1, ba = (\bar{a\theta})b, ac = c(\bar{a\theta})\}$$

kümesi Q ya denk ve $A \cup \{b, c\}$ kümesi üzerinde bir tek sınırlı yerine yazma sistemidir.

İspat: Squier (1987) Teorem 2.4' den açıktır.

Sonuç 3.3 M bir sonlu monoid ve $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olsun. R, A üzerinde tek sınırlı yerine-yazma sistemi olmak üzere $\langle A | R \rangle M$ nin bir sonlu monoid takdimi olsun. Yukarıdaki notasyonlar ile birlikte

$$\langle A \cup \{b, c\} | Q'' \rangle$$

$BR(M, \theta)$ monoidinin bir monoid takdimidir öyle ki $Q'', A \cup \{b, c\}$ üzerinde tek sınırlı yerine yazma sistemidir.

İspat: $\bar{a\theta}, a\theta \xrightarrow{Q} (\bar{a\theta})$ olacak şekilde bir tek indirgenemez form olmak üzere Tietze dönüşümleri kullanılarak $ba = (\bar{a\theta})b, ac = c(\bar{a\theta})$ ilişkileri eklenir ve $\bar{a\theta} \rightarrow a\theta$ olduğundan yine Tietze dönüşümleri kullanılarak $ba = (a\theta)b, ac = c(a\theta)$ ilişkileri çıkarılır ise Yardımcı Teorem 3.1 ve 3.2 den istenen sonuç elde edilir.

Teorem 3.4 M bir sonlu monoid ve $\theta: M \rightarrow M$ bir endomorfizm olsun. O halde öyle bir $k \in \mathbb{N}$ için

$$H_2(BR(M, \theta)) = H_2(M) \times \mathbb{Z}^k$$

dır.

İspat: Yardımcı Teorem 3.2 de verilen $A \cup \{b, c\}$ kümesi üzerindeki Q'' tek sınırlı yerine yazma sistemini ele alalım ve bu sisteme (1) zincir kompleksini uygulayalım.

M monoidinin $BR(M, \theta)$ Bruck-Reilly genişlemesinin ikinci tamsayı homolojisi $H_2(BR(M, \theta)) = \text{Ker}\bar{\delta}_2 / \text{im}\bar{\delta}_3$ yı hesaplamaya başlamadan önce kabul

edelim ki $\text{Ker } \bar{\delta}_{2|M}, \{X_i | i \in I\}$ ve $\text{im } \bar{\delta}_{3|M}, \{Y_j | j \in J\}$ üzerinde serbest değişmeli gruplar olmak üzere $H_2(M) = \text{Ker } \bar{\delta}_{2|M} / \text{im } \bar{\delta}_{3|M}$ olsun. Şimdi aşağıdaki overlap-leri kullanarak $\text{im } \bar{\delta}_3$ serbest değişmeli grubu için bir üreteç kümesi bulalım. O halde $a \in A; (ra = p), (ar = s), (r_1 r_2 = p_{1,2}), (r_2 r_3 = p_{2,3}) \in R$ olmak üzere tüm overlap-ler

$$V_1 = [(r_1 r_2, p_{1,2}), (r_2 r_3, p_{2,3})],$$

$$V_2 = [(ra, p), (ac, c(\bar{a}\theta))],$$

$$V_3 = [(ba, (\bar{a}\theta)b), (ar, s)],$$

$$V_4 = [(ba, (\bar{a}\theta)b), (ac, c(\bar{a}\theta))]$$

olur. Böylece

$$\bar{\delta}_3(V_1) = \text{im } \bar{\delta}_{3|M}$$

$$\bar{\delta}_3(V_2) = \sum_{a \in C[ra]} [ac, c(\bar{a}\theta)] - \sum_{a \in C[p]} [ac, c(\bar{a}\theta)]$$

$$\bar{\delta}_3(V_3) = \sum_{a \in C[s]} [ba, (\bar{a}\theta)b] - \sum_{a \in C[ar]} [ba, (\bar{a}\theta)b]$$

$$\bar{\delta}_3(V_4) = [ac, c(\bar{a}\theta)] - [ba, (\bar{a}\theta)b]$$

elde edilir. Kabul edelim ki

$$W_1 = \{[ac, c(\bar{a}\theta)] : a \in C[r] \cup C[s], (r = s) \in R\}$$

$$W_2 = \{[ba, (\bar{a}\theta)b] : a \in C[r] \cup C[s], (r = s) \in R\}$$

olsun. O halde

$$\bar{\delta}_3(V_2) = \langle W_1 \rangle$$

$$\bar{\delta}_3(V_3) = \langle W_2 \rangle$$

$$\bar{\delta}_3(V_4) \subseteq \langle W_1 \cup W_2 \rangle$$

olur. Böylece $\{Y_j, W_1, W_2 : j \in J\}$ kümesi serbest değişmeli grup $\text{im } \bar{\delta}_3$ için bir üreteç kümesi olur.

Şimdi de $\text{Ker } \bar{\delta}_2$ için bir üreteç kümesi bulalım.

Her $\alpha \in \bar{P}_2$,

$$\alpha = \sum_{(r=s) \in R} \alpha_{(r,s)}[r, s] + \alpha_{(bc,1)}[bc, 1]$$

$$+ \sum_{[ba, (\bar{a}\theta)b] \in Q''} \alpha_{(ba, (\bar{a}\theta)b)}[ba, (\bar{a}\theta)b]$$

$$+ \sum_{[ac, c(\bar{a}\theta)] \in Q''} \alpha_{(ac, c(\bar{a}\theta))}[ac, c(\bar{a}\theta)]$$

şeklinde yazılabildiğinden $\alpha \in \text{Ker } \bar{\delta}_2$ gerek ve yeter koşul

$$\begin{aligned} 0 = \bar{\delta}_2(\alpha) &= \sum_{a \in A} \alpha_{(r,s)}(\|r\|_a - \|s\|_a)[a] \\ &+ \alpha_{(bc,1)}([b] + [c]) \\ &+ \sum_{[ba, (\bar{a}\theta)b] \in Q''} \alpha_{(ba, (\bar{a}\theta)b)}([a] - [\bar{a}\theta]) \\ &+ \sum_{[ac, c(\bar{a}\theta)] \in Q''} \alpha_{(ac, c(\bar{a}\theta))}([a] - [\bar{a}\theta]) \end{aligned}$$

dır. $\alpha_{(bc,1)} = 0$ olduğu açıktır. $\alpha_{(r,s)}$ dışındaki katsayıların hepsini sıfır olarak alırsak

$$\bar{\delta}_2\left(\sum_{(r=s) \in R} \alpha_{(r,s)}[r, s]\right) = \sum_{a \in A} \alpha_{(r,s)}(\|r\|_a - \|s\|_a)[a] = 0$$

olur ki bu bize $\text{Ker } \bar{\delta}_{2|M}$ nin $\{X_i | i \in I\}$ üreteç kümesini verir.

Eğer $\bar{a}\theta = a$ ise yapacak bir şey yoktur. O halde $\bar{a}\theta \neq a$ olduğunu kabul edelim. O zaman $(r = s) \in R$ olmak üzere her bir $a \notin C[r] \cup C[s]$ için

$$\begin{aligned} \sum_{a \in A} (\alpha_{(r,s)}(\|r\|_a - \|s\|_a) + \alpha_{(ba, (\bar{a}\theta)b)}) \\ + \alpha_{(ac, c(\bar{a}\theta))} [a] = 0 \text{ ve} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sum_{\bar{a}\theta \in A} (\alpha_{(r,s)}(\|r\|_a - \|s\|_a) + \alpha_{(ba, (\bar{a}\theta)b)}) \\ + \alpha_{(ac, c(\bar{a}\theta))} [\bar{a}\theta] = 0 \end{aligned}$$

ve $(r = s) \in R$ olmak üzere her bir $a \notin C[r] \cup C[s]$ için

$$\alpha_{(ba, (\bar{a}\theta)b)} = -\alpha_{(ac, c(\bar{a}\theta))}$$

olur. Şimdi

$$\begin{aligned} W_3 = \{[ac, c(\bar{a}\theta)] - [ba, (\bar{a}\theta)b] : a \notin C[r] \\ \cup C[s], (r = s) \in R\} \end{aligned}$$

olsun. Böylece

$$\begin{aligned} \{X_i, W_1, W_2, [ac, c(\bar{a}\theta)], [ba, (\bar{a}\theta)b] : a \notin C[r] \\ \cup C[s], (r = s) \in R, i \in I\} \end{aligned}$$

kümesi serbest değişmeli grup $\text{Ker } \bar{\delta}_2$ için bir üreteç kümesi olur. W_1 ve W_2 , $\text{im } \bar{\delta}_3$ nin üreteç kümesinde olduğu için

$$\begin{aligned} H_2(\text{BR}(M, \theta)) &= \langle X_i, W_3 (i \in I) | Y_j = 0 (j \in J) \rangle \\ &= H_2(M) \times \langle W_3 | \emptyset \rangle \end{aligned}$$

olur. O halde $\langle \{x\} | \emptyset \rangle = \mathbb{Z}$ olduğundan $(r = s) \in R$ olmak üzere her bir $a \notin C[r] \cup C[s]$ için

$$\langle [ac, c(\overline{a\theta})] - [ba, (\overline{a\theta})b] | \emptyset \rangle = \mathbb{Z}$$

olup $k = |a \in A : a \notin C[r] \cup C[s], (r = s) \in R|$ alınır ise

$$H_2(\text{BR}(M, \theta)) = H_2(M) \times \mathbb{Z}^k$$

olur.

Örnek 3.5 Yağcı (2018) Örnek 3.14 de verilen

$$\langle A | R \rangle = \langle a_1, a_2 | a_1^3 = 1, a_2^3 = 1, a_2 a_1 = a_1 a_2 \rangle$$

takdimini ele alalım. Bu takdimin tanımladığı monoidi M ile gösterelim ve $\theta: M \rightarrow M$ herhangi bir endomorfizm olsun. θ nın belirlediği M nin Bruck-Reilly genişlemesinin takdimi

$$\beta = \left\langle a_1, a_2, b, c \mid \begin{array}{l} a_1^3 = 1, a_2^3 = 1, a_2 a_1 = a_1 a_2, \\ bc = 1, ba = (\overline{a\theta})b, ac = c(\overline{a\theta}) \end{array} \right\rangle$$

şeklindedir. Yağcı (2018) Örnek 3.14 den

$$H_2(M) = \mathbb{Z}_3$$

dir. $(a_1^3 = 1), (a_2^3 = 1), (a_2 a_1 = a_1 a_2) \in R$ için Teorem 3.4 den $k = 2$ olup

$$H_2(\text{BR}(M, \theta)) = H_2(M) \times \mathbb{Z}^k = \mathbb{Z}_3 \times \mathbb{Z}^2$$

olur.

4. Kaynaklar

- Araujo, I.M. and Ruskuc, N., 2001. Finite presentability of Bruck-Reilly extensions of groups. *J. Algebra*, **242**(1), 20-30.
- Ayık, H., Campbell, C.M., O'Connor, J.J. and Ruskuc, N., 2000. Minimal presentations and efficiency of semigroups. *Semigroup Forum*, **60**, 231-242.
- Ayık, H., Campbell, C.M., O'Connor, J.J. and Ruskuc, N., 2000. On the efficiency of finite simple semigroups. *Turk J. Math*, **24**, 129-146.
- Ayık, H., Campbell, C.M., O'Connor, J.J. and Ruskuc, N., 2000. The semigroup efficiency of groups and monoids. *Mathematical Proceedings of the Royal Irish Academy*, **100A**(2), 171-176.
- Ayık, H., Campbell, C.M. and O'Connor, J.J., 2007. On the efficiency of the direct products of Monogenic Monoids. *Algebra Colloq.*, **14**, 279-284.
- Bruck, R. H., 1958. A Survey of Binary Systems, Ergebnisse der Mathematik und ihrer Grenzgebiete, Neue Folge, Heft 20. Reihe: Gruppentheorie, Springer, Berlin.

- Bugay, L., 2010. Yarigrupların Bruck-Reilly genişlemelerinin sonlu takdim edilebilirliği. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 109.
- Carvalho, C.A., 2005. On Bruck-Reilly extensions of rectangular bands, zero semigroups and free monoids. *Southeast Asian Bull. Math.*, **29**(3), 423-431.
- Carvalho, C.A. and Ruskuc, N., 2006. Finite presentability of Bruck-Reilly extensions of semilattices. *Communications in Algebra*, **34**(9), 3301-3313.
- Carvalho, C.A. and Ruskuc, N., 2007. Finite presentability of Bruck-Reilly extensions of Clifford monoids. *Journal of Algebra and Its Applications*, **6**(5), 801-814.
- Carvalho, C.A., 2009. Bruck-Reilly extensions of direct products of monoids and completely (0)-simple semigroups. *Semigroup Forum*, **79**, 145-158.
- Carvalho, C.A., 2009. On Presentations of Bruck-Reilly extensions. *Communications in Algebra*, **34**, 2871-2886.
- Çevik, A.S., 2003. Minimal but inefficient presentations of the semi-direct products of some monoids. *Semigroup Forum*, **66**, 1-17.
- Çevik, A.S., 2003. The p-Cockcroft property of the semi-direct products of monoids. *Internat. J. Algebra Comput.*, **13**, 1-16.
- Guba, V.S. and Pride, S.J., 1996. Low dimensional (co)homology of free Burnside monoids. *Journal Pure Appl. Algebra*, **108**, 61-79.
- Howie, J. M. and Ruskuc, N., 1994. Construction and presentations for monoids. *Communications in Algebra*, **22**(15), 6209-6224.
- Howie, J. M., 1995. Fundamentals of Semigroup Theory. New York, Oxford University Press.
- Johnson, D.L., 1990. Presentations of Groups. Cambridge Univ. Press, Cambridge.
- Karpuz, E. G., 2015. Gröbner-Shirshov Bases of Some Semigroup Constructions. *Algebra Colloquium*, **22**(1), 35-46.
- Munn, W.D., 1970. On simple inverse semigroups. *Semigroup Forum*, **1**(1), 63-74.
- Reilly, N. R., 1966. Bisimple w-semigroups. *Proc. Glasgow Math. Assoc.*, **7**, 160-167.
- Ruskuc, N., 1995. Semigroup presentations. Ph. D. Thesis, University of St Andrews, 256.
- Squier, C., 1987. Word problems and a homological finiteness condition for monoids. *Journal Pure Appl. Algebra*, **49**, 79-97.
- Yamamura, A., 2001. Presentations of Bruck-Reilly extensions and decision problems. *Semigroup Forum*, **62**(1), 79-97.

Yađcı, M., Bugay, L. and Ayık, H., 2015. On the second homology of the Schützenberger Product of monoids. *Turk J. Math.*, **39**, 763-772.

Yađcı, M., 2018. Yarıgrupların ikinci homolojisi ve etkinlik. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 73.

Elliptic Inversions in Taxicab Geometry

Taksi Geometride Eliptik İnversonlar

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 31.08.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Zeynep CAN* 

Aksaray University, Science and Art Faculty, Department of Mathematics, Aksaray, Türkiye.

© Ayfon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

The goal of this research is to introduce inversion with respect to an ellipse which is a generalization of the classical circular inversion in taxicab plane and to investigate general properties and basic concepts of this transformation in taxicab geometry. The cross ratio is preserved under the elliptic inversion in taxicab plane though this transformation is not an isometry. Thus some properties such as cross ratio and harmonic conjugates of the elliptic inversions in \mathbb{R}_T^2 are also studied.

Anahtar Kelimeler Inversion; Elliptic inversion; Taxicab metric; Cross ratio; Harmonic conjugates

Öz

Bu çalışmanın amacı klasik çembersel inversonların bir genelleştirilmesi olan elipse göre inversonları taksi düzleminde çalışmak ve bu dönüşümün genel özelliklerini ve temel yapılarını taksi geometride araştırmaktır. Bu dönüşüm bir izometri olmasa da çapraz oran taksi düzleminde eliptik inversonlar altında korunur. Bu yüzden bu araştırmada eliptik inversonların çapraz oran ve harmonik eşlenik gibi bazı özellikleri üzerine de \mathbb{R}_T^2 de çalışılmıştır.

Keywords İnverson; Eliptik inverson; Taksi metriği; Çapraz oran; Harmonik eşlenik

1. Introduction

A family of metrics; l_p -metric (also known as the Minkowski distance) was published in (Minkowski 1967) by Minkowski. This family of metrics includes taxicab (also known as l_1 or Manhattan), and Euclidean (also known as l_2) metrics as special cases. Later, Menger introduced the taxicab plane geometry in (Menger 1952). Krause subsequently developed the taxicab geometry in (Krause 1975) and this geometry has been studied by many authors, for some of the studies on taxicab geometry see (Djvak 2000, Akça and Kaya 1997, Schattschneider 1984, Chen 1992, So 2002, Ho and Liu 1996, Laatsch 1982, Reynolds 1982, Tian *et al.* 1997, Kaya 2004, Özcan and Kaya 2002). Taxicab plane geometry is derived simply by substituting the metric

$$d_T(P_1, P_2) = |x_1 - x_2| + |y_1 - y_2| \quad (1)$$

with the well known Euclidean metric

$$d_E(P_1, P_2) = \sqrt{(x_1 - x_2)^2 + (y_1 - y_2)^2} \quad (2)$$

for the distance between any two points $P_1 = (x_1, y_1)$ and $P_2 = (x_2, y_2)$ in the analytical plane, thus taxicab plane is denoted by \mathbb{R}_T^2 .

Taxicab plane geometry is a Minkowski geometry. Minkowski geometry is a non- Euclidean geometry in a

finite number of dimensions that is different from elliptic and hyperbolic geometry (and from the Minkowskian geometry of space-time). In this geometry the linear structure is the same as the Euclidean one but the distance is not “uniform” in all directions. Instead of the usual sphere in Euclidean space, the unit ball is a general symmetric convex set (Thompson 1996). That is, Euclidean and taxicab planes have the same points, lines and the way of measuring the angles. Since the only difference of the taxicab geometry from the Euclidean geometry is the distance function, it is interesting to study the taxicab analogues of issues that include the distance concept in Euclidean geometry. One of these concepts is inversion. Since it reveals difficult questions and many challenging problems in geometry and many problems become much manageable when it is applied, inversion is one of the most gripping transformation in the plane. As it has been stated in (Patterson 1933) this transformation was probably first introduced by Apollonius of Perga in his last book *Plane Loci* and systematically investigated by Jakob Steiner in the 1820s. This transformation would be used to study on several theorems and problems in geometry as Ptolemy’s theorem, Steiner porism, the problem of Apollonius, the Pappus chain, etc.

When an inversion is considered the first thing that comes to mind is an inversion with respect to a circle, but Childress introduced inversons with respect to the

central conics in real Euclidean plane in (Childress 1965) and authors studied inversions with respect to an ellipse in real Euclidean plane in (Ramirez 2014) and (Ramirez and Rubiano 2014). In (Bayar and Ekmekçi 2014) and (Nickel 1995) inversions with respect to taxicab circles and in (Gelişgen and Ermiş 2019) inversions with respect to circles in alpha plane (alpha plane includes taxicab plane as a special case) are investigated.

In this paper first, the inversion in an ellipse in taxicab plane (\mathbb{R}_T^2) is introduced. Then general properties and basic concepts are investigated and some illustrations of taxicab elliptic inversion for particular conditions via GeoGebra are given as examples. Furthermore some properties related with this inversion such as cross ratio and harmonic conjugates are studied.

2. Preliminaries

2.1 Some Basics of Taxicab Plane

In this section some properties of taxicab plane and some relations between Euclidean and taxicab planes are given without proofs which are briefly taken from (Gelişgen 2007).

Proposition 2.1.1 Taxicab distance function $d_T: \mathbb{R} \times \mathbb{R} \rightarrow (0, \infty]$ is defined as

$d_T(P, Q) = |x_1 - x_2| + |y_1 - y_2|$ for any points $P = (x_1, y_1)$ and $Q = (x_2, y_2)$ in \mathbb{R}_T^2 and d_T is a metric.

Proposition 2.1.2 Each of Euclidean translations is an isometry of \mathbb{R}_T^2 .

Proposition 2.1.3 Let P_1 and P_2 be two points on a line l with the slope m in the analytical plane and d_E denotes the Euclidean distance function, then

$$d_E(P_1, P_2) = \frac{\sqrt{1+m^2}}{1+|m|} d_T(P_1, P_2). \quad (3)$$

Corollary 2.1.4 For any three collinear points P_1, P_2 and X in \mathbb{R}^2 , $d_E(P_1, X) = d_E(P_2, X)$ if and only if $d_T(P_1, X) = d_T(P_2, X)$.

Corollary 2.1.5 For any three collinear points P_1, P_2 and X in \mathbb{R}^2 , $d_E(P_1, X)/d_E(P_2, X)$ if and only if $d_T(P_1, X)/d_T(P_2, X)$.

2.2 Preliminaries about Inversions

In this section definition of inversion in Euclidean plane as have been stated in (Blair 200) is given and basic properties of this mapping are mentioned.

Definition 2.2.1 Let C be a circle with the center O and radius r . If P is any point other than O , then inverse of P with respect to C is the point P' on the ray \overrightarrow{OP} such that the product of the distances of P and P' from O is equal to r^2 ; that is,

$$d_E(O, P) \cdot d_E(O, P') = r^2. \quad (4)$$

The inversion mapping defined above is a conformal mapping. Obviously P and P' are the inverses of each other. Also by a little observation the mapping shifts the interior and exterior of C and points on C are fixed. This shifting excepts O , since O has no image, and no point of the plane is mapped to O . Note also that points close to O are mapped to the points far from O , and vice versa. Thus to include O in the domain and range of an inversion, one "ideal point", or "point at infinity" would be adjoined to the Euclidean plane.

3. Taxicab Elliptic Inversion

In this section, taxicab elliptic inversions are examined. First, inversion with respect to an ellipse in taxicab plane is introduced and basic properties of this inversion are given. Then inversions of lines and ellipses in \mathbb{R}_T^2 are investigated. In addition, properties of taxicab elliptic inversion, such as cross ratio and harmonic conjugates are given.

Definition 3.1 Let F_1 and F_2 be two points in \mathbb{R}_T^2 . The taxicab ellipse \mathcal{E} with the center $O = (a, b)$, the constant k and foci F_1 and F_2 in \mathbb{R}_T^2 is the set of points

$$\{P = (x, y): d_T(P, F_1) + d_T(P, F_2) = k, P \in \mathbb{R}_T^2, k \geq d_T(F_1, F_2)\}.$$

There are two types of taxicab ellipses according to the slope of the line through foci of the ellipse. If the slope of the line is 0 or ∞ then the ellipse is a hexagon otherwise the ellipse is an octagon.

Definition 3.2 Let \mathcal{E} be an ellipse centered at the point $O = (a, b)$ with foci F_1 and F_2 and constant k in \mathbb{R}_T^2 and let the ideal point enclosed to the taxicab plane is P_∞ . In \mathbb{R}_T^2 the taxicab elliptic inversion with respect to \mathcal{E} is the mapping

$$I_{\mathcal{E}}(O, k): \mathbb{R}_T^2 \cup \{P_\infty\} \rightarrow \mathbb{R}_T^2 \cup \{P_\infty\}$$

defined by $I_{\mathcal{E}}(O, k)(O) = P_\infty$, $I_{\mathcal{E}}(O, k)(P_\infty) = O$ and $I_{\mathcal{E}}(O, k)(P) = P'$, where P' lies on the ray \overrightarrow{OP} for $P \neq O$ and

$$d_T(O, P) \cdot d_T(O, P') = [d_T(O, Q)]^2, \quad (5)$$

where Q is the intersection of the ray \overrightarrow{OP} with the ellipse \mathcal{E} . O is named by the center of the inversion, \mathcal{E} is named

by the ellipse of the inversion, the point P' is named by the inverse of the point P with respect to the ellipse \mathcal{E} , and the positive real number $\mathcal{E} := d_T(O, Q)$ is said to be the radius of the inversion, see Figure 1.

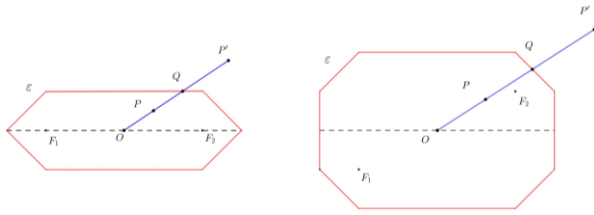


Figure 1. Taxicab elliptic inverse of a point

Unlike the circular inversions in taxicab plane (and in Euclidean plane), the radii of taxicab elliptic inversions are not constant. Also it is obvious that the only invariant points under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ are the points on the ellipse \mathcal{E} since $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ is an involution like reflections.

Lemma 3.3 Let $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ be a taxicab elliptic inversion in the ellipse \mathcal{E} with the center (O, O) and constant k . $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ shifts the interior and exterior of \mathcal{E} .

$$(x', y') = \begin{cases} \left(\frac{k^2 x}{4(x+y)^2}, \frac{k^2 y}{4(x+y)^2} \right), & \text{if } \left| \frac{2y_1}{k-2y_1} \right| < m < \left| \frac{k-2x_1}{2x_1} \right| \\ \left(\frac{(k-2x_1)^2 x}{4y^2}, \frac{(k-2x_1)^2}{4y} \right), & \text{if } \left| \frac{k-2x_1}{2x_1} \right| < |m| \\ \left(\frac{k^2 x}{4(x-y)^2}, \frac{k^2 y}{4(x-y)^2} \right), & \text{if } -\left| \frac{k-2x_1}{2x_1} \right| < m < -\left| \frac{2y_1}{k-2y_1} \right| \\ \left(\frac{(k-2y_1)^2}{4x}, \frac{(k-2y_1)^2 y}{4x^2} \right), & \text{if } m < \left| \frac{2y_1}{k-2y_1} \right| \end{cases} \quad (9)$$

where $x_i \neq 0, y_i \neq 0, x_1 > y_1$ and m is the slope of the \overrightarrow{OP} . Note that if $x_i \neq 0, y_i = 0$ and $x_1 > y_1$, then

$$(x', y') = \begin{cases} \left(\frac{k^2 x}{4(x+y)^2}, \frac{k^2 y}{4(x+y)^2} \right), & \text{if } 0 < m < \left| \frac{k-2x_1}{2x_1} \right| \\ \left(\frac{(k-2x_1)^2 x}{4y^2}, \frac{(k-2x_1)^2}{4y} \right), & \text{if } \left| \frac{k-2x_1}{2x_1} \right| < |m| \\ \left(\frac{k^2 x}{4(x-y)^2}, \frac{k^2 y}{4(x-y)^2} \right), & \text{if } -\left| \frac{k-2x_1}{2x_1} \right| < m < 0 \end{cases} \quad (10)$$

and if $x_i = 0, y_i \neq 0$, and $x_1 > y_1$, then

$$(x', y') = \begin{cases} \left(\frac{k^2 x}{4(x+y)^2}, \frac{k^2 y}{4(x+y)^2} \right), & \text{if } \left| \frac{2y_1}{k-2y_1} \right| < m \\ \left(\frac{k^2 x}{4(x-y)^2}, \frac{k^2 y}{4(x-y)^2} \right), & \text{if } m < -\left| \frac{2y_1}{k-2y_1} \right| \\ \left(\frac{(k-2y_1)^2}{4x}, \frac{(k-2y_1)^2 y}{4x^2} \right), & \text{if } |m| < \left| \frac{2y_1}{k-2y_1} \right| \end{cases} \quad (11)$$

Proof. The central ellipse \mathcal{E} with foci $F_1 = (x_1, y_1), F_2 = (x_2, y_2)$ and the constant k is the set

$$\{Q \in \mathbb{R}_7^2 : |x - x_1| + |y - y_1| + |x - x_2| + |y - y_2| = k, Q = (x, y), k \geq d_T(F_1, F_2)\}. \quad (12)$$

Assume that $P = (x, y)$ and $P' = (x', y')$ are inverse pair of points under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$, thus \overrightarrow{OP} and $\overrightarrow{OP'}$ have the same direction since P, P' and O are collinear. Then $\overrightarrow{OP'} = t\overrightarrow{OP}$ for $t \in \mathbb{R}^+$. Since P and P' are inverse points and by (5) we have

$$t = \frac{[d_T(O, Q)]^2}{(|x| + |y|)^2} \quad (13)$$

Proof. Let P is a point in the interior of \mathcal{E} , then

$$d_T(O, P) < d_T(O, Q). \quad (6)$$

Since $P' = I_{\mathcal{E}}(O, k)(P)$, by using (5) and (6) we get

$$\begin{aligned} [d_T(O, Q)]^2 &= d_T(O, P) \cdot d_T(O, P') \\ &< d_T(O, Q) \cdot d_T(O, P') \end{aligned} \quad (7)$$

and thus

$$d_T(O, P') > d_T(O, Q). \quad (8)$$

So P' is in the exterior of \mathcal{E} . The proof for the case that P is in the exterior of \mathcal{E} is similar.

Proposition 3.4 Let $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ be a taxicab elliptic inversion in the ellipse \mathcal{E} with foci $F_1 = (x_1, y_1)$ and $F_2 = (x_2, y_2)$, the center $O = (0, 0)$ and the constant k . If $P = (x, y)$ and $P' = (x', y')$ are inverse points according to $I_{\mathcal{E}}(O, k)$, then

and by substituting the value of t in $(x', y') = (tx, ty)$ required results are obtained. For instance if $\frac{k-2x_1}{2x_1} < |m|$, then $d_T(O, Q) = (1 + |m|) \left(\frac{k-2x_1}{2m} \right)$. Thus $(x', y') = \left(\frac{(k-2x_1)^2 x}{4y^2}, \frac{(k-2x_1)^2}{4y^2} \right)$.

Corollary 3.5 Let $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ be a taxicab elliptic inversion in the ellipse \mathcal{E} with foci $F_1(x_1, y_1)$ and $F_2 = (x_2, y_2)$, the center $O = (a, b)$, and the constant k in \mathbb{R}_7^2 . If $P'(x', y')$ and $P = (x, y)$ are inverse pair of points according to $I_{\mathcal{E}}(O, k)$, then

$$(x', y') = \begin{cases} \left(a + \frac{k^2(x-a)}{4(x-a+y-b)^2}, b + \frac{k^2(y-b)}{4(x-a+y-b)^2} \right), & \text{if } \left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| < m < \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| \\ \left(a + \frac{(k-2x_1-2a)^2(x-a)}{4(y-b)^2}, b + \frac{(k-2x_1-2a)^2(y-b)}{4(y-b)} \right), & \text{if } \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| < |m| \\ \left(a + \frac{k^2(x-a)}{4(x-a-y+b)^2}, b + \frac{k^2(y-b)}{4(x-a-y+b)^2} \right), & \text{if } -\left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| < m < -\left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| \\ \left(a + \frac{(k-2y_1-2b)^2}{4(x-a)}, b + \frac{(k-2y_1-2b)^2(y-b)}{4(x-a)^2} \right), & \text{if } m < \left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| \end{cases} \quad (14)$$

where $x_i \neq 0, y_i \neq 0, x_1 > y_1$ and m is the slope of the ray \overrightarrow{OP} .

Proof. The result is obvious by the Proposition 2.1.2.

The statements of the following theorem would be proven by the definition of $I_{\mathcal{E}}(O, k)$, so it is given without proof but some conditions are illustrated.

Theorem 3.6

- i. If a line passes through the center of inversion O , then it is invariant under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$.
- ii. If a line doesn't pass through the center of inversion O , then it is not mapped onto a taxicab ellipse centered at O under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$, see Figure 2.
- iii. Inverses of taxicab ellipses centered at O which are the same type of ellipse of the inversion under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ are same type of taxicab ellipses with the center O .
- iv. Inverses of taxicab ellipses centered at O which are not the same type of ellipse of the inversion under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ are not taxicab ellipses with the center O , see Figure 3.
- v. Inverses of taxicab ellipses not passing through O under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ are not any taxicab ellipses.
- vi. Inverses of taxicab ellipses passing through the center of inversion O under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ are not lines not containing the center O .

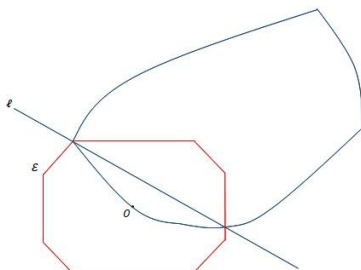


Figure 2. Inverse of a line l not passing through O under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$

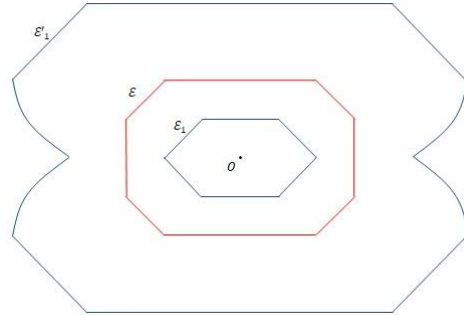


Figure 3. Inverse of a taxicab ellipse \mathcal{E}_1 centered at O which is not the same type of the ellipse of the inversion $I_{\mathcal{E}}(O, k)$

$I_{\mathcal{E}}(O, k)$ is not an isometry in \mathbb{R}_T^2 , thus distance is not invariant under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$. However the cross ratio is a concept that includes distance and it is preserved under inversion under some conditions. Thus next the cross-ratio and harmonic conjugates under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$ are investigated.

Proposition 3.7 Let \mathcal{E} be a taxicab ellipse of inversion with the center $O = (a, b)$, foci $F_1 = (x_1, y_1)$ and $F_2 = (x_2, y_2)$, and the constant k . If P_1, P_2 are two points collinear with O in \mathbb{R}_T^2 and if $\{P_1, P'_1\}$ and $\{P_2, P'_2\}$ are inverse pairs with respect to $I_{\mathcal{E}}(O, k)$, then

$$d_T(P'_1, P'_2) = \frac{[d_T(O, Q)]^2 d_T(P_1, P_2)}{d_T(O, P_1) d_T(O, P_2)}, \quad (15)$$

where Q is the intersection point of the ray $\overrightarrow{OP_1}$ and the ellipse \mathcal{E} , m is the slope of the ray $\overrightarrow{OP_1}$ and

$$d_T(O, Q) = \begin{cases} \left| \frac{k}{2(1+m)} \right| (1 + |m|), & \text{if } \left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| < m < \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| \\ \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2m} \right| (1 + |m|), & \text{if } \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| < |m| \\ \left| \frac{k}{2(m-1)} \right| (1 + |m|), & \text{if } -\left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| < m < -\left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| \\ \left| \frac{k-2(y_1-b)}{2} \right| (1 + |m|), & \text{if } m < \left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| \end{cases} \quad (16)$$

Proof. Suppose that O, P_1, P_2 are collinear and P'_1, P'_2 are inverses of P_1 and P_2 respectively. By the Definition 3.2

$$\begin{aligned} d_T(O, P_1) \cdot d_T(O, P'_1) &= [d_T(O, Q)]^2 \\ &= d_T(O, P_2) \cdot d_T(O, P'_2). \end{aligned} \quad (17)$$

By using Corollary 2.1.5

$$\begin{aligned} d_T(P_1', P_2') &= |d_T(O, P_1') - d_T(O, P_2')| \\ &= \left| \frac{|d_T(O, Q)|^2}{d_T(O, P_1)} - \frac{|d_T(O, Q)|^2}{d_T(O, P_2)} \right| \\ &= \frac{|d_T(O, Q)|^2 d_T(P_1, P_2)}{d_T(O, P_1) d_T(O, P_2)}. \end{aligned} \quad (18)$$

Clearly the equality (15) holds if the points P_1, P_2 and O are collinear, that is the equality isn't valid for every points in \mathbb{R}_T^2 . The next proposition suggests under which other conditions an analogue of (15) is satisfied.

Proposition 3.8 Let $\{P_1, P_2, O\}$ is a set of any distinct, non-collinear points in \mathbb{R}_T^2 and $\{P_1, P_1'\}, \{P_2, P_2'\}$ are inverse pairs of points under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$. Let $m_{\overrightarrow{OP_1}}$ and $m_{\overrightarrow{OP_2}}$ denote the slopes of $\overrightarrow{OP_1}$ and $\overrightarrow{OP_2}$ respectively. If $m_{\overrightarrow{OP_1}}, m_{\overrightarrow{OP_2}} \in \left\{ m: \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| < |m| \right\}$ and P_1 and P_2 lie on the line with slope 0 or, if $m_{\overrightarrow{OP_1}}, m_{\overrightarrow{OP_2}} \in \left\{ m: m < \left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| \right\}$ and P_1 and P_2 lie on the line with slope ∞ , then

$$d_T(P_1', P_2') = \frac{d_T(O, Q_1) d_T(O, Q_2) d_T(P_1, P_2)}{d_T(O, P_1) d_T(O, P_2)}, \quad (19)$$

where Q_1 is the intersection point of the $\overrightarrow{OP_1}$ and the ellipse \mathcal{E} , and Q_2 is the intersection point of the $\overrightarrow{OP_2}$ and the ellipse \mathcal{E} .

Proof. Note that if

$$m_{\overrightarrow{OP_1}}, m_{\overrightarrow{OP_2}} \in \left\{ m: \left| \frac{k-2(x_1-a)}{2(x_1-a)} \right| < |m| \right\},$$

$P_1 = (x_3, y_0)$ and $P_2 = (x_4, y_0)$ are mapped to

$$P_1' = \left(a + \frac{(k-2x_1-2a)^2(x_3-a)}{4(y_0-b)^2}, b + \frac{(k-2x_1-2a)^2}{4(y_0-b)} \right) \text{ and}$$

$$P_2' = \left(a + \frac{(k-2x_1-2a)^2(x_4-a)}{4(y_0-b)^2}, b + \frac{(k-2x_1-2a)^2}{4(y_0-b)} \right),$$

respectively. If $m_{\overrightarrow{OP_1}}, m_{\overrightarrow{OP_2}} \in \left\{ m: m < \left| \frac{2(y_1-b)}{k-2(y_1-b)} \right| \right\}$, then

$P_1 = (x_0, y_3)$ and $P_2 = (x_0, y_4)$ are mapped to

$$P_1' = \left(a + \frac{(k-2y_1+2b)^2}{4(x_0-a)}, b + \frac{(k-2y_1+2b)^2(y_3-b)}{4(x_0-a)^2} \right) \text{ and}$$

$$P_2' = \left(a + \frac{(k-2y_1+2b)^2}{4(x_0-a)}, b + \frac{(k-2y_1+2b)^2(y_4-b)}{4(x_0-a)^2} \right),$$

respectively. Thus for both conditions it can easily be shown that (19) holds.

$d_T[P_1, P_2]$ is used to indicate the taxicab directed distance from P_1 to P_2 in the taxicab plane. If P_1 is the initial point of the ray and the side P_2 is contained has the positive direction of orientation, then $d_T[P_1, P_2] = d_T(P_1, P_2)$, and $d_T[P_1, P_2] = -d_T(P_1, P_2)$ when the ray has the opposite direction.

Let the four distinct points on an oriented line in the taxicab plane be P_1, P_2, P_3 and P_4 , then their taxicab cross ratio $(P_1 P_2, P_3 P_4)_T$ is defined by

$$(P_1 P_2, P_3 P_4)_T = \frac{d_T[P_1, P_3] d_T[P_2, P_4]}{d_T[P_1, P_4] d_T[P_2, P_3]}. \quad (20)$$

If $P_3, P_4 \in [P_1 P_2]$ or $P_3, P_4 \notin [P_1 P_2]$, then the taxicab cross ratio is positive and if pairs $\{P_1, P_2\}$ and $\{P_3, P_4\}$ separate each other, then the taxicab cross ratio is negative. Also a taxicab elliptic inversion with respect to \mathcal{E} with a center which is different from P_1, P_2, P_3 and P_4 , and collinear with these four points, preserves the taxicab cross ratio.

Theorem 3.9 Taxicab elliptic inversion preserves the taxicab cross ratio.

Proof. Let the four points P_1, P_2, P_3 and P_4 are collinear in the taxicab plane and P_1', P_2', P_3' and P_4' be inverses of P_1, P_2, P_3 and P_4 , respectively according to taxicab elliptic inversion $I_{\mathcal{E}}(O, k)$. Observe that the separation or non-separation of the pairs $\{P_1, P_2\}$ and $\{P_3, P_4\}$ is invariant under taxicab elliptic inversion and also taxicab elliptic inversion reverses the taxicab directed distance from the point P_1 to the point P_2 along a line l to taxicab-directed distance from point P_2' to the point P_1' . By considering these observations and Proposition 3.7 we have

$$\begin{aligned} (P_1' P_2', P_3' P_4')_T &= \frac{d_T[P_1', P_3'] \cdot d_T[P_2', P_4']}{d_T[P_1', P_4'] \cdot d_T[P_2', P_3']} \\ &= \frac{\frac{d_T(O, Q)^2 d_T(P_1, P_3)}{d_T(O, P_1) d_T(O, P_3)} \cdot \frac{d_T(O, Q)^2 d_T(P_2, P_4)}{d_T(O, P_2) d_T(O, P_4)}}{\frac{d_T(O, Q)^2 d_T(P_1, P_4)}{d_T(O, P_1) d_T(O, P_4)} \cdot \frac{d_T(O, Q)^2 d_T(P_2, P_3)}{d_T(O, P_2) d_T(O, P_3)}} \\ &= \frac{d_T(P_1, P_3) d_T(P_2, P_4)}{d_T(P_1, P_4) d_T(P_2, P_3)} \\ &= (P_1 P_2, P_3 P_4)_T. \end{aligned} \quad (21)$$

Suppose that P_1, P_2, P_3 and P_4 are four points on a line l in \mathbb{R}_T^2 . If $(P_1, P_2, P_3, P_4)_T = -1$, then P_1, P_2, P_3 and P_4 form a harmonic set and it is denoted by $H(P_1 P_2, P_3 P_4)_T$. That is, any pair P_3 and P_4 on l is said to divide P_1 and P_2 harmonically if

$$\frac{d_T[P_1, P_3] d_T[P_2, P_4]}{d_T[P_1, P_4] d_T[P_2, P_3]} = -1. \quad (22)$$

Then the points P_3 and P_4 are called taxicab harmonic conjugates with respect to P_1 and P_2 .

Theorem 3.10 Let \mathcal{E} be a taxicab ellipse with the center O , the constant k and $P_1, P_2 \in \mathcal{E}$ be any two points collinear with O in \mathbb{R}_T^2 . Let P_3, P_4 be a pair of distinct points of the ray $\overrightarrow{OP_1}$, which separates $\{P_1, P_2\}$. Thus, P_3 and P_4 are taxicab harmonic conjugates with respect to P_1 and P_2 if and only if P_3 and P_4 is a pair of inverse points under $I_{\mathcal{E}}(O, k)$.

Proof. Let P_3 and P_4 are taxicab harmonic conjugates with respect to P_1 and P_2 . So

$$(P_1P_2, P_3P_4)_T = -1 \quad (23)$$

or

$$\frac{d_T[P_1, P_3]d_T[P_2, P_4]}{d_T[P_1, P_4]d_T[P_2, P_3]} = -1. \quad (24)$$

Since P_3 is between $\{P_1, P_2\}$ and P_3 is on the ray $\overrightarrow{OP_2}$ and $d_T(O, Q) = d_T(O, P_1) = d_T(O, P_2)$,

$$d_T(P_3, P_2) = d_T(O, Q) - d_T(O, P_3) \quad (25)$$

and

$$d_T(P_1, P_3) = d_T(O, Q) + d_T(O, P_3). \quad (26)$$

Since P_4 is not between $\{P_1, P_2\}$ and P_4 is on the ray $\overrightarrow{OP_2}$ and $d_T(O, Q) = d_T(O, P_1) = d_T(O, P_2)$,

$$d_T(P_1, P_4) = d_T(O, Q) + d_T(O, P_4) \quad (27)$$

and

$$d_T(P_2, P_4) = d_T(O, Q) - d_T(O, P_3). \quad (28)$$

Thus,

$$\frac{(d_T(O, Q) + d_T(O, P_3))(d_T(O, Q) - d_T(O, P_4))}{(d_T(O, Q) + d_T(O, P_4))(d_T(O, Q) - d_T(O, P_3))} = -1. \quad (29)$$

By rearranging (29)

$$(d_T(O, Q) + d_T(O, P_3))(d_T(O, Q) - d_T(O, P_4)) = (d_T(O, Q) + d_T(O, P_4))(d_T(O, P_3) - d_T(O, Q)) \quad (30)$$

and by simplifying (30)

$$d_T(O, P_3) \cdot d_T(O, P_4) = (d_T(O, Q))^2 \quad (31)$$

is obtained. So, P_3 and P_4 are the taxicab inverse points with respect to $I_{\mathcal{E}}(O, k)$. The same conclusion would be obtained by similar calculations for the conditions P_3 and P_4 are on the ray $\overrightarrow{OP_1}$. For the converse statement of the theorem the proof is similar.

4. Discussion and Conclusion

This study deals with a generalization of the classical circular inversion in Euclidean geometry. Inversion is a very important, popular and useful transformation of the analytical plane since not only it reveals challenging problems but also it makes many problems in geometry much manageable when it is applied.

In this work inversions with respect to taxicab ellipses are introduced and some properties of these inversions are investigated. By this work we think that this generalization would provoke further studies by interested readers.

Declaration of Ethical Standards

The authors declare that they comply with all ethical standards.

Declaration of Competing Interest

The authors have no conflicts of interest to declare regarding the content of this article.

5. References

- Akça, Z. and Kaya, R., 1997. On the Taxicab Trigonometry. *Journal of Inst. of Math. & Comp. Sci.*, **10(3)**, 151-159.
- Bayar, A. and Ekmekçi, S., 2014. On Circular Inversions in Taxicab Plane. *J. Adv. Res. Pure Math.*, **6**, 33-39. <https://doi.org/10.5373/jarpm.1934.013114>
- Blair, D., 2000. Inversion Theory and Conformal Mapping, Student Mathematical Library, American Mathematical Society.
- Chen, G., 1992. Lines and Circles in Taxicab Geometry, M.S. thesis, Department of Mathematics and Computer Science, Centered Missouri State University.
- Childress, N., 1965. Inversion with Respect to the Central Conics. *Math. Mag.*, **38(3)**. <https://doi.org/10.1080/0025570X.1965.11975615>
- Divjak, B., 2000. Notes on Taxicab Geometry. *Scientific and Professional Information Journal of Croatian Society for Constructive Geometry and Computer Graphics (KoG)*, **5**, 5-9.
- Gelişgen, Ö., 2007. On the Minkowski Geometries: A General Analysis About Taxicab, Chinese Checkers and α -Geometries, Phd Thesis, Eskişehir Osmangazi University, 163.
- Gelişgen, Ö. and Ermiş, T., 2019. Some Properties of Inversions in the Alpha Plane. *Forum Geometricorum*, **19**, 1-9.
- Ho, Y. P. and Liu, Y., 1996. Parabolas in Taxicab Geometry. *Missouri J. of Math. Sci.*, **8**, 63-72.
- Kaya, R., 2004. Area Formula For Taxicab Triangles. *Pi Mu Epsilon*, **12(4)**, 219-220.
- Krause, E.F., 1975. Taxicab Geometry, Addison-Wesley.
- Laatsch, R., 1982. Pramidal Sections in Taxicab Geometry. *Mitt. Math. Magazine*, **55**, 205-212.
- Menger, K., 1952. You Will Like Geometry, Guildbook of the Illinois Institute of Technology Geometry Exhibit, Museum of Science and Industry, Chicago, IL.

- Minkowski, H., 1967. *Gesammelte Abhandlungen*, Chelsea Publishing Co. New York.
- Nickel, J. A., 1995. A Budget of inversion. *Math. Comput. Modelling*, **21**, 87-93.
- Özcan, M. and Kaya, R., 2002. On the Ratio of Directed Lengths in the Taxicab Plane and Related Properties. *Missouri Journal of Mathematical Sciences*, **14(2)**, 107-117.
- Patterson, B.C., 1933. The origins of the Geometric Principle of Inversion. *Isis*, **19(1)**, 154 - 180.
- Ramirez, J., 2014. Inversions in an ellipse. *Forum Geom.*, **14**, 107-115.
- Ramirez, J. and Rubiano, G. 2014. A Geometrical Construction of Inverse Points with Respect to an Ellipse. *Int. J. Math. Ed. Sci. Tech.*, **45(8)**, 1254-1259. <https://doi.org/10.1080/0020739X.2014.914255>
- Reynolds, B.E., 1980. Taxicab Geometry. *Pi Mu Epsilon Journal*, **7**, 77-88.
- Schattschneider, D. J., 1984. The Taxicab group. *Amer. Math. Monthly*, **91**, 423-428. <https://doi.org/10.1080/00029890.1984.11971453>
- So, S.S., 2002. Recent Developments in Taxicab Geometry. *Cubo Mathematica Educational*, **4(2)**, 79-96.
- Thompson, A. C., 1996. *Minkowski Geometry*, Cambridge University Press.
- Tian, S., So, S. S. and Chen, G., 1997. Concerning Circles in Taxicab Geometry. *J. Math. Educ. Sci. Technol.*, **28**, 727-733. <https://doi.org/10.1080/0020739970280509>

Palindromik Dönüşümler Yarigrubunun Üst Rankı

Upper Rank of Palindromic Transformations Semigroup

Osman KELEKCI* 

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 05.09.2023

Kabul/Accepted: 10.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Matematik Bölümü, 51240, Niğde.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Tam dönüşümler yarigrubu olarak isimlendirilen T_n , fonksiyonların bileşke işlemine göre sonlu bir $X_n = \{1, 2, \dots, n\}$ kümesi üzerinde tanımlanan bütün fonksiyonların yarigrubudur. Bu dönüşümler içerisinde seçilen tüm palindrom imajlı dönüşümlerin kümesi bir yarigrup teşkil eder ve P_n ile gösterilir. Bu çalışmada T_n nin bir alt yarigrubu olan palindromik dönüşümler yarigrubu P_n nin üst rankı için bir alt sınır hesaplanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Palindrom; Bağımsızlık; Dönüşüm Yarigrubu; Rank.

Abstract

The full transformations semigroup T_n , is the semigroup of all functions defined on a finite set $X_n = \{1, 2, \dots, n\}$ according to the composition operation of the functions. The set of all palindrome image transformations selected among these transformations forms a semigroup and is denoted by P_n . In this study, a lower bound was calculated for the upper rank of the palindromic transformations semigroup P_n , which is a sub semigroup of T_n .

Keywords: Palindrome; Independency; Transformation Semigroup; Rank.

1. Giriş

Sonlu bir $X_n = \{1, 2, \dots, n\}$ kümesinden yine X_n e tanımlanabilecek bütün fonksiyonların kümesi, fonksiyonların bileşke işlemine göre bir yarigrup teşkil eder ve bu yarigrup tam dönüşümler yarigrubu olarak isimlendirilip T_n ile gösterilir. Yine X_n kümesi üzerinde tüm permütasyonlar (birebir ve örten dönüşümler) S_n ile gösterilen simetrik grubu oluştururken, $Sing_n = T_n - S_n$ singüler dönüşümler yarigrubudur. $Sing_n \leq T_n$ olduğu açıktır.

Cayley Teoreminden sonra popülaritesi artan dönüşüm yarigrupları cebirin başlı başına bir alt çalışma alanı olmuştur. Bu bağlamda dönüşümler yarigrubu, bunun farklı alt yarigrupları ve özellikleri, diğer cebirsel yapılarla karşılaştırma yapılarak günümüze kadar çalışılmıştır. Farklı cebirsel yapılarda olduğu gibi dönüşüm yarigruplarını da sınıflandırma yöntemlerinden birisi doğuray kümesi ve rank kavramıdır. S , sonlu doğuraylı bir yarigrup olmak üzere genel olarak rank, T doğuray kümesi olmak üzere, $rank(S) = \min\{|T| : \langle T \rangle = S \text{ ve } T \subseteq S\}$ ile tanımlanır.

Palindrom ise soldan sağa ve sağdan sola yazılışları aynı olan bir kelime, cümle, sayı ya da farklı karakterlerin bir sıralanması olarak tanımlanabilir. “teğet”, “zaman yorar akıl kahreder haklı karar oynamaz”, “06102008180020160” örnekleri sıralanabilir.

Tanım 1.1. X_n üzerinde, $i + j = n + 1$ için $f(i) = f(j)$ şartını sağlayan dönüşümlere palindromik dönüşüm denir. Yani, klasik gösterimle, $f \in Sing_n$ olmak üzere;

$$f = \begin{pmatrix} 1 & 2 & \dots & n-1 & n \\ f(1) & f(2) & \dots & f(2) & f(1) \end{pmatrix}$$

şeklindeki dönüşümler palindromiktir. P_n bütün palindromik dönüşümlerin kümesi, $k = \lfloor \frac{n-1}{2} \rfloor + 1$ olmak üzere n^k elemanlı olup T_n nin bir alt yarigrubudur ($P_n \leq T_n$).

Yarigruplar ve dönüşüm yarigrupları ile ilgili açıklanmayan kavramlar için Howie (1995) ile Ganyushkin and Mazorchuk (2009) a bakınız.

2. Materyal ve Metot

Özellikle dönüşüm yarigruplarında çığır açıcı çalışmalara imza atan İngiliz matematikçi John Machintosh Howie, rank tanımındaki doğurma özelliğine bağımsızlık tanımını da ekleyerek yarigruplar için aşağıda gösterilen beş farklı rank geliştirmiştir. (Howie and Riberio 1999, 2000).

Tanım 2.1. S sonlu bir yarigrup olsun. $B \subseteq S$ olmak üzere $\forall x \in B \subseteq S$ için $x \notin \langle B - \{x\} \rangle$ ise B kümesine S nin bağımsız bir alt kümesi denir.

Tanım 2.2. S bir yarigrup olmak üzere;

$$r_1(S) = \max\{|A| : \forall A \subseteq S, A \text{ bağımsız}\}$$

$$r_2(S) = \min\{|A|: \exists A \subseteq S, \langle A \rangle = S\}$$

$$r_3(S) = \max\left\{|A|: \exists A \subseteq S, \langle A \rangle = S \text{ ve } A \text{ bağımsız}\right\}$$

$$r_4(S) = \max\{|A|: \exists A \subseteq S, A \text{ bağımsız}\}$$

$$r_5(S) = \min\{|A|: \forall A \subseteq S, \langle A \rangle = S\}$$

ile tanımlı olup sırasıyla küçük rank, alt rank, orta rank, üst rank ve geniş rank olarak isimlendirilmiştir. Ayrıca küçük rank ve geniş rank tanımlarında yer alan \forall evrensel niceleyicisinden kaynaklı, bu iki rank formülüne edilmiştir. (Howie and Riberio, 2000). Bu bağlamda (Kelekci, 2011) de, T_n tam dönüşümler yarigrubunun üst rankı ve ayrıca (Kelekci, 2020) de ise P_n palindromik dönüşümler yarigrubunun S_n e göre relatif rankı çalışılmıştır.

Bu beş rank arasındaki bağıntı aşağıdaki teoremden verilmiştir.

Teorem 2.1. S bir yarigrup olmak üzere $r_1(S) \leq r_2(S) \leq r_3(S) \leq r_4(S) \leq r_5(S)$ dir.

İspat. Bir $n \geq 1$ tamsayısı için $r_2(S) = n$ ise $|U| = n$ ve $\langle U \rangle = S$ olacak şekilde bir $U \subseteq S$ vardır. $r_2(S)$ nin tanımından U bağımsız olmak zorundadır. Aksi halde $u \in \langle U \setminus \{u\} \rangle$ olacak şekilde bir $u \in U$ mevcut olurdu ve bu durumda $\langle U \setminus \{u\} \rangle = S$ ve $r_2(S) \leq n - 1$ olur ki bu da $r_2(S) = n$ olmasıyla çelişir. Bir $m \geq 1$ tamsayısı için $r_1(S) = m$, $r_2(S) = n$ ve kabul edelim ki $n < m$ olsun. O zaman $|U| = n$ ve $\langle U \rangle = S$ olacak şekilde bir $U \subseteq S$ vardır. Ayrıca, $U \subsetneq V$, $|V| = m$ ve V bağımsız olacak şekilde en az bir $V \subseteq S$ vardır. Dolayısıyla $n < m$ olduğundan $V \setminus U \neq \emptyset$ olup en az bir $v \in V \setminus U$ mevcuttur. V bağımsız olduğundan $v \notin \langle V \setminus \{v\} \rangle$ olur. Ayrıca, $U \subsetneq V$ ve $v \in V \setminus U$ olduğundan $\langle U \rangle \subseteq \langle V \setminus \{v\} \rangle$ olup $v \notin \langle U \rangle$ olur. Bu ise $\langle U \rangle = S$ olması ile çelişir. O halde $m \leq n$ olup $r_1(S) \leq r_2(S)$ olur. Eğer $|U| = r_2(S)$ ve $\langle U \rangle = S$ ise gösterildiği üzere $U \subseteq S$ bağımsız olur. Böylece $r_3(S)$ nin tanımından $r_2(S) = |U| \leq r_3(S)$ olur. Benzer şekilde, $r_3(S) = |U|$, $U \subseteq S$ bağımsız ve $\langle U \rangle = S$ ise $r_4(S)$ nin tanımından $r_3(S) = |U| \leq r_4(S)$ olur. Son olarak $r_4(S) \leq r_5(S)$ olduğunu gösterelim. Bir $t \geq 1$ tamsayısı için $r_5(S) = t$ ve bir $k \geq 1$ tamsayısı için $r_4(S) = k$ olsun. Kabul edelim ki $k > t$ olsun. O zaman S nin k elemanlı bağımsız bir alt kümesi $V \subseteq S$ mevcut olup herhangi bir $v \in V$ için $|V \setminus \{v\}| \geq t$ ve $r_5(S)$ nin tanımından $\langle V \setminus \{v\} \rangle = S$ olur. Bu durumda $v \in \langle V \setminus \{v\} \rangle$ olur ki bu V nin bağımsızlığı ile çelişir. O halde $k \leq t$ yani $r_4(S) \leq r_5(S)$ olur. Böylece $r_1(S) \leq r_2(S) \leq r_3(S) \leq r_4(S) \leq r_5(S)$ olduğu gösterilmiş olur. ■

Tanım 2.3. Dönüşüm yarigrupları için Green denklik bağıntıları, $\alpha, \beta \in T_n$ olmak üzere;

- (i) $\alpha \mathcal{L} \beta \Leftrightarrow \text{ima} = \text{im} \beta$
- (ii) $\alpha \mathcal{R} \beta \Leftrightarrow \text{ker} \alpha = \text{ker} \beta$
- (iii) $\alpha \mathcal{H} \beta \Leftrightarrow \text{ker} \alpha = \text{ker} \beta \text{ ve } \text{ima} = \text{im} \beta$
- (iv) $\alpha \mathcal{D} \beta \Leftrightarrow |\text{ima}| = |\text{im} \beta|$

olarak tanımlıdır. Ayrıca T_n nin n tane \mathcal{D} denklik sınıfı vardır ve bir \mathcal{D}_k sınıfında;

- a) $\binom{n}{k}$ tane farklı \mathcal{L} sınıfı
- b) $S(n, k)$ tane farklı \mathcal{R} sınıfı
- c) $S(n, k) \binom{n}{k}$ tane farklı \mathcal{H} sınıfı
- d) Bir \mathcal{H} sınıfında $k!$ tane eleman
- e) Bir \mathcal{L} sınıfında $S(n, k) k!$ tane eleman
- f) Bir \mathcal{R} sınıfında $\binom{n}{k} k!$ tane eleman
- g) bir \mathcal{L} sınıfında n^{n-k} tane grup olan \mathcal{H} sınıfı
- h) Bir \mathcal{D}_k sınıfında $\binom{n}{k} S(n, k) k!$ tane eleman

vardır. Burada $S(n, k)$ ikinci tip Stirling sayısıdır.

3. Bulgular

Teorem 3.1. Palindromik dönüşümler yarigrubunun üst rankı, $r_4(P_n) \geq |B|$ dir. B bir küme olup, palindromları ilk elde ettiğimiz en büyük \mathcal{D} sınıfındaki $(\lfloor \frac{n-1}{2} \rfloor + 1)$ nci sınıf), grup olan \mathcal{H} sınıflarındaki idempotent elemanlardan ve grup olmayan \mathcal{H} sınıflarındaki bütün elemanlardan oluşur.

İspat. Düzgün \mathcal{D} sınıflarının kombinatorik özelliklerinden hareketle ve ayrıca palindromik dönüşümler, sahip oldukları çekirdek $(\text{ker}(f) = \{(x, y) \in X_n \times X_n : xf = yf\})$ yapısından kaynaklı aynı \mathcal{R} sınıfında bulunurlar.

İdempotentler, buldukları \mathcal{L} sınıfının sağ birimi, \mathcal{R} sınıfının sol birimi ve \mathcal{H} sınıfının ise birim elemanı rolü üstlenirler. Kalan elemanlar ise

$$\text{im}(\alpha\beta) \subseteq \text{im}(\beta) \quad (1)$$

olduğundan imajı azaltıp ve

$$\text{ker}(\alpha) \subseteq \text{ker}(\alpha\beta) \quad (2)$$

parçalanışı arttırarak sabit dönüşüme giderler. Sabit dönüşümler ise yine palindromiktir.

Şimdi B kümesinin bağımsız olduğunu ispatlayalım. Tanım gereği B kümesinin her bir elemanı, kalan elemanlar tarafından üretilen alt yarigrubun elemanı olmayacak. Yani $\forall \alpha \in B$ için $\alpha \notin \langle B - \{\alpha\} \rangle$. Varsayalım ki herhangi bir $\beta \in B$ için $\beta \in \langle B - \{\beta\} \rangle$ olsun. O halde $\beta = \delta_1 \cdot \delta_2 \cdot \dots \cdot \delta_n$ olacak şekilde $\delta_1, \delta_2, \dots, \delta_n \in B - \{\beta\}$ palindromları vardır. (1) ve (2) den $\ker(\delta_1) = \ker(\beta)$ ve $\text{im}(\delta_n) = \text{im}(\beta)$ olur. $\delta_1, \delta_2, \dots, \delta_n$ ve β aynı R sınıfında yer aldığından $\left(\left\lfloor \frac{n-1}{2} \right\rfloor + 1\right)$ nci sınıf, hepsinin çekirdekleri eşit olup $\ker(\delta_n) = \ker(\beta)$ dir. O halde δ_n ve β dönüşümleri, imajları ve çekirdekleri eşit olduğundan aynı \mathcal{H} sınıfında bulunurlar.

Eğer β palindromu bir idempotent ise, β ile δ_n aynı \mathcal{H} sınıfında bulunamaz. B kümesinin tanımıyla çelişir. Bu sebeple $B - \{\beta\}$ kümesinde, $\ker(\delta_n) = \ker(\beta)$ olacak şekilde herhangi bir eleman yoktur. Yani $\beta \notin \langle B - \{\beta\} \rangle$ olup B bağımsızdır.

Eğer β palindromu bir idempotent değilse, idempotentler \mathcal{R} sınıfı için sol birim görevi üstlendiğinden mümkün

$$D_3 = S_3 \quad \boxed{\left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 2 & 3 \end{pmatrix}^*, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 3 & 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 1 & 3 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 3 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 1 & 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 2 & 1 \end{pmatrix} \right)}$$

$$D_2 \quad \begin{array}{|c|c|c|} \hline \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 1 & 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 2 & 1 \end{pmatrix} \right) & \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 1 & 3 \end{pmatrix}^*, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 3 & 1 \end{pmatrix} \right) & \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 2 & 3 \end{pmatrix}^*, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 3 & 2 \end{pmatrix} \right) \\ \hline \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 2 & 1 \end{pmatrix}^*, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 1 & 2 \end{pmatrix} \right) & \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 3 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 1 & 3 \end{pmatrix} \right) & \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 3 & 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 2 & 3 \end{pmatrix}^* \right) \\ \hline \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 2 & 2 \end{pmatrix}^*, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 1 & 1 \end{pmatrix} \right) & \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 3 & 3 \end{pmatrix}^*, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 1 & 1 \end{pmatrix} \right) & \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 3 & 3 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 2 & 2 \end{pmatrix} \right) \\ \hline \end{array}$$

$$D_1 \quad \boxed{\left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}^* \mid \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 2 & 2 & 2 \end{pmatrix}^* \mid \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 3 & 3 \end{pmatrix}^* \right)}$$

P_3 için bağımsız B kümesi,

$$\left\{ \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 2 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 1 & 3 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 1 & 3 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 \\ 3 & 2 & 3 \end{pmatrix} \right) \right\}$$

elemanlarından oluşur. O halde $r_4(P_3) \geq 4$ dir.

Benzer şekilde P_4 için bağımsız B kümesi,

$$\left\{ \left(\begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 1 & 2 & 2 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 1 & 3 & 3 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 4 & 2 & 2 & 4 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 4 & 3 & 3 & 4 \end{pmatrix}, \right. \\ \left. \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 1 & 4 & 4 & 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 4 & 1 & 1 & 4 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 2 & 3 & 3 & 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 3 & 2 & 2 & 3 \end{pmatrix} \right\}$$

olup $r_4(P_4) \geq 8$ bulunur.

çarpımlar sonucunda grup olmayan \mathcal{H} sınıfındaki elemanların dışında eleman doğurulmaz. Ayrıca grup olmayan \mathcal{H} sınıfları kapalı olmadığından (aslında bağımsız alt küme olduğundan) mümkün çarpımlar imajı azaltır. Yani $|\text{im}(\beta)| = |\text{im}(\delta_1 \cdot \delta_2 \cdot \dots \cdot \delta_n)| \leq \left\lfloor \frac{n-1}{2} \right\rfloor + 1 - 1$ olur. Bu ise β nın $\left\lfloor \frac{n-1}{2} \right\rfloor + 1$ nci \mathcal{D} sınıfında olmasıyla çelişir. O halde $\beta \notin \langle B - \{\beta\} \rangle$ dir. ■

P_3 ve P_4 için örnekle teorinin anlaşılmasını sağlayalım. Öncelikle, Green denklik bağıntılarından hareketle oluşturulan ve yumurta kutusu olarak adlandırılan düzgün \mathcal{D} sınıfları (sütunlar \mathcal{L} sınıfı, satırlar \mathcal{R} sınıfı ve kesişimleri \mathcal{H} sınıfı olmak üzere) T_3 için aşağıdaki çizelgedeki gibidir. Kalın olarak gösterilen dönüşümler palindromiktir. Ayrıca "*" ile indislenen dönüşümler imajına kısıtlandığında birim dönüşüm olduğundan idempotenttir ve buldukları \mathcal{H} sınıfları ise birer gruptur.

4. Sonuçlar ve Tartışma

Bu çalışmada Palindromik dönüşümler yarigrubunun üst rankı için bir alt sınır hesaplanmıştır. Aynı yarigrubun farklı rank ve doğuray kümeleri açık problemdir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

5. Kaynaklar

Ganyushkin, O. and Mazorchuk, V., 2009. Classical finite transformation semigroups, Springer-Verlag London Ltd., London, 318.

Howie, J.M., 1995 Fundamentals of semigroup theory, Oxford University Press, New York, 364.

Howie, J.M. and Riberio, M. I. M., 1999. Rank properties in finite semigroups. *Communications in Algebra*, **27**, 5333-5347.
<https://doi.org/10.1080/00927879908826758>

Howie, J.M. and Riberio, M. I. M., 2000. Rank properties in finite semigroups II: the small rank and the large rank. *Southeast Asian Bulletin of Mathematics*, **24**, 231-237.
<https://doi.org/10.1007/s10012-000-0231-2>

Kelekci, O., 2011. Upper rank of full transformation semigroups on a finite set. *International Journal of Algebra*, **5 (31)**, 1527-1532.
<https://doi.org/10.12988/ija>

Kelekci, O., 2020. Transformations with palindromic images. *Comptes rendus de l'Académie bulgare des Sciences*, **73 (6)**, 751-757.
<https://doi.org/10.7546/CRABS.2020.06.01>



On ρ -Statistically Convergence Defined by a Modulus Function in Fuzzy Difference Sequences

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 21.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Bulanık Fark Dizilerinde Bir Modülüs Fonksiyonu Yardımıyla Tanımlı ρ -İstatistiksel Yakınsaklık Üzerine

Damla BARLAK

Dicle Üniversitesi, Fen Fakültesi, İstatistik Bölümü, Diyarbakır, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

In this study, we first introduced the definition Δ_p^m –statistical convergence for sequences of fuzzy numbers using the generalized difference operator Δ^m . Furthermore, we defined the strong $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ –summable sequence set and the strong $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ –summable sequence set for fuzzy difference sequences aided by a modulus function f . Subsequently, we provided certain inclusion theorems between these sets and the $S_F^\rho(\Delta^m)$ set.

Keywords Statistical convergence; Sequence of fuzzy numbers; Modulus function; Difference sequence

Öz

Bu çalışmada ilk olarak bulanık sayı dizileri için Δ^m genelleştirilmiş fark operatörünü kullanarak ρ –istatistiksel yakınsaklık tanımını verdik. Ayrıca bulanık fark dizileri için kuvvetli $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ –toplantabilir dizi kümesini ve bir f modülüs fonksiyonu yardımıyla tanımlanan kuvvetli $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ –toplantabilir dizi kümesini tanımladık. Daha sonra bu kümelerle $S_F^\rho(\Delta^m)$ kümesi arasındaki bazı kapsama teoremlerini verdik.

Anahtar Kelimeler İstatistiksel yakınsaklık; Bulanık sayı dizisi; Modülüs fonksiyonu; Fark dizisi

1. Introduction

The concept of statistical convergence was defined independently by Fast (1951) and Steinhaus (1951). Schoenberg (1959) redefined the concept of statistical convergence and provided some of its properties. Subsequently, statistical convergence has been used by many researchers in statistical measurement theory, summability theory, Banach spaces, trigonometric series, and fuzzy set theory. Several researchers, including (Altınok and Yağdıran 2017, Barlak 2022, Karakaş et al. 2014, Şengül et al. 2020, Torgut and Altın 2020), have conducted studies on this concept.

Zadeh (1965) first introduced fuzzy set theory. Matloka (1986) provided the definition of fuzzy number sequences and defined the concepts of boundedness and convergence for sequences of fuzzy numbers, along with some properties. He showed that many properties valid for real number sequences also hold for fuzzy number sequences. Since then, numerous studies have been conducted and continue to be conducted on sequences of fuzzy numbers.

The concept of statistical convergence for sequences of fuzzy numbers was introduced by Nuray and Savaş (1995). Nuray and Savaş (1995) and Kwon (2000) examined the relationship between statistical convergence, convergence, lacunary statistical convergence and strong Cesàro convergence in sequences of fuzzy numbers.

Çakallı (2017) defined ρ –statistical convergence for sequences of real numbers. Subsequently, several researchers, including (Aral et al. 2020, Aral 2022, Aral et al. 2022, Çakallı et al. 2020, Gumus 2022, Kandemir 2022), have conducted studies on this topic.

Kızmaz (1981) was firstly introduced the concept of the difference operator in the sequence spaces. Additionally, Et and Çolak (1995) generalized the idea of difference sequence spaces of Kızmaz. Besides this topic was studied by many authors (Bektaş et al. 2004, Et and Esi 2000, Karakaş 2023, Turan 2017). The aim of this study is to generalize the concept of ρ –statistically convergence with the help of a f modulus function by using the generalized difference operator Δ^m defined as $\Delta^m Z_k = \Delta^{m-1} Z_k - \Delta^{m-1} Z_{k+1}$, $m = (1,2,3, \dots)$ and to fill the

existing gaps in the generalized statistical convergence theory of fuzzy number sequences in the literature.

2. Definitions and Preliminaries

In this section, we have discussed the fundamental concepts that we will use throughout this study.

A fuzzy number is a fuzzy set that maps from the real numbers \mathbb{R} to the closed interval $[0,1]$, satisfying the following properties:

- (i) Z is normal, which means there exists $z_0 \in \mathbb{R}$ such that $Z(z_0) = 1$.
- (ii) Z is fuzzy convex, which means for $z, t \in \mathbb{R}$ and $0 \leq \beta \leq 1$, we have $Z(\beta z + (1 - \beta)t) \geq \min\{Z(z), Z(t)\}$.
- (iii) Z is upper semi-continuous.
- (iv) The support of Z , denoted by $\text{supp}Z$, is defined as the closure of the set $\{Z \in \mathbb{R} : Z(Z) > 0\}$, which is a compact set.

An α -level set of a fuzzy number, denoted as $[Z]^\alpha$, is defined as follows:

$$[Z]^\alpha = \begin{cases} \{z \in \mathbb{R} : Z(z) \geq \alpha\}, & \text{if } \alpha \in (0,1) \\ \text{supp}Z, & \text{if } \alpha = 0 \end{cases}$$

For a number Z to be a fuzzy number, the necessary and sufficient condition is that for each $\alpha \in [0,1]$, the set $[Z]^\alpha$ is a closed interval, and $[Z]^1 \neq \emptyset$ is obvious. We will denote the space of all fuzzy numbers with real terms as $L(\mathbb{R})$.

The distance between fuzzy numbers Z and T is calculated using the metric:

$$d(Z, T) = \sup_{0 \leq \alpha \leq 1} d_H([Z]^\alpha, [T]^\alpha)$$

where d_H is the Hausdorff metric and for $Z^\alpha = [Z^\alpha, \bar{Z}^\alpha]$ and $T^\alpha = [T^\alpha, \bar{T}^\alpha]$, it is defined as:

$$d_H([Z]^\alpha, [T]^\alpha) = \max\{|Z^\alpha - T^\alpha|, |\bar{Z}^\alpha - \bar{T}^\alpha|\}.$$

The distance d is a metric on $L(\mathbb{R})$ and it is complete. A sequence $Z = (Z_k)$ of fuzzy number is a function Z from the set \mathbb{N} of all natural numbers into $L(\mathbb{R})$ that is $Z: \mathbb{N} \rightarrow L(\mathbb{R})$ (Matloka 1986). In this case, each term of the sequence (Z_k) corresponds to a fuzzy number. The natural density of a subset E , which is a subset of the set of natural numbers \mathbb{N} , is defined as follows:

$$\delta(E) = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} |\{k \leq n : k \in E\}|.$$

Here, the expression $|\{k \leq n : k \in E\}|$ represents the number of elements in E that are not greater than n . A sequence $Z = (Z_k)$ of fuzzy numbers is said to be statistically convergent to a fuzzy number Z_0 if for every $\varepsilon > 0$,

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} |\{k \leq n : d(Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}| = 0.$$

We denote the set of all statistically convergent sequences of fuzzy numbers as $S(F)$.

A sequence $Z = (Z_k)$ of fuzzy numbers is said to be Δ^m -statistically convergent to a fuzzy number Z_0 if for every $\varepsilon > 0$, the following condition holds:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} |\{k \leq n : d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}| = 0.$$

We denote the set of all Δ^m -statistically convergent sequences of fuzzy numbers as $S_F(\Delta^m)$. In this case, it is denoted as $S_F(\Delta^m) - \lim Z_k = Z_0$.

Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$ and $0 < \alpha \leq 1$. If for every $\varepsilon > 0$, there exists a fuzzy number Z_0 such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n : d(Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}| = 0$$

the sequence $Z = (Z_k)$ is said to be ρ -statistically convergent to the fuzzy number Z_0 . Here, $\rho = (\rho_n)$ is a non-decreasing sequence of positive real numbers that approaches to ∞ , satisfying $\limsup_{n \rightarrow \infty} \frac{\rho_n}{n} < \infty$, $\Delta \rho_n = O(1)$ and $\Delta \rho_n = \rho_{n+1} - \rho_n$ for every positive integer n . In this case, it is denoted as $S_\rho^\alpha(F) - \lim Z_k = Z_0$.

Throughout this study, let $\rho = (\rho_n)$ be a sequence as given above.

Let (z_k) is sequence of complex numbers and $\Delta z = (z_k - z_{k+1})$. The sequence spaces $l_\infty(\Delta), c(\Delta), c_0(\Delta)$ are defined by

$$l_\infty(\Delta) = \{z = (z_k) : \Delta z \in l_\infty\},$$

$$c(\Delta) = \{z = (z_k) : \Delta z \in c\},$$

$$c_0(\Delta) = \{z = (z_k) : \Delta z \in c_0\}.$$

Let $w(F)$ be the set of all sequences of fuzzy numbers. The difference operator order m is defined $\Delta^m: w(F) \rightarrow w(F)$, $\Delta^m Z_k = \Delta^{m-1} Z_k - \Delta^{m-1} Z_{k+1}$, for all $m \in \mathbb{N}$. It is clear that the generalized difference operator Δ^m is a linear operator.

The concept of modulus function was first introduced by Nakano [23]. If a function $f: [0, \infty) \rightarrow [0, \infty)$ satisfies the following properties:

- (i) $f(x) = 0$ if and only if $x = 0$,
- (ii) for every $x, y \geq 0$, $f(x + y) \leq f(x) + f(y)$,
- (iii) f is right-continuous at, $x = 0$
- (iv) f is increasing, then f is called a modulus function.

Let (p_k) be a positive and bounded sequence of real numbers with $\sup_k p_k = N$. Let $K = \max(1, 2^{N-1})$ and $a_k, b_k \in \mathbb{C}$. The inequality

$$|a_k + b_k|^{p_k} \leq K(|a_k|^{p_k} + |b_k|^{p_k}) \quad (1)$$

given by Maddox [24] will be used throughout this study.

3. Main Results

In this section, we first introduced the definition Δ_ρ^m -statistical convergence for sequences of fuzzy numbers using the generalized difference operator Δ^m . Furthermore, we defined the strong $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ -summable sequence set and the strong $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ -summable sequence set for fuzzy difference sequences aided by a modulus function f . Subsequently, we provided certain inclusion theorems between these sets and the $S_F^\rho(\Delta^m)$ set.

Definition 3.1. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ is an non-decreasing sequence of positive real numbers that approaches to ∞ , satisfying $\limsup_{n \rightarrow \infty} \frac{\rho_n}{n} < \infty$, $\Delta\rho_n = O(1)$ and $\Delta\rho_n = \rho_{n+1} - \rho_n$ for every positive integer n . If there exists a fuzzy number Z_0 for each $\varepsilon > 0$ and $m = 1, 2, 3, \dots$ such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n : d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}| = 0$$

then the sequence $Z = (Z_k)$ is said to be Δ_ρ^m -statistically convergent to Z_0 (or $S_F^\rho(\Delta^m)$ -convergent to Z_0). In this case, we write or $S_F^\rho(\Delta^m) - \lim Z_k = Z_0$. $S_F^\rho(\Delta^m)$ will denote the set of all Δ_ρ^m -statistically convergent for sequences of fuzzy numbers.

Definition 3.2. Let f be a modulus function, $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ is an non-decreasing sequence of positive real numbers that approaches to ∞ , satisfying $\limsup_{n \rightarrow \infty} \frac{\rho_n}{n} < \infty$, $\Delta\rho_n = O(1)$ and $\Delta\rho_n = \rho_{n+1} - \rho_n$ for every positive integer n . If there exists a fuzzy number Z_0 for each $\varepsilon > 0$ and $m = 1, 2, 3, \dots$ such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n : f[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0$$

then the sequence $Z = (Z_k)$ is said to be Δ_ρ^m -statistically convergent to Z_0 by a modulus function f (or $S_F^\rho(\Delta^m, f)$ -convergent to Z_0). In this case, we write

$S_F^\rho(\Delta^m, f) - \lim Z_k = Z_0$. $S_F^\rho(\Delta^m, f)$ will denote the set of all Δ_ρ^m -statistically convergent of order α by modulus function for sequences of fuzzy numbers.

Now let's define the strong $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ -summable sequence set and the strong $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ -summable sequence set, respectively.

Definition 3.3. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $q > 0$. If there exists a fuzzy number Z_0 for each $\varepsilon > 0$ and $m = 1, 2, 3, \dots$ such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [d(\Delta^m Z_k, Z_0)]^q = 0$$

then the sequence $Z = (Z_k)$ is said to be strongly $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ -summable of to Z_0 . In this case, we write $N_F^\rho(\Delta^m, q) - \lim Z_k = Z_0$. $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ will denote the set of all strongly $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ summable for sequences of fuzzy numbers.

Definition 3.4. Let f be a modulus function, $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $q = (q_k)$ be a sequence of positive real numbers. If there exists a fuzzy number Z_0 such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{q_k} = 0$$

then the sequence $Z = (Z_k)$ is said to be strongly $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ -summable to Z_0 . In this case, we write $N_F^\rho(\Delta^m, f, q) - \lim Z_k = Z_0$. $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ will denote the set of all strongly $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ summable for sequences of fuzzy numbers.

In the following theorems, we will assume that $q = (q_k)$ is a bounded sequence with $0 < r = \inf_k q_k \leq q_k \leq \sup_k q_k = R < \infty$.

Theorem 3.1. Let (Z_k) and (T_k) be two sequences of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ is a non-decreasing sequence for each $n \in \mathbb{Z}^+$ tending to ∞ such that $\limsup_{n \rightarrow \infty} \frac{\rho_n}{n} < \infty$, $\Delta\rho_n = O(1)$ and $\Delta\rho_n = \rho_{n+1} - \rho_n$ for each $n \in \mathbb{Z}^+$. Then

- (i) $Z_k \rightarrow Z_0 \left(S_F^\rho(\Delta^m) \right)$ and $c \in \mathbb{C}$ implies $(cZ_k) \rightarrow cZ_0 \left(S_F^\rho(\Delta^m) \right)$,
- (ii) $Z_k \rightarrow Z_0 \left(S_F^\rho(\Delta^m) \right)$ and $T_k \rightarrow T_0 \left(S_F^\rho(\Delta^m) \right)$ implies $(Z_k + T_k) \rightarrow (Z_0 + T_0) \left(S_F^\rho(\Delta^m) \right)$.

Proof. (i) For $c = 0$, the proof is clear. Let $c \neq 0$, the proof follows from the inequality

$$\frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(c\Delta^m Z_k, cZ_0) \geq \varepsilon\}|$$

$$\leq \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \frac{\varepsilon}{c}\}|$$

(ii) Let $Z_k \rightarrow Z_0 (S_F^\rho(\Delta^m))$ and $T_k \rightarrow T_0 (S_F^\rho(\Delta^m))$, we can write

$$\frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m(Z_k + T_k), (Z_0 + T_0)) \geq \varepsilon\}|$$

$$\leq \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \frac{\varepsilon}{2}\}|$$

$$+ \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m T_k, T_0) \geq \frac{\varepsilon}{2}\}|$$

for each $\varepsilon > 0$ and thus if $Z_k \rightarrow Z_0 (S_F^\rho(\Delta^m))$ and $T_k \rightarrow T_0 (S_F^\rho(\Delta^m))$ then $(Z_k + T_k) \rightarrow (Z_0 + T_0) (S_F^\rho(\Delta^m))$.

Theorem 3.2. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ be as in Definition 3.1. If for each $n \in \mathbb{N}$, $\liminf(\frac{\rho_n}{n}) \geq 1$, then $S_F(\Delta^m) \subset S_F^\rho(\Delta^m)$.

Proof. Suppose that $Z_k \rightarrow Z_0(S_F(\Delta^m))$, the proof is obtained from the following inequality, for every $\varepsilon > 0$,

$$\frac{1}{n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}|$$

$$= \frac{\rho_n}{n} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}|$$

$$\geq \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}|.$$

Another coverage theorem is as follows:

Theorem 3.3. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, $\rho = (\rho_n)$ and $\tau = (\tau_n)$ be two sequences such that $\rho_n \leq \tau_n$ for all $n \in \mathbb{N}$, Δ^m be the generalized difference operator. If $\lim(\frac{\rho_n}{\tau_n}) > 0$, then $S_F^\rho(\Delta^m) \subset S_F^\tau(\Delta^m)$.

Proof. Suppose that $Z_k \rightarrow Z_0(S_F^\rho(\Delta^m))$, the proof is obtained from the following inequality, for every $\varepsilon > 0$,

$$\frac{1}{\tau_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}|$$

$$< \frac{\rho_n}{\tau_n} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: d(\Delta^m Z_k, Z_0) \geq \varepsilon\}|.$$

A corollary of Theorem 3.2 and Theorem 3.3 follows.

Corollary 3.1. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, $\rho = (\rho_n)$ and $\tau = (\tau_n)$ be two sequences such that $\rho_n \leq \tau_n$ for all $n \in \mathbb{N}$, Δ^m be the

generalized difference operator. If $\lim(\frac{\rho_n}{\tau_n}) > 0$, then $S_F(\Delta^m) \subset S_F^\rho(\Delta^m) \subset S_F^\tau(\Delta^m)$.

Theorem 3.4. Let f_1, f_2 be any two modulus function, $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ be as in Definition 3.1. Then

$$S_F^\rho(\Delta^m, f_1) \cap S_F^\rho(\Delta^m, f_2) \subseteq S_F^\rho(\Delta^m, f_1 + f_2).$$

Proof. Suppose that $Z = (Z_k) \in S_F^\rho(\Delta^m, f_1) \cap S_F^\rho(\Delta^m, f_2)$, for each $\varepsilon > 0$, we can write

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: f_1[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0$$

and

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: f_2[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0.$$

Since $(f_1 + f_2)[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] = f_1[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] + f_2[d(\Delta^m Z_k, Z_0)]$, the following equation can be written:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: (f_1 + f_2)[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0.$$

So $(Z_k) \in S_F^\rho(\Delta^m, f_1 + f_2)$ and $S_F^\rho(\Delta^m, f_1) \cap S_F^\rho(\Delta^m, f_2) \subseteq S_F^\rho(\Delta^m, f_1 + f_2)$ is obtained.

Theorem 3.5. Let f_1, f_2 be any two modulus function such that $f_1(u) \leq f_2(u)$, for each $u \in [0, \infty)$, $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ be as in Definition 3.1. Then $S_F^\rho(\Delta^m, f_2) \subseteq S_F^\rho(\Delta^m, f_1)$.

Proof. Suppose that $Z = (Z_k) \in S_F^\rho(\Delta^m, f_2)$, in this case, there exists a fuzzy number Z_0 for each $\varepsilon > 0$ such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: f_2[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0.$$

Since $|\{k \leq n: f_1[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}|$

$$\leq |\{k \leq n: f_2[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}|$$

inequality is provided for any $n \in \mathbb{N}$, we can write

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: f_1[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0.$$

So $(Z_k) \in S_F^\rho(\Delta^m, f_1)$ and $S_F^\rho(\Delta^m, f_2) \subseteq S_F^\rho(\Delta^m, f_1)$ is obtained.

Theorem 3.6. Let f_1, f_2 be any two modulus function, $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\rho = (\rho_n)$ be as in Definition 3.1. Then $S_F^\rho(\Delta^m, f_1) \subseteq S_F^\rho(\Delta^m, f_2 \circ f_1)$.

Proof. Let $Z_k \in S_F^\rho(\Delta^m, f_2)$. Since f_2 is continuous, there is a number $\delta > 0$ for each $\varepsilon > 0$ such that $f_2(\delta) = \varepsilon$. On the other hand, for $\delta > 0$, there exists fuzzy number Z_0 such that

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: f_1[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \delta\}| = 0.$$

In this case,

$$f_2(f_1[d(\Delta^m Z_k, Z_0)]) \geq f_2(\delta) = \varepsilon,$$

$$(f_2 \circ f_1)[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon$$

can be written for $k \leq n$. Thus, since

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} |\{k \leq n: (f_2 \circ f_1)[d(\Delta^m Z_k, Z_0)] \geq \varepsilon\}| = 0,$$

$Z = (Z_k) \in S_F^\rho(\Delta^m, f_2 \circ f_1)$. This requires $S_F^\rho(\Delta^m, f_1) \subseteq S_F^\rho(\Delta^m, f_2 \circ f_1)$.

The following are the theorems regarding the strong $N_F^\rho(\Delta^m, q)$ -summable sequence set and the strong $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ -summable sequence set.

Theorem 3.7. Let f be a modulus function $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $q > 1$. If $\liminf_{u \rightarrow \infty} \frac{f(u)}{u} > 0$, for each $u \in [0, \infty)$, then $N_F^\rho(\Delta^m, f, q) \subset N_F^\rho(\Delta^m, q)$.

Proof. When $\liminf_{u \rightarrow \infty} \frac{f(u)}{u} > 0$, for $u > 0$, it means that there exists a positive number c such that $f(u) > cu$ holds for $u > 0$. Let $Z = (Z_k) \in N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$. Therefore, we have

$$\begin{aligned} \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^q &\geq \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [cd(\Delta^m Z_k, Z_0)]^q \\ &= \frac{c}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [d(\Delta^m Z_k, Z_0)]^q \end{aligned}$$

Consequently, we have obtained $N_F^\rho(\Delta^m, f, q) \subset N_F^\rho(\Delta^m, q)$.

Theorem 3.8. Let f be a modulus function, $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, Δ^m be the generalized difference operator and $\lim q_k > 0$. If the sequence $Z = (Z_k)$ is strongly $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ -summable to the fuzzy number Z_0 , then the limit is unique.

İspat. Let $N_F^\rho(\Delta^m, f, q) - \lim Z_k = Z_0$, $N_F^\rho(\Delta^m, f, q) - \lim Z_k = Z'_0$ and $\lim q_k = t > 0$. In this case, we can obtain the following:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{qk} = 0$$

and

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z'_0))]^{qk} = 0.$$

Thus, from the definition of f and (1), for $\sup_k q_k = K$, $0 < \alpha \leq \beta \leq 1$ ve $N = \max(1, 2^{K-1})$, we can write:

$$\begin{aligned} \frac{1}{\rho_n} \sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z'_0))]^{qk} &\leq \frac{N}{\rho_n} \left(\sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{qk} \right) \\ &\quad + \sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z'_0))]^{qk} \\ &\leq \frac{N}{\rho_n} \left(\sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{qk} \right) \\ &\quad + \frac{N}{\rho_n} \left(\sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z'_0))]^{qk} \right) \end{aligned}$$

Therefore, we have:

$$\frac{1}{\rho_n} \left(\sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z'_0))]^{qk} \right) = 0$$

Since $\lim q_k = t$, we can conclude that $Z_0 - Z'_0 = 0$. Thus, the limit is unique.

Theorem 3.9. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, f be a modulus function, Δ^m be the generalized difference operator and $\liminf q_k > 0$. If the sequence $Z = (Z_k)$ is convergent to a fuzzy number Z_0 , then the sequence $Z = (Z_k)$ is strongly $N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$ -summable.

Proof. Let $S_F(\Delta^m) - \lim Z_k = Z_0$. Since f is a modulus function, $f(d(\Delta^m Z_k, Z_0)) \rightarrow \bar{0}$. As $\liminf q_k > 0$, $[f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{qk} \rightarrow \bar{0}$. Thus, we have $N_F^\rho(\Delta^m, f, q) - \lim Z_k = Z_0$. This is what we wanted to prove.

Theorem 3.10. Let $Z = (Z_k)$ be a sequence of points in the fuzzy number set $L(\mathbb{R})$, f be a modulus function, $\rho = (\rho_n)$ and $\tau = (\tau_n)$ be two sequences such that $\rho_n \leq \tau_n$ for all $n \in \mathbb{N}$ and Δ^m be the generalized difference operator. If $\liminf \frac{\rho_n}{\tau_n} > 0$, then $N_F^\tau(\Delta^m, f, q) \subset N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$.

Proof. Let $Z = (Z_k) \in N_F^\tau(\Delta^m, f, q)$ and $\liminf \frac{\rho_n}{\tau_n} > 0$.

In this case:

$$\frac{1}{\tau_n} \left(\sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{q_k} \right) \geq \frac{\rho_n}{\tau_n \rho_n} \frac{1}{\rho_n} \left(\sum_{k=1}^n [f(d(\Delta^m Z_k, Z_0))]^{q_k} \right)$$

Thus, if $Z \in N_F^r(\Delta^m, f, q)$, then $Z \in N_F^\rho(\Delta^m, f, q)$.

Declaration of Ethical Standards

The author declares that she complies with all ethical standards.

Declaration of Competing Interest

The author has no conflict of interest to declare regarding the content of this article.

Data Availability Statement

The author declares that the main data supporting the findings of this work are available within the article.

4. References

Altınok, H. and Yağdıran, D., 2017. Lacunary statistical convergence defined by an Orlicz function in sequences of fuzzy numbers. *Journal of Intelligent & Fuzzy Systems*, **32(3)**, 2725-2731. <https://doi.org/10.3233/JIFS-16842>.

Aral, N.D., 2022. ρ -statistical convergence defined by modulus function of order (α, β) . *Maltepe Journal of Mathematics*, **4(1)**, 15-23. <https://doi.org/10.47087/mjm.1092599>.

Aral, N.D., Kandemir, H.Ş. and Et, M., 2020. On ρ – Statistical convergence of sequences of Sets. *Conference Proceeding Science and Tecnology*, **3(1)**, 156-159. <https://doi.org/10.1063/5.0116105>.

Aral, N.D., Kandemir, H. and Et, M., 2022. On ρ -statistical convergence of order α of sequences of function. *e-Journal of Analysis and Applied Mathematics*, **2022(1)**, 45-55.

Barlak, D., 2022. Statistically Convergence of Sequence of Fuzzy Numbers by a Modulus Function. *ROMAI Journal*, **18**, 1-8.

Bektaş, Ç.A., Et, M. and Çolak, R., 2004 Generalized difference sequence spaces and their dual spaces. *J. Math. Anal. Appl.* **292**, 423-432.

Çakallı, H., 2017. A variation on statistical ward continuity. *Bull. Malays. Math. Sci. Soc.* **40**, 1701-1710. <https://doi.org/10.1007/s40840-015-0195-0>.

Çakallı, H., Et, M. and Şengül, H., 2020. A variation on N_θ – ward continuity. *Georgian Math. J.* **27(2)**, 191–197. <https://doi.org/10.1515/gmj-2018-0037>.

Et, M. and Çolak, R., 1995. On generalized difference sequence spaces. *Soochow. J. Math.* **21**, 377-386.

Et, M. and Esi, A., 2000. On Köthe-Toeplitz duals of generalized difference sequence spaces. *Bull. Malays. Math. Sci. Soc.*, **23**, 25-32.

Fast, H., 1951. Sur la convergence statistique. *Colloquium Math.*, **2**, 241-244.

Gumus, H., 2022. Rho-statistical convergence of interval numbers. III. International Conference on Mathematics and Its Applications in Science and Engineering. Romania, 54.

Kandemir, H.Ş., 2022. On ρ –statistical convergence in topological groups. *Maltepe Journal of Mathematics*, **4(1)**, 9-14. <https://doi.org/10.47087/mjm.1092559>.

Karakaş, A., 2023. Some new generalized difference of sequences for fuzzy numbers. *Soft Computing*, **27(1)**, 47-55. <https://doi.org/10.1007/s00500-022-07601-y>.

Karakaş, A., Altın, Y. and Altınok, H., 2014. On generalized statistical convergence of order β of sequences of fuzzy numbers. *Journal of Intelligent & Fuzzy Systems*, **26(4)**, 1909-1917. <https://doi.org/10.3233/JIFS-130869>.

Kızmaz, H., 1981. On certain sequence spaces. *Canad. Math. Bull.* **24**, 169-176.

Kwon, J.S., 2000. On statistical and p-Cesaro Convergence of fuzzy numbers. *Korean J. Comput. & Appl. Math.*, **7(1)**, 195-203.

Matloka, M., 1986. Sequences of fuzzy numbers. *BUSEFAL*, **28**, 28-37.

Nuray, F. and Savaş, E., 1995. Statistical convergence of sequences of fuzzy real numbers. *Math. Slovaca* **45(3)**, 269-273.

Schoenberg, I.J., 1959. The Integrability of Certain Functions and Related Summability Methods. *Amer. Math. Monthly*, **66**, 361-375.

Steinhaus, H., 1951. Sur la convergence ordinaire et la convergence asymptotique *Colloq. Math.* **2**, 73-74.

Şengül, H., Et, M. and Altın, Y., 2020. f –lacunary statistical convergence and strong f –lacunary summability of order α of double sequences. *Facta Univ. Ser. Math. Inform.* **35(2)**, 495–506.

Torgut, B. and Altın, Y., 2020. f –Statistical Convergence of Double Sequences of Order α . *Proceedings of the*

National Academy of Sciences, India, Section A: Physical Sciences, **90**, 803-808.

<https://doi.org/10.1007/s40010-019-00629-0>

Turan, G.A., 2017. On some topological properties of generalized difference sequence spaces defined. *International Journal of Applied Mathematics*, **3(2)**, 151-161.

<https://doi.org/10.12732/ijam.v30i2.6>.

Zadeh, L. A., 1965. Fuzzy sets. *Inform and Control*, **8**, 338-353.

Cilt Kanseri Görüntülerinde Gürültü Temizliği ve Lezyonun Dört Sınıfa Ayrılması

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 29.11.2022

Kabul/Accepted: 08.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Noise Removal in Skin Cancer Images and Classification of Lesions into Four Classes

Cihan AKYEL^{1*}, Nursal ARICI²

¹ Millî Eğitim Bakanlığı, İnşaat ve Emlak Genel Müdürlüğü, Ankara, Türkiye

² Gazi Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Fakültesi, Yönetim Bilişim Sistemleri Bölümü, Ankara, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Günümüzde cilt kanseri güneş gibi çevresel koşulların da etkisiyle artış göstermektedir. Cilt kanserinin birçok farklı türü olmasına rağmen melanom (MEL), kötü huylu ve en ölümcül olanıdır. Bazal hücre karsinomu (BHK) ve skuamöz hücre karsinomu (SHK) ise diğer organlara yayılım eğilimi gösteren türlerdir. Cilt kanserinde erken teşhis tedavi sürecinde çok önemlidir. Cilt kanseri lezyondaki renk geçişleri, yapısal durum gibi özelliklere bakılarak sınıflandırılabilir. Kanser teşhisinde derin öğrenme ve görüntü işleme algoritmalarının kullanımı yüksek başarı oranından ve insan hatasını bertaraf etmesinden dolayı kullanımı yaygınlaşmaktadır. Lezyon görüntülerinde bulunan kıl, mürekkep izi gibi gürültüler lezyonun bu yöntemlerle sınıflandırılmasında başarıyı düşürmektedir. Çalışmada LinkNet-RCB7 modeli ve görüntü işleme algoritmaları ile lezyon görüntülerinde gürültü temizliği yapılmıştır. Bu aşamada %94.87 eğitim başarıları elde edilmiştir. Sınıflama aşamasında BHK, SHK, MEL ve iyi huylu olmak üzere görüntüler ISIC 2019'a ait veri seti ile dört sınıfa ayrılmıştır. Bu aşamada %96.90 doğruluk değeri gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Karar Destek Sistemi, Cilt kanseri; Sınıflama; LinkNetB7; ResNet; Dermoskopik Görüntüler.

Abstract

Today, skin cancer is increasing with the effect of environmental conditions as sun. Although there are many different types of skin cancer, melanoma (MEL) is the most malignant and the most deadly. Basal cell carcinoma (BCC) and squamous cell carcinoma (SHC) are types tend to spread to other organs. Early diagnosis of skin cancer is very important in the treatment process. Skin cancer can be classified by looking at features such as color transitions on lesion and structural status. The use of deep learning and image processing algorithms in cancer diagnosis is becoming widespread due to its high success rate and elimination of human error. Noises such as hair and ink traces in the lesion images reduce the success in classifying the lesion with these methods. In the study, noise cleaning was performed on lesion images with the LinkNet-RCB7 model and image processing algorithms. At this stage, 94.87% educational success was achieved. In the classification phase, the images were divided into four classes with the data set of ISIC 2019: BHK, SHK, MEL and benign. At this stage, 96.90% accuracy was observed.

Keywords: Decision Support System; Skin Cancer; Classification; LinkNetB7; ResNet; Dermoscopic Images.

1. Giriş/Introduction

Cilt kanseri özellikle güneş gibi çevresel etkiler sonucu artan bir insidans göstermektedir. Cilt kanseri dünyada sık görülen kanser türleri arasındadır. Örneğin ABD'de ve her yıl yaklaşık 5000 ölümcül vaka görülmektedir. Cilt kanserinin birçok farklı türü olmasına rağmen melanom en ölümcül olanıdır. Melanom cilde rengini veren melanin pigmentinin kontrolsüz çoğalmasıyla ortaya çıkmaktadır. Cilt kanseri zamanla cildin alt katmanlarına ve oradan da diğer doku ve organlara yayılım gösterebilmektedir (Bassel vd. 2022).

Cilt kanserinin teşhisi için kullanılan birçok yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemler arasında dermatologlar tarafından yapılan gözle muayene kolaylığı sebebiyle en

sık kullanılanlar arasında yer almaktadır. Bu tür klasik yöntemler uzmanın becerisine bağlı olarak %75-84 arasında değişen başarı oranları göstermektedir (Kahia vd. 2022).

Diğer kanser türlerinde olduğu gibi cilt kanserinin tedavi süreci sağlık sistemlerine ciddi maliyetler getirmektedir. Örneğin, ABD'de 2002-2006 yılları arasında cilt kanserinin tedavisi için yaklaşık 8 milyar dolar harcanmıştır (Machlin vd. 2015). Bu sebeple cilt kanserinin erken teşhisi tedavi edilebilme ihtimalini artırmakta ve maliyetleri düşürmektedir. Çağımızın hemen her alanda kullanılan teknoloji aracı bilgisayar ile desteklenen yöntemler ile başarı oranı artmakta ve tedavi maliyetleri azalmaktadır (Lee vd. 2022).

Melanom dışında kalan bazal hücre karsinomu (BHK) ve skuamöz hücre karsinomu (SHK) da diğer dokulara yayılım gösterebilen ve tedavi edilmediğinde ölümcül olabilen cilt kanseri türlerindedir. BHK bazal hücrelerde görülen ve vakaların %80'ini oluşturan türdür. Erken teşhis edildiğinde tedavisi mümkündür. SHK ise BHK gibi epidermis tabakasında etkilidir. Tüm cilt kanseri vakalarının yaklaşık %16'sını oluşturur. Erken teşhiste tedavisi mümkündür. Aksi durumda diğer dokulara yayılım eğilimi gösterebilmektedirler (Grignaffini vd. 2022).

Melanom cilt kanseri kötü huylu cilt kanseri olarak bilinmektedir. Melanom cilt kanseri tüm cilt kanseri vakalarının yaklaşık %4'ünü oluşturmaktadır. Ölümcül ve en sık yayılım gösteren cilt kanseri türüdür. Yayılım gösteren melanom vakalarında 5 yıllık süreç içinde hastaların yaşayabilme oranı yalnızca %14 olabilmektedir (Grignaffini vd. 2022).

Lezyon üzerindeki kıl vb. gürültüler lezyon sınırlarını kesebilmekte ve bu durum hem gözle muayene hem de bilgisayar destekli sistemlerle yapılan sınıflamada başarıyı düşürebilmektedir. Cilt kanserine ait lezyon görüntüleri üzerindeki gürültülerin temizlenmesi konusunda literatürdeki en eski yöntemlerden birisi DullRazor algoritmasıdır. Bu algoritmada gri seviyeli görüntü üzerinde, morfolojik kapama ile kıl gürültüsünün lokasyonu belirlenir. Daha sonra ince uzun yapıya sahip kıl görüntüsüne ait pikseller belirlenerek, bu piksellerin değerleri doğrusal bilinear interpolasyon yöntemi ile değiştirilir. Son olarak ortanca filtresi (median filter) ile görüntüdeki gürültüler azaltılır. Bu yöntem ince kıl gürültüsü ve diğer gürültü türlerinde düşük başarı gösterir. Buna rağmen basit yapısı sebebiyle tercih edilmektedir (Lee vd. 1997). Bu algoritmanın tercih edildiği güncel çalışmalardan biri Şahin ve Alpaslan (2020)'a aittir. Çalışmada DullRazor algoritmasının gürültü temizliği konusunda yetersiz kaldığı görülmektedir. Optimum bir eşik değerinin olmamasından dolayı görüntü işleme algoritmaları tek başına gürültü temizliğinde yeterli olamamaktadır (Şahin ve Alpaslan 2020).

Cilt kanserinin teşhisinde kullanılan yöntemler arasında kodlayıcı çözücü mimarisine sahip modeller sıklıkla tercih edilmektedir. Bu modeller görüntü bazında yapılan bölütleme çalışmalarında yüksek başarı göstermektedirler. Bu çalışmalardan biri Bardou vd. (2022) tarafından sunulmuştur. Çalışmada kıl gürültüsünün lezyonlardan kaldırılması için kodlayıcı, çözücü mimarisine sahip VAE yöntemi kullanılmıştır. Bu

yöntemin kıl gürültüsünün görüntüden kaldırmayı öğrendiği belirtilmiştir. HAM10000 veri setinden kıl gürültüsü içeren 3000 seçildiği çalışmada kıl gürültüsü içeren görüntüler algoritmaya verilerek gürültüsüz görüntülerin çıktı olarak çözücü bloğun sonunda elde edilmesi amaçlanmıştır.

Literatüre incelendiğinde sadece gürültü temizliği aşamasını içeren çalışmalar çok az görülmektedir. Bunun sebebi bu aşamanın, sonraki aşamalar olan bölütleme ve sınıflama başarısını artırmak adına bu tercih edilen bir ön aşama olmasıdır.

Lezyon görüntülerinde gürültü temizliği aşamasında dullrazor gibi görüntü işleme temelli algoritmaların yanı sıra derin öğrenme algoritmaları da kullanılabilir. Fakat derin öğrenme algoritmalarının kullanılabilmesi için gürültü maskelerini içeren veri setleri gereklidir. Cilt kanseri teşhisi için ISIC ve PH2 gibi birçok halka açık veri seti bulunmaktadır (Cassidy vd. 2022). Bu veri setleri gürültü temizliğinde mevcut durumda kullanılamamaktadır. Çünkü bu veri setleri gürültü maskelerini içermemektedir. Bu duruma çözüm olarak, mevcut veri setlerindeki gürültü içeren görüntülerden gürültü maskelerinin oluşturulduğu çalışmalar literatürde görülmektedir.

Kıl gürültüsü lezyonlarında doğru bölütlenmesi engelleyebilmedir. Bu sebeple cilt kanseri görüntülerinin bölütlenmesini içeren çalışmada gürültü temizliği aşaması da yer almaktadır. Gürültü temizliği için kendi veri setini oluşturan çalışmaların bir örneği Liv vd. (2021) tarafından sunulmuştur. Çalışmada ISIC2018 veri setine ait 306 görüntü seçilerek bunlara ait gürültü maskeleri oluşturulmuştur. UNvdgoritmasının kullanıldığı bu çalışmada %96,88 zar katsayısı (dice coefficient) değeri elde edilmiştir. Veri setinin sayıca çok az olması ve sadece kıl gürültüsü içeriyor oluşu çalışmanın güvenilirliğini düşürmektedir. Bölütleme aşamasında %86,5 zar katsayısı değeri elde edilmiştir. Gürültü temizliği başarıyla yapılmış bir veri setinin kullanıldığı bölütleme işleminde başarının daha yüksek olması mümkündür. Kendi veri setini oluşturan diğer bir çalışma Talavera-Martínez vd. (2020) tarafından sunulmuştur. Bu çalışmada kıl gürültüsü içeren görüntüler için gürültü maskeleri simule edilerek oluşturulmuştur. Çalışmada elde edilen toplam 618 maske sadece kalın kıl gürültüsü içermekte ve koyu renktedir. Bu durumdaki gürültülerin tespiti daha kolay olmaktadır. Gerçekte ise daha farklı renkte ve daha ince kıl gürültülerini içeren lezyonlar bulunmaktadır. Bu durumda çalışmada eğitilen model başarısız olacaktır.

Derin öğrenme ve görüntü işleme gibi bilgisayar destekli yöntemler ile cilt kanserinin teşhisinde son aşama lezyonun sınıflandırılmasıdır. Cilt kanserinin sınıflandırılmasının genel olarak iyi huylu ve kötü huylu şeklinde yapıldığı görülmektedir. Lezyonun sınıflandırılmasında düşük kontrast geçişleri, lezyon üzerindeki parlamalar gibi birçok zorluk vardır. Rehman vd. (2022) çalışmalarında lezyonlar, iki sınıfa ayrılmıştır. Bu çalışmada modifiye edilmiş MobileNetV2 ve DenseNet201 algoritmaları kullanılmış ve gürültü temizliği yapılmamıştır. Veri setindeki görüntüler üzerinde, eğitim aşamasından önce kontrast iyileştirme ve veri artırma uygulanmıştır. Kontrast iyileştirme ile zemin ve lezyon arasında ayrışma sağlanarak sınıflama başarısında artış hedeflenmektedir. Veri artırma ise aşırı öğrenme sorununa çözüm olarak çalışmalarda yer almaktadır. Toplam 660 görüntünün yer aldığı ISIC'a ait görüntülerin yer aldığı kaggle veri seti kullanılmış ve %91.86 doğruluk değeri elde edilmiştir. Kaur vd. (2022) tarafından sunulan ISIC2020 veri seti kullanılarak lezyon melanom ve normal olarak iki sınıfa ayrılmıştır. DCNN modelinin tercih edilmiş ve %90,4'lük bir doğruluk değeri gözlemlenmiştir. Bu çalışmada da gürültü temizliği aşaması yer almamaktadır. Lezyon sınıflandırmasında sık kullanılan yöntemlerde birisi de SVM (Support Vector Machine-Destek Vektör Makinesi)'dir. Genellikle iki sınıfa ayırma söz konusu olduğunda tercih edilen yöntemlerden biridir. Suresh ve Seeja (2019) bölütlenmiş lezyon görüntülerini renk, kenar histogramı gibi özelliklerini SVM kullanarak iyi ve kötü huylu şeklinde iki sınıfa ayırmışlardır. %85,19 zar katsayısı değeri elde edilmiştir. MobileNetV2 kullanılan bir diğer çalışma Indraswari vd. (2022) tarafından sunulmuştur. Sadece sınıflandırma aşamasının yer aldığı çalışmada ISBI2016 veri setinde %83 doğruluk değeri elde edilmiştir. Bu çalışmada da lezyonlar kötü ve iyi huylu olarak ikiye ayrılmıştır.

Literatürde cilt kanserinin sınıflandırılmasında ikiden fazla sınıfın kullanıldığı çalışmalar da mevcuttur. Kausar vd. (2021) çalışmalarında cilt kanseri lezyon görüntüleri sekiz sınıfa ayrılmıştır. Farklı modellerin kullanıldığı çalışmada ResNet, DenseNet, VGG16 ve InceptionV3 algoritmaları tercih edilmiştir. Lu ve Zadeh (2022) lezyonu iyi huylu, kötü huylu ve karsinom olarak üç sınıfa ayırmışlardır. Modifiye edilmiş XceptionNvdgoritması ile %100 doğruluk değeri elde edildiği belirtilmiştir. VGG16 kullanılarak yapılan diğer bir çalışmada lezyonlar iki sınıfa ayrılarak %78.66 doğruluk değeri elde edilmiştir (Lopez vd., 2017). Derin öğrenme yöntemleri ile birlikte kullanımı artan transfer öğrenme metodu sınıflandırma çalışmalarında da tercih edilmektedir. Transfer öğrenmede önceden büyük

veri setleri ile eğitilmiş modellerin kullanımı söz konusudur. Bu sayede eğitim süreleri azalmakta ve başarı artışı sağlanmaktadır. Cilt kanseri sınıflandırılmasında da transfer öğrenmenin kullanıldığı çalışmalar vardır. Jaisakthi vd. (2022) çalışmalarında ResNet, EfficientNetB6 gibi farklı modeller kullanmışlardır. En yüksek başarı EfficientNetB6 ile %96.81 AUC değeri elde edilmiştir.

Cilt kanserinin doğru teşhisi tedavi maliyetlerinin düşmesini, hastaların yaşama oranının artması adına oldukça önemlidir. Derin öğrenme ve görüntü işleme teknikleri ile yüksek başarı değerleri ve neredeyse sıfır maliyet ile teşhis süreci yürütülebilir.

Çalışmanın temel amacı, cilt kanserine ait dermoskopik lezyon görüntülerinin doğru şekilde sınıflandırılması ve elde edilen sınıflandırma sonucuna göre karar vericilere bir karar destek sistemi olarak karar verme sürecinde destek sağlanmasıdır. Lezyon görüntülerinde bulunan kıl gürültüsü, derin öğrenme ile yapılacak sınıflandırmanın başarısını düşürmektedir. Bu sebeple gürültü temizliği aşaması da çalışma için diğer bir önemli amaçtır. Bu çalışmada cilt kanseri görüntülerinde, gürültülerin temizlenerek cilt kanserinin yüksek doğruluk oranıyla sınıflandırılması amaçlanmıştır. Gürültü temizliği aşaması lezyonların doğru sınıflandırılabilmesi için bir ön süreç olarak kullanılmıştır. Çalışmanın temel amacı cilt kanseri lezyonlarının yüksek başarı değerleriyle dört sınıfa ayrılmasıdır.

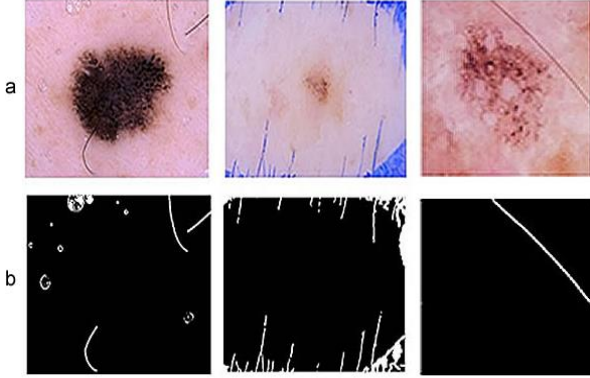
Çalışmanın ikinci bölümünde, tercih edilen derin öğrenme ve görüntü işleme algoritmaları detaylandırılmıştır. Eğitim sonucunda elde edilen sonuçlara ve diğer çalışmalarla yapılan karşılaştırmalara üçüncü bölümde yer verilmiştir.

2. Materyal ve Metot / Materials and Methods

Çalışma gürültü temizliği ve lezyon sınıflandırma aşamalarından oluşmaktadır. Sınıflandırmada mevcut literatürde genellikle ikili sınıflandırma kullanılmasına rağmen, BHK, SHK, MEL ve iyi huylu olmak üzere dört sınıf tercih edilmiştir. Bunun sebebi BHK ve SHK türlerinin de diğer dokulara yayılabilmesi ve zamanla kötü huyluya dönüşebilmesidir. Bu şekilde potansiyel olarak kötü huyluya dönebilecek ve yayılım gösterebilecek türler tespit edilerek erken teşhis ve tedavi aşamasında başarı artırılacaktır.

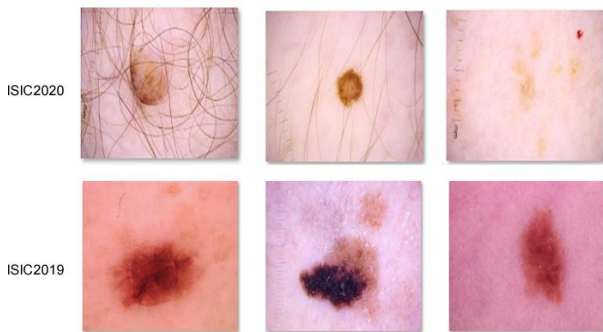
Gürültü temizliği için ISIC2018' ait kıl, mürekkep izi, cetvel, su kabarcığı gürültülerini içeren toplam 3000 adet dermoskopik görüntü seçilerek gürültü maskeleri manuel olarak oluşturulmuştur (Codella vd., 2018). Öncelikle

görüntüleme için kıl maskeleri adaptif eşikleme yöntemi ile elde edilmiştir. Elde edilen maskeler sırasıyla ortanca filtresi, morfolojik işlemler ile gürültülerden temizlenmiştir. Son olarak maskeler üzerinde adobe fireworks programı ile manuel olarak gürültü temizleme uygulanmıştır. Bu veri seti Gürültü maske veri seti (GMV) olarak adlandırılmıştır. Şekil 1’de GMV’den setinden örnekler görülmektedir.



Şekil 1. (a) Görüntü, (b) Maske için GMV Örnekleri.

Çalışmada sınıflandırma aşaması için ISIC2019 ve ISIC2020 veri setleri kullanılmıştır. ISIC2019 veri seti etiketlenmemiş diğer adlı sınıf dahil 9 sınıftan oluşmaktadır (Tschandl vd., 2018). ISIC2020 ise BHK, SHK ve iyi huylu türlerini içermeyen 8 sınıftan oluşmaktadır (Rotemberg vd., 2021). Bu sebeplerden çalışmada kullanılacak dört sınıfı elde etmek için 2020’ye ait 2512 adet iyi huylu lezyon seçilmiş, BHK, SHK ve Melanom türleri için ISIC2019’a ait görüntülerle bir araya getirilmiştir. Dermoskopik görüntüler içeren bu veri seti sınıflama veri seti (SVS) olarak adlandırılmıştır. Kullanılan tüm veri setleri public (halka açık) olup, ticari amaçlar dışında kullanıma açıktır.

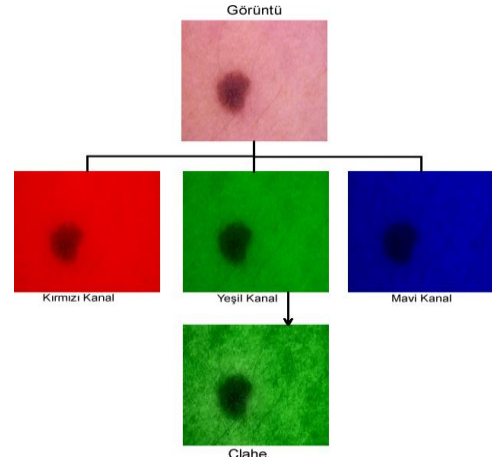


Şekil 2. ISIC2019 ve ISIC2020 Örnekleri.

2.1 Kontrast İyileştirme, Görüntü Dilimleme ve Veri Artırma

Çalışmada kullanılan tüm veri setlerine ait RGB görüntüler üzerinde kontrast farkını artırmak için kontrast iyileştirme uygulanmıştır. Gürültünün en net görüldüğü kanal olduğu

için yeşil kanal seçilmiş, ardından clahe (Contrast Limited Adaptive Histogram Equalization) uygulanmıştır. RGB renk uzayında yeşil renk kanalında, görüntü üzerinde yer alan kıl, damar gibi kısa ve uzun gürültüler zeminle daha çok ayrılmaktadır. Bu durum modelin başarısını artırabilmektedir (Tan vd. 2014). Kontrast iyileştirmeye ait örnek görüntüler şekil 3’ te görülebilmektedir. Bu yöntemle gürültü veri setinde kıl gürültüsü, sınıflama veri setlerinde ise lezyonla daha belirgin hale gelmişlerdir. Görüntüler 256x256x3 boyutuyla eğitime alınmışlardır.



Şekil 3. Kontrast İyileştirme Aşaması.

Veri artırma derin öğrenme ile yapılan eğitimlerde ortaya çıkabilen aşırı öğrenme (ezberleme) sorununa çözüm getirebilmektedir. Çalışmada yapılan sınıflandırma aşamasında ise diğer bir görevi daha vardır. Sınıflandırma veri seti içerisinde farklı sınıflara ait görüntü sayıları ciddi farklılık göstermektedir. Bu durum eğitim başarısını da etkileyecektir. Bu sebepten her sınıftan eşit sayıda seçilip veri artırma ile verilerin sınıflarda dağılımları da dengelenmeye çalışılmıştır (Yatay-dikey çevirme, 90-180 derece döndürme). Gürültü temizliği ve lezyon sınıflandırma aşamalarında kullanılan veri setlerinin dağılımları Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Veri Setlerinin Dağılımları.

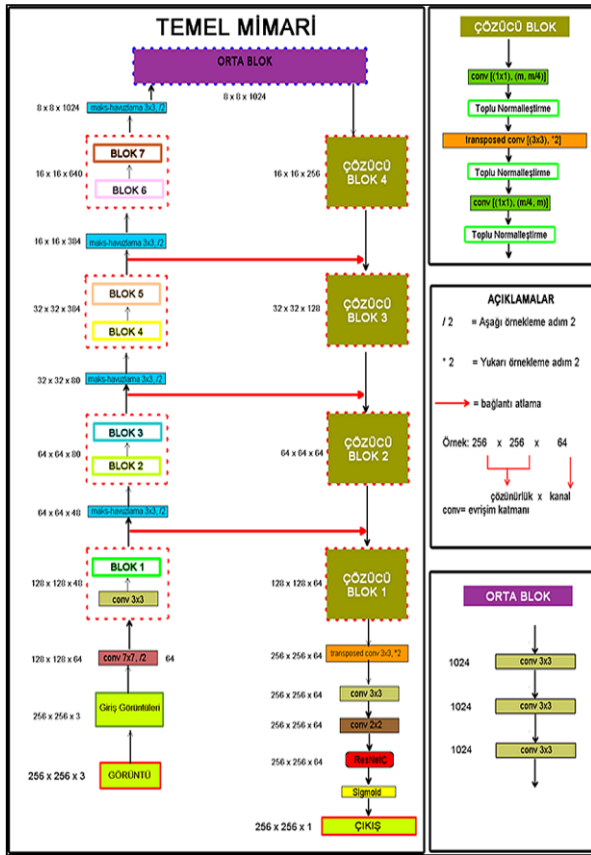
Aşama	Veri Seti	Tür	Sayı	Veri Artırma ile
Gürültü Temizliği	ISIC2018	-	3000	12000
	ISIC2019	MEL	2512	2512
Lezyon Sınıflandırma	ISIC2020	BHK	2512	2512
		SHK	628	2512
		İyi Huylu	2512	2512

Çizelge 1’de verilen veri setleri %70 eğitim %20 doğrulama ve %10 test olmak üzere ayrılmıştır. Ayırma işlemi veri artırma öncesinde yapılmıştır. Sonuç olarak GMV veri seti

8400 eğitim, 2400 doğrulama ve 1200 test; SVS veri seti ise 7033 eğitim, 2011 doğrulama ve 1004 test (0: 251, 1:251, 2:251, 3: 251) olarak ayrılmıştır (0: Melanom, 1: BHK, 2: SHK, 3: İyi Huylu).

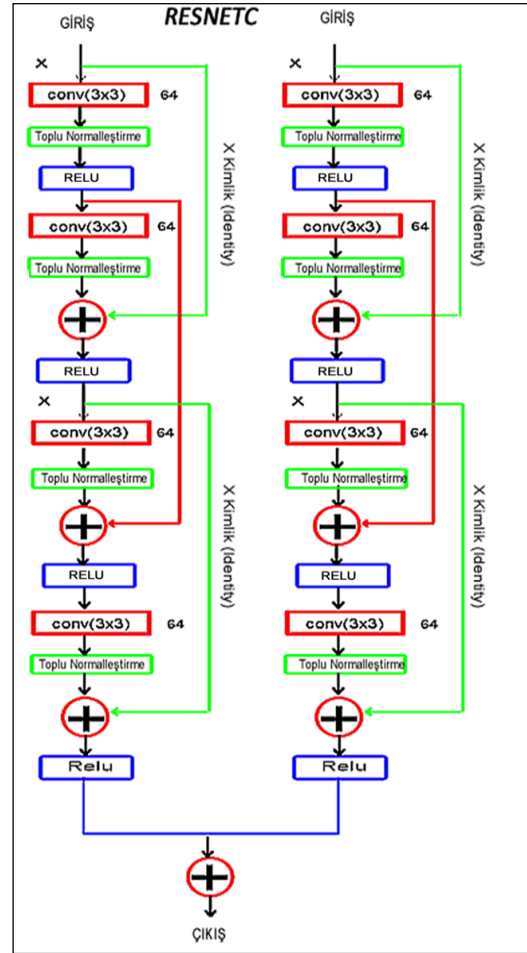
2.2. Gürültü Temizliği Modeli-LinkNet-RCB7

LinkNet-RCB7 modelinde LinkNet modelinde kodlayıcı bloklarda EfficientNetB7'e ait bloklar kullanılmıştır. Algoritmanın bitişin katmanından önce bir adet ResNetC eklenmiştir. Mevcut literatürde yer alan LinkNetB7 modeline göre tek farklılığı algoritmanın sonunda ResNet yerine, ResNetC'nin eklenmiş olmasıdır. ResNetC ResNet'e göre daha başarılı bir versiyondur (Akyel ve Arıcı, 2022). Bu model medikal görüntü bölütlemesinde yüksek başarı göstermesinden ötürü çalışmada tercih edilmiştir. Modele ait mimari Şekil 4'te görülmektedir (Akyel, 2022).



Şekil 4. LinkNet-RCB7 Mimarisi (Akyel, 2022).

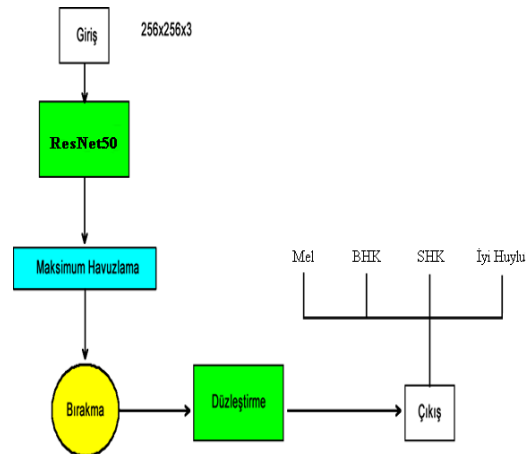
Şekil 5'te görülen ResNetC iki paralel bloкта dört adet ResNet bloğu içermektedir. Paralel yapı sayesinde herhangi bir bloкта özellik çıkarımı eksik kaldığında diğer bloklar bu açığı kapayabilmektedir. Ayrıca kullanılan kimlik bağlantıları ile giriş ve çıkış boyutlarının aynı kalması sağlanmaktadır. ResNetC modelinin standart ResNet'e göre daha başarılı olduğu belirtilmiştir (Akyel and Arıcı, 2022).



Şekil 5. ResNetC Mimarisi (Akyel and Arıcı, 2022).

2.3. Lezyon Sınıflama Modeli

Lezyon sınıflandırma aşaması için ResNet50 modelini temel alan bir algoritma tercih edilmiştir. Elde edilen yüksek başarı değerlerinden dolayı diğer ön eğitilmiş modellerle eğitim yapılmamıştır. Algoritmada kullanılan bırakma (dropout) katmanları ile aşırı öğrenme önlenmeye çalışılmıştır. Modele ait algoritma Şekil 6'da görülmektedir.



Şekil 6. Sınıflandırma Modeli Algoritma.

2.4. Performans Metrikleri

Çalışmada sınıflandırma alanında literatürde sıklıkla kullanılan doğruluk, duyarlılık, özgüllük, kesinlik ve f-skor performans parametreleri tercih edilmiştir. Bu metrikler kısaca açıklanmıştır.

Doğruluk: Doğruluk değeri modelde doğru tahmin edilen alanların toplam veri kümesine oranı ile hesaplanmaktadır (1) (Powers vd., 2011).

$$\text{Doğruluk} = (GP + GN)/(GP + GN + YP + YN) \quad (1)$$

Duyarlılık: Duyarlılık ise pozitif olarak tahmin edilmesi beklenenlerin hangi sayıda pozitif olarak tahmin edildiğini göstermektedir (2) (Sokolova, 2006).

$$\text{Duyarlılık} = GP/(GP + YN) \quad (2)$$

Özgüllük: Özgüllük, gerçek negatif oran olarak ifade edilir ve bir testte negatif sonuç veren gerçekten de negatif olan örneklerin oranıdır (3) (Sokolova, 2006).

$$\text{Özgüllük} = GN/(GN + YP) \quad (3)$$

Kesinlik: Kesinlik pozitif olarak tahminlenen değerlerin gerçekten kaç tanesinin pozitif olduğunun göstergesidir (4) (Sokolova, 2006).

$$\text{Kesinlik} = GP/(GP + YP) \quad (4)$$

F-Skor: F-puanı, bir sistemin kesinlik ve geri çağırma değerlerinin harmonik ortalamasıdır (Sokolova, 2006).

$$F - \text{Skor} = 2 * (\text{Kesinlik} * \text{Duyarlılık})/(\text{Kesinlik} + \text{Duyarlılık}) \quad (5)$$

Dice Coefficient (DC): Gerçek ve tahmin edilen değer arasındaki örtüşmenin bir ölçütüdür (Kaya and Önal, 2021).

$$DC = 2|A \cap B|/(|A| + |B|) = 2TP/(2TP + FP + FN) \quad (6)$$

3. Bulgular / Results and Discussions

Gürültü temizliği ve sınıflama aşamalarında algoritmalar 250 epoch koşurulmuştur. En iyileyici (optimizer) olarak adam seçilmiştir. Gürültü temizliğinde çıkış fonksiyonu sigmoid, dörtlü sınıflama aşamasında ise softmax seçilmiştir (Eğitim Başarısı: EB, Doğrulama Başarısı: DB, Test Veri Seti: TVS, DC: Dice Coefficient).

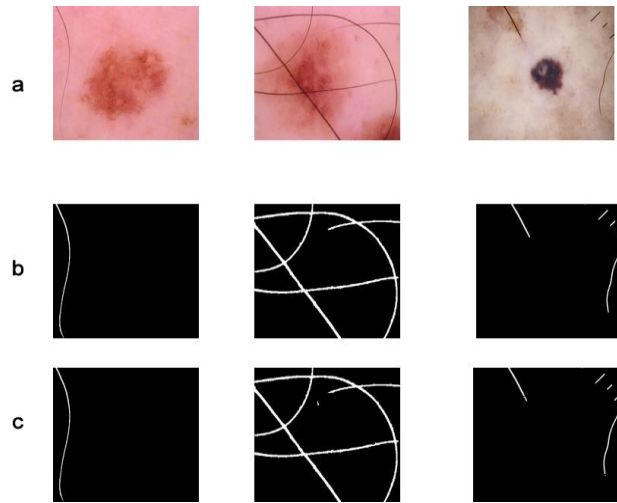
3.1. Gürültü Temizliği Aşaması

Bu aşamada eğitilen model ile tahmini yapılan maskeler üzerinde morfolojik işlemler ve ortanca filtresi ile düzeltme yapılmıştır. Elde edilen maskeler kullanılarak

opencv kütüphanesinde yer alan INPAINT fonksiyonu ile gürültüsüz görüntüler elde edilmiştir. Çizelge 2’de ve Şekil 7’de sonuçlar görülmektedir.

Çizelge 2. Gürültü Temizliği Eğitim Sonuçları.

Parametre (%)	UNet	LinkNet	LinkNet-B7	LinkNet-RCB7
EB	85,60	88,48	94,71	94,87
DB	80,42	83,60	89,78	89,54
meanIoU	83,22	85,44	90,21	90,41
DC	82,60	85,26	90,38	90,84
TVS Başarı	80,55	85,23	86,27	86,79
TVS DC	79,80	80,66	84,45	84,82



Şekil 7. Gürültü Temizliği Maske Tahmini (a: orijinal görüntü, b: gerçek maske, c: tahmin edilen maske).

3.2. Lezyon Sınıflandırma Aşaması

Bu aşamada lezyonlar dört sınıfa ayrılmıştır. Çizelge 4’te elde edilen sonuçlar verilmiştir. Çizelge 3’te test verisiyle elde edilen sonuçlar kesinlik (precision), duyarlılık (recall) ve f1 parametreleriyle verilmiştir. Bu durum sınıflar arası dağılımın dengeli olduğunu göstermektedir (0: Melanom, 1: BHK, 2: SHK, 3: İyi Huylu). Çizelge 4’te ise eğitim ve test veri setleriyle elde edilen sonuçlar görülmektedir.

Çizelge 3. Lezyon Sınıflandırma Test Verisi Sonuçları.

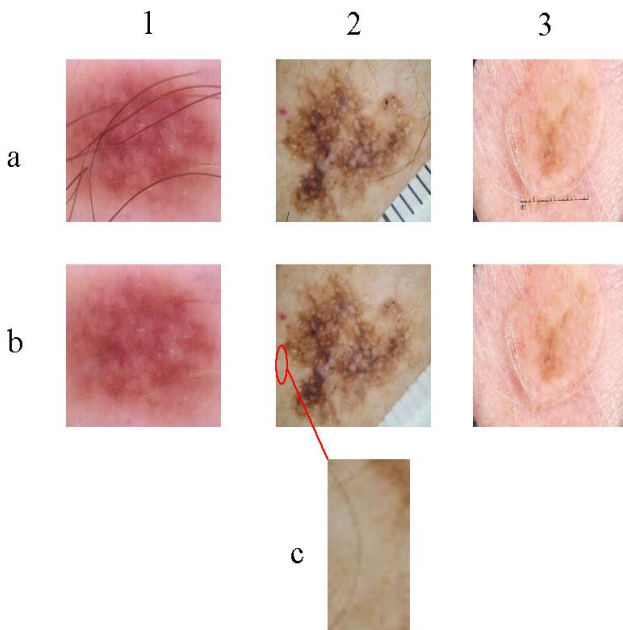
Sınıf	Kesinlik	Duyarlılık	F1 skor
0	0.85	0.95	0.90
1	0.82	0.89	0.85
2	0.90	0.74	0.81
3	1	1	0.99
Ağırlıklı ortalama	0.89	0.89	0.89
Makro ortalama	0.88	0.88	0.89

Çizelge 4. Lezyon Sınıflandırma Sonuçları.

Parametre		ResNet	MobileNetV2	Önerilen Model
<i>Dört sınıfa ayırma</i>	EB (%)	93,20	95,75	96.90
	DB (%)	88,85	91,07	87.56
	TVS Başarı (%)	87	89	89
	DB (%)	89,78	91,90	93,05
Gürültü Temizliği Yapılmadan Elde Edilen Sonuçlar				
<i>Dört sınıfa ayırma</i>	EB (%)	91,42	94,10	94.80
	DB (%)	86,95	89,25	86.15
	TVS Başarı (%)	86	89	88
	DC (%)	88,05	90,00	91,20

4. Sonuçlar ve Tartışma / Conclusions

Çizelge 5'te ve Çizelge 6'da yer alan sonuçlara göre çalışmada kullanılan modellerin başarılı olduğu görülmektedir. Li vd. 2021'de 306 adet sadece kıl gürültüsü içeren maskeden oluşan veri seti kullanılmıştır. Yine daha yüksek başarı gösteren Akyel ve Arıcı'nın çalışmalarında kıl ve mürekkep izi dışında başka gürültülere ait maskeler yer almamaktadır. Bu durumlar göz önüne alındığında önerilen yaklaşımın yüksek hassasiyete sahip ve başarılı olduğu görülmektedir. Şekil 8'de model ile yapılan gürültü temizliği örnekleri yer almaktadır. 2 numaralı görüntüde detay ile verilen alandaki kıl gürültüsü ince ve kontrastı az olduğu için model yeterince başarı sağlayamamıştır. 3 numaralı görüntüde ise beyaz tüylerden oluşan görüntü model tarafından tespit edilememiştir.

**Şekil 8.** Gürültü Temizleme Örnekleri (a: orijinal görüntü, b: temizlenmiş görüntü, c: detay).**Çizelge 5.** Gürültü temizliği aşamasında modellerin karşılaştırma sonuçları.

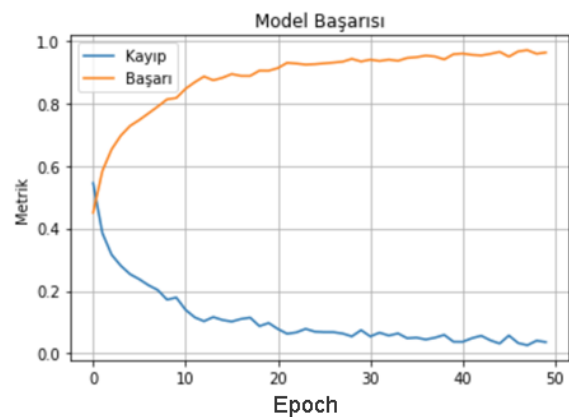
Çalışma	Yöntem	Veri Seti	Başarı
Li vd. 2021	UNet	ISIC-archive	99,08
Akyel ve Arıcı 2020	UNet	ISIC2018	88,58
Akyel ve Arıcı 2022	FCN8-ResNetC	ISIC2018	90,30
Akyel ve Arıcı 2022	LinkNet-B7	ISIC2018	95,72
Önerilen Yaklaşım	LinkNet-RCB7	ISIC2018	94.87

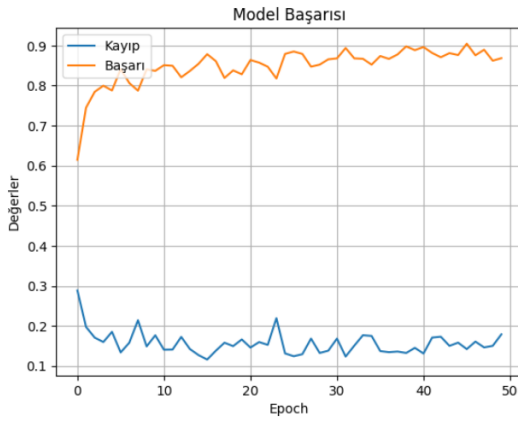
Sınıflama başarısının diğer çalışmalara göre yüksek olduğu Çizelge 6'da görülmektedir. Başarının yüksek olmasında gürültüsüz verilerin kullanılmış olmasının da etkisi vardır. Literatürde temel olarak cilt kanseri lezyonlarının iki sınıfa ayrıldığı görülmektedir.

Çizelge 6. Lezyon Sınıflandırma karşılaştırma sonuçları

Çalışma	Yöntem	Sınıf Sayısı	Veri seti	Doğruluk(%)
Rehman vd. 2022	MobileNetV2	2	Kaggle	91.86
Kaur vd. 2022	DCNN	2	ISIC2020	90.14
Suresh and Seeja 2019	SVM	2	ISBI2016	85.19
Indraswari vd. 2022	MobileNetV2	2	ISBI2016	83
Kausar vd. 2021	VGG19	8	ISIC2019	91.8
Lu and Zadeh 2022	XceptionNet	3	HAM10000	100
Lopez vd. 2015	VGG16	2	ISIC-Archive	95.95
Önerilen Yaklaşım	ResNet50	4	ISIC2019,20	96,90

Sonuç olarak derin öğrenme ve görüntü işleme algoritmalarını içeren önerilen yaklaşımların gürültü temizliği ve lezyon sınıflandırılmasında etkili olduğu görülmüştür. Gürültü aşaması için 3000 kıl vb. gürültüler içeren veri seti çalışma kapsamında hazırlanmıştır. Şekil 9'da 50 epoch sonunda sınıflandırma eğitiminde elde edilen değerler ve Şekil 10'da doğrulama başarısına ait değerler yer almaktadır.

**Şekil 9.** Sınıflama aşaması 50 epoch eğitim başarı grafiği.



Şekil 10. Sınıflama aşaması 50 epoch doğrulama başarı grafiği.

Test veri seti ile elde edilen karmaşıklık matrisi Şekil 11’de yer almaktadır. Buna göre iyi huylu lezyonların tespitinde yaklaşık %100’lük başarı elde edilmiştir. Diğer sınıflar için de elde edilen sonuçlar yüksek başarı değerleri göstermiştir. Sonuç olarak elde edilen sınıflama başarısında gürültü temizliği doğru yapılan ve sınıflar arası görüntü dağılımında denge sağlanmış olmasının etkisi görülmektedir.

Daha sonraki çalışmalarda farklı sınıf sayıları kullanılarak sınıflama eğitimi yapılabilir. Ayrıca sınıflama aşaması için görüntülerin GLCM benzeri teknikler ile öznelikleri çıkarılarak bunlar üzerinden sınıflama yapılabilir. Bu durum derin öğrenmeye kıyasla daha az kaynak kullanımına imkân verebilecektir.

		Karışıklık Matrisi			
		0	1	2	3
Gerçek Değerler	0	240	7	4	0
	1	3	237	11	0
	2	18	33	200	0
	3	0	0	0	251
		Tahminler			

Şekil 11. Sınıflama aşaması Karışıklık Matrisi.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar 1: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Metodoloji, Yazma – orijinal taslak Görselleştirme, Eğitim Aşamaları

Yazar 2: Kaynaklar, Biçimsel analiz, Doğrulama, Görselleştirme,

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

5. Kaynaklar / References

- Akyel, C., 2022. Görüntü işleme ve derin öğrenme yöntemleri ile cilt kanseri teşhisi için karar destek sisteminin geliştirilmesi. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Bilişim Enstitüsü, Ankara, 79.
- Akyel, C., and ARICI, N., 2022. Hair Removal and Lesion Segmentation with FCN8-ResNetC and Image Processing in Images of Skin Cancer. *Bilişim Teknolojileri Dergisi*, **15(2)**, 231-238. <https://doi.org/10.17671/gazibtd.1060330>
- Akyel, C., and ARICI, N., 2022. LinkNet-B7: Noise Removal and Lesion Segmentation in Images of Skin Cancer. *Mathematics*, **10(5)**, 736-751. <https://doi.org/10.3390/math10050736>
- Bardou, D., Bouaziz, H., Lv, L., and Zhand, T., 2021. Hair removal in dermoscopy images using variational autoencoders. *Skin Research Technology*, **28**, 445-454. <https://doi.org/10.1111/srt.13145>
- Bassel, A., Abdulkareem, A. B., and Alyasseri, Z. A. A., 2022. Automatic Malignant and Benign Skin Cancer Classification Using a Hybrid Deep Learning Approach. *Diagnostics*, **12(2472)**, 1-15. <https://doi.org/10.3390/diagnostics12102472>
- Cassidy, B., Kendrick, C., Brodzicki, A., Jaworek-Korjakowska, J., and Yap, M. H., 2022. Analysis of the ISIC image datasets: Usage benchmarks and recommendations. *Medical Image Analysis*, **75**, 1-15. <https://doi.org/10.1016/j.media.2021.102305>
- Codella N., Rotemberg, V., Tschandl, P., Celebi, M. E., Dusza, S., Gutman, D., Helba, B., Kalloo, A., Liopyris, K., Marchetti, M., Kittler, H., Halpern, A., 2018. Skin Lesion Analysis Toward Melanoma Detection 2018: A Challenge Hosted by the International Skin Imaging Collaboration (ISIC), *Computer Vision and Pattern Recognition*, 2018, 1-12. <https://doi.org/10.48550/arXiv.1902.03368>
- Grignaffini, F., Barbuto, F., Piazzi, L., Troiano, M., Simeoni, P., Mangini, F., Pellacani, G., Cantisani, C., and Frezza, F., 2022. Machine Learning Approaches for Skin Cancer Classification from Dermoscopic Images: A Systematic Review. *Algorithms*, **15**, 1-30. <https://doi.org/10.3390/a15110438>

- Indraswari, R., Rokhana, R., and Herulambang, W., (2022). Melanom image classification based on MobileNetV2 network. *Procedia Computer Science*, 197, 198–207.
<https://doi.org/10.1016/j.procs.2021.12.132>
- Jaisakthi S. M., Mirunalini, P., Chandrabose, A., and Rajagopal, A., 2022. Classification of skin cancer from dermoscopic images using deep neural network architectures. *Multimedia Tools and Applications*, 2022, 1-16.
<https://doi.org/10.1007/s11042-022-13847-3>
- Kahia, M., Echioui, A., Kallel, F., and Hamida, A. B., 2022. Skin Cancer Classification using Deep Learning Models. *ICAART 2022*, 1, 554-560.
<https://doi.org/10.5220/0010976400003116>
- Kaur, R., Gholamhosseini, H., Sinha, R., and Lindén, M., 2022. Melanom Classification Using a Novel Deep Convolutional Neural Network with Dermoscopic Images. *Sensors*, 22(3), 1-15.
<https://doi.org/10.3390/s22031134>
- Kausar, N., Hameed, A., Sattar, M., Ashraf, R., Imran, A. S., Abidin, M. Z., and Ali, A., 2021. Multiclass Skin Cancer Classification Using Ensemble of Fine-Tuned Deep Learning Models. *Applied Sciences*, 11, 1-20.
<https://doi.org/10.3390/app112210593>
- Kaya, B., and Önal, M., 2021. COVID-19 Tespiti için Akciğer BT Görüntülerinin Bölütlenmesi. *Avrupa Bilim Ve Teknoloji Dergisi*, 28, 1296-1303.
<https://doi.org/10.31590/ejosat.1015061>
- Lee, T., Ng, V., Gallagher, R., Coldman, A., and McLean, D., 1997. Dullrazor®: A software approach to hair removal from images, *Computers in Biology and Medicine*, 27(6), 533-543.
[https://doi.org/10.1016/S0010-4825\(97\)00020-6](https://doi.org/10.1016/S0010-4825(97)00020-6)
- Lee, J. R. H., Pavlova, M., Famouri, M., and Wong, A., 2022. S Cancer-Net SCA: tailored deep neural network designs for detection of skin cancer from dermoscopy images. *BMC Medical Imaging*, 22(143), 1-12.
<https://doi.org/10.1186/s12880-022-00871-w>
- Li, W., Raj, A. N. J., Tjahjadi, T., and Zhuang, Z., 2021. Digital hair removal by deep learning for skin lesion segmentation. *Pattern Recognition*, 117, 1-15.
<https://doi.org/10.1016/j.patcog.2021.107994>
- Lu, X., and Zadeh, Y. A. F. A., 2022. Deep Learning-Based Classification for Melanoma Detection Using XceptionNet. *Hindawi Journal of Healthcare Engineering*, 2022, 1-10.
<https://doi.org/10.1155/2022/2196096>
- Lopez A. R., Giro-i-Nieto X., Burdick J., Marques O., (2017). Skin Lesion Classification From Dermoscopic Images Using Deep Learning Techniques, 13th IASTED International Conference on Biomedical Engineering (BioMed), Manhattan, New York, U.S: Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE), 49–54.
- Machlin, J., Machlin S. R., Ekwueme, D. U., Yabrof K. R., 2015. Prevalence and costs of skin cancer treatment in the U.S. *American Journal of Preventive Medicine*, 48, 183–187.
<https://doi.org/10.1016/j.amepre.2014.08.036>
- Powers, D., Powers A., 2011. Evaluation: From precision, recall and F-measure to ROC, informedness, markedness & correlation. *Journal of Machine Learning Technologies*, 2, 2229-3981.
<https://doi.org/10.9735/2229-3981>
- Rehman, M., Ahmed, F., Alsuhibany, S. A., Jamal, S. S., Ali, M. Z., and Ahmad, J., 2022. Classification of Skin Cancer Lesions Using Explainable Deep Learning. *Sensors*, 22, 1–14.
<https://doi.org/10.3390/s22186915>
- Rotemberg, V., Kurtansky, N., Betz-Stablein, B., Caffery, L., Chousakos, E., Codella, N., Combalia, M., Dusza, S., Guitera, P., Gutman, D., Halpern, A., Helba, B., Kittler, H., Kose, K., Langer, S., Liopyrs, K., Malvey, J., Musthaq, S., Nanda, J., Reiter, O., Shih, G., Stratigos, A., Tschandl, P., Weber, J. and Soyer, P., 2021. A patient-centric dataset of images and metadata for identifying melanomas using clinical context. *Scientific Data*, 8(34), 1-8.
<https://doi.org/10.1038/s41597-021-00865-3>
- Sokolova, M., Japkowicz, N., Szpakowicz, S., 2006. Beyond Accuracy, F-Score and ROC: A Family of Discriminant Measures for Performance Evaluation. *Advances in Artificial Intelligence*, 4304, 1015-1021.
https://doi.org/10.1007/11941439_114
- Suresh, A., and Seeja, R., 2019. Deep Learning Based Skin Lesion Segmentation and Classification of Melanom Using Support Vector Machine (SVM). *Asian Pacific Journal of Cancer Prevention*, 20(5), 1555-1561,
<https://doi.org/10.31557/APJCP.2019.20.5.1555>
- Şahin, N. ve Alpaslan, N., 2020. Seg-Net Mimarisi Kullanılarak Cilt Lezyon Bölütleme Performansının İyileştirilmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, special issue, 40-45.
<https://doi.org/10.31590/ejosat.araconf6>
- Talavera-Martínez, L., Bibiloni, P., and González-Hidalgo, M., 2020. Hair Segmentation and Removal in Dermoscopic Images Using Deep Learning. *IEEE Access*, 9, 2694–2704.
<https://doi.org/10.1109/ACCESS.2020.3047258>
- Tschandl P., Rosendahl C. And Kittler H., 2018. The HAM10000 dataset, a large collection of multi-source dermatoscopic images of common pigmented skin lesions. *Scientific Data*, 5, 1-9.

<https://doi.org/10.1038/sdata.2018.161>

Tan, X., Lai, S., and Zhang, M., 2014. Green Channel Guiding Denoising on Bayer Image. The Scientific World Journal, 2014, 1-9.

<https://doi.org/10.1155/2014/979081>

Transfer Derin Öğrenme Teknikleri ile Görüntü Sınıflandırmada Aktivasyon Fonksiyonlarının Performans Üzerindeki Etkisi

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 28.07.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

The Effect of Activation Functions on Performance in Image Classification with Transfer Deep Learning Techniques

Gül Cihan HABEK^{1*}, Şakir TAŞDEMİR², Fatih BAŞÇİFTÇİ³, Ahmet YILMAZ¹

¹Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Karaman, Türkiye

²Sinop Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Sinop, Türkiye

³Selçuk Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

İleri beslemeli yapay sinir ağı modeli olan konvolüsyonel sinir ağları (CNN) görüntülerin sınıflandırılması problemlerinde sıklıkla kullanılmaktadır. Genel olarak konvolüsyon katmanı, havuzlama katmanı ve tam bağlı katmandan oluşan CNN modeli üzerinde performansı iyileştirmek amacı ile birtakım eklemeler ve değişiklikler yapılarak yeni mimariler geliştirilmiştir. Bu çalışmada geliştirilen CNN tabanlı VGG16 ve ResNet50 mimarilerine sigmoid, tanh ve ReLu aktivasyon fonksiyonlu farklı sayıda gizli katman eklenerek derin transfer öğrenme tekniği ile görüntüler sınıflandırılmış ve performansları karşılaştırılmıştır. Sınıflandırma için kullanılan veri seti meyveler ile ilgili çoklu sınıflı bir veri seti olup kurulan modellerin son katmanında 10 nöronlu softmax sınıflandırıcı kullanılmıştır. Devir sayısı 10 girilerek sınıflandırma doğruluğu (accuracy), duyarlılık (precision), geri çağırma (recall) ve f1-ölçütü olmak üzere dört farklı metrik için sonuçlar alınmıştır. Alınan sonuçlar kıyaslandığında modeller arasında ResNet50 mimarisine sigmoid aktivasyon fonksiyonlu, 256 ve 128 nöronlu iki gizli katman ve 10 nöronlu bir softmax sınıflandırıcı katmanı olmak üzere toplam üç katman eklenerek oluşturulan modelin %97.5 sınıflandırma doğruluğu değeri ile en iyi sonucu verdiği gözlemlenmiştir. Son olarak dört metrik için alınan sonuçlar Friedman ve Nemenyi post-hoc testlerine tabi tutularak istatistiksel bir analiz yapılmış, modeller arasındaki ilişki test edilmiştir. Test sonucunda oluşturulan modellerin birbirleri ile ilişkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Görüntü Sınıflandırma; Derin Öğrenme; ResNet50 Mimarisi; Transfer Derin Öğrenme; VGG16 Mimarisi.

Abstract

Convolutional neural networks (CNN), a feedforward neural network model, are frequently used in image classification problems. New architectures have been developed by making some additions and changes in order to improve the performance on the CNN model, which generally consists of convolution layer, pooling layer and fully connected layer. By adding different numbers of hidden layers with sigmoid, tanh and ReLu activation functions to the CNN-based VGG16 and ResNet50 architectures developed in this study, images were classified by deep transfer learning technique and the performances were compared. The dataset used for classification is a multi-class dataset related to fruits, and a 10-neuron softmax classifier was used in the last layer of the established models. Entering the epoch as 10, results were obtained for four different metrics: accuracy, precision, recall, and f1-score. When the results are compared, it has been observed that the model created by adding a total of three layers, including two hidden layers with 256 and 128 neurons, and a softmax classifier layer with 10 neurons, to the ResNet50 architecture with sigmoid activation function, gives the best result with a classification accuracy value of %97.5. Finally, the results obtained for the four metrics were subjected to the Friedman and Nemenyi post-hoc tests, a statistical analysis was made and the relationship between the models was tested. It was concluded that the models created as a result of the test were related to each other.

Keywords: Image Classification; Deep Learning; ResNet50 Architecture; Transfer Deep Learning; VGG16 Architecture.

1. Giriş

Bilgisayarların yazılan algoritmalar sayesinde insan zekâsını taklit ederek belirli birtakım görevleri yerine getirebilmesi yapay zekâ olarak adlandırılmaktadır. 1956 yılında İngiltere’de düzenlenen Dartmouth Konferansı’nda ilk defa adı geçen yapay zekâ kavramı gerçek anlamda 1997 yılında IBM (International Business Machines) tarafından üretilen Deep Blue adlı bilgisayarın

dünyada satranç oyununda en iyi olduğu bilinen Garry Kasparov’a galip gelmesi ile hayatımıza girmiştir (Buchanan 2005).

Kullanılan algoritmaların geliştirilmesi, büyük veri setlerinin sayısının artması, bilim ve teknolojik ilerlemeler sayesinde gittikçe daha popüler hale gelmeye, üzerinde daha fazla çalışmalar yapılmaya başlanmış; bu ilerlemelerle birlikte makine öğrenmesi ve derin öğrenme

kavramları ortaya çıkmıştır. Makinenin verilen geçmiş bilgilerden yola çıkarak henüz hiç görmediği yeni bilgiler üzerinde matematiksel modeller kullanıp karar alabilmesi yeteneğine makine öğrenmesi denmektedir. Derin öğrenme ise tek katmanlı ve çok katmanlı yapay sinir ağlarından sonra geliştirilen, yapay sinir ağları ile oluşturulmuş bir makine öğrenmesi alt türüdür (Habek 2022). Derin kelimesi artan katman sayısını ve dolayısıyla ağ yapısının derinleşmesini ifade eder; klasik yapay sinir ağlarından farklı olarak derin sinir ağları yüzlerce katmandan oluşabilir (Özçelik 2021). Kullanım amacı ise insan müdahalesini minimum seviyede tutarak eğitimi otomatik modeller geliştirebilmektir (Mascarenhas ve Agarwal 2021).

Görüntü sınıflandırma ele alınan görüntünün görsel içeriğine göre önceden tanımlanmış kategorilere sınıflandırılması sürecini ifade eder. Görselleri girdi olarak probleme uygun sınıflandırma işlemini gerçekleştirmek için ileri beslemeli yapay sinir ağı modeli olan konvolüsyonel sinir ağları (Convolutional Neural Networks, CNN) kullanılmaktadır. CNN, klasik yapay sinir ağından farklı olarak ağ ve nöronları dağıtmak yerine görüntünün özelliklerini çıkarmayı hedefler ve bu sebeple filtreler kullanır (Simonyan ve Zisserman 2014). Temel olarak CNN mimarisi girdi, konvolüsyon, havuzlama katmanları ile tam bağlı katman ve çıktı katmanından oluşmaktadır (Doğan ve Türkoğlu 2019). Performansın artırılması amacıyla CNN mimarisi üzerinde değişiklikler ve eklemeler yapılarak CNN tabanlı farklı mimariler geliştirilmiştir. Literatürde yaygın bir şekilde kullanılan CNN tabanlı mimariler LeNet, AlexNet, VGGNet, GoogleNet ve ResNet mimarileridir.

Çalışılan konu ile ilgili literatür çalışmaları meyve ve sebzelerin sınıflandırılması çalışmaları ve farklı disiplinlerdeki derin öğrenme transfer tabanlı mimariler ile yapılan sınıflandırma çalışmaları olmak üzere iki kısımda ele alınmıştır. Çalışmada kullanılan veri setine benzer disiplinlerdeki sınıflandırma çalışmalarına bakıldığında ilk çalışmada Gulzar (2023) farklı meyve çeşitlerinin sınıflandırılması için MobileNetV2 mimarisine dayalı TL-MobileNetV2 adlı yeni bir derin öğrenme yaklaşımı önermiştir. Önerilen yaklaşımda MobileNetV2 mimarisinin yaklaşık bin düğümden oluşan sınıflandırma katmanı çalışmada kullanılan veri setine göre özelleştirilmiş ve temel modele ortalama havuzlama katmanı, düzleştirme katmanı, yoğun katman, dropout ve softmax olmak üzere beş katmandan oluşan yeni bir başlık eklenmiştir. Kaggle platformunda paylaşılan Fruits 360 adlı kırk çeşit meyve içeren 26149 görüntülü bir veri seti kullanılarak AlexNet, VGG16, InceptionV3, ResNet ve

önerilen yöntem ile modeller kurulup duyarlılık, geri çağırma ve F1 ölçütü metrikleri için alınan sonuçlar kıyaslandığında ise TL-MobileNetV2 %99 duyarlılık, %99 geri çağırma ve %99 F1 ölçütü puanları ile en yüksek performansı göstermiştir.

Fruits 360 veri seti kullanılarak gerçekleştirilen başka bir çalışmada Hemalatha vd. (2022) makine öğrenmesi ve derin öğrenme yöntemlerini kullanarak meyveleri çeşitlerine göre sınıflandırmak istemişlerdir. Çalışmada kullanılan veri seti Kaggle platformu üzerinden paylaşılan 131 meyve çeşidi ve toplam 90483 meyve görüntüsünden oluşmaktadır. Makine öğrenmesi yaklaşımlarından KNN, SVM ve DT (Decision Tree) algoritmaları ile derin öğrenme tabanlı MLP (Multilayer Perceptron) ve CNN mimarileri kullanılarak modeller oluşturulmuş olup elde edilen sonuçlar sınıflandırma doğruluğu ve ROC eğrisi metrikleri açısından değerlendirilmiştir. Tüm modeller arasında en iyi sonuç MLP ile kurulan model ile alınmış olup %97.36 sınıflandırma doğruluğu başarıyla elde edilmiştir.

Behera vd. (2021) makine öğrenmesi ve transfer öğrenmeye dayalı yaklaşımları kullanarak papaya meyvesini olgunlaşmamış, kısmen olgun ve olgun olmak üzere üç kategoride sınıflandırmayı hedeflemişlerdir. Çalışmada kullanılmak amacıyla her sınıfta 100'er veri olacak şekilde toplam 300 papaya görüntüsü toplanarak bir veri seti oluşturulmuştur. Makine öğrenimi yaklaşımında LBP (Local Binary Pattern), HOG (Histogram of Oriented Gradients), GLCM (Gray-Level Co-Occurrence Matrix) olmak üzere 3 farklı özellik çıkarıcı ve KNN (K-Nearest Neighbours), SVM (Support Vector Machine), Naive Bayes olmak üzere 3 farklı sınıflandırıcı kullanılarak elde edilen performanslar doğruluk, eğri altındaki alan (AUC) ve gerekli eğitim süresi sonuçlarına göre karşılaştırılmıştır. Transfer öğrenme yaklaşımında ise CNN tabanlı ResNet101, ResNet50, ResNet18, VGG19, VGG16, GoogleNet ve AlexNet transfer öğrenme teknikleri kullanılmış olup alınan sonuçlar doğruluk, maksimum doğrulama doğruluğuna ulaşmak için iterasyon sayısı ve gerekli eğitim süresi açısından değerlendirilmiştir. HOG özellik çıkarıcı ve KNN sınıflandırıcı kullanıldığında %100 sınıflandırma doğruluğu ve 0,0995 s eğitim süresi ile makine öğrenmesi yöntemleri arasındaki en başarılı sonuç elde edilmiştir. Transfer tabanlı derin öğrenme yaklaşımları arasında ise VGG19 kullanıldığında %100 doğruluk ve 1dk 52 sn. eğitim süresi ile en iyi performans yakalanmıştır.

Bir sonraki çalışmada ise Rojas-Aranda vd. (2020) perakende mağazalarda kullanılması için bir meyve çeşidi sınıflandırma çalışması yapmayı amaçlamışlardır. Bu amaç doğrultusunda çalışmalarına özgü elma, portakal ve muz

olmak üzere 3 çeşit meyvenin şeffaf poşet içerisinde ve poşetsiz toplam 1067 görüntüsü alınarak bir veri seti oluşturulmuş; meyve sınıflandırması için MobileNetV2 tabanlı geliştirilmiş bir CNN mimarisi önerilmiştir. Doğruluğu arttırmak adına meyvelerin rengi ile ilgili tek bir RGB rengi, RGB histogramı ve K-means kümelemesinden elde edilen RGB merkezini kullanan farklı giriş özellikleri eklenerek yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında beklenildiği gibi poşetsiz görüntülerin daha iyi bir performans gösterdiği gözlemlenmiş olup poşetsiz meyveler için %95 ve poşet içerisindeki meyveler için %93 sınıflandırma doğruluğu elde edilmiştir.

Meyve ve sebzelerin sınıflandırılması ile ilgili incelenen son çalışmada Ponce vd. (2019) zeytin meyvesi türlerini sınıflandırmak için altı farklı CNN tabanlı transfer derin öğrenme mimarisi kullanmışlardır. Sınıflandırma çalışması için Arbequina, Arbosana, Picual, Ocal, Changlot Real, Verdial de Huévar ve Lechín de Sevilla olmak üzere 7 farklı zeytin türü için 400'er zeytin meyvesi toplanıp 50'şer gruplar halinde görüntüleri alınarak her sınıf için 8'er görüntüden oluşan bir veri seti elde edilmiştir. Transfer öğrenme yöntemlerinden olan AlexNet, InceptionV1, InceptionV3, ResNet50, ResNet101 ve Inception-ResNetV2 mimarileri ile kurulan modellerden genel olarak %90 üzeri sınıflandırma doğruluğu başarıyla elde edilmiş olup modeller arasında en yüksek performans değeri Inception-ResNetV2 ile kurulan model kullanıldığında %95.91 olarak yakalanmıştır.

Derin öğrenme transfer tabanlı mimariler ile yapılan sınıflandırma çalışmalarına bakıldığında ise çalışmalardan birinde Al-Saedi ve Savaş (2022) derin transfer öğrenme tekniklerini kullanarak cilt kanseri sınıflandırması yapmayı amaçlamışlardır. Çalışmada Uluslararası Cilt Görüntüleme İşbirliği (ISIC, 2022) tarafından paylaşılan iyi huylu ve kötü huylu olmak üzere 64000 tümör görüntüsünden oluşan veri seti kullanılmıştır. DenseNet, Xception, InceptionResNetV2, EfficientNet, ResNet50 ve MobileNet olmak üzere altı derin öğrenme transfer modeli kullanılmış olup önceden eğitilmiş modeller orijinal modelin çıktı katmanını eklenerek ayrı ayrı uygulanmıştır. Her modelin sonuna iki gizli katman ve bir sınıflandırıcı katmanı olmak üzere toplam üç katman eklenmiştir. Gizli katmanlarda kullanılan aktivasyon fonksiyonu ReLu'dur; gizli katmanların nöron sayıları birbirine eşit ve 128'dir. Sınıflandırıcı katmanı ise veri setindeki sınıf sayısı kadar yani 2 nörondan oluşturulmuştur. Doğruluk, duyarlılık, f1 ölçütü, geri çağırma ve özgünlük metrikleri için sonuç alınarak mimarilerin performansları karşılaştırıldığında en iyi performans DenseNet kullanılarak oluşturulan model ile

alınmıştır. Bir diğer çalışmada Chen vd. (2022) akciğere enfekte covid-19 görüntülerini tespit etmek amacıyla ResNet tabanlı üç sınıflandırmalı inception-ResNet modelini önermişlerdir. Model için kullanılan veri seti Wuhan'da bulunan Jinyintan isimli hastanede çekilen sağlıklı bireylerin ve pnömoni hastalarının akciğer görüntülerinden oluşmaktadır. Çalışma kapsamında oluşturulan veri seti sağlıklı, erken hasta ve ağır hasta olmak üzere üç sınıftan oluşmakta ve toplam 2960 görüntü içermektedir. Oluşturulan model ImageNet veri seti kullanılarak eğitilmiş olup inception-ResNet'in sınıflandırma performansını arttırmak için çıktı öznitelik haritasının her bir kanalı sıkıştırılmış, genel ortalama havuzlama işlemi gerçekleştirilmiş ve öznitelik vektörü elde edilerek bir öz dikkat mekanizması sunulmuştur. CNN, ResNet ve inception-ResNet için doğruluk, duyarlılık ve özgünlük metrikleri ile sonuçlar alındığında en yüksek performans değerleri inception-ResNet kullanıldığında alınmıştır.

Mascarenhas ve Agarwal (2021) görüntü sınıflandırma çalışması yaparak VGG16, VGG19 ve ResNet50 mimarilerinin performanslarını karşılaştırmak istemişlerdir. Kullanılan veri seti bölgesel bir satıcıdan toplanılan ayakkabı, bakım, mücevher, saat ve çanta olmak üzere beş sınıftan oluşan toplam 6000 ürünün görüntüsünü ve fiyatını içermektedir. Çalışmadaki amaç ürünleri doğru sınıflara ayırarak fiyat karşılaştırması yapabilmektir. Ele alınan veri seti iki adımda sınıflandırılmıştır. İlk adımda VGG16, VGG19 ve ResNet50 kullanılarak görüntünün özellik çıkarımı yapılmış, sonraki adımda ise keşifsel veri analizi yardımı ile görüntüler sınıflandırılmıştır. Veri seti 1, 3, 5, 10, 15, 20 ve 100 devir çalıştırılarak kullanılan mimarilerin performansları karşılaştırıldığında en iyi performans ResNet50 ile yakalanmış olup ardından VGG19, sonrasında da VGG16 gelmektedir. Ayrıca devir değeri 15 ile 20 arasındayken kullanılan üç CNN mimarisi de en iyi ve mutlak performansı göstermiş; devir sayısı 15'ten küçük olduğunda yetersiz uydurma gösterdiği ve 20'yi geçince fazla uydurma gösterdiği gözlemlenmiştir.

Ammatmanee ve Gan (2021) turizm sektörüne katkı sağlamak amacı ile derin öğrenme yönteminin transfer öğrenme tekniğini kullanarak pansiyon alanlarının sınıflandırmasını yapmaya çalışmıştır. 7350 pansiyon resminden oluşan 7 sınıflı yeni bir veri seti oluşturularak literatürdeki çalışmalardan farklı, özgün bir çalışma yapılması hedeflenmiştir. SqueezeNet modelleri (SqueezeNet1_0 ve SqueezeNet1_1), ResNet modelleri (ResNet18, ResNet34, ResNet50, ResNet101 ve ResNet152) ve DenseNet modelleri (DenseNet121, DenseNet161, DenseNet169 ve DenseNet201) olmak

üzere toplam 11 CNN tabanlı transfer öğrenme tekniği kullanarak elde edilen doğruluk ve eğitim süreleri karşılaştırıldığında DenseNet121 ve DenseNet201 modellerinin diğer CNN modellerine göre daha iyi performans gösterdiği görülmüştür.

Talo (2019) yapmış olduğu çalışmada transfer öğrenme tekniğini kullanarak görüntü sınıflandırması için CNN tabanlı modeller önermiştir. Çalışmada erişimi halka açık Kimia Path24 isimli 23916 histopatolojik görüntüden oluşan 24 sınıflı veri seti kullanılmıştır. Kimia Path24 veri seti ile yapılmış olan gri tonlamalı görüntü çalışmalarından farklı olarak hem renkli hem de gri tonlamalı görüntüler kullanılmış, böylece renk ve doku özelliklerinden faydalanılarak görüntülerin sınıflandırılması yapılmıştır. Görüntüleri sınıflandırmak için ResNet-50 ve DenseNet-161 CNN tabanlı mimariler kullanılarak alınan sonuçlara bakıldığında gri tonlamalı görüntüler kullanıldığında DenseNet-161 ile %97.89, renkli görüntüler kullanıldığında ResNet-50 ile %98.87 performans değerleri elde edilmiştir.

Bu çalışmada VGG16 ve ResNet50 olmak üzere iki çeşit derin transfer öğrenme yöntemi kullanılarak bir sınıflandırma çalışması yapılmıştır. Çalışmanın amacı kullanılan transfer öğrenme yöntemlerine eklenen farklı aktivasyon fonksiyonlarına sahip çeşitli sayılarda gizli katmanların sınıflandırma performansını nasıl etkilediğini ölçmektir. Sınıflandırma için kullanılan veri seti beş farklı meyve çeşidi için taze ve çürük olmak üzere toplam 10 sınıftan oluşmaktadır. Eklenen gizli katmanlarda literatürdeki çalışmalarda sıklıkla tercih edilen sigmoid, tanh ve ReLu (Rectified Linear Unit-ReLu) aktivasyon fonksiyonları kullanılarak performans karşılaştırması yapmak hedeflenmiştir. Bu doğrultuda her mimariden on iki farklı model oluşturulup devir sayısı 10 olarak girilmiş; sınıflandırma doğruluğu (accuracy), duyarlılık (precision), geri çağırma (recall) ve f1-ölçütü olmak üzere dört farklı metrik için sonuçlar alınmıştır. Alınan sonuçlar kıyaslandığında modeller arasında ResNet50 mimarisine sigmoid aktivasyon fonksiyonlu, 256 ve 128 nöronlu iki gizli katman ve 10 nöronlu bir softmax sınıflandırıcı katmanı olmak üzere toplam üç katman eklenerek oluşturulan modelin %97.5 sınıflandırma doğruluğu değeri ile en iyi sonucu verdiği gözlemlenmiştir. Bu sonuç ikili sınıflandırmalarda yüksek performans gösteren sigmoid aktivasyon fonksiyonunun softmax sınıflandırıcı ile kullanıldığında ikiden fazla sınıftan oluşan veri setlerinde de yüksek performans elde edilebileceğini göstermiştir. Son olarak dört metrik için alınan sonuçlar Friedman ve Nemenyi post-hoc testlerine tabi tutularak istatistiksel bir analiz yapılmış, modeller arasındaki ilişki test edilmiştir. Test sonucunda oluşturulan modellerin birbirleri ile ilişkili olduğu sonucu elde edilmiştir.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada literatürdeki sınıflandırma çalışmalarında sıklıkla kullanılan ve yüksek başarı gösteren VGG16 ve ResNet50 transfer derin öğrenme mimarileri kullanılarak bir sınıflandırma çalışması yapılmıştır. Çalışmada aktivasyon fonksiyonlarının ve gizli katman sayısının sınıflandırma performansı üzerindeki etkilerini ölçebilmek adına transfer derin öğrenme mimarilerine sigmoid, tanh ve ReLu aktivasyon fonksiyonlu çeşitli sayılarda gizli katmanlar eklenerek oluşturulan modeller, ele alınan veri seti üzerinden değerlendirilmiş; modellerin performansları karşılaştırılmıştır.

2.1 Veri seti

Çalışmada makine öğrenimi ve veri bilimi ile ilgili çalışmalar yapan araştırmacılar için çevrimiçi bir platform olan Kaggle üzerinden paylaşılan popüler "fruits and vegetables" veri seti kullanılmıştır. Veri setinde beşer çeşit meyve ve sebze ile ilgili taze ve çürük görüntüler yer almaktadır. Veri setinde bulunan meyve görüntüleri ile çalışılmak istendiğinden Çizelge 1'de görüldüğü gibi taze muz, taze elma, taze portakal, taze mango, taze çilek ile çürük muz, çürük elma, çürük portakal, çürük mango, çürük çilek olmak üzere toplam 10 sınıf ve 5997 görüntüden oluşan meyve veri seti ile çalışmaya devam edilmiştir. Her sınıfta bulunan görüntülerin sayısı eşite yakın bir sayıda olduğu için veri setinin dengeli dağıldığı söylenebilir. Son olarak veri seti oluşturulurken Google ve Bing görselleri ile Fruit360, Kaggle ve Sriram RK gibi farklı platformlardan yararlanılmıştır (Mukhiddinov vd. 2022).

Çizelge 1. Sınıflardaki veri dağılımları.

Sınıf	Veri sayısı
Elma	Taze: 612
	Çürük: 588
Muz	Taze: 624
	Çürük: 576
Mango	Taze: 605
	Çürük: 593
Portakal	Taze: 609
	Çürük: 591
Çilek	Taze: 603
	Çürük: 596
Toplam	Taze: 3053
	Çürük: 2944

2.2 Transfer öğrenme

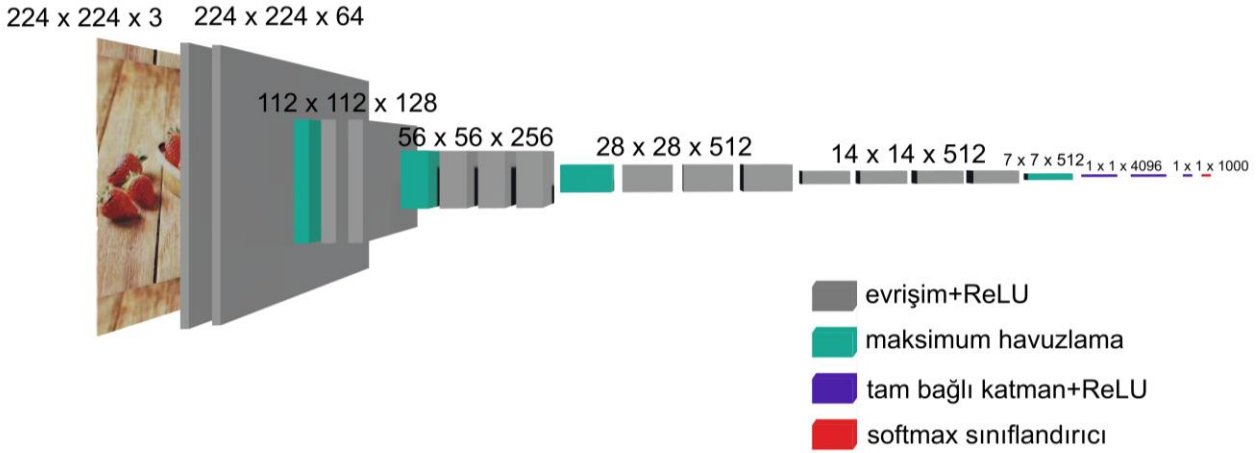
Belirli bir konuda ele alınan problemi çözerken öğrenilen bilgiden ortak yanları bulunan başka bir problemi çözerken yararlanması durumuna transfer öğrenme denilmektedir. Makine öğrenmesi problemlerinde önceden eğitilmiş bir ağ, ikinci bir görevin modeli eğitilirken başlangıç noktası olarak tekrar kullanıldığında

modelin hızlı bir şekilde eğitilmesini ve performansının önemli ölçüde artmasını sağlar. Transfer edilecek modelin genel bir problemin çözümü için olması ve ikinci problemin birinci problem ile benzer yanlarının olması transfer öğrenimini gerçekleştirmenin ilk koşuludur. Görüntülerin girdi olarak alındığı görüntü işleme ve analiz problemlerinde transfer öğrenimi gerçekleştirmek oldukça yaygın bir çalışma biçimidir. Önceden eğitilmiş modelden elde edilen özellik, parametre veya ağırlık gibi önemli bilgiler yeni görev için kullanıldığında büyük veri seti eğitilirken gereken zamandan tasarruf edilmekte, küçük veri seti ile de oldukça iyi sonuçlar alınabilmektedir.

2.3 CNN mimarileri

CNN temel olarak konvolüsyon, havuzlama ve tam bağlı katmanlardan oluşan bir mimaridir (Bozkurt 2022). Mimaride bulunan sıralı katmanlar aracılığıyla çeşitli özellikler çıkartılır, son katman olan sınıflandırıcı katmanı ile de sınıflandırma işlemi gerçekleştirilir. Çıkartılan özellikler kullanılarak belirlenen sınıflar ve gerçek sınıfl arasındaki fark yani hata bulunur (Bozkurt 2021/2). Geri yayılım algoritması kullanılarak her defasında ağırlık değerleri güncellenir ve böylece en az hata ile özellik çıkarma süreci iyileştirilmiş olur. Genellikle görüntülerin sınıflandırılmasında kullanılan CNN mimarisi üzerinde performansın artırılması amacıyla değişiklikler ve

eklemeler yapılarak CNN tabanlı farklı mimariler geliştirilmiştir. Bu çalışmada CNN tabanlı derin öğrenme mimarilerinden VGG16 ve ResNet50 mimarileri kullanılarak görüntülerin sınıflandırılması çalışması yapılmıştır. VGG16, Oxford üniversitesindeki Simonyan ve Zisserman (2014) tarafından yayınlanan 'Very Deep Convolutional Networks for Large-Scale Image Recognition' adlı makale ile tanıtılmış olan bir CNN modelidir. Model, belirli bir görev veya konuda öğrenme sürecine tabi tutulmadan önce geniş bir veri kümesi üzerinde genel bir eğitim sürecinden geçmiş ve belirli görevler için ince ayar yapılabilen bir modeldir (Bozkurt 2021/1). 14 milyondan fazla görüntüden oluşan 1000 sınıflı ImageNet veri seti ile %92.7 sınıflandırma doğruluğuna ulaşmıştır. Şekil 1'de verilen mimaride görüldüğü gibi 224x224x3 boyutlarındaki RGB görüntü verileri girdi olarak alınıp sırasıyla 2 evrişim katmanı, 1 maksimum havuzlama katmanı, tekrar 2 evrişim katmanı ve 1 maksimum havuzlama katmanına gelir. Devamında 3 evrişim katmanı, 1 maksimum havuzlama katmanı, 3 evrişim katmanı ve 1 maksimum havuzlama katmanı, tekrar 3 evrişim katmanı ve 1 maksimum havuzlama katmanı eklenmiştir. Mimari tam bağlantılı katman ve ReLU katmanı ile devam eder. Son katmanda ise ImageNet veri setinin sınıf sayısı kadar yani 1000 çıktılı softmax sınıflandırıcı kullanılmıştır.



Şekil 1. VGG16 mimarisi (Mascarenhas ve Agarwal 2021)

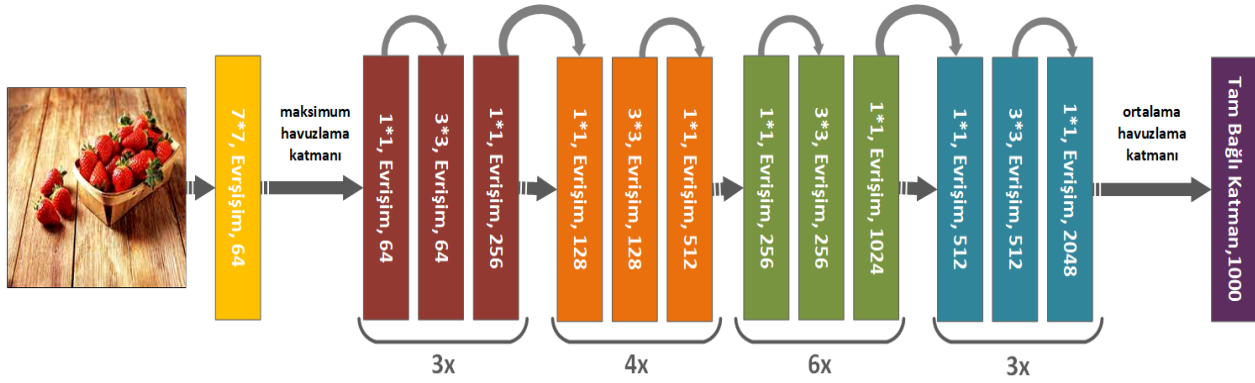
Artık değerli nöral ağlar (residual neural network) kısaltılmış ismi ile ResNet, He vd. (2015) tarafından yayınlanan 'Deep Residual Learning for Image Recognition' adlı makale ile tanıtılmıştır. Makalede ağ derinliği arttıkça doğru orantılı olarak doğruluk değerinin de doygunluğa ulaştığı fakat daha sonra hızlı bir şekilde düşme eğilimine girdiği belirtilmiş olup katmanlar arasına kısayollar ekleyerek performans düşmesine çözüm

getirmeyi hedeflemişlerdir. Artık değerli nöral ağlar VGG ağlarından daha derin olmasına rağmen daha düşük karmaşıklığa sahiptir ve ImageNet veri seti üzerinde %96.43 başarı oranını yakalamıştır. Orijinal ResNet ağı ResNet-34'tür. Çalışmada ise ResNet50 ağı tercih edilmiştir. Resnet50 mimarisi Şekil 2'de görüldüğü gibi 48 evrişim katmanı, bir maksimum havuzlama katmanı ve bir ortalama havuzlama katmanından oluşur. VGG16'dan

farklı olarak ek bir kimlik eşleme'ye sahip olan ResNet50, bu özelliği sayesinde ağın eğitim sürecini iyileştirir, öğrenmeyi kolaylaştırır ve ağın daha derin olmasına izin verir (Bozkurt 2021/1).

İlk katman 7x7 çekirdek boyutundaki 64 farklı çekirdeğe sahip bir evrişim katmanıdır ve maksimum havuzlama katmanı ile devam eder. Bir sonraki evrişim katmanı 1x1 boyutunda 64 çekirdekli, 3x3 boyutunda 64 çekirdekli ve 1x1 boyutunda 256 çekirdekli katman olmak üzere 3 katmandan oluşur ve bu üç katman üç kez tekrarlanarak

toplam 9 katman oluşturur. Ardından 1x1 boyutlu 128 çekirdekli, 3x3 boyutlu 128 çekirdekli ve 1x1 boyutlu 512 çekirdekli katmanlar 4 kez tekrarlanarak 12 katman oluşturur. Sonrasında 1x1 boyutunda 256'lık çekirdek, 3x3 boyutunda 256 çekirdek ve 1x1 boyutunda 1024 çekirdek 6 kez tekrarlanarak 18 katman oluşturur. 1x1 boyutlu 512'lik çekirdek, 3x3 boyutlu 512'lik çekirdek, 1x1 boyutlu 2048'lik çekirdek 3 kez tekrarlanarak 9 katman daha oluşturur. Son olarak bir ortalama havuzlama yapılır, 1000 nöronlu tam bağlı katman ve softmax sınıflandırıcı ile 50. katman oluşturulmuş olur.



Şekil 2. ResNet50 mimarisini (Rojas-Aranda vd. 2020)

2.4 Aktivasyon fonksiyonları

Aktivasyon fonksiyonları, sinir ağlarında, girişlerin ve bias'ların ağırlıklı toplamını hesaplamak için kullanılan matematiksel işlemlerdir (Nwankpa ve ark. 2018). Bu fonksiyonlar, bir nöronun çıkışını belirlemekte ve iletmekte önemli bir rol oynarlar. Nöronun çıkışı genellikle belirli bir eşik aşarsa (ateşleme eşik), nöron aktive olur ve bilgi iletim sürecine dahil olur. Yani aktivasyon fonksiyonları, sinir ağlarının öğrenme ve karar verme yeteneklerini kontrol etmek için kullanılır. Bu çalışmada transfer derin öğrenme modellerine farklı sayıda gizli katmanlar eklenerek oluşturulan modellerde sigmoid, tanh ve ReLu aktivasyon fonksiyonları kullanılarak aktivasyon fonksiyonlarının performansları karşılaştırılmak istenmiştir.

Adını sahip olduğu "S" harfine benzeyen eğriden (sigma) alan sigmoid özellikle ikili sınıflandırma problemlerinde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Fonksiyonun dezavantajı, gradyanın çok küçük olduğu durumlarda ortaya çıkan doyumluk sorunundan etkilenmesidir. Ağırlıklar gradyan büyüklüğü ile orantılı bir şekilde güncellendiğinden öğrenme süreci yavaşlar ve ağın eğitimi zorlaşır (Alkhouly ve ark. 2021).

Çalışmada kullanılan bir diğer aktivasyon fonksiyonu olan tanh, sigmoid fonksiyonundan daha güçlü gradyanlara sahiptir ve türevleri 1.0'a kadar çıkabilir (Nwankpa ve ark.

2018). Bu sayede ağırlıklar ve bias güncellemeleri daha büyük adımlarla gerçekleşir. Ancak bu fonksiyon kaybolan gradyanlar sorununa yol açabilir ve eğitim sürecini yavaşlatabilir.

ReLU (Rectified Linear Units, Doğrultulan Doğrusal Üniteler), 2011 yılında "Deep Sparse Rectifier Neural Networks" adlı makale ile tanıtılmış bir aktivasyon fonksiyonudur (Glorot ve ark. 2011). Basitlik, hesaplama açısından uygunluk ve sınırlı gruplara ait diğer aktivasyon fonksiyonlarına kıyasla hızlı yakınsama yeteneği sayesinde bu fonksiyon derin sinir ağlarında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Dubey ve ark. 2022). Özellikle çok katmanlı ağ yapıları gerektiren görüntü sınıflandırma problemlerinde gradyan kaybolması ve gradyan patlaması sorunlarının önüne geçtiği için ReLu tercih edilmektedir (Hao ve ark. 2020). ReLu fonksiyonunda tüm negatif girişler 0'a eşitlendiğinden daha az nöron ateşlenir. ReLu, çalışmada kullanılan diğer aktivasyon fonksiyonları ile karşılaştırıldığında; Sigmoid fonksiyonundaki doyumluk ve tanh fonksiyonundaki kaybolan gradyan sorununu çözerek genel olarak daha iyi bir performans gösterir (Alkhouly vd. 2021).

2.5 Deneysel yöntem

Çalışmada kullanılan meyve veri seti %80 eğitim ve %20 test verisi olacak şekilde ayrılmış; eğitim verisinin %25'lik

kısmı ise doğrulama verisi olarak kullanılmıştır. Ön işleme aşamasında veri seti VGG16 ve ResNet50 transfer öğrenme modellerine aktarılmadan önce Keras kütüphanesi kullanılarak RGB renk formatından BGR renk formatına dönüştürülmüş ve ölçeklendirme olmadan her renk kanalı sıfıra ortalanmıştır. 3 kanaldan oluşan görüntü girdilerin boyutu VGG16 için 224x224 ve ResNet50 için 256x256 olarak ayarlanmıştır.

Derin transfer öğrenimi gerçekleştirmek için ImageNet veri seti kullanılarak önceden eğitilmiş VGG16 ve ResNet50 mimarilerinden katmanlar alınmış olup başlangıç katmanlarından itibaren belirlenen sayıda katmanlar dondurularak çalışmada kullanılan veri seti ile yeniden eğitim aşamasında bu katmanlardaki bilgi kaybının önüne geçilmiştir. VGG16 için ilk 10 katman ve ResNet50 için ilk 160 katman layer.trainable için false boolean değeri girilerek dondurulmuştur. VGG16 ve ResNet50 mimarileri 'imageNet' ağırlıkları ile yüklenmiş olup çıktı katmanları ImageNet veri setine göre ayarlandığı için include_top parametresi false yapılarak son katman dahil edilmemiştir. Katmanların üzerine farklı aktivasyon ve nöronlara sahip çeşitli sayıda yeni eğitilebilir katmanlar eklenerek Çizelge 2'de gösterildiği gibi her mimari için on iki farklı model oluşturulmuştur. Eklenen katmanlar arasında batch normları uygulanarak ağırlıkların daha hızlı eğitilmesi ve daha iyi genelleme yapabilmesi sağlanmaya çalışılmıştır.

Eklenen gizli katmanlardan sonra aşırı öğrenmenin azaltılması amacıyla dropout katmanları eklenmiştir. Dropout katmanları 0.5 oranında ayarlanarak her gizli katmanın çıkışı belirlenen oranda rastgele olarak sıfırlanmış yani nöronlar unutulmuştur. Çıktı katmanında 10 çıktılı softmax sınıflandırıcı çoklu sınıflandırma için kullanılmıştır. Model derleme aşamasında çok sınıflı veri seti ile çalışıldığından, etiketler ve tahminler arasındaki

çapraz entropi kaybını hesaplayan "categorical_crossentropy" kayıp fonksiyonu kullanılmıştır (Keras, 2023). Eğitim aşamasında girdilerin gruplandırılarak eğitime sokulması için batch size parametresi kullanılmış olup değeri 16 olarak ayarlanmıştır. Kurulan modeller 10 devir boyunca eğitilmiştir. Eğitim verileri üzerinde aşırı öğrenmenin engellenmesi için modellerin eğitimi aşamasında doğrulama verileri kullanılmıştır. Oluşturulan modeller ile sınıflandırma doğruluğu, duyarlılık, geri çağırma ve f1 ölçütü metrikleri için sonuçlar alınmış, alınan sonuçlar Friedman testi (Friedman 1940) ve Nemenyi post-hoc testi (Nemenyi 1963) kullanılarak istatistiksel olarak karşılaştırılmıştır.

Friedman testi, ilk olarak çalışmada kullanılan iki transfer derin öğrenme mimarisi için modellerin performans dayalı bir sıralamasını üretmektedir. Ardından modellerin ortalama sıralarını karşılaştırır ve mimarilerin sayısı k'ya göre k-1 serbestlik dereceli X_{F^2} Friedman istatistiğini hesaplar. Nemenyi ise oluşturulan modellerin birbirinden farklı olup olmadığını ölçen post-hoc istatistiksel bir testtir (Memiş vd. 2022). İki mimariden elde edilen ortalama değer arasındaki farkın kritik mesafeden fazla olması durumunda sonuçların birbirinden farklı ve az olması durumunda ise sonuçların birbirleri ile ilişkili olduğu sonucuna varılır. İstatistiksel sonuçlara bakıldığında genel olarak kurulan modeller arasında ilişki olduğu sonucuna varılmıştır.

3. Bulgular

Transfer derin öğrenme mimarilerine farklı gizli katmanlar eklenerek oluşturulan modellerin 10 sınıftan oluşan meyveler veri seti ile 10 devir eğitilmesi sonucunda elde edilen doğru sınıflandırma, duyarlılık, geri çağırma ve f1 ölçütü değerleri sırasıyla Çizelge 2 ve Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 2. Gizli katman sayısı 1 ve 2 için sınıflandırma doğruluğu, duyarlılık, geri çağırma ve f1 ölçütü metrikleri ile elde edilen sonuç değerleri.

	VGG16					ResNet50			
	Aktivasyon	Doğruluk	Duyarlılık	Geri çağırma	F1 ölçütü	Doğruluk	Duyarlılık	Geri çağırma	F1 ölçütü
Gizli Katman Sayısı = 1, Nöron Sayısı =	sigmoid	0,9583	0,9607	0,9583	0,9587	0,975	0,9755	0,975	0,9751
VGG16 için 112	tanh	0,88	0,8964	0,88	0,8783	0,9725	0,9733	0,9725	0,9725
ResNet50 için 128	ReLu	0,93	0,9331	0,93	0,9299	0,9733	0,9739	0,9733	0,9734
Gizli Katman Sayısı = 2, Nöron Sayısı =	sigmoid	0,9658	0,9689	0,9658	0,9661	0,975	0,9756	0,975	0,975
VGG16 için 224, 112	tanh	0,8942	0,8982	0,8942	0,8944	0,9708	0,9714	0,9708	0,9708
ResNet50 için 256, 128	ReLu	0,6133	0,7118	0,6133	0,5824	0,965	0,9657	0,965	0,965

Çizelge 3. Gizli katman sayısı 3 ve 4 için sınıflandırma doğruluğu, duyarlılık, geri çağırma ve f1 ölçütü metrikleri ile elde edilen sonuç değerleri.

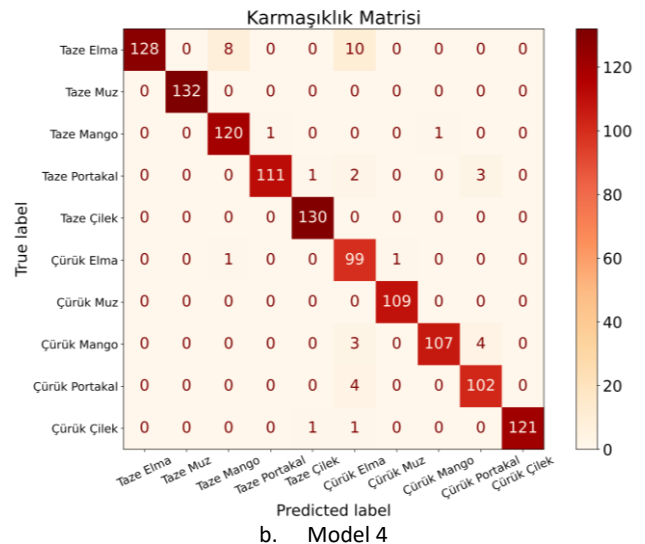
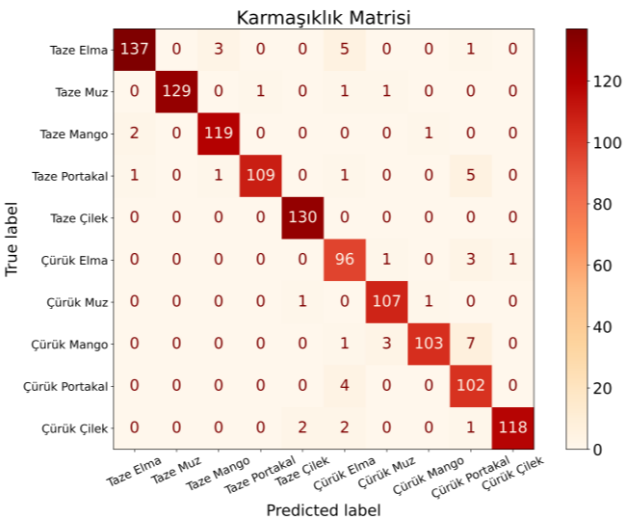
	VGG16				ResNet50				
	Aktivasyon	Doğruluk	Duyarlılık	Geri çağırma	F1 ölçütü	Doğruluk	Duyarlılık	Geri çağırma	F1 ölçütü
Gizli Katman Sayısı = 3, Nöron Sayısı = VGG16 için 224, 112, 56 ResNet50 için 256, 128, 64	sigmoid	0,9158	0,9268	0,9158	0,9168	0,9583	0,9622	0,9583	0,9584
	tanh	0,5908	0,611	0,591	0,5861	0,9625	0,9644	0,9625	0,9626
	ReLu	0,3183	0,3119	0,3184	0,2787	0,9175	0,9235	0,9175	0,9184
Gizli Katman Sayısı = 4, Nöron Sayısı = VGG16 için 224, 112, 56, 28 ResNet50 için 256, 128, 64, 32	sigmoid	0,6442	0,71	0,6442	0,6179	0,91	0,9231	0,91	0,9113
	tanh	0,47	0,5152	0,47	0,45	0,9358	0,9394	0,9358	0,9363
	ReLu	0,085	0,15	0,085	0,05	0,7167	0,812	0,7167	0,7292

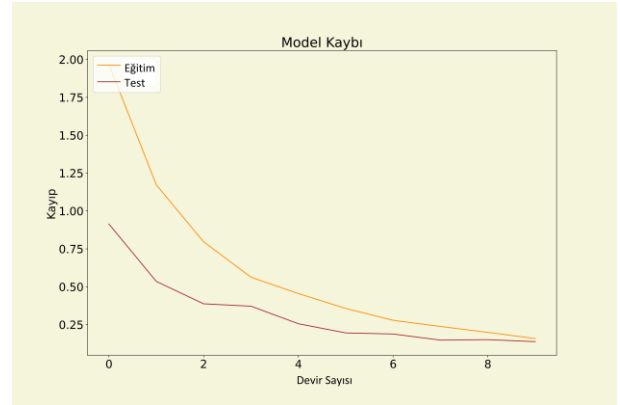
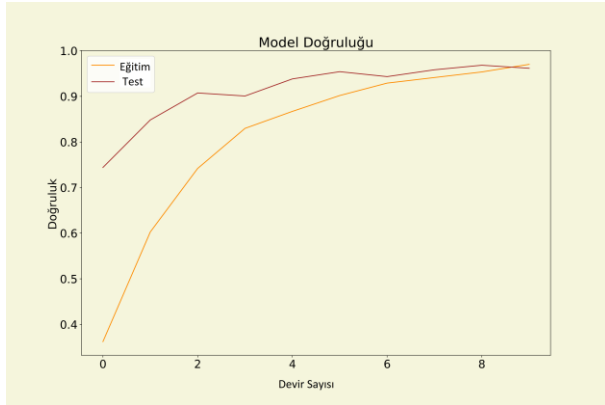
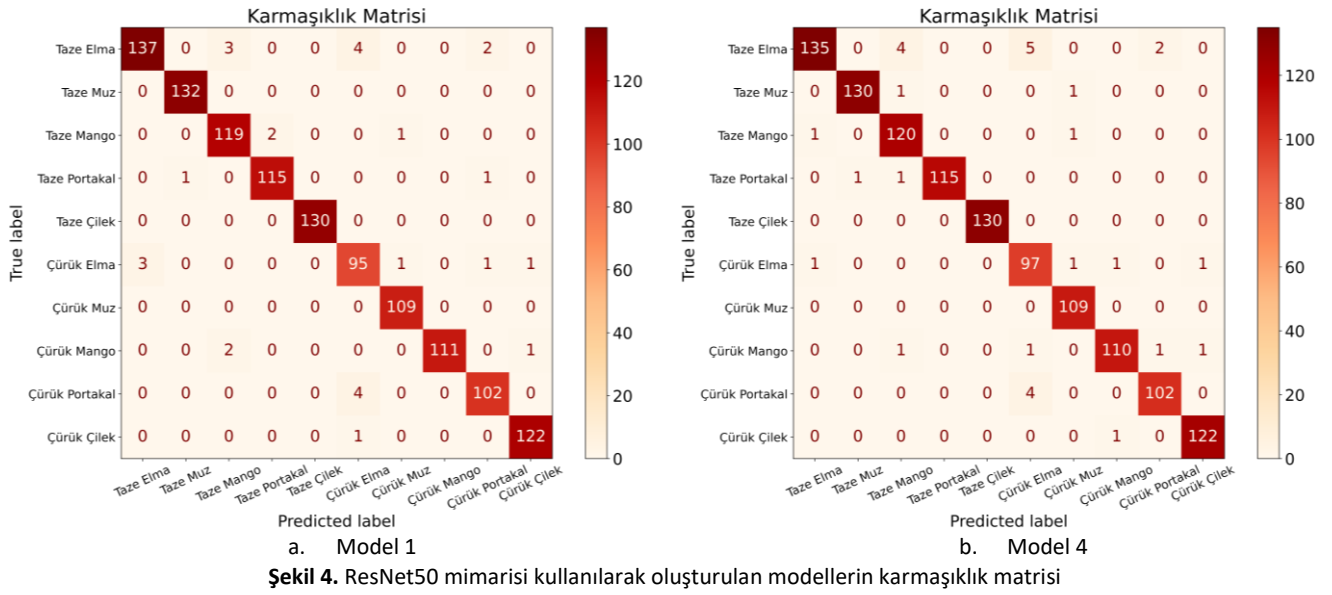
Eğitilen modellerin test veri seti kullanılarak test edilmesi ile aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Dört metrik için alınan sonuçlar ele alınarak mimariler karşılaştırıldığında beklenildiği gibi ResNet50 mimarisinin VGG16'ya kıyasla tüm modellerde daha iyi bir performans gösterdiği gözlemlenmiştir.
- Sigmoid, tanh ve ReLu aktivasyon fonksiyonları arasında dört metrik ile en yüksek değerler iki mimari için de sigmoid kullanıldığında alınmış olup sınıflandırma doğruluğu ResNet50 mimarisine 1 ve 2 gizli katman eklendiğinde %97.5 ile en yüksek sonucu vermiştir. VGG16 mimarisi kullanıldığında ise 2 gizli katmanlı model ile %96.58 en yüksek sonuç alınmıştır.
- Sigmoid kullanıldığında duyarlılık için en iyi performansı ResNet50 mimarisine 2 gizli katman eklenerek oluşturulan model %97.56 ile göstermiştir. VGG16 için ise aynı şekilde 2 gizli katmanlı model %96.58 değeri ile en iyi duyarlılık performansını göstermiştir.

- Geri çağırma metriğine göre en yüksek değer ResNet mimarisine sigmoid aktivasyon fonksiyonlu 1 ve 2 gizli katmanlar eklendiğinde %97.5 ile alınırken VGG16 mimarisinde en iyi sonuca sigmoid aktivasyon fonksiyonlu 2 gizli katman eklendiğinde %96.58 ile ulaşılmıştır.
- Son olarak f1 ölçütü metriği sonuçlarına bakıldığında ResNet50 mimarisine sigmoid aktivasyon fonksiyonlu 1 gizli katman eklendiğinde %97.51 ile ve VGG16 mimarisine sigmoid aktivasyon fonksiyonlu 2 gizli katman eklendiğinde %96.61 ile ulaşılmıştır.

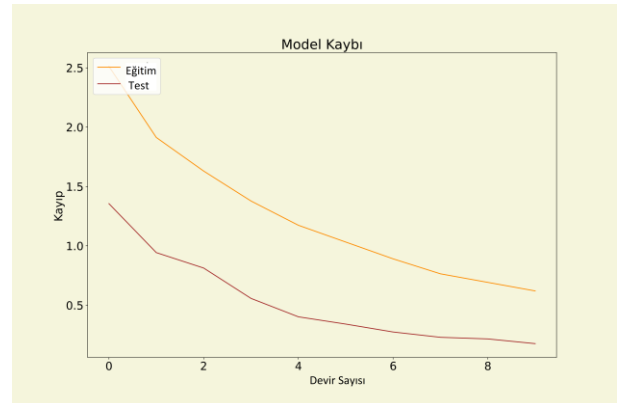
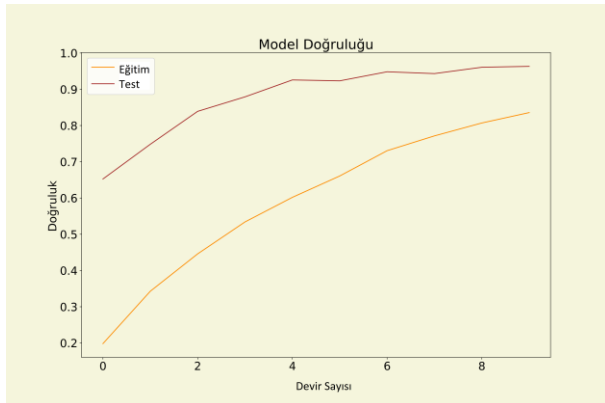
Sonuç olarak kullanılan transfer öğrenme modellerinin sonuna sigmoid aktivasyon fonksiyonlu bir gizli katman ve bir sınıflandırıcı (model1) ile iki gizli katman ve bir sınıflandırıcı katmanı eklenerek (model4) oluşturulan modellerin dört metrik sonuçlarına göre diğer modellere göre daha iyi sonuç verdiği gözlemlenmiş, oluşturulan bu modellerin karmaşıklık matrisleri Şekil 3 ve Şekil 4'te doğruluk-hata grafikleri Şekil 5 ve Şekil 6'da verilmiştir.

**Şekil 3.** VGG16 mimarisi kullanılarak oluşturulan modellerin karmaşıklık matrisi



a. Model1 için doğruluk grafiği

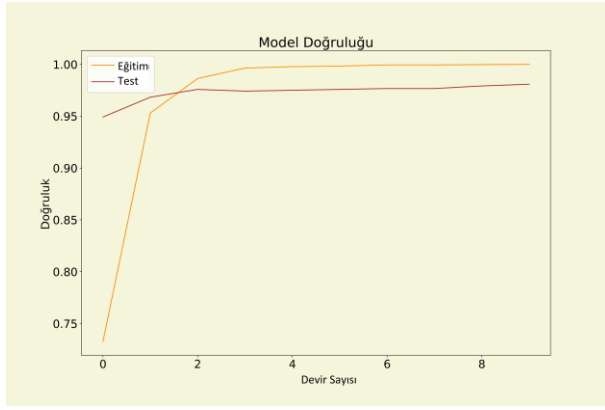
b. Model1 için hata grafiği



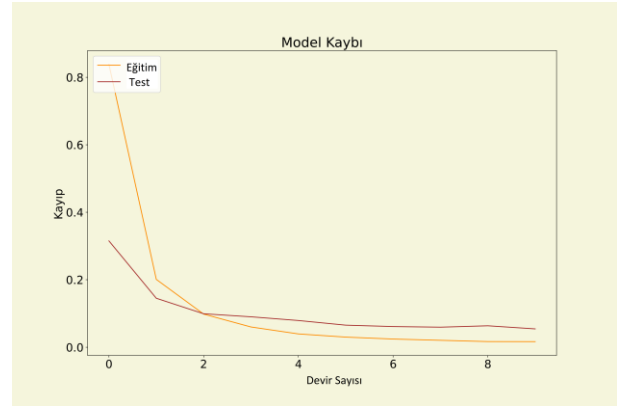
c. Model4 için doğruluk grafiği

d. Model4 için hata grafiği

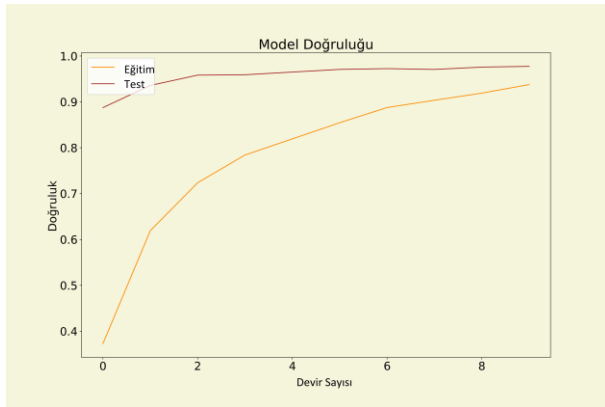
Şekil 5. VGG16 mimarisi kullanılarak oluşturulan modellerin doğruluk ve hata grafiği



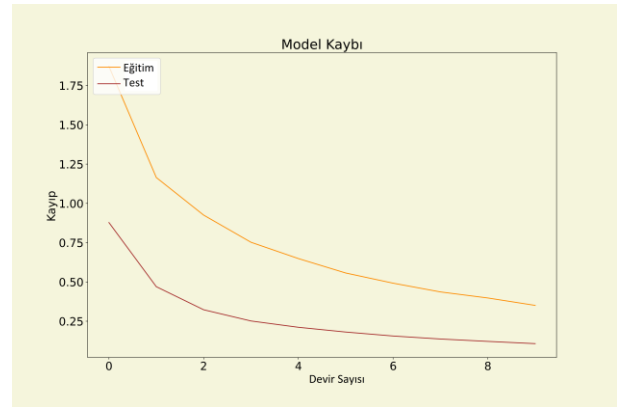
a. Model1 için doğruluk grafiği



b. Model1 için hata grafiği



c. Model4 için doğruluk grafiği



d. Model4 için hata grafiği

Şekil 6. ResNet50 mimarisi kullanılarak oluşturulan modellerin doğruluk ve hata grafiği

Sonuçların istatistiksel analizi için uygulanan Friedman ve Nemenyi testlerinde ise öncelikle oluşturulan modellerin ortalama sırası hesaplanmıştır. Friedman testi kullanılarak hesaplanan sınıflandırma doğruluğu, duyarlılık, geri çağırma ve f1 ölçütü için ki kare değerleri sırasıyla 20.21, 20.61, 20.08 ve 20.21 çıkmıştır. Toplam 2 mimari için α değeri 0,05 olarak alınarak 5,99 anlamlılık düzeyi elde edilmiştir. Sıfır hipotez testinin çürütülmesi için Friedman testi ile elde edilen ki kare değerlerinin hesaplanan anlamlılık düzeyinden yüksek olması gerekmektedir. Değerler karşılaştırıldığında sınıflandırma doğruluğu için $20,21 > 5,99$, duyarlılık için $20,61 > 5,99$, geri çağırma için $20,08 > 5,99$ ve f1 ölçütü için $20,21 > 5,99$ eşitsizliği sağlandığından sıfır hipotez testi çürütülerek post-hoc testini uygulamaya geçilmiştir.

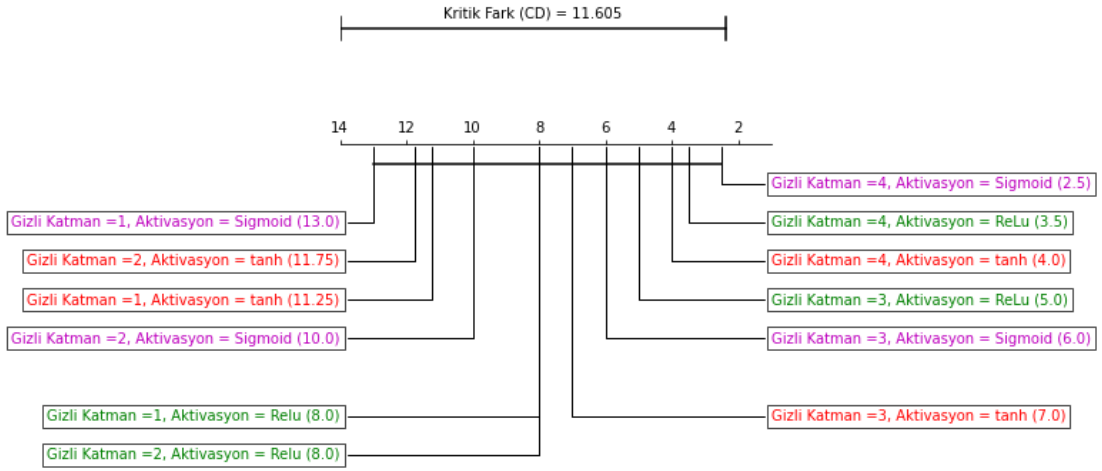
Dört değerlendirme metriği için Nemenyi post-hoc testi ile oluşturulan kritik diyagramlar Şekil 7'de verilmiştir. Denklem 1 Nemenyi testinin kritik fark (Critical Difference, CD) değerini belirlemek için kullanılan formüldür. Formülde q, belirli bir güven seviyesini ifade eden özel bir kritik değerdir. k değeri sistemi değerlendiren model sayısını tutar ve bu çalışma kapsamında $k=12$ 'dir. n ise her gruptaki örnek sayısını

tutan değişkendir. Denklem 1 kullanılarak elde edilen CD değeri 11,605 olarak bulunmuştur. Nemenyi testi ile elde edilen ortalama değer sonuçlarına göre ReLu aktivasyon fonksiyonlu 1 ve 2 katman eklenerek oluşturulan modeller diğer modellerin ortalamalarına göre ortaya en yakın değerlerde olduğu için daha iyi bir sonuç vermiş ve genel olarak kurulan modeller arasında ilişki olduğu gözlemlenmiştir.

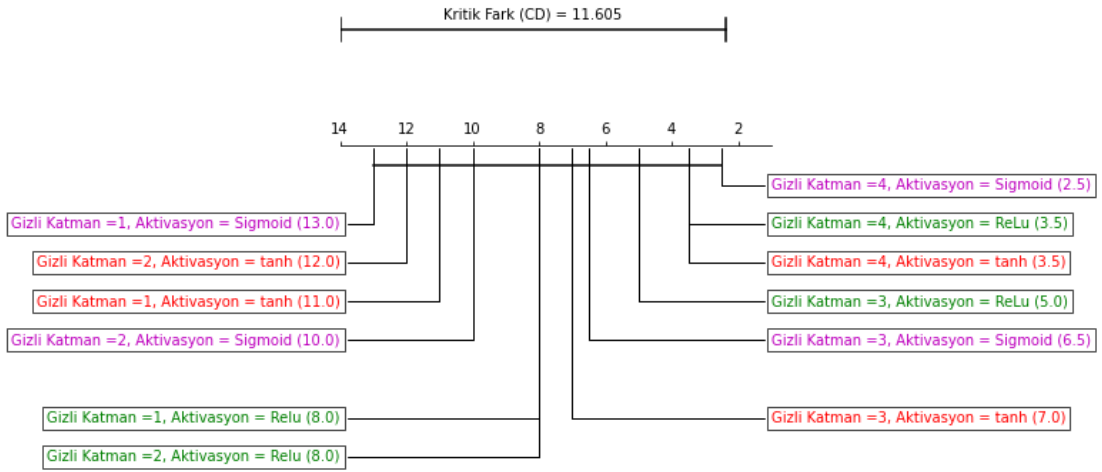
$$CD = q * \sqrt{k * (k + 1) / (6.0 * N)} \quad (1)$$

4. Sonuçlar ve Tartışma

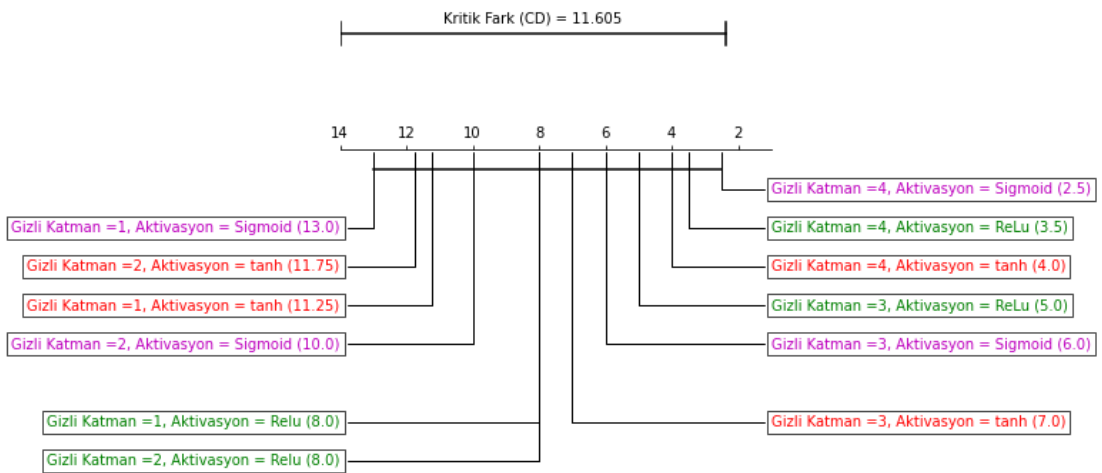
VGG16 ve ResNet50 mimarilerine farklı sayıda gizli katman eklenerek derin transfer öğrenme tekniği ile görüntülerin sınıflandırılması amaçlanan çalışmada sınıflandırma için kullanılan veri seti beş farklı meyve çeşidi için taze ve çürük olmak üzere toplam 10 sınıftan oluşmaktadır. Sınıflandırma için kurulan modeller farklı sayıda gizli katman sayılarına sahiptir ve bu katmanlarda literatürdeki çalışmalarda sıklıkla tercih edilen sigmoid, tanh ve ReLu aktivasyon fonksiyonları kullanılmıştır.



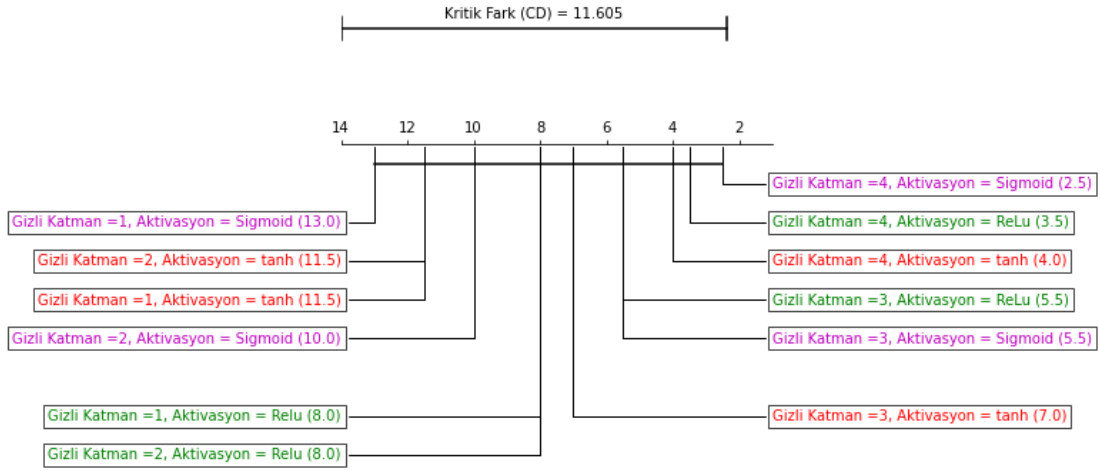
a. Sınıflandırma doğruluğu



b. Duyarlılık



c. Geri çağırma



d. F1-ölçütü

Şekil 7. Nemenyi kritik diyagramı

Çalışmadaki amaç iki farklı transfer öğrenme tekniği kullanılarak yapılan sınıflandırma çalışmalarında eklenen gizli katman sayısı ve kullanılan aktivasyon fonksiyonlarının sınıflandırma performansını hangi yönde ve ölçüde etkilediğini tespit edecek bir performans karşılaştırması yapmaktır. Bu doğrultuda her mimariden on iki farklı model oluşturulup devir sayısı 10 olarak girilmiş; sınıflandırma doğruluğu (accuracy), duyarlılık (precision), geri çağırma (recall) ve f1-ölçütü olmak üzere dört farklı metrik için sonuçlar alınmıştır.

Transfer derin öğrenme tekniği kullanılarak oluşturulan modeller önceden eğitilmiş bir modelin bilgi transferi sayesinde genel olarak veri setindeki verileri sınıflandırmada başarılı olmuştur. Elde edilen performanslar kullanılan iki transfer öğrenme tekniği açısından karşılaştırıldığında ise sahip olduğu derin ağ yapısı, blok düzenlemesi ve bağlantı katmanları sayesinde ResNet50 ile kurulan modeller VGG16 ile kurulan modellere göre daha yüksek performans göstermiştir. Modeller arasında ResNet50 mimarisine sigmoid aktivasyon fonksiyonlu, 256 ve 128 nöronlu iki gizli katman ve 10 nöronlu bir softmax sınıflandırıcı katmanı olmak üzere toplam üç katman eklenerek oluşturulan model %97.5 ile en yüksek sınıflandırma doğruluğu performansını vermiştir. 256 ve 128 nöron içeren gizli katmanlar, modelin daha geniş ve bilgi dolu temsiller öğrenmesine; daha karmaşık örüntüleri ve özellikleri tanımlama yeteneğini arttırmasına yardımcı olur. Ayrıca sigmoid aktivasyon fonksiyonu özellikle ikili sınıflandırma problemlerinde yüksek performans gösterirken softmax sınıflandırıcı ile birleştirildiğinde çoklu sınıflı problemlerde de etkili olabildiğini göstermiştir.

Literatürdeki çalışmalara bakıldığında çalışmada kullanılan veri seti ile yapılan bir sınıflandırma çalışması yoktur. Çalışmada alınan sonuçlar, Rojas-Aranda vd. (2020)'nin benzer bir veri seti kullanarak gerçekleştirmiş oldukları meyve çeşidi sınıflandırması ile karşılaştırıldığında ise literatürdeki çalışmada %95 sınıflandırma doğruluğu değeri elde edilmiş; bu çalışmada kurulan performansı en iyi modelin ise %97.5 sınıflandırma doğruluğu değeri ile literatürdeki en yakın çalışmadan daha iyi bir performans gösterdiği gözlemlenmiştir.

Nemenyi testine göre ise modellerin ortalama değerleri hesaplandığında orta değere en yakın modeller ReLu aktivasyon fonksiyonu kullanılan 1 gizli katmanlı ve 2 gizli katmanlı modeller olduğundan en iyi model olarak değerlendirilmiştir. Bu durum, Nemenyi testi sonuçlarına göre, ReLu aktivasyon fonksiyonu kullanılan 1 gizli katmanlı ve 2 gizli katmanlı modellerin performansının diğerlerine göre daha benzer olduğunu ve ortalamalarının birbirine daha yakın olduğunu gösterir. Bu nedenle, en iyi model olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca en düşük orta değer ile en yüksek orta değer arasındaki farkın hesaplanan kritik farktan düşük çıkması sebebi ile kurulan modeller arasında ilişki olduğu sonucuna varılmıştır. Bu durum modellerin performans metrikleri arasında anlamlı bir fark olmadığını, yani bu metriklerin istatistiksel olarak benzer olduğunu gösterir.

Gelecekteki çalışmalarda veri setindeki verilerin çoğaltılarak sınıfların çeşitlendirilmesi, farklı derin öğrenme mimarileri eklenip devir sayısının arttırılması ve bu şekilde elde edilen sonuçların karşılaştırılması planlanmaktadır.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar 1: Fikir Sahibi, Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak
Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Yazar 2: Kaynaklar, Araştırma, Biçimsel analiz– orijinal taslak,

Yazar 3: Kaynaklar, Araştırma, Biçimsel analiz– orijinal taslak,

Yazar 4: Fikir Sahibi, Kaynaklar, Araştırma, Biçimsel analiz– orijinal taslak

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir. Veri kümeleri istek üzerine mevcuttur. Bu makalenin sonuçlarını destekleyen ham veriler, yazarlar tarafından herhangi bir çekince olmaksızın sunulacaktır.

5. Kaynaklar

Alkhouly, A., Mohammed, A. and Hefny, Hesham, H., 2021, Improving The Performance Of Deep Neural Networks Using Two Proposed Activation Functions, IEEE Access, 1-1.
<https://doi.org/10.1109/ACCESS.2021.3085855>

Al-Saedi, D.K.A. and Savaş, S., 2022. Classification of Skin Cancer with Deep Transfer Learning Method, Computer Science. IDAP-2022, International Artificial Intelligence and Data Processing Symposium, 202-210.
<https://doi.org/10.53070/bbd.1172782>

Ammatmanee, C. and Gan, L., 2021. Transfer learning for hostel image classification. *Data Technologies and Applications*, 56, 44-59.
<https://doi.org/10.1108/DTA-02-2021-0042>

Behera, S.K., Rath, A.K. and Sethy, P.K., 2021. Maturity status classification of papaya fruits based on machine learning and transfer learning approach. *Information Processing in Agriculture*, 8, 2, 244-250.
<https://doi.org/10.1016/j.inpa.2020.05.003>

Bozkurt, F., 2021/1, Derin Öğrenme Tekniklerini Kullanarak Akciğer X-Ray Görüntülerinden COVID-19 Tespiti, Avrupa Bilim Ve Teknoloji Dergisi, (24), 149-156.
<https://doi.org/10.31590/ejosat.898385>

Bozkurt, F., 2021/2, A Study on CNN Based Transfer Learning for Recognition of Flower Species, 2021, European Journal of Science and Technology, 32, 883-890.
<https://doi.org/10.31590/ejosat.1039632>

Bozkurt, F., 2022, A Deep And Handcrafted Features-Based Framework For Diagnosis Of COVID-19 From

Chest X-Ray Images, Concurrency Computat Pract Exper, 34(5).
<https://doi.org/10.1155/2021/6799202>

Buchanan, B.G., 2005. A (Very) Brief History of Artificial Intelligence. *AI Magazine*, 26, 4, 53-60.
<https://doi.org/10.1609/aimag.v26i4.1848>

Chen, Y., Lin, Y., Xu, X., Ding, J., Li, C., Zeng, Y., Liu, W., Xie, W. and Huang, J., 2022. Classification of lungs infected COVID-19 images based on inception-ResNet. *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 225, 1-9.
<https://doi.org/10.1016/j.cmpb.2022.107053>

Doğan, F., ve Türkoğlu, İ., 2019. Derin Öğrenme Modelleri ve Uygulama Alanlarına İlişkin Bir Derleme. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 10, 2, 409-445.
<https://doi.org/10.24012/dumf.411130>

Dubey, S. R., Singh, S. K. and Chaudhuri, B. B., 2022, Activation Functions in Deep Learning: A Comprehensive Survey and Benchmark, arXiv.
<https://doi.org/10.48550/arXiv.2109.14545>

Friedman, M.A., 1940. Comparison of alternative tests of significance for the problem of m rankings. *Annals of Mathematical Statistics*, 11, 1, 86-92.
<https://doi.org/10.1214/aoms/1177731944>

Glorot, X., Bordes, A. and Bengio, Y., 2011, Deep sparse rectifier neural networks, In Proceedings of the fourteenth international conference on artificial intelligence and statistics, pages, 315–323.

Gulzar, Y., 2023. Fruit Image Classification Model Based on MobileNetV2 with Deep Transfer Learning Technique. *Sustainability*, 15, 3, 1906.
<https://doi.org/10.3390/su15031906>

Habek, G.C., 2022. Makine Öğrenmesi Teknikleriyle Kripto Para Duygu Analizi, Yüksek Lisans Tezi, Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa, 75.

Hao, W., Yizhou, W., Yaqin, L. and Zhili, S., 2020, The Role of Activation Function in CNN, 2020 2nd International Conference on Information Technology and Computer Application (ITCA), Guangzhou, China, 429-432.
<https://doi.org/10.1109/ITCA52113.2020.00096>

He, K., Zhang, X., Ren, S. and Sun, J., 2015. Deep Residual Learning for Image Recognition. *arXiv*.
<https://doi.org/10.48550/arXiv.1512.03385>

Hemalatha, N., Sukhetha, P. ve Sukumar, R., 2022. Classification of Fruits and Vegetables using Machine and Deep Learning Approach. In *2022 International Conference on Trends in Quantum Computing and Emerging Business Technologies (TQCEBT)*, 1-4.

- <https://doi.org/10.1109/TQCEBT54229.2022.10041654>
- Mascarenhas, S. and Agarwal, M., 2021. A comparison between VGG16, VGG19 and ResNet50 architecture frameworks for Image Classification. 2021 *International Conference on Disruptive Technologies for Multi-Disciplinary Research and Applications (CENTCON-2021)*, Bengaluru-India, 96-99. <https://doi.org/10.1109/CENTCON52345.2021.9687944>
- Memiş, S., Enginoğlu, S. ve Erkan, U., 2022. A new classification method using soft decision-making based on an aggregation operator of fuzzy parameterized fuzzy soft matrices. *Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences*, 30, 3, 871-890. <https://doi.org/10.55730/1300-0632.3816>
- Mukhiddinov, M., Muminov, A. and Cho, J., 2022. Improved Classification Approach for Fruits and Vegetables Freshness Based on Deep Learning, *Sensors*, 22, 21, 1-20. <https://doi.org/10.3390/s22218192>
- Nemenyi, P.B., 1963. Distribution-free multiple comparisons. PhD, Princeton University, Princeton, New Jersey, USA.
- Nwankpa, C., Ijomah, W., Gachagan, A. and Marshall, S., 2018, Activation Functions: Comparison of trends in Practice and Research for Deep Learning, arXiv. <https://doi.org/10.48550/arXiv.1811.03378>
- Özçelik, Y. B. ve Altan, A., 2021. Diyabetik Retinopati Teşhisi için Fundus Görüntülerinin Derin Öğrenme Tabanlı Sınıflandırılması. *Avrupa Bilim Ve Teknoloji Dergisi*(29), 156-167. <https://doi.org/10.31590/ejosat.1011806>
- Ponce, J.M., Aquino, A. and Andújar, M., 2019. Olive-Fruit Variety Classification by Means of Image Processing and Convolutional Neural Networks. *IEEE Access*, 147629-147641. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2019.2947160>
- Rojas-Aranda, J.L., Nunez-Varela, J.I., Cuevas-Tello, J.C. and Rangel-Ramirez, G., 2020. Fruit Classification for Retail Stores Using Deep Learning. *12th Mexican Conference on Pattern Recognition (MCPR)*, 3-13. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49076-8_1
- Simonyan, K. and Zisserman, A., 2014. Very Deep Convolutional Networks for Large-Scale Image Recognition. *arXiv*. <https://doi.org/10.48550/arXiv.1409.1556>
- Talo, M., 2019. Automated classification of histopathology images using transfer learning. *Artificial Intelligence in Medicine*, 101, 1-8.

İnternet kaynakları

1-Probabilistic losses,
https://keras.io/api/losses/probabilistic_losses,
(18.12.2023)

Projeksiyon Tabanlı Kinestetik İngilizce Öğrenme Modülünün Tasarımı ve Geliştirilmesi

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 17.08.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Design and Development of Projection Based Kinesthetic English Learning Module

Deniz YILDIZ¹, Büşra ER², Uğur FİDAN^{3*}, Mehmet YILDIZ⁴

¹ Afyon Kocatepe Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Eğitim Bilimleri ABD, Afyonkarahisar

² Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elektrik Elektronik Mühendisliği, Afyonkarahisar

³ Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elektrik Elektronik Mühendisliği, Afyonkarahisar

⁴ Afyon Kocatepe Üniversitesi, Spor Bilimleri Fakültesi, Antrenörlük Eğitimi Bölümü, Afyonkarahisar

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Günümüzde ekran bağımlılığı gelişen teknolojiyle paralel olarak artmaktadır. Buna bağlı olarak toplumda zaman yönetimi, sosyal izolasyon, uyku bozukluğu, göz rahatsızlıkları, dikkat ve odaklanma konularında problemlerin yaşandığı görülmektedir. Fakat teknolojinin getirdiği imkânlarla çocukların fiziksel olarak daha aktif olmaları, ayrıca dikkat, odaklanma, bilişsel esneklik gibi farklı öğrenme becerilerine hitap eden oyunlaştırılmış öğelerle bilişsel performanslarının artırılıp öğrenme becerilerinin geliştirilmesinin mümkün olduğu değerlendirilmektedir. Literatürde yapılan çalışmalar, bireyleri harekete teşvik eden uygulamaların öğrenme üzerindeki olumlu etkileri olduğunu kanıtlamaktadır. Bu çalışmada öğrenme ortamlarında bireyin geniş bir alanda hareketini sağlayarak oyunlaştırılmış projeksiyon tabanlı öğrenme aracının geliştirilmesi amaçlanmıştır. Geliştirilen sistem ilkököl 4. sınıf İngilizce müfredatındaki 3 ayrı konu başlığının kazanımları arasında olan kelime/kelime grupları için tasarlanmıştır. İngilizce kelime öğrenme modülü için bireylerin eklem pozisyonları kamera ve sensörler aracılığıyla sayısallaştırılmıştır. Bu verilerin kullanıldığı oyun sisteminde eğitici oyun içerikleriyle çocuklara geniş bir alanda hareket ederek hem oyun oynama hem öğrenme imkânı sunulmaktadır. Bu çalışma ile sistemin donanım, yazılım ve fiziki yerleşimi için gerekli teknik özellikler ve tasarım metodları açıklanmıştır.

Anahtar Kelimeler İngilizce Eğitimi; Kinestetik Öğrenme; Ekran Bağımlılığı; Unity Oyun Motoru

Abstract

Nowadays, screen addiction is increasing in parallel with developing technology. Accordingly, it is seen that there are problems in society regarding time management, social isolation, sleep disorders, eye disorders, attention and focus. However, it is considered that it is possible for children to be more physically active with the opportunities brought by technology, and to increase their cognitive performance and improve their learning skills with gamified elements that appeal to different learning skills such as attention, focus and cognitive flexibility. Studies in the literature prove that practices that encourage individuals to take action have positive effects on learning. In this study, it was aimed to develop a gamified projection-based learning tool by enabling the individual to move in a wide area in learning environments. The developed system is designed for words/word groups that are among the achievements of 3 separate topics in the primary school 4th grade English curriculum. For the English word learning module, individuals' joint positions were digitized through cameras and sensors. In the game system where this data is used, children are offered the opportunity to both play and learn by moving in a wide area with educational game contents. In this study, the technical specifications and design methods required for the hardware, software and physical layout of the system are explained.

Keywords English Education; Kinesthetic Learning; Screen Addiction; Unity Game Engine.

1. Giriş

Gelişen teknoloji, doğru kullanılmadığında çocuklarda ekran bağımlılığına neden olmaktadır. Covid-19 pandemi döneminde öğrencilerin derslerini uzaktan takip etmek durumunda kalmaları ve evde geçirilen sürenin de artması nedeniyle hareket alanları kısıtlanmış, ekran başında geçirilen süre önemli oranda uzamıştır. Ekran bağımlılığı yoğunlaştıkça çocukların fiziksel hareketliliği düşmekte ve dolayısıyla fiziksel hareket gücü azalan çocukta yeni problemler ortaya çıkarmaktadır. Ekran bağımlılığı nedeniyle hareket becerisi azalan çocuklarda motor

becerilerinin azalması, hareket gücünün düşmesi, dikkat eksikliği ve hiperaktivite bozukluğu gibi olumsuz durumların oluştuğu gözlenmektedir. Bu durum beraberinde öğrenme sorunlarını da beraberinde getirmektedir. Hareket üzerine yapılan nörofizyolojik çalışmalar, fiziksel hareketin hafızayı güçlendirerek etkili bir öğrenme ortamı sunabileceğini göstermektedir. Hem motor kontrol hem de öğrenme ile ilişkili olan serebellum beyinin oksipital lobun hemen altında, küçük bir yumru boyutunda yer almaktadır (Ivry ve Fiez 2000). Beden, fiziksel olarak aktif olduğunda beyin hücreleri arasındaki yeni sinaps bağlantılarının kurulduğu fonksiyonel manyetik rezonans

görüntüleri ile kanıtlanmıştır (Jensen 2000). Hareketin beyin üzerindeki etkilerinden biri de dikkat üzerinde etkili olan aminlerdir (Purves vd. 2001). Aminlerle ilgili yapılan araştırma sonuçları basit bir yürüyüşün bile dikkat seviyesinin artmasına katkı sağladığını göstermektedir (Saklofske ve Kelly 1992).

Eğitim kurumlarındaki temel problem, bireylerin gün boyunca sınıflarda çok fazla oturmalarıdır. Araştırmalar, 20-30 dakika oturduktan sonra kan havuzunun %80'inin kalça bölgesinde toplandığını göstermektedir (Blaydes 2000). Bu durum oturma esnasında öğrencilerin neden odaklanmalarının azaldığını ve uykularının geldiğini anlamamıza yardımcı olmaktadır. Dünya Sağlık Örgütü çocuklarda sağlıklı bir büyüme ve gelişimin gerçekleşebilmesi için günde en az 60 dakika fiziksel aktivite yapılmasının gerekliliğini ortaya koymaktadır (Reilly ve 2012). Birçok ebeveyn ve öğretmen fiziksel aktivitenin akademik hayata bir katkı sağlamadığını, hatta ders çalışma süresini olumsuz olarak etkilediğini düşünmektedir (Vazou ve Smiley-Oyen, 2014). Ancak bu durum ebeveynlerin düşündüğü gibi değildir. Fiziksel hareketin çocukların öğrenme becerisine faydasını gösteren birçok akademik çalışma bulunmaktadır (Ratey 2008, Reilly vd. 2012, Webster vd. 2015, Reeves vd. 2016, Daly-Smith vd. 2018). Öğrenim temelli fiziksel aktivite programlarının okuldaki fiziksel aktiviteyi artırma veya fiziksel aktiviteyi akademik içeriğe entegre etmedeki rolü çeşitli çalışmalarda araştırılmıştır (Bartholomew ve Jowers 2011, Castelli vd. 2011, Davis vd. 2011; Donnelly ve Lambourne 2011, Hillman vd. 2009, Kibbe vd. 2011; Lambourne vd. 2013; Telford vd. 2012; Vazou ve Smiley-Oyen 2014). Genel olarak, bu çalışmalar ilköğretim ve lise düzeyindeki çocuklardaki fiziksel aktivite ile öğrenme çıktıları arasında pozitif bir ilişki olduğunu bildirmektedir (Erwin vd. 2012). Pesce (2009), fiziksel aktivitenin yabancı dilde kelime öğrenimi üzerindeki etkilerini araştırmıştır. 11-12 yaş çocuklarının yabancı dildeki kelimeleri fiziksel aktivite ve takım oyunları ile ya da hiç egzersiz yapmadıklarında ne kadar hatırladıkları konusundaki performansları incelemişlerdir. Araştırma sonuçları fiziksel aktivitedeki artışın, kelime öğrenme süresini kısalttığını ve hafızanın depolama verimliliğini artırdığını göstermektedir. Mavilidi vd. (2015)'nin bütünlük fiziksel egzersiz ve hareketlerin okul öncesi çocuklar için yabancı dilde kelime öğrenmelerine etkisini araştırdıkları çalışmada, fiziksel olarak hareket halindeyken öğrenen çocukların hareket etmeden oturarak sözlü olarak tekrar eden çocuklara göre daha yüksek öğrenme çıktılarına sahip olduğu göstermektedir. Literatürde yapılan çalışmalar teknolojinin getirdiği imkânlardan faydalanılarak fiziksel aktivite sırasında bireylerin dikkat,

odaklanma, bilişsel esneklik gibi farklı öğrenme becerilerine hitap eden oyunlaştırılmış öğelerle hem bilişsel performansları artırılıp hem de öğrenme becerilerinin geliştirilmesi mümkün olduğu göstermektedir. Bu çalışmanın amacı ise öğrenme ortamlarında bireyin geniş bir alanda hareketini sağlayarak oyunlaştırılmış projeksiyon tabanlı öğrenme modülü geliştirmektir. Oyunlaştırılarak kullanılan projeksiyon tabanlı interaktif uyaranlı öğrenme modülü ilkökul 4. sınıf müfredatının İngilizce kelime öğrenme modülünde bulunan üç ayrı konu başlığı üzerine uyarlanacaktır. Çalışma sonucunda sistemin yazılım ve donanımın tasarımı ile sistemi meydana getirecek ekipmanların teknik özellikleri belirlenip sistemin çalışma şartları ve yazılımı geliştirilen oyunların performans parametreleri tespit edilecektir.

2. Materyal ve Metot

Bilgi çağını yaşadığımız günümüz şartlarında, dünya genelinde yaşanan hızlı gelişmeler ve yaygın hale gelen ortak dil diğer ülkelerde olduğu gibi ülkemizde de etkisini göstermiştir. Dünya dili olarak kabul gören İngilizceyi öğrenmeye verilen önem gün geçtikçe artmaktadır. Aynı öğrenme ortamları sunulsa dahi bazı öğrencilerin daha hızlı ve daha iyi öğrendiği gerçeğinin fark edilmesi üzerine, etkili öğrenme için tek bir yol bulunmadığı anlaşılmaktadır. Psikoloji ve eğitim alanında çalışan birçok araştırmacı, bireylerin öğrenme süreçlerindeki bireysel farklılıkları ve bu farklılıkların dikkate alındığı eğitim öğretim faaliyetlerinin yürütülmesi konularına yoğunlaşmışlardır (Allington ve Gabriel 2016, Barbot vd. 2016, Coffield vd. 2004, Costley vd. 2018, Kim vd. 2015; Sharp vd. 2008). Bu farklılıkların dikkate alınmasında öğrenme stilleri kavramı sıkça konuşulan kavramlardan biri olarak öne çıkmaktadır (Graf vd. 2009, Wolf 2007). Öğrenme stili, en genel anlamı ile bireyin öğrenme tercihleri ve öğrenme farklılıkları olarak tanımlanabilir (Arı 2008, Erden ve Altun 2006, Veznedaroğlu ve Özgür 2005). Literatürde öğrenme stillerinin farklı sınıflandırmaları olsa da hepsinin temelinde bireyin çevresini algılama biçimi vardır. Bireylerin bilgiyi alma yolları görsel, işitsel (sözel) ve kinestetik olmak üzere üç kategoriye ayrılmaktadır. Yabancı dil öğretimi de dâhil diğer tüm derslerde ders kitapları ve bazı temel eğitim teknolojisi araçları (görsel ve kısmen işitsel) kullanılmaktadır. İlköğretim seviyesinde, öğrenmenin sadece iki öğrenme kanalıyla (görsel ve işitsel) sınırlandırılması, bilginin kalıcılığını olumsuz yönde etkileyecektir. Bu açıdan, öğretmenlerin öğrenme ihtiyaçlarını sadece işiterek ve görerek değil; aynı zamanda bedensel hareketle de öğrenmeyi destekleyerek çok duyuğu öğretme tekniklerine başvurmaları büyük

önem taşımaktadır. Öğrenme stillerine kinestetik öğrenmeyi dâhil etmek günümüzde oldukça popülermiş ve üstünde çalışılması gereken bir konudur. Kinestetik öğrenme; kişinin öğrenme ve bilgiyi anlama sürecini fiziksel deneyimler ve aktiviteler yoluyla gerçekleştirdiği bir öğrenme biçimidir. Jensen (2000)'a göre geleneksel oturma düzenine göre dersin işlenmesi, beynin daha az çalışmasına neden olmaktadır. Öğrencilerin kalıcı öğrenmelerini sağlamak için onları harekete geçirmek gerektiğine vurgu yapmaktadır. Nörofizyoloji alanında yapılan çalışmalar bu savı destekler niteliktedir (Robinson ve Wadsworth 2010, Vazou vd. 2012). Günümüzde teknolojiye paralel olarak öğrenme sürecinde öğrencilerin hareketine dayalı bilgisayar destekli interaktif oyunlar kullanılmaya başlanmıştır. Bu amaçla öğrencilerin interaktif olarak öğrenme sürecine dâhil olduğu ve her üç öğrenme stiline de hitap eden etkileşimli öğrenme sistemleri geliştirilmektedir. Bu öğrenme uygulamalarında öğrenciler görme ve işitmenin yanında etkileşim ve hareket yoluyla da öğretim süreçlerine katılmaktadır. Ancak bu tür öğrenme sistemlerinde bireyin hareket alanı oldukça sınırlı kalmaktadır. Öğrenci sadece bulunduğu noktadan vücut uzuvlarını kullanarak sistemin içinde hareket edebilmektedir.

Ülkemizde de çok duyulu öğrenme amacıyla etkileşimli akıllı tahtalar (Fatih projesi) kullanılmaya başlanmıştır. Bu sistemde LCD ekranda bulunan algılayıcı ve yazılımlar sayesinde gerek öğretmenler gerekse de öğrenciler bilgisayardaki bilgiler üzerinde birçok işlemi gerçekleştirme imkânı bulmaktadır. Böylelikle çoklu duyuya hitap eden interaktif öğrenme ortamı oluşturulmaktadır. Fakat bu sistemde de ekranın küçük ve duvara monte olması hareket alanının ve çeşitliliğinin kısıtlanmasına yol açmaktadır.

Spor bilimleri hareket tabanlı interaktif oyunların kullanıldığı aktif alanlardan biridir. Bu alanda kullanılan sistemler sporculara uyarın vererek sporcuların bu uyarılara hızla yanıt vermesini böylelikle gerek motorik (reaksiyon hızı, çeviklik) gerekse de bilişsel özelliklerinin (odaklanma, hızlı düşünme, hızlı kara verme) geliştirilmesini ve ölçülmesini sağlamaktadır. Bu sistemlerde Şekil 1'de görüldüğü zeminde belli aralıklarla basınç sensörlerinin olduğu matlar bulunmaktadır. Zemindeki matların diziliş şeklinin aynısı bilgisayar ekranında da görülmektedir.

Buna göre sporcu ekranda hangi sensörün yandığını görürse, o sensöre hızla hareket edip ayağıyla mata temas ettiğinde ekranda başka bir sensör aktifleşmektedir. Bu sistemler sadece araştırmacılar tarafından değil, ticari

olduğu için kulüpler ve federasyonlar tarafından da uzun bir süredir kullanılmaktadır. Düking vd., (2016) Speedcourt sisteminin güvenilirlik ve geçerliğini belirlemek için yaptıkları çalışmada toplam süre açısından sistemin yüksek bir test-tekrar test güvenilirlik ($ICC > .79$, $CV < \%5$) düzeyine sahip olduğunu, ayrıca illinois ($r=0.71$, $p<0.05$) 505 ($r=0.54$, $p<0.05$) çeviklik testleri arasında sırasıyla yüksek ve orta seviyede bir ilişki olduğunu bildirmiştir.



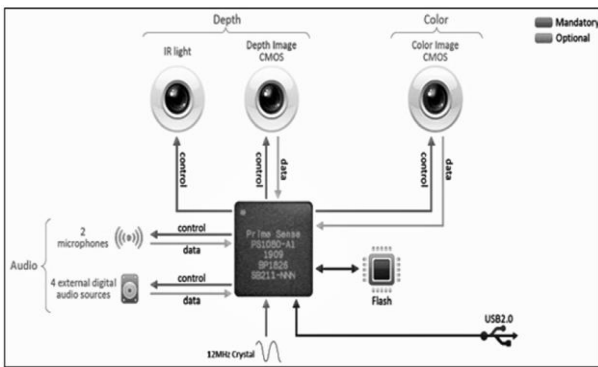
Şekil 1. Speedcourt reaktif çeviklik, algı, tepki, konsantrasyon egzersiz ve ölçüm sistemi

Hareketli çalışmalarda kullanılan popüler donanımlardan biri de Microsoft firmasının geliştirdiği Xbox oyun sistemidir. Bu sistemde etkileşim için geliştirilen Kinect kamerasının en temel özelliği, insan vücudunun hareketlerini algılayıp onları temassız bir şekilde bilgisayar ortamına aktarmasıdır. Bu sistemde kişi üç boyutlu olarak oyunun içine girerek interaktif şekilde oyuna dâhil olmaktadır. Kinect bu özel görevleri derinlik sensörü ve renkli kamera aracılığıyla gerçekleştirmektedir. Bu sistem sadece oyun amaçlı değil, aynı zamanda eğitim ve öğretim faaliyetlerinde de kullanılmaktadır. Zhang (2012), Kinect'in öğrencilerin kendi hareketleri aracılığıyla oyunlarla iletişim kurmalarına daha fazla olanak sağladığını bildirmiştir. Bir öğrenme aracı olarak Xbox Kinect'in öğrencinin motivasyonunu artırma potansiyeli olduğu ve keyifli bir sınıf ortamı yarattığı bildirilmiştir (Hsu 2011). Kinect sisteminin öğretim amacıyla kullanıldığı çalışmalarda özellikle İngilizce dil öğretiminde klasik öğretim metotlarından anlamlı bir farklılıkla çok daha etkili olduğu sonucuna ulaşılmıştır (Si 2013, Homer vd. 2014, Aksoy 2015).

Bu çalışmada projeksiyon tabanlı interaktif uyarınla İngilizce kelime öğrenme modülü hazırlanmıştır. Sistem yazılım ve donanım bileşenleri olmak üzere iki ayrı ana bileşenden meydana gelmektedir. Microsoft Xbox Kinect sensörü ve yüksek lümeni olan projeksiyon cihazı sistemin donanımsal gereksinimleri karşılarken Unity oyun motoru İngilizce eğitim modüllerinin geliştirilmesinde kullanılmıştır.

2.1 Microsoft XBOX One Kinect Sensörü

2013 tarihinde piyasaya sürülen Xbox One (Şekil 3) Kinect'in ikinci sürümüdür. Geniş açılı kamerasıyla ortamı analiz edebilmek için saniyede 2 gigabit veri işler. Bu, bir önceki sürüm olan Xbox 360'a göre üç kat daha hızlı veri işleyebildiği anlamına gelmektedir. Ayrıca bünyesinde bulunan kızılötesi sensörle karanlık ortamda da izleme yapma yeteneğine sahip olup aynı anda 6 farklı kullanıcıyı takip edebilmektedir. Ayrıca kullanıcıların yüz ifadeleri ve 25 farklı eklem pozisyonunu belirlenebilmektedir. Kinect sensör üzerinde bulunan mikrofon ile gezinme, oyun başlatma ve oyunu uyku modundan çıkarma gibi fonksiyonlar sesli komutlar ile yürütülebilmektedir (Fidan ve Özkan, 2018).



Şekil 2. Kinect Xbox One donanımı

2.2 Yüksek Lümenli Projeksiyon Cihazı

Görüntülerin zemine ya da duvara yansıtılmasında aydınlık ortamlarda bile başarılı sonuçlar elde edebilmek için yüksek lümenli projeksiyon cihazına ihtiyaç duyulmaktadır. Çalışmada kullanılan Optoma marka, HD29He model projeksiyon cihazına ait teknik özellikler Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Projeksiyon cihazı teknik özellikleri

Teknik Özellikler	Cihaz Özelliği
Çözünürlük desteği	1920x1200
Görüntü standardı	WUXGA
Parlaklık (ANSI)	3000 Lümen
Dinamik kontrast	300000:1
Yansıma boyutu	300 inç
Işık kaynağı	Lazer
Lamba ömrü	20000 saat
Lens kaydırma yönü	Dikey-Yatay

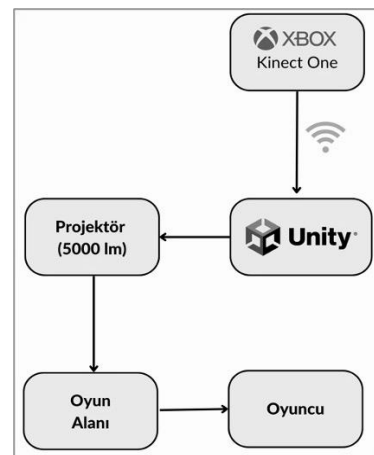
2.3 Unity Oyun Motoru

Unity Technologies tarafından geliştirilen Unity konsollar, bilgisayarlar, mobil uygulamalar için video oyunları ve simülasyonları geliştirmek için kullanılan bir oyun geliştirme aracıdır. Unity oyun motoru özellikle mimarlık,

mühendislik, otomotiv sektörü ve film sektörü gibi farklı alanlarda kullanılmaktadır. Unity 2B ve 3B grafiklerin geliştirilmesini için kullanılırken programlanabilir özelliğini C# programlama diliyle hazırlanan komut dosyalarından almaktadır. Unity oyun motorunun sağladığı en büyük avantajlardan bir diğeri de herhangi bir derleme değişikliğine gerek duyulmaksızın farklı platformlarda çalışabilen uygulamalar geliştirilebilmesidir. 2018 yılı itibarıyla Unity mobil oyun sektöründe geliştirilen oyunların yaklaşık yarısını, artırılmış gerçeklik ve sanal gerçeklik ile geliştirilen uygulamaların %60'ı Unity oyun motoru tarafından üretilmektedir (Brusca 2022).

2.4 Projeksiyon Tabanlı Kinestetik İngilizce Öğrenme Modülü

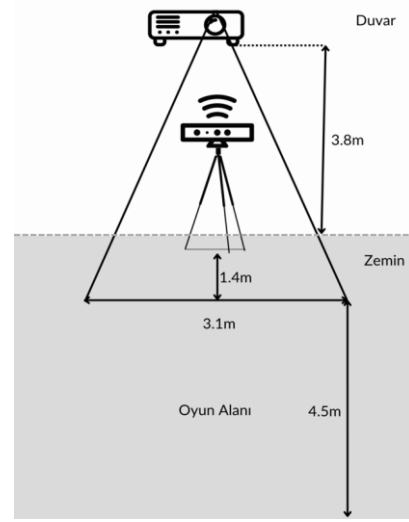
Geliştirilen interaktif uyaran tabanlı İngilizce sözcük öğrenme modülü, ilköğretim 4. Sınıf öğrencilerinin müfredatında bulunan "Meslekler", "Edatlar" ve "Bilim" ünitelerini kapsamaktadır. Belirlenen ünitelerde öğrencilerin hareket ederek, dinleme, okuma becerilerinin gelişmesi ve aynı zamanda sözcük öğrenme kalıcılığının interaktif oyun yöntemi ile artırılması amaçlanmıştır. Geliştirilen sistemin genel blok diyagramı Şekil 3'teki gibidir. Sistemde kullanılan yüksek lümenli projeksiyonla öğretilmek istenen ders materyalleri zemine yansıtılmaktadır. Tavana sabitlenmiş halde bulunan projeksiyonla görüntüler zemine yansıtılıp, öğrencilerin bu zemin üzerinde yürüyerek veya koşarak hareket etmeleri istenilmektedir (Şekil 4). Yansıtılan görüntü, projeksiyon cihazının yaklaştırma uzaklaştırma ayarlarıyla sınıf veya çok amaçlı salon gibi ortamlarda istenilen görüntü boyutunda ayarlanabilmektedir.



Şekil 3. Sistemin genel blok diyagramı

Projeksiyondan yansıyan görüntü üzerindeki öğrenci hareketlerini algılamak için Kinect XBOX One sensörü kullanılmaktadır. Bu sensör ile öğrencilerin 25 farklı eklem verisi eş zamanlı olarak alınabilmektedir. Sistemde

görüntü oluşturulan yüzey bir zemin olduğu için sağ ve sol ayakta alınan eş zamanlı veriler sistemin kararlı çalışması için kullanılmaktadır. Kameralardan alınan görüntü karelerinden toplanan verilerden seçilen sağ ve sol ayak verileri Unity oyun motorunda işlenerek oyun dinamiğinin temel yapısını oluşturmuştur. Uygulama İngilizce “Meslekler”, “Edatlar” ve “Bilim” konu başlıklarını (Çizelge 2) içermektedir. Öğrenme modülü içerisinde öğrenme, pekiştirme, basit cümle kurma ve konu egzersizleri olarak farklı türde etkinlikler bulunmaktadır. Uygulamanın amacı doğrultusunda bazı oyunlar statik çevre elementleri içerirken bazı oyunlarda çevre elementleri dinamik yapılardan oluşmaktadır. Dinamik çevre elementlerinde temel hedef çocukların dikkatini, düşünme hızını arttırarak daha hızlı hareket etmesini sağlamaktadır. Böylece öğrenmenin kalıcılığı arttırılması hedeflenmiştir. Dinamik çevre elementi bulunduran oyunlar ilgili bölümlerin son seviyesini oluşturup, tüm bölüm için pekiştirme görevi görmektedir. Temel Kelime Öğrenme bölümünde ilgili bölümde hedeflenen kelimeler ve kelimeleri ifade eden resimler bulunmaktadır.



Şekil 4. Sistemin fiziksel kurulumu

Öğrenci resmin üstüne geldiğinde resimde belirtilen hedef olgu İngilizce olarak seslendirilir ve yerdeki yansımada yazılı olarak kelimenin karşılığı görülebilmektedir. Bu etkinlikle amaç öğrencinin yabancı kelimelerin anlam karşılığını, yazım karşılığını ve kelime telaffuzunu öğrenmesidir.

Çizelge 2. Uygulamalarda kullanılan oyunlar ve içerikleri

	Oyun 1	Oyun 2	Oyun 3	Oyun 4	Oyun 5	Oyun 6
Meslekler	Temel Kelime Öğrenme	Kelime Testi	Meslek Mekân Eşleşme Seviye 1	Meslek Mekân Eşleşme Seviye 2	Cümle Tamamlama	Hareketli Kelime Testi
Edatlar	Temel Kelime Öğrenme	Kelime Testi	İnteraktif Egzersiz	Hareketli Kelime Testi	-	-
Bilim	Temel Kelime Öğrenme	Kelime Testi	Cümle Tamamlama	Hareketli Kelime Testi	-	-

Kelime Testi bölümünde ise önceki egzersizde öğrenilen kelimeler, farklı kelime gruplarıyla beraber zemine yansıtılmaktadır. Yansıtılan görüntüde hedef kelime telaffuz edilerek ve yazım karşılığı gösterilerek öğrencinin hangi kelimeye ait resmi seçmesi gerektiği belirtilmektedir. Öğrenci tarafından doğru cevap verildiğinde yansıda kelimenin yazım karşılığı ve telaffuzu tekrar ekrana gelip pekiştirmenin sağlanması hedeflenmektedir. Her doğru cevabın ardından yeni bir kelime sorusu ile öğrenci etkinliğe devam etmektedir. Her soruda bulunan kelime grupları öğrencilerin ezberlemesini önlemek adına kelime havuzundan rastgele seçilmektedir. Meslek-Mekân Eşleşmesi (Seviye 1)

bölümü meslekler bölümünde kazanım elde edilmesi hedeflenen meslek gruplarının, görev yaptığı mekânlar arasındaki ilişkiyi sağlamak ve öğrenilen yapıları cümle içinde kullanabilmesini hedeflenmektedir. Bu uygulamada ilgili mesleği anlatan görsel ve mesleğin icra edildiği mekânı aktaran görseller kullanılmıştır. Uygulama boyunca gelen sorularda her mesleğin görev yaptığı yer ile ilgili cümleler İngilizce olarak seslendirilmektedir. Öğrencilerden doğru eşleşmeyi ifade eden görselin üzerine en kısa sürede gitmeleri istenilmektedir. Meslek-Mekân eşleşmesi (Seviye 1) bölümünde yöneltilen sorularda, cümle yapılarını pekiştirmek ve seviyeyi kademeli olarak arttırabilmek için 2 ayrı seçenek

sunulmuştur. Meslek-Mekân Eşleşmesi (Seviye 2) bölümünde, Meslek-Mekân Eşleşmesi Seviye 1'den farklı olarak 4 farklı seçenek arasından soruları cevaplamaları istenilmektedir. Önceki seviyede cümle yapılarını tanıyan ve egzersiz yapmış olan öğrenciden bir üst seviyede bu etkinliği yapması beklenmektedir. Cümle Tamamlama bölümünde Meslek-Mekân eşleştirme uygulamalarında sesli telaffuzlarının üstünde durulan cümleler bu bölümde cümle tamamlama etkinlikleri ile verilmiştir. Cümlede eksik bırakılan yerler, yansıda görülen eksik cümlelerden uygun olanla işaretlenmelidir. İnteraktif egzersiz bölümü Edat çalışma grubunda yer almaktadır. Bu etkinlikte yansıtılan bir oda görselinin içerisindeki nesnelere yerleri belirlenmiştir. Belirlenen nesnelere konuları cümle içerisinde kullanılan edatlar aracılığıyla bulunabilmektedir. Nesne belirlenirken cümlelerin sesli telaffuzları ve yazılı halleri kullanılmıştır. Böylece öğrenciler hem edatların cümle içinde kullanımını duyarak kulak aşinalığına sahip olacaklar hem de okuyarak akılda kalıcılığı arttırılacaktır. Hareketli Kelime Testi bölümünde kelime görselleri yansıda yukarıdan aşağı doğru hareket etmektedir. Öğrencilerden uygulama sırasında sesli telaffuzları ve yazılı karşılıkları bulunan kelimelerin görsellerini en hızlı şekilde akan oyun diyagramında bulmaları istenir. Bu bölümlerde öğrencinin hızını arttırmak amacıyla görsellerin hareket hızı değiştirilebilmektedir.

3. Bulgular

3.1 Projeksiyon Cihazının Fiziki Yerleşimi

Projeksiyon tabanlı İngilizce öğrenme modülünün uyarlanması için Afyonkarahisar Merkez'de bulunan Hoca Ahmet Yesevi İlkokulu Pilot okul olarak belirlenmiştir. Okulda etkinliğin gerçekleştirilmesi için ayrılan boş alana etkinlik materyalleri kurulumu gerçekleştirilmiştir. Şekil 4'te gösterilen diyagramda verilen fiziki yerleşim okul ortamına aktarılmıştır. Etkinlik alanının giriş duvarından 3,8m yüksekliğe, etkinlik alanı ortalanan monte edilen projeksiyon cihazının lensinin bulunduğu kısım zemini görece şekilde yönlendirilip, zeminde yaklaşık 15m²'lik yansı alanı oluşturulmuştur. Yansı alanı belirlenirken Kinect sensörün hareket esnasında algılayabildiği görüş alanı hesaba katılmıştır. Projeksiyondan yansıyan görüntünün, görüntü iyileştirmeleri yapılırken Çizelge 3'te verilen projeksiyon cihazı ayarları kullanılmıştır.

3.2 XBOX Kinect One sensörünün fiziki yerleşimi

Kinect cihazından alınan verilerin yansıya doğru aktarılabilmesi ve uzuvların vektörel konumlarındaki sapmaları en az indirebilmek için duvara asılı olan

projeksiyon cihazının lensiyle Kinect One'da bulunan kameranın aynı hizaya getirilmiştir. Bu sayede vücut uzuvlarının oyundaki konumları doğru bir şekilde aktarılması sağlanmıştır. Kinect sensörün projeksiyon yansımasına olan mesafesinde sensörün görüş alanının altına inilmemesi gerekmektedir. Minimum 1 metre mesafedeki nesnelere algılayabilen bu sensör için yansı ve Kinect sensörü arasındaki mesafe 1,4 m olarak belirlenmiştir.

3.3 Oyunlarda Kullanılan Verilerin Optimizasyonu

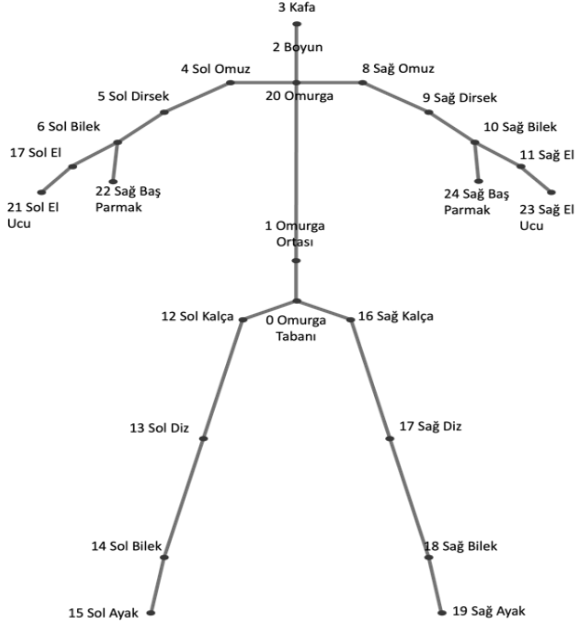
Projeksiyon tabanlı kinestetik İngilizce öğrenme modülünün tasarımında Xbox Kinect One sensöründen alınan veriler Kinect for Windows SDK v1.8 programı aracılığıyla koordinat verilerine dönüştürülmüştür. Bu eklenti sayesinde veriler anlamlandırılıp, x, y ve z eksenlerinde bulunan uzuv konumlarının bilgisayar ortamında doğru biçimde aktarılması sağlanmıştır. Kinect sensöründen alınan x verileri seçilen uzuvun yatay eksenindeki konumunu, y eksenindeki veriler seçilen dikey eksenindeki konumunu z eksenindeki veriler ise seçilen uzuvun sensör ile arasında olan mesafesini tanımlamaktadır. Oyunların gerçekleştirilmesinde kullanılan Unity oyun motorunda alınan verilerin program eklentisiyle arasında iletişim Kinect for Windows Unity Pro 2.0 kütüphanesi ile sağlanmıştır.

Çizelge 3. Projeksiyon cihazında yapılan gerekli teknik ayarlar

Menü	Alt Menü	Oran	Tercih
		4:3	
		16:9	
Ekran	Aspect ratio	LBX	16:9
		Doğal	
		Auto	
	Kenar maskesi	0~10	1
	Anahtar taşı	-40~40	-17
Ses	Sessiz	Açık	Açık
		Kapalı	
	Ses	0~10	10
Ayar		Front	
		Raer	
	Projeksiyon	Tavan	Arka Üst
		Arka Üst	

Şekil 5'te verilen resimde Kinect sensörden elde edilebilen iskelet sistemi yapısı görüntülenmektedir. Bu çalışmada test düzeneğinin oluşturulmasının ardından Şekil 5'teki 0, 3, 15 ve 19 numaralı eklemlerden gelen verilerin sistem gereksinimleri için uygun özellikleri taşıyabilecekleri ön görülmüştür. Ancak yapılan denemeler sonrasında 0 ve 3

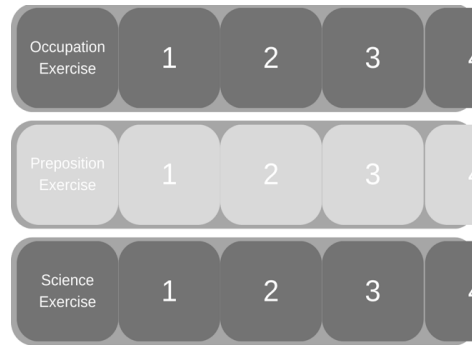
numaralı uzuvlardaki verilerin yanlış yanıtlara sebep olmuştur. Kişilerin eğilmesi ve zıplaması durumlarında bu uzuvlar önde ya da geride kalabilmektedir. Sonuç olarak en iyi koordinatlar 15 ve 19 numaralı sağ ve sol ayak eklemlerinden elde edilmiştir. Bu sayede sensörden alınan verilerle oyunda kişinin olması gereken konumu arasındaki hata payı ± 8 cm ye kadar düşürülmüştür.



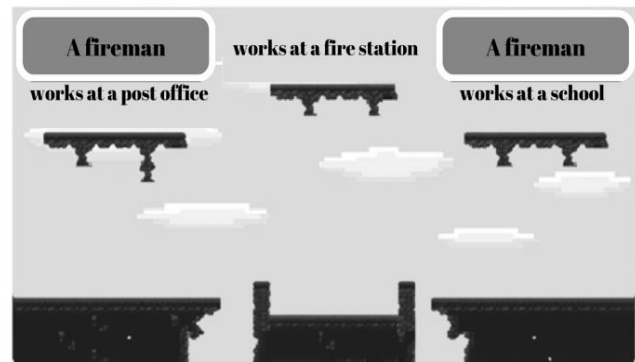
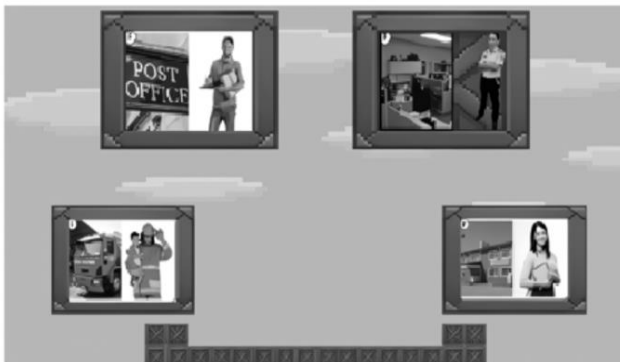
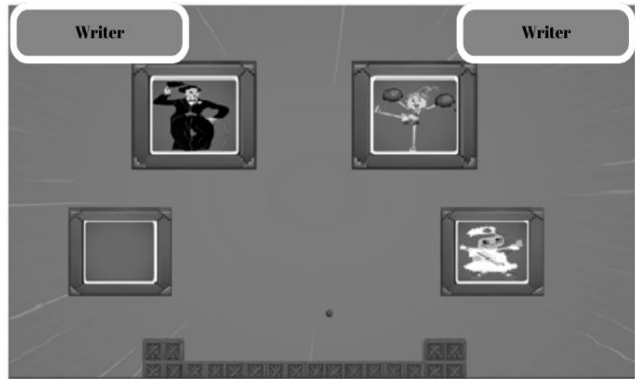
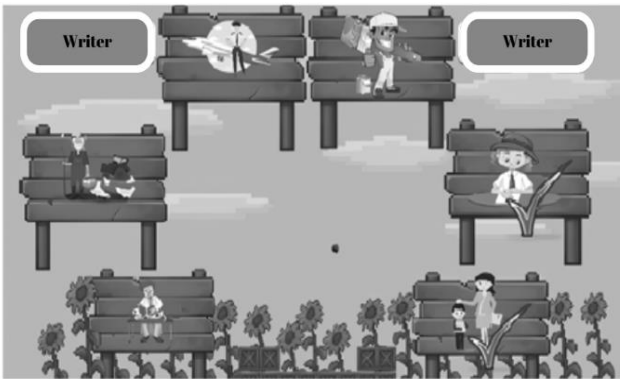
Şekil 5. Kinect One sensöründen alınan uzuvların iskelet sistemindeki konumları

3.4 Projeksiyon Tabanlı Kinestetik İngilizce Öğrenme Modülü

Program arayüzü (Şekil 6) kullanıcı dostu olması amacıyla oldukça sade ve basit tutulmuştur. Projeksiyon tabanlı kinestetik İngilizce öğrenme modülünün tasarımında kullanılan etkinliklerinde oluşturulmasında Unity motoru 2021.3.21f1 LTS versiyonu kullanılmıştır. Program başlatıldığında programda bulunan tüm müfredat ve müfredata ait etkinlik içeriği listelenmektedir. Programın içerisinde Çizelge 2'de açıklandığı üzere 3 farklı konu başlığına ait toplam 13 farklı etkinlik yer almaktadır. Oyunlara yüksek frekanslı ve düşük desibelli arka fon müziği (Jaz ve/veya Klasik) eklenerek kişilerin dikkat ve odaklanmasına katkı sağlanmıştır.



Şekil 6. Uygulama için tasarlan ana menü ekranı



Şekil 7. Meslekler bölümü oyun tasarımlar

Çizelge 4. Meslekler bölümü hedef kelimeleri ve cümle grupları

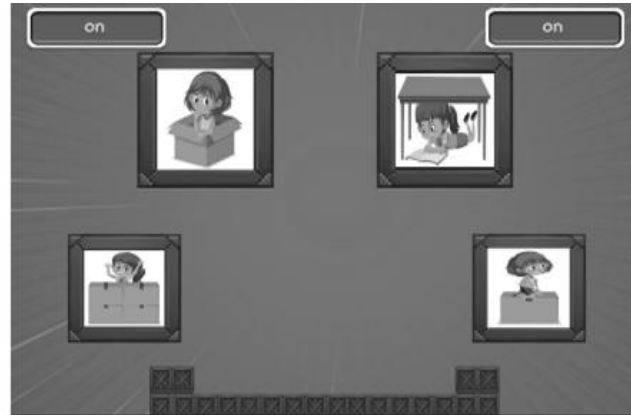
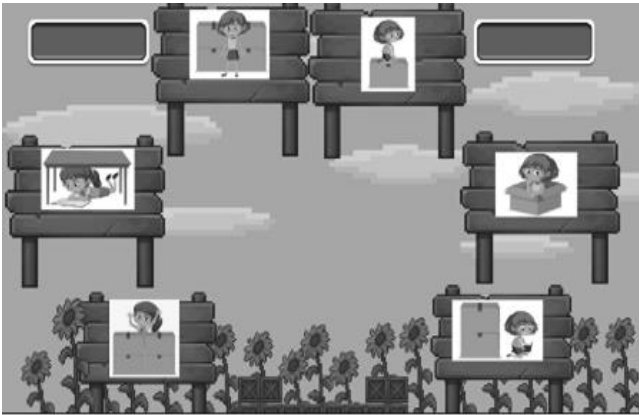
Kazanım hedeflenen kelimeler	Kazanım hedeflenen cümle grupları
Doctor, Farmer, Writer, Painter Teacher, Businessman, Singer, Actor Actress, Pilot, Policeman, Nurse Fireman, Vet, Waiter, Chef	A nurse works at a hospital. A chef works at a restaurant. A teacher works at a school. A fireman works at a fire station. A policeman works at a police station. A postman works at a post office.

Meslekler bölümüne ait 6 farklı etkinlik temelli oyunun yer aldığı arayüz Şekil 7’de yer almaktadır. Meslekler bölümünden elde edilecek kazanım olarak belirlenmiş olan kelime ve cümle grupları ise Çizelge 4’te verilmiştir. Önceden belirlenmiş oyun senaryoları ve etkinlik hedef çıktıları doğrultusunda oyun senaryoları oluşturulmuştur. Oyunların programlanmasında oyun dinamiklerini sağlayan öğeler Kinect sensöründen alınan ve belirli bir ön işlemeye tabi tutulan sağ ve sol ayak koordinat verileridir. Geliştirilen etkinlikler 64 bit ve 32 bitlik Windows işletim sisteminde kullanılabilir.

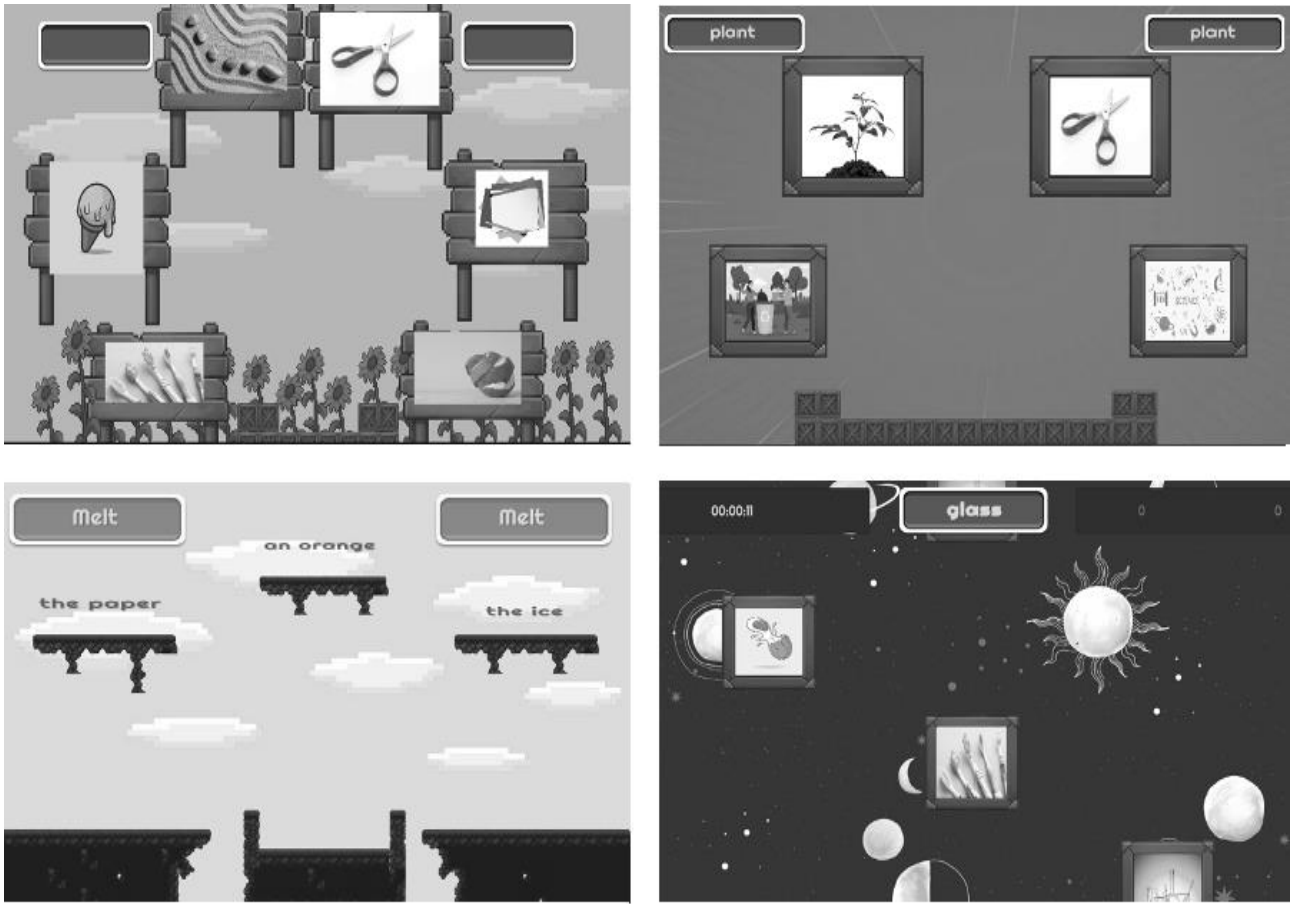
Edatlar bölümüne ait 4 farklı etkinlik temelli oyunun yer aldığı arayüz Şekil 8’de yer almaktadır. Meslekler bölümünün kazanımı olarak belirlenmiş olan kelime ve cümle grupları Çizelge 5’te verilmiştir. Bilim bölümüne ait 4 farklı etkinlik temelli oyunların arayüz tasarımları Şekil 9’da yer almaktadır. Bilim bölümünün kazanım olarak belirlenmiş kelime ve cümle grupları Çizelge 6’da verilmiştir.

Çizelge 5. Edatlar bölümü hedef kelimeleri ve cümle grupları

Kazanım hedeflenen kelimeler	Kazanım hedeflenen cümle grupları
In,	It is under the television. It is in front of the sofa.
On,	It is between the three chicks.
Behind,	It is behind the sofa.
Under,	They are in the bookshelf. It is on the sofa.
In front of,	It is near the sofa. It is on the wall.
Near	



Şekil 8. Edatlar bölümü oyun tasarımları



Şekil 9. Bilim bölümü oyun tasarımları

Şekil 10'da gerçekleştirilen sistemin pilot okulda uygulandığı fiziki ortam gösterilmiştir. Gerçekleştirilen sistem ile 1 kullanıcıdan 6 kullanıcı sayısına kadar oyuncu, etkinlikleri eş zamanlı olarak uygulayabilmektedir. Böylece öğrenciler arasında rekabet oluşturularak eğlence seviyesi artırılmıştır. Ayrıca oyunlarda bulunan farklı seviyelerle etkinlik seviyeleri kolaydan zora doğru öğrencinin seviyesine göre ayarlanabilmektedir. Oyunların uygulanma süresi ve zorluk seviyesi uygulayıcı öğretmen tarafından öğrencilerin seviyelerine göre ayarlanabilmektedir.



Şekil 10. Pilot okulda denemesi gerçekleştirilen sistem

Çizelge 6. Bilim bölümü hedef kelimeleri ve cümle grupları

Kazanım hedeflenen kelimeler	Kazanım hedeflenen cümle grupları
Break, Cup, Experiment, Flower,	Fold the paper
Fold, Freeze, Glass, Goggles, Jar, Melt,	Melt the ice
Mix, Paper, Pebbles, Peel, Plant, Pour water, Put, Science, Toothbrush, Scissors	Do experiment
	Plant a flower
	Pour some water
	Break an egg
	Peel an orange
	Freeze the water

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada "Projeksiyon Tabanlı Kinestetik İngilizce Öğrenme Modülü" için geliştirilen sistemin fiziki donanımları, yazılım içeriği ve etkinlik tasarımları açıklanmıştır. Pilot okul olarak seçilen Hoca Ahmet Yesevi ilkokulu'nda kurulumu gerçekleştirilen sistemin deneme çalışmaları başarı ile tamamlanmıştır. Sistem tasarlanırken hedeflenen amaç kinestetik öğrenmenin gerçekleştirilmesi, çocukların fiziksel, işitsel ve zihinsel becerilerini aynı anda hitap ederken İngilizce eğitiminin gerçekleştirilmesiydi. Literatürde yapılan diğer çalışmalar

ile bu çalışmanın içerikleri kıyaslandığında; Si ve arkadaşları tarafından 2013 yapılan çalışmada Çince eğitimini, klavye-fare ve dokunmatik ekranlardan uzaklaştırılarak gerçekleştirecek Kinect sensör ile çalışan sistem geliştirilmiştir. Çalışmada oluşturulan sanal ortamlar yalnızca bilgisayar ara yüzü ile çalışmakta ve bu çalışma öğrencilere yeterince fiziksel aktivite imkânı sunmamaktadır. Dukung vd. (2016), tarafından yapılan diğer bir çalışmada zeminde kullanılan matlarla sporcular üzerinde belirli test ve ölçümlerin gerçekleştirildiği hareket esaslı test ve egzersiz sistemi kullanılmıştır. Bu çalışmada ise matlar yerine projeksiyondan yansıyan görüntüler kullanılmaktadır. Bu sayede yerdeki görüntülerin desenleri ve konumları uygulayıcı tarafından kolayca değiştirilebildiği gibi kullanılacak obje sayısı içinde herhangi bir sınırlama kalmamıştır. Ayrıca geliştirilen sistemin çoklu kullanıcıyı desteklemesi grup çalışmalarının da yapılmasına olanak sağlanmaktadır. Projeksiyon tabanlı olarak gerçekleştirilen bu sistem İngilizce eğitiminde kullanılmış olsa da ilerleyen çalışmalarda farklı alanlarda (spor, bilişsel gelişim, gediatri vb.) sadece yazılıma ait tasarımlar yapılarak geliştirilmesine olanak sağlamaktadır.

Ülkemizde uzun yıllardır kullanılan ve çoklu duyuların gerçekleştirilmesini hedefleyen Fatih Projesi'nde büyük bir dokunmatik ekran üzerinde aktiviteler yapılabilmektedir. Ancak geliştirilen sistem, Fatih Proje'sinden farklı olarak yatay zeminde ve daha geniş bir alanda öğrenme sürecine kinestetik beden hareketlerinin de dâhil edildiği bir sistemin geliştirilmesini sağlamıştır. Sonuç olarak bu çalışma ile sistemin donanım, yazılım ve fiziki yerleşimi için gerekli donanımların teknik özellikleri ve tasarım metodu açıklanmıştır. Bundan sonra yapılacak çalışmalarda ise geliştirilen sistemin öğrenme üzerindeki etkinliğini belirlemek için test grubu ve kontrol grupları oluşturulacaktır. Gruplar üzerinde belirlenen müfredatlar kontrol grubuna geleneksel yöntemlerle aktarılırken, test grubuna oluşturulan sistem üzerinden eğitim müfredatı uygulanacaktır. Yapılacak ön test ve son test verileri istatistiksel metotlar ile analiz edilerek sistemin öğrenme üzerindeki etkinliği kanıtlanmaya çalışılacaktır. Sistemin etkinliği kanıtlandıktan sonra bu çalışma farklı konu ve alanlara uyarlanarak sistemin yaygınlaştırılması hedeflenmektedir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Bu araştırma, planlamadan uygulamaya, veri toplama sürecinden veri analizine kadar tüm aşamalarda "Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesi" çerçevesinde belirlenen kurallara uygunluk göstermiştir. Çalışma Helsinki Bildirgesi'ne uygun olarak yürütülmüş ve Afyon Kocatepe Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Kurumsal Etik Kurulu (86082) tarafından onaylanmıştır.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar 1: Fikir sahibi, Proje Yöneticisi, Deneysel Tasarımı, Araştırma, Deneysel Kaynaklar

Yazar 2: Deneysel, Görselleştirme, Araştırma, Yazma, Kaynaklar

Yazar 3: Metodoloji, Deneysel Tasarımı, Biçimsel Analiz,

Yazar 4: Fikir Sahibi, Doğrulama, Araştırma

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar olarak, bu çalışma ile ilgili herhangi bir kişi veya kurumla çıkar çatışması bulunmadığını onaylıyoruz.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma, TÜBİTAK 1002-A "Hızlı Destek Programı" kapsamında 221K257 proje numarası ile desteklenmiştir.

5. Kaynaklar

- Aksoy, H. 2015. "The Impact Of Kinect-Based Game On L2 Speaking Skills And Its Implications On Bodily Kinesthetic Intelligence, Learner Motivation And Learner Autonomy", Master Thesis, Gazi University, Ankara, 135.
- Allington, R., & Gabriel, R. 2016. Handbook of individual differences in reading. Classroom influences on individual differences, Routledge, 15.
- Barbot, B., Lubart, T. I., & Besançon, M., 2016. "Peaks, slumps, and bumps": Individual differences in the development of creativity in children and adolescents. *New directions for child and adolescent development*, **151**, 33-45. <https://doi.org/10.1002/cad.20152>
- Bartholomew, J. B., & Jowers, E. M., 2011. Physically active academic lesson in elementary children. *Preventive Medicine*, **52**, 51-54. <https://doi.org/10.1016/j.ypmed.2011.01.017>
- Blaydes Madigan, J. 2000. Thinking on your feet: 110+ activities that make learning a moving experience, 0984408207, Action Based Learning (LLC).
- Castelli, D. M., Hillman, C. H., Hirsch, J., Hirsch, A., & Drollette, H. E., 2011. FIT Kids: time in target heart zone and cognitive performance. *Preventive Medicine*, **52**, 55-59. <https://doi.org/10.1016/j.ypmed.2011.01.019>
- Costley, T., Gkonou, C., Myles, F., Roehr-Brackin, K., & Tellier, A., 2018. Multilingual and monolingual children in the primary-level language classroom:

- individual differences and perceptions of foreign language learning. *The Language Learning Journal*, 1-13.
<https://doi.org/10.1080/09571736.2018.1471616>
- Daly-Smith, A. J., Zwolinsky, S., McKenna, J., Tomporowski, P. D., Defeyter, M. A., & Manley, A. 2018. Systematic review of acute physically active learning and classroom movement breaks on children's physical activity, cognition, academic performance and classroom behaviour: understanding critical design features. *BMJ open sport & exercise medicine*, **4(1)**, Makale: e000341.
<https://doi.org/10.1136/bmjsem-2018-000341>
- Davis, C. L., Tomporowski, P. D., McDowell, J. E., Austin, B. P., Miller, P. H., Yanasak, N. E., Allison, J. D., & Naglieri, J. A., 2011. Exercise improves executive function and achievement and alters brain activation in overweight children: a randomized, controlled trial. *Health Psychology*, **30**, 91-98.
<https://doi.org/10.1037/a0021766>
- Donnelly, J. E., & Lambourne, K. 2011. Classroom-based physical activity, cognition, and academic achievement. *Preventive Medicine*, **52**, 36-S42
<https://doi.org/10.1016/j.ypmed.2011.01.021>
- Fidan, U., & Neşe, Ö., 2018. Nörolojik rehabilitasyon için kinect sensörlü ölçüm ve egzersiz sisteminin tasarımı ve gerçekleştirilmesi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **18(2)**, 727-733.
<http://hdl.handle.net/11630/5119>
- Hillman, C. H., Pontifex, M. B., Raine, L. B., Castelli, D. M., Hall, E. E., and Kramer, A. F., 2009. The effect of acute treadmill walking on cognitive control and academic achievement in preadolescent children, *Journal of Neuroscience*, **159(3)**, 1044-1054.
<https://doi.org/10.1016/j.neuroscience.2009.01.057>
- Homer, B. D., Kinzer, C. K., Plass, J. L., Letourneau, S. M., Hoffman, D., Bromley, M., and Kornak, Y. 2014. "Moved to learn: The effects of interactivity in a Kinect-based literacy game for beginning readers", *Computers and Education*, **74**, 37-49.
<https://doi.org/10.1016/j.compedu.2014.01.007>
- Hsu, H. M. J., 2011. "The potential of Kinect in education", *International Journal of Information and Education Technology*, **1(5)**, 365-370.
<https://doi.org/10.1177/07356331231176741>
- Ivry, R. B., and Fiez, J. A., 2000. Cerebellar contributions to cognition and imagery, *The new cognitive neurosciences*, **2**, 999-1011.
- Jensen, E. 2000. Moving with the brain in mind. *Educational Leadership*, Corwin Press, **58(3)**, 34-37.
- Kibbe, D. L., Hackett, J., Hurley, M., McFarland, A., Schubert, K. G., Schultz, A., & Harris, S., 2011. Ten years of TAKE 10: Integrating physical activity with academic concepts in elementary school classrooms. *Preventive Medicine*, **52**, S43-S50.
<https://doi.org/10.1016/j.ypmed.2011.01.02>
- Kim, Y. S., Petscher, Y., & Foorman, B., 2015. The unique relation of silent reading fluency to end-of-year reading comprehension: Understanding individual differences at the student, classroom, school, and district levels. *Reading and Writing*, **28(1)**, 131-150.
<https://doi.org/10.1007/s11145-013-9455-2>
- Lambourne, K., Hansen, D. M., Szabo, A. N., Lee, J., Herrmann, S. D., & Donnelly, J. E. 2013. Indirect and direct relations between aerobic fitness, physical activity, and academic achievement in elementary school students. *Mental Health and Physical Activity*, **6(3)**, 165-171.
<https://doi.org/10.1016/j.mhpa.2013.06.002>
- Mavilidi, M., Okely, A. D., Chandler, P., Cliff, D. P. & Paas, F., 2015. Effects of integrated physical exercises and gestures on preschool children's foreign language vocabulary learning. *Educational Psychology Review*, **27 (3)**, 413-426.
<https://doi.org/10.1007/s10648-015-9337-z>
- Pesce, C., Crova, C., Cereatti, L., Casella, R., & Bellucci, M., 2009. Physical activity and mental performance in preadolescents: Effects of acute exercise on freerecall memory. *Mental Health and Physical Activity*, **2(1)**, 16-22.
<https://doi.org/10.1016/j.mhpa.2009.02.001>
- Ratey, J. J., 2008. Spark: The revolutionary new science of exercise and the brain. **0316113514**, Little-Brown, 1-304.
- Reeves, E., Miller, S., & Chavez, C., 2016., Movement and learning: Integrating physical activity into the classroom. *Kappa Delta Pi Record*, **52(3)**, 116-120.
<https://doi.org/10.1080/00228958.2016.1191898>
- Reilly, E., Buskist, C., and Gross, M. K., 2012. Movement in the Classroom: Boosting Brain Power, Fighting Obesity, *Kappa Delta Pi Record*, **48(2)**, 62-66.
<https://doi.org/10.1080/00228958.2012.680365>
- Robinson, L., & Wadsworth, D., 2010. Stepping toward physical activity requirements: Integrating pedometers into early childhood settings. *Early*

Childhood Education Journal, **38(2)**, 95-102.

<https://doi.org/10.1007/s10643-010-0388-y>

Saklofske, D., and Kelly, I., 1992. The effects of exercise and relaxation on energetic and tense arousal. *Personality and Individual Differences*, **13**, 623– 625.

[https://doi.org/10.1016/0191-8869\(92\)90204-3](https://doi.org/10.1016/0191-8869(92)90204-3)

Si, M., 2015. A Virtual Space for Children to Meet and Practice Chinese. *Int J Artif Intell Educ* 25, 271–290.

<https://doi.org/10.1007/s40593-014-0035-7>

Brusca, B. G., 2022. *Advanced Unity Game Development: Build Professional Games with Unity, C#, and Visual Studio*. Apress, 148427850X

<https://doi.org/10.1007/978-1-4842-7851-2>

Telford, R. D., Cunningham, R. B., Fitzgerald, R., Olive, L. S., Prosser, L., Jiang, X., & Telford, R. M., 2012. Physical education, obesity, and academic achievement: a 2-year longitudinal investigation of Australian elementary school children. *American Journal of Public Health*, **102(2)**, 368-374

<https://doi.org/10.2105/AJPH.2011.300220>

Webster, C. A., Russ, L., Vazou, S., Goh, T. L., & Erwin, H., 2015. Integrating movement in academic classrooms: understanding, applying and advancing the knowledge base. *Obesity Reviews*, **16(8)**, 691-701.

<https://doi.org/10.1111/obr.12285>

Vazou, S., and Smiley-Oyen, A., 2014. Moving and academic learning are not antagonists: Acute effects on executive function and enjoyment. *Journal of Sport and Exercise Psychology*, **36(5)**, 474-485.

<https://doi.org/10.1123/jsep.2014-0035>

Webster, C. A., Russ, L., Vazou, S., Goh, T. L., & Erwin, H., 2015. Integrating movement in academic classrooms: understanding, applying and advancing the knowledge base. *Obesity Reviews*, **16(8)**, 691-701.

<https://doi.org/10.1111/obr.12285>

Vazou, S., Gavrilou, P., Mamalaki, E., Papanastasiou, A., & Sioumala, N., 2012. Does integrating physical activity in the elementary school classroom influence academic motivation?. *International Journal of Sport and Exercise Psychology*, **10(4)**, 251-263.

<https://doi.org/10.1080/1612197X.2012.682368>

Zhang, Z., 2012. Microsoft kinect sensor and its effect, *MultiMedia, IEEE*, **19(2)**, 4-10.

<https://doi.org/10.1109/MMUL.2012.24>

Meme Kanseri Erken Teşhisi için MAMA ve KTB Kullanarak Geliştirilen Model

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 14.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Enhancing Early Breast Cancer Diagnosis with MRMR and GRU-based Model

Samet AYMAZ* 

*Sağlık Bakanlığı, Trabzon İl Sağlık Müdürlüğü, Sağlık Bilgi Sistemleri Birimi, Trabzon

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Meme kanseri, dünya genelinde kadınlarda en sık görülen kanser türlerinden biridir ve bu hastalıkta erken teşhis hayat kurtarıcı olabilir. Bu çalışma, Wisconsin Meme Kanseri Teşhisi (WMKT) veri setine odaklanarak meme kanseri teşhisi için doğru ve güvenilir bir model geliştirme amacı gütmektedir. Çalışmada, ilk aşamada Minimum Artıklık Maksimum Alaka Düzeyi (MAMA) yöntemi kullanılarak özellik seçimi yapılmıştır. Yöntem, veri madenciliği ve özellik seçimi alanında etkili bir araç olarak kullanılmaktadır. MAMA ile özelliklerin önem sıralaması yapılarak, sadece anlamlı olanlar kullanılmıştır. Özellik seçimi, modelin karmaşıklığını azaltırken performansı artırır. Daha sonra, MAMA ile seçilen bu özellikler, meme kanseri sınıflandırması için oluşturulan Kapılı Tekrarlayan Birim (KTB) tabanlı bir sinir ağı modeli ile sınıflandırılmaktadır. KTB, tek boyutlu özellik serilerini işleme yeteneğine sahiptir ve karmaşık sınıflandırma problemlerinde etkili sonuçlar verir. Sonuçlar, bu yenilikçi yaklaşımın meme kanseri teşhisinde oldukça başarılı olduğunu göstermektedir. Yapılan değerlendirmelerde doğruluk metriği için %98.28, kesinlik metriği için %98.59, duyarlılık metriği için %98.59, özgüllük metriği için %97.67 ve F-puanı metriği için %98.59 değerleri elde edilmiştir. Sonuçlar yöntemin klinik uygulamalarda uzmanlara yardımcı olabileceğini ortaya koymaktadır. Önerilen yaklaşımın toplumun her kesimi için erişilebilirlik, basit sistemlerde bile hızlı ve yüksek doğrulukla çalışabilmek gibi önemli avantajları olduğu sonuçlardan anlaşılmaktadır.

Anahtar Kelimeler Meme kanseri; MAMA yöntemi; KTB modeli; Özellik seçimi.

Abstract

Breast cancer is one of the most common cancers in women worldwide and early detection can be life-saving. This study aims to develop an accurate and reliable model for breast cancer diagnosis by focusing on the Wisconsin Breast Cancer Diagnosis (WDBC) dataset. In the first stage, feature selection was performed using the Minimum Redundancy Maximum Relevance (MRMR) method. The method is used as an effective tool in the field of data mining and feature selection. With MRMR, the importance of the features is ranked and only the significant ones are used. Feature selection improves performance while reducing the complexity of the model. Then, these features selected by MRMR are classified by a Gated Recurrent Unit (GRU) based neural network model for breast cancer classification. The GRU is capable of handling one-dimensional feature series and gives effective results in complex classification problems. The results show that this innovative approach is highly successful in breast cancer diagnosis. In the evaluations, 98.28% for accuracy metric, 98.59% for precision metric, 98.59% for sensitivity metric, 97.67% for specificity metric and 98.59% for f-score metric were obtained. The results show that the method can help specialists in clinical practice. It is understood from the results that the proposed approach has important advantages such as accessibility for all segments of the society, fast and high accuracy even in simple systems.

Keywords Breast cancer; MRMR method; GRU model; Feature selection.

1. Giriş

Meme kanseri, dünyada kadınlar arasında en sık görülen hastalık olarak öne çıkmaktadır. Bu hastalık erkeklerde de görülebilmektedir fakat kadınlarda görülme olasılığı erkeklerde görülme olasılığından daha fazladır. 2020 yılında dünya çapında 2.3 milyon kadına meme kanseri teşhisi konulmuştur (İnt. Kyn. 1). Bu kadınlar arasında 685.000 ölüm yaşanmıştır (İnt. Kyn. 1). 2020 yılı sonu itibarıyla, son 5 yılda meme kanseri tanısı alan 7.8 milyon

kadın bulunmaktaydı (İnt. Kyn. 1). Bu sayılar meme kanserini dünyanın en yaygın kanseri haline getirmektedir. Meme kanseri dünyanın her ülkesinde ergenlik döneminden sonra her yaşta kadınlarda görülmekte, ancak ilerleyen yaşlarda artan oranlarda görülmektedir. Bu kadar sık rastlanan bu hastalık, erken teşhis sayesinde kolaylıkla tedavi edilebilmektedir. Düzenli mamografi taramaları, meme kanserini erken evrede teşhis etmek için etkili bir yöntemdir. Ayrıca,

kendini muayene etmek ve doktora düzenli olarak gitmek de erken teşhise katkı sağlayabilmektedir. Bilgisayar destekli teşhis (BDT) teknolojisi, mamografi görüntülerinin daha hassas bir şekilde incelenmesine yardımcı olan önemli bir araçtır (Jalalian vd. 2013, Guo vd. 2022, Sahu vd. 2022). Bu araç sayesinde meme kanseri vakalarının erken teşhisi mümkün olurken, tedavi şansı da büyük ölçüde artmaktadır.

BDT, mamografi görüntülerini analiz etmek için bilgisayarları kullanan bir tekniktir. Bu sistemler, meme kanserini tespit etme ve sınıflandırmada radyologlar kadar iyi olabilmektedir. BDT sistemleri, mamografi görüntülerini analiz etmek için çeşitli teknikler kullanır. Bu teknikler, görüntülerdeki kanser özelliklerini belirlemek için matematiksel modeller ve istatistiksel yöntemler kullanır. BDT sistemlerinin etkinliği, test edilen veri kümesine ve kullanılan tekniklere bağlı olarak değişebilir. Bazı çalışmalar, BDT sistemlerinin radyologlar kadar iyi performans gösterdiğini belirtmiştir. Ancak, bu sistemlerin sınırlamaları da mevcuttur (Aswathy vd. 2017, Yusoff vd. 2023). Sınırlamalardan birisi sistemlerin kanseri yanlış pozitif veya yanlış negatif olarak teşhis etmesidir. Bu durum, gereksiz ameliyatlara veya kanser belirtilerinin gözden kaçmasına yol açabilir.

Literatürde WMKT (Wolberg vd. 1995) veri setini kullanan farklı çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmalardan birisi, Rasool vd. (2022) geliştirdiği, makine öğrenimi (MÖ) tabanlı tahmini modelleri kullanarak meme kanseri tanısını iyileştirmeyi amaçlayan yöntemdir. Bu yöntem, WMKT (Wolberg vd. 1995) veri kümesini kullanarak eğitilmiş çeşitli MÖ modellerinin performansını değerlendirmektedir. Sonuçlar, MÖ modellerinin radyologlardan kadar iyi performans gösterdiğini kanıtlamıştır. MÖ modelleri, kanseri doğru ve tutarlı bir şekilde tespit edebilmiştir. Diğer bir yayın Bhardwaj vd. (2022) tarafından geliştirilen meme kanseri sınıflandırması için MÖ'nün potansiyelini gösteren bir yaklaşımdır. MÖ modelleri, meme kanserini daha doğru ve tutarlı bir şekilde sınıflandırabildiğinden radyologların performansını artırabilirler. Bu yaklaşımda, meme kanseri sınıflandırması için MÖ algoritmalarının etkinliği gösterilmekle birlikte, bazı sınırlamalarından da bahsedilmektedir. Bu sınırlamalar arasında, MÖ modellerinin veri setine bağımlı olması ve veri ön işleme ve hiperparametre ayarlama gibi tekniklerin kullanımının karmaşık olması yer almaktadır. Yine bu alanda Mohammad vd. (2022), veri madenciliği sınıflandırma ve kümeleme teknikleri kullanılarak WMKT (Wolberg vd. 1995) veri kümesi üzerinde meme kanseri patolojisinin

teşhisi için bir yaklaşım önermişlerdir. Sonuçlar, sınıflandırma algoritmalarının kümeleme algoritmalarından daha iyi performansa sahip olduğunu göstermiştir. Huang vd. (2022), Manifoldların Kararsızlığı için Görselleştirme (MKG) yöntemi ile özellik seçimi yapan, hiyerarşik kümeleme ve rastgele orman algoritması kullanarak meme kanseri sınıflandırması yapan bir yöntem önermektedir. Bu yöntem, WMKT (Wolberg vd. 1995) veri kümesini kullanarak yöntemin etkinliğini değerlendirmektedir. MKG, veri setindeki anormallikleri ve önemli özellikleri tanımlamak için kullanılır. Hiyerarşik kümeleme, verileri benzerliklerine göre kümelere ayırır. Rastgele orman algoritması (ROA) ise, bir dizi karar ağacından (KA) oluşan bir topluluk öğrenme algoritmasıdır ve özelliklerin sınıflandırılmasında kullanılır. Sonuçlar, yöntemin, kanseri doğru ve tutarlı bir şekilde tespit edebildiğini kanıtlamaktadır. Sahoo vd. (2022), Çok Katmanlı Algılayıcı (ÇKA) sinir ağı ve Öğretime dayalı Optimizasyon (ÖDO) kullanarak meme kanserinin saptanması için bir yöntem önermektedir. Bu yöntem, WMKT (Wolberg vd. 1995) veri kümesini kullanarak yöntemin etkinliğini değerlendirmektedir. Yöntem ÇKA ve Öğretme-Öğrenme Tabanlı Optimizasyon (ÖÖTO) yöntemlerinin etkili birleşiminden oluşmaktadır. ÇKA, kanseri tespit etmek için kullanılan bir sinir ağıdır. ÖÖTO ise, parametre optimizasyonu için kullanılan bir meta-sezgisel algoritmadır. Yöntemin sonuçları, oluşturulan yaklaşımın bu alanda yardımcı bir araç olarak kullanılabilirliğini göstermektedir. Suresh vd. (2022), dengesiz tıbbi hastalık verileri kümelerini sınıflandırmak için geliştirilmiş bir Çekişmeli Üretici Ağ (ÇÜA) (Goodfellow vd. 2014) yöntemini önermektedir. ÇÜA, iki ağdan oluşur: bu ağlardan birisi üretken ve diğeri ayırt edici ağıdır. Üretici ağ, gerçek verilere benzeyen sentetik veri üretmekten sorumlu iken ayırt edici ağ, gerçek ve sentetik verileri ayırt etmekten sorumludur. Çalışmada, dengesiz tıbbi veri kümesi kullanılmaktadır. Dengesiz tıbbi veri kümeleri, sınıflara ait veriler arasında sayıca çok fazla fark olması anlamına gelmektedir. ÇÜA, WMKT (Wolberg vd. 1995) verilerinde %96.1'lik bir sınıflandırma doğruluğu elde etmiştir. Bu sonuç, geleneksel makine öğrenimi algoritmalarının önemli ölçüde üzerindedir. Yu vd. (2023), Pozitif-Negatif Grafik Kovaryans Sinir Ağı (PN-GKSA) adı verilen yeni bir modelin tanıtımını yapmaktadır. Bu yöntem genellikle bilgi sistemlerini sınıflandırmak için kullanılır. Çalışma, PN-GKSA'nın, Geleneksel Grafik Kovaryans Sinir Ağlarından (GKSA) daha iyi performansa sahip olduğunu göstermiştir. Albadr vd. (2023), meme kanseri tanısı için Hızlı Öğrenme Ağı (HÖA) algoritmasını kullanmakta ve algoritmanın bu alandaki potansiyelini göstermektedir. HÖA, meme kanseri tanısı için

kullanılabilecek önemli bir araçtır. Bu çalışma, meme kanseri tanısı için HÖA algoritmasının etkinliğini göstermekle birlikte, bazı sınırlamaları da vermektedir. Bu sınırlamalar arasında, HÖA algoritmasının veri setine bağımlı olması ve veri ön işleme ve hiperparametre ayarlama gibi tekniklerin kullanımının karmaşık olması yer almaktadır.

Önerilen çalışma, WMKT (Wolberg vd. 1995) veri seti için Minimum Artıklık Maksimum Alaka Düzeyi (MAMA) yöntemi ve Yinelemeli Sinir Ağının (YSA) geliştirilmiş bir modeli olan Kapılı Tekrarlayan Birim (KTB) (Cho vd. 2014) yöntemlerinin etkili birleşiminden oluşmaktadır. Bu yaklaşımda MAMA yöntemi kullanılarak, WMKT (Wolberg vd. 1995) veri setindeki özelliklerin önem oranları ortaya çıkarılmaktadır. Böylece, veri setindeki özelliklerin önem sıralaması yapılarak, modelin daha az gürültüye sahip ve daha anlamlı verilerle çalışmasına olanak tanınır. Bu da makine öğrenimi modellerinin daha iyi performans göstermesini sağlar ve gereksiz özelliklerin eklenmesini önler. Daha sonra önem oranlarına göre düzenlenen veri seti, tarafımızca probleme özgü olarak tasarlanan KTB içeren YSA yapısı ile iyi huylu ve kötü huylu olmak üzere 2 sınıfa ayrılmaktadır. KTB uzun vadeli bağımlılıkları yakalama, gradyan kaybolması sorununu daha az yaşaması, daha hızlı ve daha az kaynak gereksinimi gibi avantajlara sahiptir. Bu yapı kullanılarak, basit sistemlerle etkili kanser teşhisi yapılabilmektedir. Ayrıca, tıbbi verileri daha hassas bir şekilde analiz etme yeteneğine sahiptir ve uzun vadeli bağımlılıkları yakalayarak erken teşhislerin ve daha doğru teşhislerin yapılmasına katkıda bulunabilmektedir. Bu durum, kanserle mücadelede önemli bir rol oynayabilecektir.

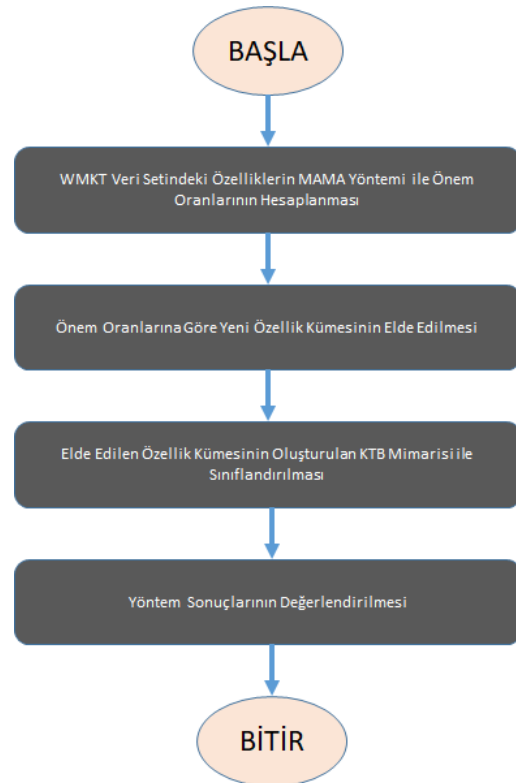
2. Materyal ve Metot

Bu çalışma, özelliklerin önemini vurgulamak ve meme kanseri teşhisini daha etkili hale getirmek amacıyla MAMA (Toğaçar vd. 2020, Ahmed vd. 2020, Billah vd. 2020) yöntemini ve KTB modelini bir araya getiren yenilikçi bir yaklaşım sunmaktadır. Bu yaklaşım, WMKT (Wolberg vd. 1995) veri seti üzerinde uygulanmıştır. Çalışma, meme kanseri teşhisinde özelliklerin önemini vurgulamak ve daha doğru teşhisler elde etmek için birleşik bir yaklaşım sunarak, hastaların erken teşhis ve tedavi alma şansını artırmayı hedeflemektedir. Bu nedenle, çalışmanın meme kanseri teşhisi alanında önemli bir katkı sağlama potansiyeli bulunmaktadır. Önerilen yaklaşıma ait akış tablosu Şekil 1 ile verilmektedir. Çalışmaya ait detaylar alt başlıklarda verilecektir.

2.1 WMKT Veri Seti Özellikleri

WMKT (Wolberg vd. 1995) veri seti, meme kanseri teşhisi ve sınıflandırması üzerine yapılan araştırmaların temel veri kaynaklarından birisidir. Bu veri seti, Wisconsin Üniversitesi Tıp Okulu'ndan Dr. William H. Wolberg tarafından toplanmıştır. Veri seti, meme kanseri teşhisi için kullanılabilecek çeşitli klinik ve hüresel özellikleri içerir. Toplamda 569 örnekten oluşan veri setinde, örneklerin 212'si kötü huylu ve 357'si iyi huylu meme tümörlerine aittir.

WMKT veri seti (Wolberg vd. 1995) her bir örnek için 30 özellikten oluşmaktadır. Bu veri setinin özellikleri, meme tümör hücrelerinin çekirdeklerinin boyutları, hücre şekli düzensizlikleri, çekirdek hüresinin büyüklüğü ve diğer morfolojik özellikleri gibi faktörleri içerir. Ayrıca, hücre çekirdeklerindeki bazı nükleer ve sitoplazmik özellikler de veri setinde yer alır. Her bir özellik, meme kanseri teşhisi için potansiyel olarak önemli bir bilgi kaynağıdır ve bu veri seti, meme kanseri teşhisinde makine öğrenimi algoritmalarının eğitilmesi ve test edilmesi için sıkça kullanılan bir kaynaktır. Veri seti, klinik olarak gerçek verilere dayanması, ileri seviye çok sayıda özellik barındırması ve geniş kullanım alanından dolayı farklı alanlarda tercih edilmektedir. Bu nedenle, hastalıkların daha erken teşhis edilmesi ve tedavi edilmesi konusunda önemli bir rol oynar.



Şekil 1. Önerilen yaklaşımın akış diyagramı

2.2 MAMA Yöntemi ile Verilerin Öneminin Ortaya Koyulması

MAMA (Ding vd. 2005, Toğaçar vd. 2020, Ahmed vd. 2020, Billah vd. 2020), veri madenciliği ve özellik seçimi alanında kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem, bir veri kümesindeki özelliklerin önemini belirlemek ve en fazla bilgi taşıyan özellikleri seçmek için tasarlanmıştır. Aynı zamanda, seçilen özellikler arasındaki benzerliği minimize etmeye çalışmaktadır. Bu yöntem ile en fazla bilgiyi içeren özellikler seçilerek, veri setinin içerdiği bilgiyi en iyi şekilde kullanmaya çalışmaktadır.

MAMA yöntemi, özellik seçimi aşamasında gereksiz ve tekrarlı özellikleri elemek, modelin daha temiz ve anlamlı verilerle çalışmasını sağlamak ve aşırı uydurma (overfitting) sorunlarını azaltmak için etkili bir araçtır. Bu yöntem, özellikle büyük ve karmaşık veri setlerinde kullanıldığında, modelin performansını artırabilmekte ve daha iyi sonuçlar elde etmeye yardımcı olabilmektedir. MAMA yöntemi adım adım aşağıdaki şekilde çalışmaktadır.

MAMA Adım-1 Veri Seti Hazırlanması: İlk adım, veri setinin hazırlanmasıdır. Veri seti içerisinde özellikler (bağımsız değişkenler) ve hedef değişken (sınıf etiketleri) bulunmaktadır.

MAMA Adım-2: Özelliklerin İlgililik Skorlarının Hesaplanması: MAMA, her özelliğin hedef değişken ile ilişkisini ölçen bir ilgililik skoru hesaplamaktadır. İlgililik skoru, özelliğin hedef değişkeni ne kadar iyi açıkladığını göstermektedir. İlgililik skoru denklem 1 (Toğaçar vd. 2020) ile verilmektedir;

$$R(X, Y) = \frac{E[(X - \mu_X)(Y - \mu_Y)]}{\sigma_X \sigma_Y} \quad (1)$$

Denklem 1'de özellik değerleri X ile, hedef değişken değerleri Y ile, X'in ortalama değeri μ_X ile, Y'nin ortalama değeri μ_Y ile, X'in standart sapması σ_X ile Y'nin standart sapması σ_Y ile temsil edilmektedir.

MAMA Adım-3: Ardından, seçilen özellikler arasındaki redundans (artıklık) ölçülmektedir. Bu işlem, seçilen özelliklerin birbirine ne kadar benzediğini belirlemek için yapılmaktadır. Redundansı azaltmak, gereksiz tekrarlılığı önlemeye yardımcı olmaktadır.

MAMA Adım-4 MAMA Skorunun Hesaplanması: İlgililik ve redundans bilgileri kullanılarak, her özellik için bir MAMA skoru hesaplanmaktadır. Hesaplanan skor, bir özelliğin

hem ilgi çekici hem de diğer özelliklerle benzer olmayan bir özelliği temsil etme yeteneğini yansıtır. Skor hesabı denklem 2 (Toğaçar vd. 2020) ile yapılmaktadır.

$$MAMA(X) = R(X, Y) - \frac{1}{K} \sum_{i=1}^K (X, X_i) \quad (2)$$

Denklem 2'de değerlendirilen özellik vektörü X ile hedef değişken değerleri Y ile, diğer özelliklerin sayısı ise K ile temsil edilmektedir.

MAMA Adım-5 Sonuç Veri Seti Oluşturulması: MAMA skorları, özelliklerin sınıflandırma başarısına katkısını göstermektedir. Bu nedenle önerilen çalışmada, orijinal veri setindeki özellik vektörleri ile yöntem sonucu elde edilen önem oranları çarpılarak yeni, daha az gürültüye sahip bir veri seti elde edilir.

2.3 Oluşturulan KTB Mimarisi ile Sınıflandırma

KTB (Cho vd. 2014, Chen vd. 2019, Shadid vd. 2020, Saijad vd. 2020, Shewalkar vd. 2019), bir boyutlu özellik vektörü sınıflandırma için önemli bir YSA türüdür. Özellik sınıflandırma görevlerinde kullanılmasının nedeni, veri setinde oluşabilecek örüntüleri tahmin etme yeteneğine sahip olmasıdır. KTB, veri setindeki örüntü öğrenme yeteneği ile özellikler arasındaki önemli bağımlılıkları yakalayabilmektedir. Standart YSA'lara (Sherstinsky vd. 2020, Kanita vd. 2019, Cho vd. 2014) göre KTB, uzun vadeli bağımlılıkları daha iyi ifade edebilmektedir. Bu durum, daha önceki iterasyonlardaki bilgilere dayalı olarak gelecekteki örüntüleri daha iyi tahmin etmeye yardımcı olmaktadır. Bu çalışmada, bir boyutlu özellik vektörlerinden oluşan WMKT (Wolberg vd. 1995) veri seti kullanıldığından KTB kullanılması oldukça uygundur. Bu çalışma için KTB uygulaması adım adım aşağıdaki gibidir;

KTB Adım-1 Veri Hazırlığı: Çalışma WMKT (Wolberg vd. 1995) kanser verilerinin sınıflandırılmasına odaklanmaktadır. Veri setlerinde her bir özelliğin sınıflandırmaya katkısı farklı olabilmektedir. Bu nedenle çalışmada ilk olarak veri setindeki özelliklerin önem oranları MAMA yöntemi ile belirlenmekte daha sonra orijinal veri seti bu önem oranlarına göre yeni bir veri setine dönüştürülmektedir.

KTB Adım-2 Model Mimarisi Seçimi: Sınıflandırma problemlerine en önemli aşamalardan birisi mimariye karar verme aşamasıdır. Bu çalışmada probleme özgü olarak yeni bir mimari tasarımı oluşturulmuştur. Bu mimari, giriş, KTB katmanı, aktivasyon katmanı, tam-bağlantılı katman ve sınıflandırma katmanından oluşmaktadır. Giriş katmanı, veri setinde her bir örnek 30 özellikten oluştuğundan 30x1'lik bir vektördür. Giriş

katmanından sonra bir KTB katmanı gelmektedir. KTB katmanı, parametre olarak gizli katman sayısı içermektedir. Bu çalışmada gizli katman sayısına Izgara Arama (Nurdian vd. 2016) yaklaşımı ile karar verilmektedir. Bu yaklaşım sonrası ilk KTB katmanı için gizli katman sayısı 15 olarak bulunmuştur. Gizli katman sonrası, bir adet aktivasyon katmanı gelmektedir. Aktivasyon katmanı olarak ReLU (Agarap vd. 2018, Shewalkar vd. 2019) seçilmiştir. ReLU katmanı (Agarap vd. 2018, Shewalkar vd. 2019), gradyan kaybolmasını engelleyerek ağı eğitime katkı sağlamaktadır. Daha sonra Seyreltme katmanı (Nitish vd. 2014, Shewalkar vd. 2019) ile ilk blok tamamlanır ve bu katman ile ağı ezberlemesinin önüne geçilir. Bu katmanlar sonrası bir KTB, bir aktivasyon ve bir seyreltme katmanı (Nitish vd. 2014, Shewalkar vd. 2019) daha gelmektedir. Ağı derinliği denemeler sonucu bulunmuştur. Ağı derinliği arttıkça daha zor verilerin öğrenilmesi sağlanarak eğitim başarısı artırılmaktadır. 2. KTB katmanı için gizli katman sayısı 35 olarak bulunmuştur. Tüm bu katmanlar sonrası iki adet tam-bağlantılı katman gelmektedir. Peş peşe tam-bağlantılı katmanlar, özellikler arasındaki karmaşık ilişkileri ifade ederek sinir ağına doğrusallık olmayan veriler ekler ve daha büyük veri setleri ve karmaşık görevler için daha fazla öğrenme kapasitesi sağlar. Ayrıca bu katmanlar, derinliği artırarak ağı daha fazla bilgiyi modelleyebilmesine yardımcı olmaktadır. Son olarak sınıflandırma katmanı kullanılarak, giriş katmanından verilen özelliğin iyi huylu ya da kötü huylu olarak sınıflandırılması sağlanmaktadır. Oluşturulan KTB Mimarisi detayları Çizelge 1 ile verilir.

Çizelge 1. Oluşturulan KTB mimarisi

Katmanlar	Parametreler
Giriş Katmanı	Özellik Vektörü Boyutu= 30x1
KTB Katmanı 1	Gizli Katman Sayısı=15
Aktivasyon Katmanı	ReLU
Seyreltme Katmanı	0.2
KTB Katmanı 2	Gizli Katman Sayısı=35
Aktivasyon Katmanı	ReLU
Seyreltme Katmanı	0.2
Tam-bağlantılı Katman1	Çıkış Boyutu=190
Tam-bağlantılı Katman 2	Çıkış Boyutu=Sınıf Sayısı
Sınıflandırma Katmanı	

KTB Adım-3: Model eğitimi ve hiperparametrelerin belirlenmesi, makine öğrenimi projelerinde kritik bir öneme sahiptir. Doğru model eğitimi, modelin verileri öğrenmesi ve gelecekteki tahminleri yapabilmesi için

temel bir adımdır. Hiperparametrelerin uygun bir şekilde ayarlanması, modelin performansını optimize etmek için gereklidir. Bu süreçler, modelin başarısını belirlemede ve genelleme yeteneğini artırmada belirleyici bir rol oynar. Çalışmada model eğitimi k-katlamalı çapraz doğrulama kullanılarak gerçekleştirilmektedir. K değeri belirlenirken farklı değerler denenmiş ve en iyi sonucu k=5 değerinin verdiği görülmüştür. Ayrıca, hiperparametreler belirlenirken ızgara arama yaklaşımı kullanılmıştır. Bu yaklaşım sonucu elde edilen parametreler Çizelge 2 ile verilmektedir.

Çizelge 2. Oluşturulan mimari için belirlenen parametreler

Hiperparametreler	Değerler
k-katlama	k=5
Optimizasyon Yöntemi	Adam (Kingma vd. 2014)
Öğrenme Katsayısı	0.001
Maks. Tur Sayısı	20
Min. Parti Boyutu	4

KTB Adım-4 Model Değerlendirmesi: Eğitilen KTB modeli, test verileri üzerinde değerlendirilmektedir. Modelin performansı, sınıflandırma doğruluğu, hassasiyet, duyarlılık, f-puan ölçütlerine göre değerlendirilmektedir. KTB, özellik vektörü sınıflandırma görevlerinde başarılı bir şekilde kullanılabilir güçlü bir modeldir. İlgili verileri analiz etmek ve değişiklikleri yakalamak için bu tür bir modelin seçilmesi, daha doğru sınıflandırmalar yapılmasına yardımcı olmaktadır.

3. Bulgular

Bu çalışma, meme kanserinin bilgisayar destekli teşhisi için yeni bir yaklaşım sunmaktadır. Çalışmanın amacı, sınıflandırma başarısına etkisi az olan özelliklerin baskılanarak oluşturulan özgün KTB mimarisi ile kanserli hücrelerin tespitinin sağlanmasıdır. Bu çalışmanın değerlendirilmesinde karışıklık (Sandra vd. 2019, Lewis vd. 2001) matrisinden hesaplanan doğruluk, kesinlik, duyarlılık, özgüllük ve f-puanı (Roujol vd. 2014, Goutte vd. 2005) metrikleri kullanılmaktadır. Metriklere ait denklemler sırasıyla Denklem 3-7 ile verilmektedir.

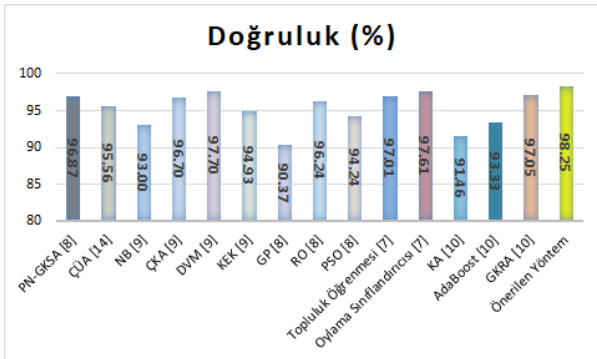
Literatür bu alanda çok fazla çalışma içermektedir. Bu nedenle çalışmada son yıllarda yaygın olarak kullanılan yaklaşımlar ile karşılaştırmalar yapılmaktadır. Bu yöntemler, PN-GKSA (Bhardwaj vd. 2022), ÇÜA (Suresh vd. 2022), Naif Bayes (NB) (Mohammad vd. 2022), ÇKA (Mohammad vd. 2022), Destek Vektör Makineleri (DVM) (Mohammad vd. 2022), K-En Yakın Komşu (KEK) (Mohammad vd. 2022), Genetik Programlama (GP) (Bhardwaj vd. 2022), Rastgele Ormanlar (RO) (Bhardwaj vd. 2022), Parçaçık Sürü Optimizasyonu (PSO) (Bhardwaj

vd. 2022) yöntemi, Topluluk Öğrenmesi (Rasool vd. 2022) yöntemi, Oylama Sınıflandırıcısı Yöntemi (Rasool vd. 2022), Karar Ağaçları (KA) (Huang vd. 2022), AdaBoost (Freund vd. 1995, Huang vd. 2022) yöntemi, Lojistik Regresyon (LR), Çekirdek-Temel Bileşen Analizi (Ç-TBA) (Mohammad vd. 2022), DVM ile Stokastik Gradyan İnişi (SGİ) yöntemleri birleşimi, Doğrusal Ayırma Analizi (DAA) ve Rastgele yöntemlerinin birleşimi ve Gizli Koşullu Rastgele Alan (GKRA) (Huang vd. 2022) yöntemleridir.

Doğruluk metriği, kanser teşhisi gibi önemli bir sınıflandırma görevinde model performansının değerlendirilmesine katkı sağlar. Bu metrik, bir modelin doğru tahminlerinin toplam örnek sayısına oranını yansıtır ve bu oran genellikle yüzde cinsinden ifade edilir. Doğruluk metriği denklem 3 ile hesaplanmaktadır.

$$\text{Doğruluk} = \frac{\text{Doğru Örnek Sayısı}}{\text{Toplam Örnek sayısı}} \times 100 \quad (3)$$

Doğruluk metriği, teşhisin doğruluğunu değerlendirerek, hastaların daha hızlı ve daha doğru bir şekilde tedavi edilmesine yardımcı olur. Bu çalışmada, önerilen yaklaşım literatürdeki farklı yaklaşımlar ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonuçları Şekil 2 ile verilmektedir. En iyi sonuç %98.25 ile önerilen yöntemdedir.



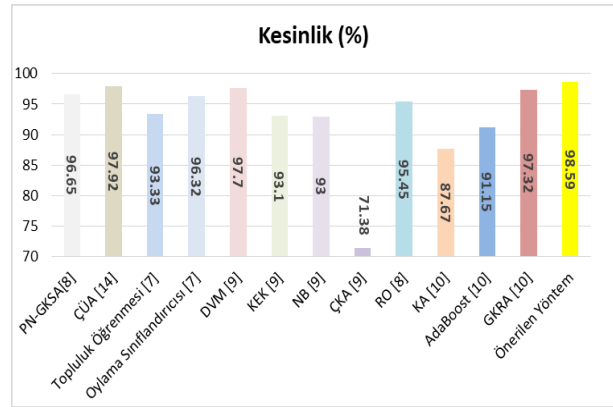
Şekil 2. Test veri seti için doğruluk metriğine göre karşılaştırma sonuçları

Kesinlik değeri, bir yöntemin ne kadar hassas ve kesin sonuçlar üretme yeteneği olduğunu yansıtmaktadır. Metrik, denklem 4 ile hesaplanmaktadır. Denklemde doğru pozitif ve yanlış pozitifler kullanılır. Doğru pozitifler (DP), modelin doğru olarak pozitif tahminlerini, yanlış pozitifler (YP) modelin yanlış olarak pozitif tahminlerini göstermektedir.

$$\text{Kesinlik} = \frac{DP}{DP+YP} \times 100 \quad (4)$$

Metrik sonuçları, yanlış pozitif sonuçların minimize edildiği ve sadece gerçek pozitif sonuçların kabul edildiği anlamına gelmektedir. Bu bağlamda, yüksek kesinlik

değeri, yöntemin veri analizi veya teşhis gibi uygulamalarda gereksiz hataları önlemeye yardımcı olduğunu göstermektedir. Özellikle sağlık alanında, yüksek kesinlik değeri, yanlış teşhislerin ve gereksiz tıbbi müdahalelerin azaltılmasına katkı sağlar. Bu durum, hastaların yanlış teşhis sonucu olumsuz etkilenme riskini düşürerek, yöntemin güvenilirliğini ve hasta güvenini artırır. Bu çalışmada, önerilen yaklaşım literatürdeki farklı yaklaşımlar (Rasool vd. 2022, Bhardwaj vd. 2022, Mohammad vd. 2022, Huang vd. 2022, Suresh vd. 2022) ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonuçları Şekil 3 ile verilmektedir. En iyi sonuç %98.59 ile önerilen yaklaşımdadır.



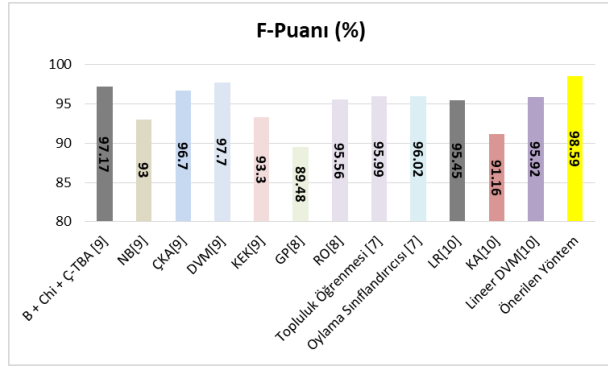
Şekil 3. Test veri seti için kesinlik metriğine göre karşılaştırma sonuçları

F-puanı, bir sınıflandırma modelinin performansını ölçen ve kesinlik ile duyarlılık metriklerinin birleşimini temsil eden bir ölçüm metriğidir. Genellikle bilgisayar bilimleri, veri madenciliği ve sınıflandırma problemlerinin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. Kesinlik Metriği denklem 4 ile verilmektedir. Hassasiyet ve F-puanı metrikleri sırasıyla denklem 5 ve 6 ile verilmektedir. Denklemlerde, yanlış negatifler (YN) yanlış olarak sınıflandırılan negatif sınıfları ifade etmektedir.

$$\text{Hassasiyet} = \frac{DP}{DP+YN} \times 100 \quad (5)$$

$$F - \text{Puanı} = \frac{2 \times \text{Hassasiyet} \times \text{Kesinlik}}{\text{Hassasiyet} + \text{Kesinlik}} \times 100 \quad (6)$$

F-puanı, özellikle hastalıkların erken teşhisi için önemlidir. Erken teşhis, tedaviye daha erken başlama ve hastalığın ilerlemesini önleme şansını artırabilir. Yüksek F-puanına sahip bir teşhis yöntemi, hastalar arasında güven oluşturmaktadır. Bu çalışmada, önerilen yaklaşım literatürdeki farklı yaklaşımlar (Rasool vd. 2022, Bhardwaj vd. 2022, Mohammad vd. 2022, Huang vd. 2022) ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonuçları Şekil 4 ile verilmektedir. En iyi sonuç %98.59 ile önerilen yöntemdedir.



Şekil 4. Test veri seti için f-puanı metriğine göre karşılaştırma sonuçları

Duyarlılık ve özgüllük, sınıflandırma problemlerini ve test değerlendirmesini yaparken birlikte değerlendirildiklerinde, birçok avantaj sunmaktadır. Yüksek duyarlılık, gerçek pozitif sonuçların kaçırılma riskini azaltırken, yüksek özgüllük yanlış pozitif sonuçları minimize eder. Bu iki metrik bir arada kullanıldığında, bir testin veya modelin performansını geniş bir perspektiften değerlendirmemize olanak tanır. Bu da, testin veya modelin hem doğrulukla ilgili hassasiyetini hem de yanlış teşhisleri önleme yeteneğini hesaba katan daha dengeli ve güvenilir sonuçlar elde etmemize yardımcı olur. Duyarlılık metriği denklem 5 ile hesaplanmaktadır. Özgüllük metriği ise denklem 7 ile hesaplanmaktadır. Denklemlerde, doğru negatifler, negatif sınıflara ait doğru tahmin sayısını vermektedir.

$$\text{Özgüllük} = \frac{DN}{DN+YP} \times 100 \quad (7)$$

Bu çalışmada, önerilen yaklaşım literatürdeki farklı yaklaşımlar (Bhardwaj vd. 2022, Mohammad vd. 2022, Huang vd. 2022, Alshayegi vd. 2022) ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonuçları Çizelge 3 ile verilmektedir. En iyi sonuç duyarlılık metriği için %98.59 ve özgüllük metriği için %97.67 sonucu ile önerilen yöntemdedir.

Çizelge 3. Önerilen yöntemin duyarlılık ve özgüllük metriklerine göre karşılaştırma sonuçları

Yöntemler	Metrikler	
	Duyarlılık (%)	Özgüllük (%)
B + Chi + Ç-TBA [9]	97.72	94.23
ÇÜA [14]	93.62	94.52
DAA+Rastgele [30]	95.6	95.7
KA [10]	90	92.33
AdaBoost[10]	91.1	94.61
GKRA [10]	94.77	98.41
ÇKA [9]	72.46	70.62
Önerilen Yöntem	98.59	97.67

Önerilen çalışma, zaman metriği kullanılarak diğer çalışmalarla karşılaştırılmaktadır. Zaman metriği, çalışmaların test veri setini ne kadar sürede

sınıflandırdığını göstermektedir. Karşılaştırma sonuçları Çizelge 4 ile verilmektedir. Çizelge incelendiğinde, zaman metriği açısından en iyi değer 0.05 ile önerilen yöntemle ait olduğu görülmektedir.

Çizelge 4. Önerilen yaklaşım ve literatürdeki yaklaşımlara ait test süreleri

Önerilen Yöntem ve Literatürdeki Yöntemlere Ait Test Süreleri (sn.)	DVM					Önerilen Yöntem
	LR	-SGİ	ÇKA	RO	NB	
Zaman	0.34	0.13	3.10	0.06	0.08	0.05

Sonuç olarak, önerilen yaklaşımın, basit sistemlerde yüksek doğrulukla çalışabilen bir sistem olduğunu vurgulamak önemlidir. Bu yaklaşım, kanser teşhisi sürecini hızlandırırken, düşük maliyetli ve kolayca uygulanabilir bir çözüm sunar. Basit sistemlerde bile yüksek doğruluk sağlaması, bu yöntemin tıbbi bakımdan kaynak sıkıntısı yaşanan bölgelerde veya erişim sorunları olan bölgelerde büyük bir potansiyele sahip olabileceğini göstermektedir. Bu yaklaşım, kanser teşhisinin erken ve etkili bir şekilde yapılmasını kolaylaştırarak hastaların daha iyi sonuçlar elde etmelerini sağlar. Çizelge 5, önerilen yaklaşımın koşullu sisteme ait Merkezi İşlem Birimi (MİB), Rastgele Erişimli Bellek (REB), Depolama Alanı ve İşletim Sistemine ait detayları vermektedir.

Çizelge 5. Oluşturulan çalışmanın test edildiği sisteme ait bilgiler

Sistem Bilgileri	
MİB	Intel i5-10400
REB	16GB
Depolama	256GB SSD
İşletim Sistemi	Windows 10

4. Sonuçlar ve Tartışma

Bu çalışma, meme kanseri teşhisinde yeni bir yaklaşım sunmaktadır. WMKT (Wolberg vd. 1995) veri seti üzerinde uygulanan MAMA yöntemi ile özelliklerin önem dereceleri belirlenmiş ve veri seti daha anlamlı ve etkili hale getirilmiştir. MAMA tarafından sıralanan özellikler, gereksiz karmaşıklığı azaltarak, modelin daha kesin sonuçlar üretmesine katkı sağlamıştır. Daha sonra, bu özelliklerle oluşturulan veri seti, KTB içeren özel bir YSA yapısı ile sınıflandırılmıştır. KTB, uzun vadeli bağımlılıkları yakalama yeteneği, gradyan kaybını azaltma ve daha hızlı işleme gibi avantajlara sahiptir. Bu sayede, meme kanseri iyi huylu ve kötü huylu olarak etkili olarak sınıflandırılabilir. Sonuçlar, önerilen yaklaşımın meme kanseri teşhisinde oldukça başarılı olduğunu göstermektedir. Bu yöntem, tıbbi verileri daha hassas bir

şekilde analiz etme yeteneği sunmaktadır. Bu durum erken teşhislerin ve daha doğru teşhislerin yapılmasına yardımcı olabilir. Böylece hastaların daha erken müdahale ile başarılı tedavi olma olasılığı artar, bu da kanserle mücadelede önemli bir adım olabilir. Sonuç olarak, bu çalışma, MAMA ve KTB yöntemlerin birleşimi ile meme kanseri teşhisinin iyileştirilmesine odaklanmaktadır.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak
Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

5. Kaynaklar

Agarap, A. F. (2018). Deep learning using rectified linear units (relu). ArXiv Preprint ArXiv:1803.08375.

Ahmed, Y. A., Koçer, B., Huda, S., Al-Rimy, B. a. S., & Hassan, M. M. (2020). A system call refinement-based enhanced Minimum Redundancy Maximum Relevance method for ransomware early detection. *Journal of Network and Computer Applications*, 167, 102753.
<https://doi.org/10.1016/j.jnca.2020.102753>

Albadr, M. A. A., Ayob, M., Tiun, S., AL-Dhief, F. T., Arram, A., & Khalaf, S. (2023, April 27). Breast cancer diagnosis using the fast learning network algorithm. *Frontiers in Oncology*, 13.
<https://doi.org/10.3389/fonc.2023.1150840>

Alshayegi, M. H., Ellethy, H., Abed, S., & Gupta, R. (2022, January). Computer-aided detection of breast cancer on the Wisconsin dataset: An artificial neural networks approach. *Biomedical Signal Processing and Control*, 71, 103141.
<https://doi.org/10.1016/j.bspc.2021.103141>

Aswathy, M., & Mani, M. P. (2017). Detection of breast cancer on digital histopathology images: Present status and future possibilities. *Informatics in Medicine Unlocked*, 8, 74–79.
<https://doi.org/10.1016/j.imu.2016.11.001>

Bhardwaj, A., Bhardwaj, H., Sakalle, A., Uddin, Z., Sakalle, M., & Ibrahim, W. (2022). Tree-Based and Machine

learning algorithm analysis for breast cancer classification. *Computational Intelligence and Neuroscience*, 2022, 1–6.

<https://doi.org/10.1155/2022/6715406>

Billah, M., & Waheed, S. (2020). Minimum redundancy maximum relevance (mRMR) based feature selection from endoscopic images for automatic gastrointestinal polyp detection. *Multimedia Tools and Applications*, 79(33–34), 23633–23643.
<https://doi.org/10.1007/s11042-020-09151-7>

Chen, J., Jing, H., Chang, Y., & Liu, Q. (2019). Gated recurrent unit based recurrent neural network for remaining useful life prediction of nonlinear deterioration process. *Reliability Engineering & System Safety*, 185, 372–382.
<https://doi.org/10.1016/j.res.2019.01.006>

Cho, K., Van Merriënboer, B., Gulcehre, C., Bahdanau, D., Bougares, F., Schwenk, H., & Bengio, Y. (2014). Learning Phrase Representations using RNN Encoder-Decoder for Statistical Machine Translation. arXiv (Cornell University).
<https://doi.org/10.48550/arxiv.1406.1078>

Cho, K., Van Merriënboer, B., Bahdanau, D., & Bengio, Y. (2014). On the properties of neural machine translation: Encoder-decoder approaches. arXiv preprint arXiv:1409.1259.

Ding, C., and H. Peng. "Minimum redundancy feature selection from microarray gene expression data." *Journal of Bioinformatics and Computational Biology*. Vol. 3, Number 2, 2005, pp. 185-205.

Freund, Y., Schapire, R.E. (1995). A decision-theoretic generalization of on-line learning and an application to boosting. In: Vitányi, P. (eds) *Computational Learning Theory*. EuroCOLT 1995. Lecture Notes in Computer Science, vol 904. Springer, Berlin, Heidelberg.
https://doi.org/10.1007/3-540-59119-2_166

Goutte, C., & Gaussier, E. (2005). A Probabilistic Interpretation of Precision, Recall and F-Score, with Implication for Evaluation. In Springer eBooks (pp. 345–359).
https://doi.org/10.1007/978-3-540-31865-1_25

Goodfellow, Ian; Pouget-Abadie, Jean; Mirza, Mehdi; Xu, Bing; Warde-Farley, David; Ozair, Sherjil; Courville, Aaron; Bengio, Yoshua (2014). *Generative Adversarial Nets* (PDF). *Proceedings of the International*

- Conference on Neural Information Processing Systems (NIPS 2014). pp. 2672-2680.
- Guo, Z., Xie, J., Wan, Y., Zhang, M., Qiao, L., Yu, J., Chen, S., Li, B., & Yao, Y. (2022). A review of the current state of the computer-aided diagnosis (CAD) systems for breast cancer diagnosis. *Central European Journal of Biology*, 17(1), 1600–1611.
<https://doi.org/10.1515/biol-2022-0517>
- Huang, Z., & Chen, D. (2022). A breast cancer diagnosis method based on VIM feature selection and hierarchical clustering Random Forest algorithm. *IEEE Access*.
<https://doi.org/10.1109/access.2021.3139595>
- Jalalian, A., Mashohor, S., Mahmud, R., Saripan, M. I., Ramli, A. R., & Karasfi, B. (2013). Computer-aided detection/diagnosis of breast cancer in mammography and ultrasound: a review. *Clinical Imaging*, 37(3), 420–426.
<https://doi.org/10.1016/j.clinimag.2012.09.024>
- Karita, S., Chen, N., Hayashi, T., Hori, T., Inaguma, H., Jiang, Z., Someki, M., Soplín, N. E. Y., Yamamoto, R., Wang, X., Watanabe, S., Yoshimura, T., & Zhang, W. (2019). A Comparative Study on Transformer vs RNN in Speech Applications. 2019 IEEE Automatic Speech Recognition and Understanding Workshop (ASRU).
<https://doi.org/10.1109/asru46091.2019.9003750>
- Kingma, D. P., & Ba, J. (2014). Adam: A method for stochastic optimization. *arXiv preprint arXiv:1412.6980*.
- Lewis, H. G., & Brown, M. (2001). A generalized confusion matrix for assessing area estimates from remotely sensed data. *International Journal of Remote Sensing*, 22(16), 3223–3235.
<https://doi.org/10.1080/01431160152558332>
- Mohammad, W. T., Teete, R., Al-Aaraj, H., Rubbai, Y., & Arabyat, M. M. (2022b). Diagnosis of Breast Cancer Pathology on the Wisconsin Dataset with the Help of Data Mining Classification and Clustering Techniques. *Applied Bionics and Biomechanics*, 2022, 1–9.
<https://doi.org/10.1155/2022/6187275>
- Nitish, S., Geoffrey, H., Alex, K., Ilya, S., and Ruslan, S. (2014). Dropout: a simple way to prevent neural networks from overfitting. *J. Mach. Learn. Res.* 15, 1 (January 2014), 1929-1958.
- Nurdian, S. W., Adu, N., Palupi, I. R., & Raharjo, W. (2016). Comparison tomography relocation hypocenter grid search and guided grid search method in Java island. *Journal of Physics: Conference Series*, 776, 012113.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/776/1/012113>
- Rasool, A., Bunternghit, C., Luo, T., Islam, M. R., Qu, Q., & Jiang, Q. (2022). Improved Machine Learning-Based Predictive Models for breast cancer diagnosis. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 19(6), 3211.
<https://doi.org/10.3390/ijerph19063211>
- Roujol, S., Weingärtner, S., Foppa, M., Chow, K., Kawaji, K., Ngo, L., Kellman, P., Manning, W. J., Thompson, R. B., & Nezafat, R. (2014). Accuracy, Precision, and reproducibility of four T1 mapping sequences: A Head-to-Head comparison of MOLLI, ShMOLLI, SASHA, and SAPPHIRE. *Radiology*, 272(3), 683–689.
<https://doi.org/10.1148/radiol.14140296>
- Sahoo, S. K., Saha, A. K., Ezugwu, A. E., Agushaka, J. O., Abuhaija, B., Alsoud, A. R., & Abualigah, L. (2022). Moth Flame Optimization: Theory, modifications, hybridizations, and applications. *Archives of Computational Methods in Engineering*, 30(1), 391–426.
<https://doi.org/10.1007/s11831-022-09801-z>
- Sahu, Y., Tripathi, A., Gupta, R. K., Gautam, P., Pateriya, R. K., & Gupta, A. (2022). A CNN-SVM based computer aided diagnosis of breast Cancer using histogram K-means segmentation technique. *Multimedia Tools and Applications*, 82(9), 14055–14075.
<https://doi.org/10.1007/s11042-022-13807-x>
- Sajjad, M., Khan, Z. A., Ullah, A., Hussain, T., Ullah, W., Lee, M. Y., & Baik, S. W. (2020). A novel CNN-GRU-Based hybrid approach for Short-Term residential load Forecasting. *IEEE Access*, 8, 143759–143768.
<https://doi.org/10.1109/access.2020.3009537>
- Sendra, A. L., Carrasco, A., Martín, A. J., & De Las Heras, A. (2019). The impact of class imbalance in classification performance metrics based on the binary confusion matrix. *Pattern Recognition*, 91, 216–231.
<https://doi.org/10.1016/j.patcog.2019.02.023>
- Shahid, F., Zameer, A., & Muneeb, M. (2020). Predictions for COVID-19 with deep learning models of LSTM, GRU and Bi-LSTM. *Chaos Solitons & Fractals*, 140, 110212.
<https://doi.org/10.1016/j.chaos.2020.110212>
- Shewalkar, A. N., Nyavanandi, D., & Ludwig, S. A. (2019). Performance evaluation of deep neural networks applied to speech recognition: RNN, LSTM and GRU.

Journal of Artificial Intelligence and Soft Computing Research, 9(4), 235–245.

<https://doi.org/10.2478/jaiscr-2019-0006>

Sherstinsky, A. (2020). Fundamentals of Recurrent Neural Network (RNN) and Long Short-Term Memory (LSTM) network. *Physica D: Nonlinear Phenomena*, 404, 132306.

<https://doi.org/10.1016/j.physd.2019.132306>

Suresh, T., Brijet, Z., & Subha, T. D. (2022, November 2). Imbalanced medical disease dataset classification using enhanced generative adversarial network. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 1–17.

<https://doi.org/10.1080/10255842.2022.2134729>

Toğaçar, M., Ergen, B., & Cömert, Z. (2020). Detection of lung cancer on chest CT images using minimum redundancy maximum relevance feature selection method with convolutional neural networks. *Biocybernetics and Biomedical Engineering*, 40(1), 23–39.

<https://doi.org/10.1016/j.bbe.2019.11.004>

Wolberg, W., Mangasarian, Olvi, Street, Nick, and Street, W.. (1995). Breast Cancer Wisconsin (Diagnostic). UCI Machine Learning Repository. <https://doi.org/10.24432/C5DW2B>.

Yusoff, M., Haryanto, T., Suhartanto, H., Mustafa, W. A., Zain, J. M., & Kusmardi, K. (2023). Accuracy Analysis of deep learning methods in breast Cancer Classification: A Structured review. *Diagnostics*, 13(4), 683.

<https://doi.org/10.3390/diagnostics13040683>

Yu, B., Xie, H., & Xu, Z. (2023b). PN-GCN: Positive-negative graph convolution neural network in information system to classification. *Information Sciences*, 632, 411–423.

<https://doi.org/10.1016/j.ins.2023.03.013>

İnternet kaynakları

1. Breast Cancer Dataset, <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/breast-cancer> (12.07.2023.).

Gerçek Zamanlı Kusur Tespiti: LPG Tüplerinin Yüzeylerinde Kirlilikleri Tanımlama için Görüntü İşleme ve Makine Öğrenimi Teknikleri ile Yenilikçi Bir Yaklaşım

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 21.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Real-Time Defect Detection: An Innovative Approach to Identifying Surface Impurities on LPG Cylinders Using Image Processing and Machine Learning Techniques

Hikmetcan ÖZCAN^{1*}, Tuğrul Hakan GENÇTÜRK¹, Gülay GENÇ¹, Taha Erdem YILDIRIM², Fatih DURMUŞ², Atakan GÜRLEYEN²

¹ Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye.

² Aygaz Anonim Şirketi, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Kusur tespiti yapan sistemlerin tasarımındaki en büyük zorluklardan biri tasarlanan sistemin ne tür kusurlar üzerinde kullanılacağı ve hangi görüntü işleme yöntemlerini kullanacağı belirsizliğidir. Çizik çeşitleri, farklı türde yüzey aşınmaları ve gerçek zamanlı işleme ihtiyacı görüntü işleme ile yapılan kusur tespitinin önündeki zorlayıcı etmenlerden bazılarıdır. Tipik olarak, kusur analizi problemlerini ele almak için istatistiksel, spektral ve model tabanlı yaklaşımlar kullanılabilir. Model tabanlı tekniklerin güçlü bir alt kümesi olan makine öğrenimi, kusur analizinde giderek daha popüler hale gelmiştir. Bu çalışmada LPG dolum tesislerinde kullanılan LPG tüplerinin yüzeylerinde meydana gelen bozulmaların ve kusurların tespit edilmesi amaçlanmıştır. Meydana gelen bozulmalar tüplerin okunabilirliğini azalttığı gibi tüp okuma işlemlerinin doğruluğunu da azaltmaktadır bu sebeple bu bozulmaların tespit edilmesi sistemin doğruluğu açısından büyük önem taşımaktadır. Gerçek zamanlı çalışma hızına sahip olması amacıyla görüntü işleme ve makine öğrenmesi algoritmaları kullanılan yöntem bu yönüyle literatürdeki diğer çalışmalardan ayrılmaktadır. Yöntem, fabrika ortamında oluşturulan veri seti üzerinde uygulanmıştır. Çalışmamızda, temiz olarak tanımlanan LPG tüpleri için kirlilik oranı 2%'den düşük bulunmuştur ve bu tüplerin doğruluk değerlerinin standart sapması ortalama 0.27'dir. Buna karşılık, kirliliği olarak tanımlanan tüplerde ortalama kirlilik oranı 18% olarak tespit edilmiş ve bu tüplerin standart sapması 2.03 olarak hesaplanmıştır.

Anahtar Kelimeler Gerçek zamanlı kusur tespiti; Görüntü İşleme; LPG Tüpü; Makine öğrenmesi

Abstract

One of the primary challenges in designing defect detection systems lies in the uncertainty surrounding the types of defects the system will address and the image processing methods to be employed. Challenges such as variations in scratches, different kinds of surface wear, and the requirement for real-time processing often complicate defect detection via image processing. Typically, defect analysis can be approached using statistical, spectral, or model-based methods. Among these, machine learning a robust subset of the model-based techniques has gained significant traction in defect analysis. This study aims to identify deteriorations and defects on the surfaces of LPG cylinders used at LPG filling stations. Such deteriorations not only diminish the readability of these cylinders but also adversely affect the accuracy of cylinder reading operations. Consequently, detecting these imperfections is crucial for maintaining system accuracy. Uniquely, our method incorporates both image processing and machine learning algorithms to achieve real-time operational speeds, setting it apart from other literature. This methodology was tested on a dataset generated in an industrial setting. In our study, the dirtiness rate for LPG cylinders identified as clean was below 2%, and the average standard deviation of accuracy values for these cylinders was 0.27. In contrast, the average dirtiness rate for cylinders identified as dirty was 18%, with a higher standard deviation of 2.03.

Keywords Real time defect detection; Image processing; Gas cylinder; Machine learning

1. Giriş

Teknolojinin gelişmesine paralel olarak, fabrikalarda büyük miktarda ürünün kısa zamanda üretilmesini

sağlayan seri üretim sistemleri kurulmuştur. Dolayısıyla seri üretim yapan sistemlerdeki ürünlerin kalite kontrolü çok önemli hale gelmiştir (Yorgos et al. 1999). Endüstriyel

ürünlerin kalite denetimi için otomatik hata tespit sistemlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Hata kontrol sistemlerinde, kusurlu yüzeylerin görüntü işleme yöntemleri ile tespit edilmesi son zamanlarda popüler hale gelmiştir. Geleneksel görüntü işleme teknikleri belirli bir problem sınıfını çözmeye faydalıdır ancak bu görüntü işleme teknikleri gürültüyü, aydınlatma koşullarındaki değişiklikleri ve karmaşık dokulara sahip arka planları ele almaz. Günümüzde kusurların yoğunluk, şekil ve boyut gibi birçok değişkeni bulunduğu geniş varyasyonlara uyum sağlayan yöntemlerin geliştirilmesi ihtiyacı ortaya çıkmıştır (Prahari et al. 2021).

Görüntü işleme yönteminin seçilmesi, kusur tespiti yapan sistemlerin tasarımındaki en büyük zorluklardan biridir. Çizik çeşitleri, farklı türde yüzey aşınmaları ve gerçek zamanlı işleme ihtiyacı görüntü işleme ile yapılan kusur tespitinin önündeki zorlayıcı etmenlerden bazılarıdır. Tipik olarak, kusur analizi problemlerini ele almak için istatistiksel, spektral ve model tabanlı yaklaşımlar kullanılabilir. Model tabanlı tekniklerin güçlü bir alt kümesi olan makine öğrenimi, kusur analizinde giderek daha popüler hale gelmiştir. Makine öğreniminin amacı, sonraki işlemler için doğru yargılarda veya tahminlerde bulunmak amacıyla verileri değerlendirmek ve onlardan öğrenmektir. Bu yaklaşım yassı çelik yüzeylerde kusur tanımlama için de önerilmiştir (Ajay 2008).

Demir çelik sektörüne hâkim olan ve tüm ürünlerin 65% inden fazlasını oluşturan yassı çelik, mimari, uçak, makine, otomobil vb. birçok endüstrinin önemli bir bileşenidir. Ana malzemesi yassı çelik olan LPG tüp endüstrisi, üretim ve otomasyon aşamalarında yenilikçi yaklaşımlarıyla dinamikliğini koruyan bir sektördür.

Bu çalışma, çelik LPG tüplerinin üzerindeki kirli bölgelerin tespiti ve bu bölgelerin kirlilik oranının hesaplanması amaçlanmaktadır. Bu amaçla görsel kusur olarak nitelenen kirliliği tanımlamadaki en son teorik ve algoritmik yöntemlere odaklanmaktadır. Çalışmanın uygulanacağı ortamı ve kurulan sistemin gereksinimleri göz önünde bulundurularak hızlı ve düşük maliyetli bir algoritmaya ihtiyaç olması sebebiyle literatürde yer alan derin öğrenme yöntemleri yerine hibrit şekilde makine öğrenme yöntemleri tercih edilerek yenilikçi bir yaklaşım ortaya çıkarmak istenmiştir. Belirlenen yöntemlerin uygulanacağı görüntüler fabrika ortamında gerekli koşulları sağlayan sabit bir kamera kullanılarak elde edilmiştir. Görüntüler ilk yaklaşım olan SURF Algoritmasından geçerek bir çıktı oluşturur. Bu çıktıyı ikinci yaklaşım olan DBSCAN Algoritması, girdi olarak alır.

Sonuç olarak almış olduğumuz görüntüler üzerinde iki farklı yaklaşımın ortak ürünü olarak bir kirlilik oranına ulaşılmış olunur. Literatürdeki yöntemler bir sonraki başlık altında incelenmiştir. Kullandığımız yöntemler ayrıntılı olarak metod başlığı altında açıklanmıştır. Deneysel sonuçlar adlı başlıkta yapılan çalışmada elde edilen verilerin ayrıntılarına yer verilmiştir. Tartışma ve sonuç başlığı altında bu çalışmayla ilgili tartışma ve elde edilen sonuçlar sunulmuştur.

2. Literatür Taraması

Mevcut literatürde kusur tespiti için kullanılan yöntemler, esas olarak geleneksel yaklaşımlar ve derin öğrenme tabanlı yaklaşımlar olmak üzere iki ana kategoriye ayrılır (Luo et al. 2020).

2.1. Geleneksel yaklaşımlar

Geleneksel kusur tespit yaklaşımları, genellikle önceden belirlenmiş algoritmalar ve kurallar setine dayanır. Bu yaklaşımlar, belirli bir kusur türünü tanımak için özelleştirilmiş matematiksel ve istatistiksel teknikler kullanır. Geleneksel teknikler arasında kenar tespiti, doku analizi, morfolojik işlemler ve filtreleme yöntemleri bulunur. Bu teknikler, görüntü işleme ve sinyal işleme alanlarında yaygın olarak kullanılır (Luo et al. 2020).

2.1.1. İstatistiksel

Domen et al. (2020), yüzey bozulmalarını tespit etmek ve bunları bölümlere ayırmak için segmentasyon tabanlı yeni bir yöntem önermişlerdir. Bu yöntem, örnek olarak yüzey çatlaklarının tespiti probleminin çözümü için uygulanmıştır. Önerdikleri yöntem, diğer derin öğrenme yöntemlerinden farklı olarak az sayıda veri ile eğitilerek yüksek doğruluk değerlerine ulaşabilmektedir. Mimarının doğrulanması için bir açık kaynak veri seti kullanılmıştır ve sonuç olarak güncel metotlardan daha iyi bir doğruluk değeri elde edilmiştir. Doğrulama eğitimi sırasında az sayıda kusurlu görüntü örneği ile oluşturulan model kullanılmıştır.

Guifang et al. (2008) sıcak haddelenmiş çelik şeritlerin zamanla artan üretim hızının sonucunda şeritler üzerindeki kusurların insan gözüyle görme zorluğu problemi üzerine görüntü işleme yöntemlerini kullanarak bir çözüm önermişlerdir. Yöntem, ortalama 88.18% gibi bir başarı elde etmiştir. Algoritmanın zorlandığı durumlar olması sebebiyle üzerine geliştirme yapılması gerektiği açıklanmıştır.

Mohammad et al. (2008) çelik yüzeylerinde bulunan delik, çizik, kırılma ve pası tespit etmek ve sınıflandırmak için görüntü işleme yöntemlerini kullanarak bir yöntem önermiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde yöntemin ortalama 86.77% doğrulukla tespit ettiğini göstermiştir. Kullanılan veri setinin çok az miktarda veri içermesi sebebiyle bu çalışmanın yeterli doğruluğu vermediği görülmüştür.

2.1.2. Spektral

Yorgos et al. (1999) yaptıkları çalışma, seri üretim sistemlerindeki en iyi denetim senaryosunu ele almıştır. Bu çalışmada, bir insanın gözünün mevcut kusurların sadece %60'ını tespit edebileceği vurgulanmıştır. Bu bağlamda, tipik bir LPG tüp dolum hattının genişliği 410 mm'dir ve 0.2 ile 0.25 m/s hız aralığında hareket eder. Bu hat üzerinden alınan görüntülerin çözünürlüğü, denetim sonuçlarının kalitesini doğrudan etkileyebilir. Yüksek çözünürlüklü görüntüler kullanılarak, insan gözünün kaçırabileceği kusurların daha etkin bir şekilde tespit edilmesi mümkün olabilir.

Sakhare et al. (2015), kumaş kusur tespiti için insan maliyetini ve zaman kaybını azaltmak için güçlü ve etkin kumaş kusur tespit algoritmalarına ihtiyaç duyulduğunu belirtmiştir. Makalede, kumaş kusurlarını tespit etmek için Spektral alan yaklaşımı Hızlı Fourier Dönüşümü (FFT), Ayrık Kosinüs Dönüşümü (DCT), dalgacık ve Gabor filtresinifiltresi, morfolojik işlemler ve istatistiksel işlemleri kullanmışlardır. Bu yaklaşımların, geleneksel insan görsel muayenesine kıyasla daha etkin, maliyet açısından daha verimli ve zaman kaybının azaltıldığını vurgulamışlardır.

2.1.3. Model Tabanlı

Fernando et al. (2006) karmaşık şekilli metalik yüzeylerin otomatik görsel tanıma üzerine Temel Bileşen Analizine (TBA) dayalı bir görünüm tabanlı yöntem önermiştir. Bu yöntemin eksikliği, TBA yöntemlerinde önemli çevrim dışı maliyetler ortaya çıkmasından kaynaklanmaktadır.

Ayed et al. (2006) Weibull dağılımını denetimsiz görüntü bölütleme ve sınıflandırmada kullanmıştır. Yöntem SAR ve gerçek görüntüler üzerinde uygulanmıştır. Yöntem ortalama 94.99% doğru sınıflandırılmıştır fakat bu yöntemin gerçek zamanlı uygulanabilir olması tartışılmaktadır.

Heying et al. (2017) çelik yüzey kusurlarını denetimsiz bir şekilde tespit etmek için yeni bir Haar-Weibull-Varyans

(HWV) modeli önermiştir. Önerilen yöntemin homojen görüntüler üzerinde ortalama 96.2% doğru tespit oranı sunmuştur fakat görüntü çeşidinin artırılması gerekmektedir.

2.1.4. Makine Öğrenmesi

Hongwen et al. (2020) yüzey kusurlarının tespiti için otomatik bir kusur tespit ağı önermiştir. Yöntemin uygulandığı veri sayısının ve çeşitliliğinin sınırlı olması nedeniyle bazı kusurlar yanlış tespit edilmiştir. Bu yöntem gerçek zamanlı uygulamak için yeterli değildir.

Waleed et al. (2019) sıcak haddelenmiş çelik şeritlerin yüzey kusurlarını tespit etmek için ayrık shearlet dönüşümü (DST) ve gri seviye birlikte oluşum matrisinin (GLCM) kullanımını birleştiren bir yöntem sunmuştur. Önerilen yöntem, gri tonlamalı görüntülerden oluşan veri seti üzerinde ortalama 96% oranında doğrulukla tespit etmiştir.

2.1. Derin öğrenme tabanlı yaklaşımlar

Derin öğrenme tabanlı yaklaşımlar, büyük veri setleri üzerinde eğitilen yapay sinir ağlarına dayanır. Bu yöntemler, özellik çıkarımını ve kusur tespitini otomatik olarak gerçekleştirir. Evrimsel sinir ağları (CNN), geri beslemeli sinir ağları (RNN) ve otomatik kodlayıcılar gibi teknikler yer alır. Bu yöntemler, genellikle görüntü ve video analizi, ses tanıma ve doğal dil işleme gibi alanlarda kullanılır. Derin öğrenme tabanlı yöntemler, karmaşık ve değişken veri setlerini işleyebilir ve yeni kusur türlerine karşı daha esnek olabilir. Bununla birlikte, büyük miktarda eğitim verisi gerektirir ve modelin karar verme süreci geleneksel yöntemlere göre daha az şeffaf olabilir (Luo et al. 2020).

Jakob et al. (2021) kusurlu görüntüler üzerindeki kullanılabilir değişkenler ile endüstriyel kalite kontrol problemlerine faydalı olacak bir derin öğrenme yöntemi üzerinde çalışmıştır. Bu yöntemin mimarisi kusur bölütleme ve sınıflandırma sonuçları veren iki alt ağdan oluşmaktadır. Yöntem, iki farklı açık kaynak veri seti üzerinde denenmiş olup buna ek olarak çeşitli kusurları içeren yeni bir veri seti sunulmuştur. Üzerinde durulan yöntemin tam denetimli ve az denetimli ortamlarda iyi sonuç verdiğini gözlemlemişlerdir. Seçilen bir veri setinde en yüksek 98.74% doğruluk oranına ulaşırken diğer veri setlerinde 100% doğruluk oranı görüldüğü belirtilmiştir. Bu oranların oldukça yüksek ve gerçekçi olmaması sebebiyle güven vermemektedir.

Xing et al. (2020) veri kümelerine dayalı kusur tespitinde olumlu sonuçlar veren bir öğrenme tabanlı yöntem üzerinde çalışmıştır. Wasserstein Üretken Düşman Ağları (WGAN'lar), özellik çıkarma tabanlı transfer öğrenme teknikleri ve çok modellenli topluluk modelleriyle çalışılan yöntemde dengesiz ve nadir ortaya çıkan kusurlar üzerinde başarılı sonuçlar verdiği görülmüştür. Yapılan tespit çalışmalarında 93.37% doğruluk oranına ulaşırken geleneksel bilgisayarlı görü yöntemleri aynı koşullar altında daha kötü sonuçlar vermiştir.

Ling et al. (2020) yüzeylerdeki kusur tespiti için Mask R-CNN'in bir geliştirilmiş hali olan görüntü piramidi ve konvolüsyonel sinir ağının birleştirilmiş modeli üzerine çalışmıştır. Model eğitimi için bir açık kaynak veri seti kullanılmıştır. Yapılan çalışmalar küçük bir veri seti kullanılarak yüksek hassasiyet ve duyarlılık değerleri ile başarıya ulaşılmıştır. Son teknoloji yöntemlerle yapılan karşılaştırma sonucu IPCNN'in umut verici sonuçlar göstermiştir fakat veri setinin küçüklüğü sebebiyle güvenilir bir sonuç olduğunu göstermemektedir.

Daniel et al. (2016) CNN kullanarak görsel kusur tespitinde bir yaklaşım önermiştir. Verilen yöntem, ortalama 97.6% doğru tespit oranına ulaşmıştır. Derin bir mimaride büyük miktarda eğitim verisi gerektiğinden bu yöntemin dezavantajı maliyetli olmasıdır.

Je-Kang et al. (2016) otomatik yüzey kusur tespiti için CNN tabanlı bir yöntem önermiştir. Yöntem, kusur tespitinde belirli yüzeylerde 98% oranında başarı göstermiştir. Farklı çeşit yüzeylerde bu oran düşmektedir ve veri sayısı azlığından dolayı gerçek zamanlı uygulanmasını zorlaştırmaktadır.

Young-Jin et al. (2017) beton yüzeyindeki çatlak kusurlarını tespit etmek için CNN mimarisi tabanlı bir yöntem önermiştir. Kullanılan yöntem oluşturulan veri seti üzerinde 97.95% oranında doğru tespit bulunmuştur. Fakat bu yöntem veri sayısının azlığı ve gerçek zamanlı tespit için yeterli hızda olmaması sebebiyle yeterli bulunmamıştır.

Makaledeki yöntem, derin öğrenme yerine geleneksel görüntü işleme ve makine öğrenmesi tekniklerini kullanarak gerçek zamanlı çalışma hızına ulaşmayı başarmıştır. Derin öğrenme modelleri, genellikle büyük miktarda veri ve yoğun hesaplama kaynakları gerektirir, bu da gerçek zamanlı uygulamalar için pratik olmamaktadır. Buna karşılık, makalede kullanılan geleneksel makine öğrenmesi yöntemleri, daha az hesaplama kaynağı gerektirmekte ve genellikle daha hızlı olmaktadır. Bu özellikler, gerçek zamanlı uygulamalar için

daha uygundur. Yöntem, kümeleme algoritmaları aracılığıyla özellik çıkarımını içermektedir ve bu özellikler kusur tespiti için kullanılmaktadır. Bu yöntemin avantajı, daha az sınıflandırılmış veriye ihtiyaç duyması ve eğitim sürecini hızlandırmasıdır. Ayrıca, maliyet ve zaman açısından daha verimlidir, çünkü derin öğrenme modellerinin eğitimi ve uygulanması genellikle daha pahalı ve zaman alıcıdır. Bu özellikler, makaledeki yöntemin literatürdeki diğer yöntemlerden farklılaşmasını sağlamaktadır.

3. Metod

Bu çalışmada LPG tüplerinin üzerindeki kirli bölgelerin tespiti ve bu bölgelerin kirlilik oranının hesaplanmasında hızlı ve düşük maliyetli bir algoritmaya ihtiyaç olması sebebiyle makine öğrenme yöntemleri tercih edilmiştir. Çalışmada, kendi oluşturduğumuz veri seti kullanılmıştır. Belirlenen yaklaşımlara girdi olarak alınacak görüntülerin elde edilmesi için 5 MP, CMOS, 2448x2048 çözünürlük, monochrome, 22 fps özelliklere sahip bir kamera seçilmiştir ve LPG tüplerinin geçtiği tablalı konveyör hattının üzerine 90° açıyla LPG tüp yüzeyinden 380 mm uzaklığa sabitlenmiştir. Çapı 360 mm olan LPG tüpü tabla üzerinde 110° açısal hızla döndürülürken 60° aralıklarla anlık olarak görüntüler alınmıştır. Her LPG tüpü, hattın üzerinde yatay bir pozisyonda 5 tur döndürülmüş ve toplamda 840 adet tüp yüzey görüntüsü elde edilmiştir. Bu görüntüler ile oluşturulan veri seti Şekil 1'de gösterilmiştir.



Şekil 1. Veri Seti Örneği

Makalede incelenen tüp görüntülerinin elde edildiği hat sistemi, tesisin günlük operasyonlarının bir parçası değildir. Ar-Ge merkezinde yer alan özel bir geliştirme hattında gerçekleştirilmektedir. Bu özel hattın kullanımı, test sürecinin tesisin genel iş akışını etkilememesi için uygulanmıştır. Testlerin hızlı ve verimli bir şekilde tamamlanması gerekmektedir, çünkü Ar-Ge hattının akıcı ve kesintisiz çalışması önemlidir. Bu bağlamda, önerilen yöntemin hız ve verimlilik açısından tesisin mevcut işleyişi ile uyumlu olup olmadığını değerlendirmek önem taşımaktadır. Geliştirdiğimiz sistem, gerçek zamanlı çalışma yeteneğine sahip olduğundan Ar-Ge merkezindeki

geliştirme hattında uygulanması için elverişlidir. Bu özellik sistemin, hattın akıcı ve verimli işleyişine müdahale etmeden tüp yüzeyindeki kusurları etkin bir şekilde tespit etmesini sağlamaktadır. Bu; sistemin, tesisin mevcut iş akışına entegre edilebileceğini ve verimli bir şekilde çalışabileceğini göstermektedir.

Hat üzerinden elde edilen LPG tüplerinin görüntüleri, alt ve üst kısım olarak ele alınması için görüntü kesme işlemi uygulanmıştır. Kesme işlemi sonrasında elde edilen her bir görüntü için ayrı ayrı kirlilik oranı elde eden algoritmalar aşağıda ayrıntılı olarak açıklanmıştır. Çalışma 24GB RAM GTX1060 6GB GPU ve i7-4770k işlemciye sahip bir sunucu kullanılarak yapılmıştır. Geliştirme dili olarak Python tercih edilmiştir.

3.1. SURF algoritması

Bay et al. (2006) tarafından geliştirilen SURF (Speeded Up Robust Features) algoritması, görüntülerde yerel özelliklerin tespiti, benzerliklerin belirlenmesi ve görüntüler arasında karşılaştırma yapılması için kullanılan hızlı ve etkili bir yöntemdir. Bu algoritma, özellikle Hessian matrisi yaklaşımını ve kutu filtrelerini kullanarak hızlı hesaplamalar yapabilme kapasitesine sahiptir. Bu özellikleri sayesinde, SURF algoritması nesne tespiti ve nesne takibi gibi gerçek zamanlı uygulamalar için idealdir. Diğer özellik tespit algoritmaları olan SIFT (Scale-Invariant Feature Transform) ve ORB (Oriented FAST and Rotated BRIEF) ile kıyaslandığında, SURF endüstriyel kusur tespitinde belirgin avantajlar sunar. Özellikle, 'hessianThreshold' parametresi sayesinde SURF, daha fazla ve daha kaliteli özellikleri tespit edebilir. Yüzey kusurlarının çeşitliliği ve karmaşıklığı dikkate alındığında bu özellik önemlidir. Ayrıca, SURF'un yüksek hızı ve düşük hafıza gereksinimi, büyük veri setleri ve gerçek zamanlı uygulamalar için ideal kılar. Bu avantajlar, özellikle hızlı hareket eden nesnelerin tespiti ve kusurların doğru bir şekilde sınıflandırılması gereken durumlar için kritik öneme sahiptir.

Çalışmamızın ilk aşaması olan kirliliğin tespitinde hızı ve ayırt etmedeki yüksek performansı sebebiyle bu algoritma kullanılmıştır. SURF dedektörü ile LPG tüpü üzerinde bozulmaya uğramış $X = (x,y)$ noktasının Hessian matrisi (1) formülündeki gibi oluşturulur:

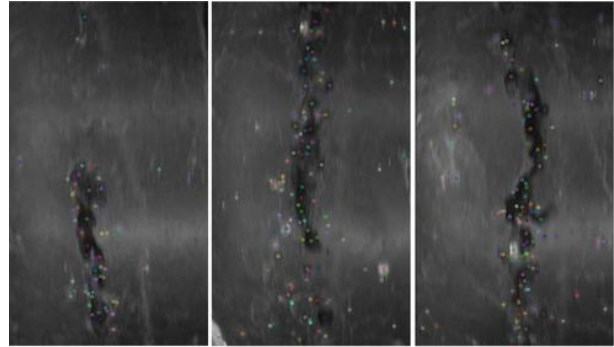
$$H(x, \sigma) = \begin{bmatrix} L_{xx}(x, \sigma) & L_{xy}(x, \sigma) \\ L_{xy}(x, \sigma) & L_{yy}(x, \sigma) \end{bmatrix} \quad (1)$$

SURF algoritması integral görüntüsü kavramını ortaya koyar ve görüntü piramidinin yerini almak için değişken boyutta kutu filtreleme kullanır. Görüntü bulanıklığının

kaynağı, görüntünün ortalama veya integral işleminden kaynaklandığından, görüntüde herhangi bir yönde uzanan kenarları ve bulanık konturları SURF algoritması ile tespit edilebilmektedir. Şekil 2'de görüldüğü üzere kirliliğin bozulmuş noktalar SURF algoritması ile tespit edilebilmektedir. Görüntü özellik noktalarını seçmek için, orijinal görüntü her pikselin Hessian matrisi kullanılarak değiştirilmelidir. Ağırlık, yaklaşım kaynaklı sapmayı azaltır ve diskriminant (2) formülündeki gibidir:

$$\det(H_{approx}) = L_{xx}L_{yy} - (0.9L_{xy})^2 \quad (2)$$

Noktanın bir ilgi noktası olup olmadığına 3. Denklemin pozitif ve negatif sonuçlarına göre karar verilmektedir. İlgili noktanın büyüklüğü ile üç boyutlu alanındaki çeşitli ölçek uzaylarının çevresinde bulunan diğer 26 noktanın büyüklükleri arasında bir karşılaştırma yapılır. Eğer ilgili nokta en büyük özdeğere sahip komşuluktaki nokta ise, o zaman bölgedeki özellik noktası olarak kabul edilir. Bulunan noktalar literatürdeki kümeleme algoritmaları ile kümelenecek ve bu kümelerin oluşturduğu konveks alanlar kullanılarak bir kirlilik oranı hesaplanacaktır.



Şekil 2. Kirliliğin görüntüsü SURF algoritması örnek çıktıları

3.1. DBSCAN algoritması

DBSCAN (Density Based Spatial Clustering of Applications with Noise), Ester et al. (1996) tarafından geliştirilen, veri madenciliği ve makine öğreniminde yaygın olarak kullanılan popüler bir veri kümeleme algoritmasıdır. DBSCAN, uzaklık ölçümü ve belirlenen minimum nokta sayısına dayanarak birbirine yakın olan noktaları gruplandırır. Çalışmamızda, SURF algoritması ile işaretlenmiş alanların kümelenebilmesi için DBSCAN Algoritması tercih edilmiştir. Bu algoritma, veri noktalarının yoğunluğuna dayalı olarak kümeler oluşturur ve önceden belirlenmiş bir küme sayısına ihtiyaç duymaz. Bu özellik, özellikle standart dışı şekil ve boyutlardaki kusurların tespiti için oldukça önemlidir. DBSCAN ayrıca gürültüye ve aykırı değerlere karşı dayanıklıdır, bu da endüstriyel ortamlarda sıkça karşılaşılan zorlu veri koşullarında büyük bir avantaj sağlar. K-means ve benzeri

yöntemler lineer kümeleme yaparken, DBSCAN, değişken veri yapıları ve daha karmaşık modellerle daha iyi çalışır. Bu, çeşitli endüstriyel uygulamalar için esnek ve etkili çözümler sunar.

Algoritmanın başlangıç noktası görüntü üzerindeki herhangi bir işaretlenmiş noktadır. Bir sonraki adım bu noktaya Epsilon (ϵ) uzaklıkta olan noktaları bulmaktır. Amaç (3) formülüne dayalı $N\epsilon(p)$ komşuluk yarıçapı içindeki toplam veri noktası sayısını elde etmektir:

$$N\epsilon(p) = \{q \in D \mid \text{dist}(p, q) \leq \epsilon\} \quad (3)$$

$N\epsilon(p)$ ve MinPts arasında yapılan karşılaştırma, MinPts > $N\epsilon(p)$ ise p'yi gürültü olarak algılayacak şekilde veri noktalarının durumunu belirlemek içindir. Ve eğer MinPts $\leq N\epsilon(p)$ ise, o zaman işaretlenen noktayı başka bir kümeye ayıracaktır. Bu yöntem, tüm küme noktaları tespit edilene kadar p'nin komşuluğundaki tüm noktalar için devam edecektir.

Bu kümelemeden sonra, tüm noktalar Şekil 2'de görüldüğü gibi etiketlenene kadar algoritmaya devam edilir. Bu algoritmada iki nokta arasındaki mesafe Öklid mesafesine göre hesaplanır. Bir önceki adımdaki özellik seçimine göre, bu aşağıdaki (4) formülünden elde edilir:

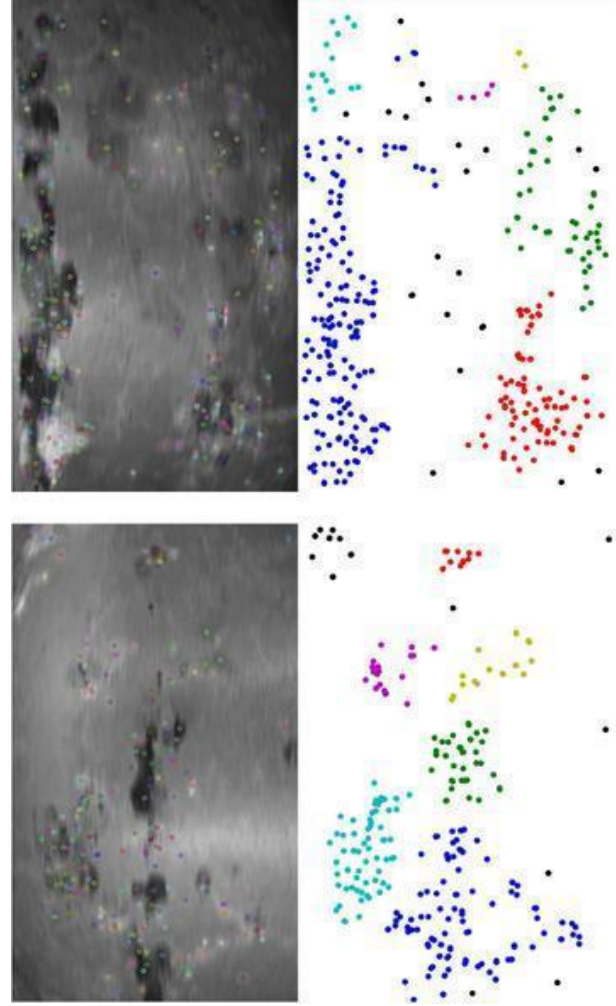
$$\text{dist}(p, q) = \sqrt{(q_t - p_t)^2 + (q_h - p_h)^2 + (q_v - p_v)^2} \quad (4)$$

DBSCAN'ın parametreleri Epsilon ve MinPts'dir. DBSCAN'ın doğruluğu girdi parametrelerine bağlıdır. Yoğunluk tabanlı teknikte, anomalileri tanımlamak için en az iki kümeye ihtiyacımız vardır (Mohammad and Davud 2014). Bu kümeler: kümenin içindeki noktalar (çekirdek noktalar) ve kümenin sınırındaki noktalardır (sınır noktaları). Genelde bir sınır noktası komşu sayısı çekirdek noktasının komşu sayısından daha az olmaktadır. Bu sebeple aynı kümeye ait tüm noktaları bir kümede toplamak için minimum nokta sayısının düşük tutulması gerekmektedir. Optimum DBSCAN giriş parametresi yapılan hesaplamalar sonucunda SURF Algoritmasının çıktısının anahtar nokta sayısı tespit edilen eşik değeri olan 375'ten fazla ise ($\epsilon = 40$, MinPts = 3) düşük ise denklem (5)'te gösterildiği gibi ($\epsilon = 20$, MinPts = 3) olarak belirlenmiştir.

$$\begin{cases} \epsilon = 20, S > 375 \\ \epsilon = 40, S \leq 375 \end{cases} \quad (5)$$

Denklemden verilen S değişkeni, SURF çıktısından elde edilen anahtar nokta sayısını ifade etmektedir. Şekil 3'te

DBSCAN algoritmasından elde edilen kümeleme sonuçları gösterilmektedir.

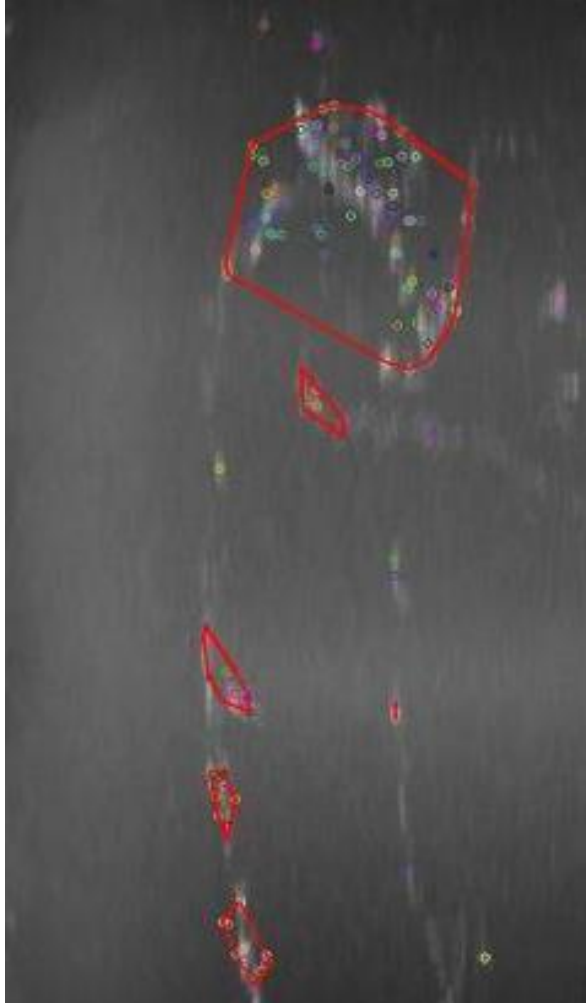


Şekil 3. LPG Tüpü Görüntüsü Kümeleme Örnek Çıktısı

Kirli bölgelerin konveks çokgenler halinde bulunabilmesi için DBSCAN algoritmasından elde edilen kümelerin her birinde ilk olarak minimum ve maksimum x ve y koordinatlarına sahip noktalar hesaplanır ve bu noktalar birleştirilerek kirli bölgenin içinde bulunduğu bir sınırlayıcı çokgen tanımlanır. Örnek çerçevelenen çokgen bölge Şekil 4'te gösterilmiştir.

Çerçevelenen bölgelerin görüntü üzerinde hesaplanan alanları toplanmıştır ve elde edilen toplamın görüntünün tamamına oranı hesaplanarak bir kirlilik değeri elde edilmiştir.

Açıklanan yöntemlerin kullanımını özetleyecek olursak; LPG tüp dolmuş hattı üzerine yerleştirilen düzenek marifeti ile LPG tüpünün 360° döndürülmesi ve her 60° bir 6 tane görüntünün alınması sağlanmıştır. Her bir LPG tüpü ilgili düzende 5 tur döndürülerek 5x6 = 30 tane görüntü alınması ile bir veri seti elde edilmiştir.

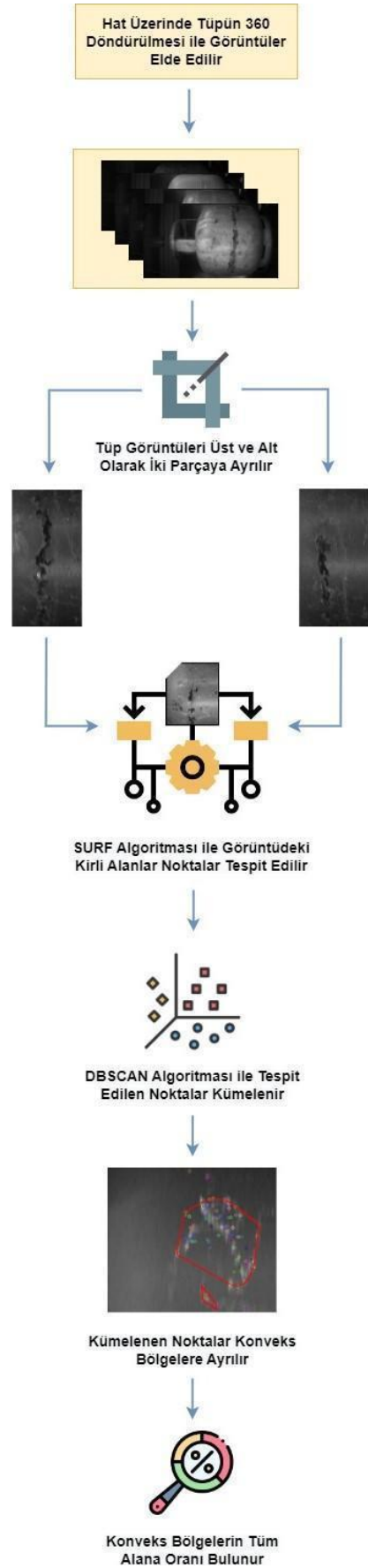


Şekil 4. Çerçevelenen Çokgen Bölgeler Örnek Çıktısı

Bir LPG tüpünden alınan görüntü alt üst olarak ikiye bölünerek algoritmanın kullanacağı formata çevrilmiştir. Tüm görüntüler öncelikle SURF algoritmasından geçirilerek görüntü üzerindeki kusurlu noktalar belirlenmiştir. Daha sonra bu noktaların çerçevesi için DBSCAN algoritması kullanılarak kümeleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Son olarak çerçevesiz bölgelerin alanı tüm alana bölünerek bir kirlilik oranı elde edilmiştir. Böylece kümeleme algoritması kullanılarak kusur tespiti yapan yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Yukarıda anlatılan akışın tüm aşamaları Şekil 5'te özet olarak verilmiştir.

4. Deneysel Sonuçlar

Elde edilen veri seti üzerinde SURF ve DBSCAN yöntemlerinin hibrit olarak kullanılması sonucunda kirlilik bölgeleri hesaplanmıştır. Önerilen yöntemde resimlerdeki tüplerin konumlandırılması sabit tutulmuş ve görüntü işleme aşamasında yalnızca tüpü içeren resim kısımları kullanılmıştır. Bu yaklaşım, görüntü işleme algoritmalarının doğruluğunu ve verimliliğini artırmak için kritik öneme sahiptir, çünkü bu yöntemle arka plan edil-



Şekil 5. Yöntemin Akış Şeması

mesinin önüne geçilmiştir. Bu sayede, tüp yüzeyindeki kusurların tespiti daha hassas ve hedef odaklı bir şekilde

gerçekleştirilmiştir. Kirli olarak tespit edilen bölgelerin alanı tüm tüp yüzey alanına bölünür ve kirlilik oranı bulunur.

Temiz LPG tüplerinden elde edilen kirlilik oranları Çizelge 1'de gösterilmiştir. Görüldüğü üzere temiz olarak etiketlenmiş LPG tüplerindeki kirlilik oranı [0%, 2%] aralığında değer almaktadır. Önerilen yöntem ile temiz LPG tüpleri tespit edilebilmektedir.

Çizelge 1. Temiz LPG Tüplerinin Ortalama Kirlilik Oranı

LPG Tüpü Numarası	Elde Edilen Ortalama Kirlilik Oranı
T1	0.43
T2	1.95
T3	0.52
T4	1.88

Çizelge 1'de listelenen LPG tüpleri arasından seçilen T1 LPG tüpü, geliştirme hattına 5 tur boyunca yerleştirilerek geliştirme hattında test edilmiştir. Her bir tur için algoritma tarafından hesaplanan kirlilik oranları, Çizelge 2'de sunulmuştur.

Çizelge 2. Farklı Koşullarda Temiz Bir LPG Tüpü ile Elde Edilen Kirlilik Oranları

LPG Tüpü Numarası	Elde Edilen Ortalama Kirlilik Oranı
T1	0.53
T1	0.53
T1	0.47
T1	0.28
T1	0.33

Elde edilen kirlilik oranlarının standart sapması oldukça düşüktür. Geliştirilen yöntem kirli ve temiz tüplerde aynı kirlilik oranlarını vermemektedir ancak sonuçlar incelendiğinde algoritmadan alınan verimin ve algoritmanın kararlılığının temiz LPG tüpleri için son derece yüksek olduğu gözlemlenmektedir.

Temiz LPG tüplerinin aksine Çizelge 3'te kirli olarak etiketlenmiş LPG tüplerinin kirlilik oranına bakıldığında oldukça büyük değerler elde edilmiştir. Yöntem içerisinde verilecek eşik değeri ile kirli ve temiz LPG tüpleri rahatlıkla ayırt edilebilmektedir. Aynı zamanda kirli olarak sınıflandırılan LPG tüplerinin kirlilik dereceleri de belirlenmektedir.

Çizelge 3'te belirtilen LPG tüpleri arasından seçilen K1 LPG tüpü, geliştirme hattından 5 tur geçirilmiştir. Bu sürecin

sonucunda elde edilen ortalama kirlilik oranları, Çizelge 4'te sunulmuştur.

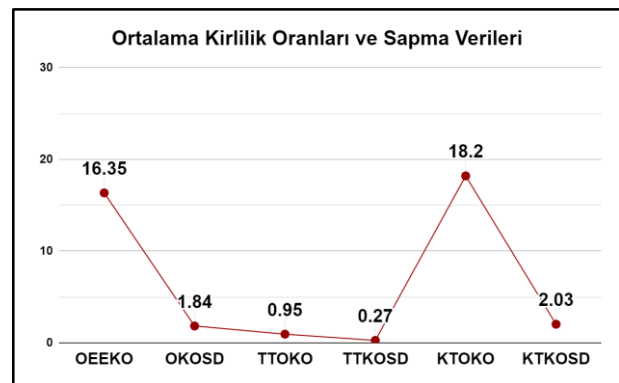
Çizelge 3. Kirli LPG Tüplerinin Ortalama Kirlilik Oranı

LPG Tüpü Numarası	Elde Edilen Ortalama Kirlilik Oranı
K1	31.45
K2	26.44
K3	27.76
K4	23.48

Çizelge 4. Farklı Koşullarda Kirli Bir LPG Tüpü ile Elde Edilen Kirlilik Oranları

LPG Tüpü Numarası	Elde Edilen Ortalama Kirlilik Oranı
K1	33.65
K1	33.27
K1	29.02
K1	32.53
K1	28.79

Gerçeklenen algoritmadan alınan verim, koşullara bağlı olarak değişmektedir. Kirli LPG tüplerinde tespit edilen bölgelerin orana etkisi çok daha büyük olmaktadır. Bu sebeple K1 LPG tüpü için her tur elde edilen ortalama kirlilik oranları arasında sapmanın temiz LPG tüplerine oranla daha fazla çıktığı görülmüştür. Algoritmadan elde edilen ortalama veriler Grafik 1'de gösterilmiştir. Grafikteki OEEKO: Ortalama Elde Edilen Kirlilik Oranı, OKOSD: Ortalama Kirlilik Oranı Sapma Değeri, TTOKO: Temiz Tüplerde Ortalama Kirlilik Oranı, TTKOSD: Temiz Tüplerde Kirlilik Oranı Sapma Değeri, KTOKO: Kirli Tüplerde Ortalama Kirlilik Oranı, KTKOSD: Kirli Tüplerde Kirlilik Oranı Sapma Değeri anlamına gelmektedir.



Grafik 1. Ortalama kirlilik oranları ve sapma verileri

Grafiğe bakıldığında ortalama kirlilik sapma değeri oldukça düşük çıkmıştır. Sapmanın düşük çıkması algoritmanın kararlı yapıda olduğunu ve veriminin yüksek olduğunu göstermektedir. Önerilen yöntem ile hat

üzerinden geçen LPG tüplerinin kirlilik oranı başarı ile tespit edilebilmektedir.

Kullanıcılar tarafından daha kolay uygulanabilir olması için bir arayüz tasarlanmıştır. Bu arayüz üzerinden kirlilik tespitinin hassasiyetini belirleyen bir eşik değeri sistemin çalışacağı kuruluş tarafından girilmektedir. Eşik değeri, kirli olarak etiketlenen tüplerin kirlilik oranları arasından minimum olan değerden daha küçük bir değer seçilerek kirli tüplerin tamamını ayırt etmeyi amaçlamaktadır. Bu eşik değeri taban kirlilik oranı olarak kabul edilmektedir. Bu taban değer üzerinde kirlilik oranına sahip tüpler, kirli tüp olarak kabul edilip Şekil 6'da görüldüğü gibi arayüz üzerinde kırmızı renkte gösterilmektedir. Eşik değerinin altında çıkan değerler ise temiz kabul edilip Şekil 6'da görüldüğü gibi arayüzde yeşil renkte gösterilmektedir. Bu renklendirme ile kirlilik tespitinin okunması kolaylaştırılmıştır. Arayüz üzerinde kirli olarak belirlenen tüpler, hattan çıkarılarak ait olduğu firmaya bu tüpün revizyonu için rapor edilmektedir.



Şekil 6. Kirli bir LPG tüpünün arayüzdeki görüntüsü



Şekil 7. Temiz bir LPG tüpünün arayüzdeki görüntüsü

Arayüz üzerinde LPG tüpüne ait ortalama kirlilik değeri, kaynak altı kirlilik ve kaynak üstü kirlilik olarak farklı üç değer gösterilmektedir. LPG tüplerinin üst kısımlarının görsel olarak daha dikkat çeken bir konumda bulunması nedeniyle kirlilik değerinin alt kısmına oranla daha önemli olduğu durumlar olmaktadır. Bu nedenle arayüzde bu iki durum ayrı ayrı hesaplanarak verilmektedir.

5. Tartışma ve Sonuç

Bu makale kapsamında bir LPG dolum tesisinde kontrol hattından geçirilen LPG tüplerinin üzerindeki kirli

bölgelerin tespiti ve kirlilik oranının bulunması amacıyla denetimsiz çalışan hibrit bir yöntem geliştirilmiştir. Yöntemin geliştirilmesi ve testi için LPG dolum hattı üzerine yerleştirilen bir kameradan alınan görüntülerden elde edilmiş veri kümesi kullanılmıştır. Yöntem denetimsiz bir şekilde çalıştığından dolayı kararlılığının tespit edilmesi için her bir LPG tüpü, hat üzerinden farklı zamanlarda 5 kez geçirilmiştir ve her bir geçiş için kirlilik oranı hesaplanmıştır.

Bu çalışmada, kirlilik tespiti amacıyla SURF özellik çıkarım yöntemi ve DBSCAN kümeleme algoritması kullanılmaktadır. Çalışmada kullanılan veri seti kesin olarak etiketlenmemiş bir veri kümesidir. Bu, verinin doğasından kaynaklanan bir kısıtlamadır ve dolayısıyla, kirlilik durumunu deterministik bir biçimde sınıflandırmak yerine, bir olasılık oranı hesaplamamıza yol açmaktadır. Bu oran, önceden belirlenmiş bir eşik değerine göre 'kirli' veya 'temiz' olarak sınıflandırılmaktadır. Ancak, bu yöntem, geleneksel sınıflandırma algoritmalarının kullandığı standart performans ölçütleri olan Yanlış Pozitif Oranı (FPR) ve Doğru Pozitif Oranı (TPR) gibi değerlerin hesaplanmasını olanaksız hale getirmektedir. FPR ve TPR, net sınıflandırılmış ve kesin etiketlenmiş veriler üzerinde hesaplanır ve gerçek pozitif ve negatif sonuçları temel alır. Bu nedenle, çalışmamızda bu tür geleneksel performans metriklerini kullanmak yerine, veri setimizin özgün yapısına ve uygulanan analiz metodolojilerine uygun alternatif değerlendirme yöntemleri kullanılmıştır.

Çalışma sonuçları incelendiğinde, LPG dolum tesisi tarafından temiz olarak tanımlanan bir LPG tüpü için kirlilik oranı değeri 2%'den düşük çıkmaktadır. Temiz olarak tanımlanan LPG tüplerinin farklı geçişleri karşılaştırıldığında doğruluk değerlerin ortalama standart sapması 0.27 bulunmuştur. Dolum tesisi tarafından kirli olduğu belirtilen LPG tüplerinin kirlilik oranı ortalama 18% olarak bulunmaktadır. Daha büyük değişimlere sahip oldukları için kirli LPG tüplerinin standart sapması, temiz LPG tüplerinden daha yüksek şekilde 2.03 olarak hesaplanmıştır. Geliştirilen yöntemin LPG dolum tesisi içerisinde çalışanların kullanılabilirliği adına bir arayüz tasarlanmıştır. Bu arayüzde kullanıcı tarafından belirlenen eşik değerine göre kirli ve temiz LPG tüpü sınıflandırması başarılı bir şekilde yapılmıştır. Kirlilik eşik değerinin 10% seçilmesi durumunda fabrika LPG dolum tesisi tarafından etiketlenen tüm LPG tüpleri doğru sınıflandırılmıştır. Çalışma sonucunda, geleneksel yöntemler hibrit bir şekilde kullanılarak endüstriyel ürünlerdeki kusur tespitine başarılı yeni bir çözüm yöntemi önerilmiştir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar 1: Kavramsallaştırma, Metodoloji, Araştırma, Deneysel Tasarım, Analiz ve yorumlama, Yazma – orijinal taslak Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak, Yazma/inceleme ve düzenleme

Yazar 2: Metodoloji, Araştırma, Deneysel Tasarım, Biçimsel analiz, Doğrulama, Veri iyileştirme, Yazma – orijinal taslak

Yazar 3: Araştırma, Yazma – orijinal taslak görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Yazar 4: Fikir Sahibi, Proje Yönetimi, Kaynak sağlama, Doğrulama, Analiz ve yorumlama

Yazar 5: Fikir Sahibi, Deney tasarımı, Kaynak sağlama, Doğrulama, Analiz ve yorumlama

Yazar 6: Fikir Sahibi, Deney tasarımı, Kaynak sağlama, Doğrulama, Analiz ve yorumlama

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Veri seti, firma içerisinde özel bir Ar-Ge hattında oluşturulmuştur. Bu sebeple, doğrudan veri setinin kendisi makaleye dahil edilememiştir. Ancak, bu veri seti üzerinde yapılan analizler ve elde edilen bulgular, incelenen makalede detaylı bir şekilde sunulmuştur.

Teşekkür

Aygaz A.Ş. firmasına, araştırmamız için gerekli veri setini hazırlamaları ve Ar-Ge laboratuvarlarında çalışma imkânı sağlamaları nedeniyle teşekkür ederiz. Bu destekler, çalışmamızın başarısında önemli bir rol oynamıştır. Ek olarak bu çalışmanın hazırlanmasında emeği geçen ve değerli katkılarıyla makalemizi zenginleştiren saygıdeğer hakemlerimize en içten teşekkürlerimizi sunarız. Bilimsel titizlikleri, kıymetli yorum ve önerileri, makalemizin kalitesini artırmada büyük bir rol oynamıştır. Çalışmamızın alanımıza katkı sağlamasındaki payları büyüktür.

6. Kaynaklar

Ashour M.W., Khalid F., Abdul Halin A., Abdullah L.N. and Darwish S.H., 2019. Surface defects classification of hot-rolled steel strips using multi-directional shearlet features. *Arabian Journal for Science and Engineering*, **44**, 2925-2932.

<https://doi.org/10.1007/s13369-018-3329-5>

Ayed I.B., Hennane N. and Mitiche A., 2006. Unsupervised variational image segmentation/classification using a Weibull observation model. *IEEE transactions on Image processing*, **15(11)**, 3431-3439.

<https://doi.org/10.1109/TIP.2006.881961>

Bay H., Tuytelaars T., Van Gool L., 2006. SURF: Speeded Up Robust Features. *Computer Vision – ECCV 2006*, 404–417.

https://doi.org/10.1007/11744023_32

Bhatt P.M., Malhan R.K., Rajendran P., Shah B.C., Thakar S., Yoon Y.J., Gupta S.K., 2021. Image-Based Surface Defect Detection Using Deep Learning: A Review. *Journal of Computing and Information Science in Engineering*, **21**, 040801.

<https://doi.org/10.1115/1.4049535>

Božič J., Tabernik D., Skočaj D., 2021. Mixed supervision for surface-defect detection: from weakly to fully supervised learning. *Computers in Industry*, **129**, 103459.

<https://doi.org/10.1016/j.compind.2021.103459>

Cha Y.J., Choi W. and Büyüköztürk O., 2017. Deep learning-based crack damage detection using convolutional neural networks. *Computer-Aided Civil and Infrastructure Engineering*, **32(5)**, 361-378.

<http://dx.doi.org/10.1111/mice.12263>

Dong H., Song K., He Y., Xu J., Yan Y. and Meng Q., 2019. PGA-Net: Pyramid feature fusion and global context attention network for automated surface defect detection. *IEEE Transactions on Industrial Informatics*, **16(12)**, 7448-7458.

<https://doi.org/10.1109/TII.2019.2958826>

Ester M., Kriegel H.P., Sander J., Xu X., 1996. A density-based algorithm for discovering clusters in large spatial databases with noise. *Kdd*, **96**, 226–231.

Gayubo F., Gonzalez J.L., de la Fuente E., Miguel F. and Perán J.R., 2006. On-line machine vision system for detect split defects in sheet-metal forming processes. *In 18th International Conference on Pattern Recognition (ICPR'06)*, **1**, 723-726.

<https://doi.org/10.1109/ICPR.2006.902>

Karayiannis Y.A., Stojanovic R., Mitropoulos P., Koulamas C., Stouraitis T., Koubias S., Papadopoulos G., 1999. Defect detection and classification on web textile fabric using multiresolution decomposition and neural networks. *ICECS'99. Proceedings of ICECS '99. 6th IEEE International Conference on Electronics, Circuits and Systems*, **2**, 765–768.

<https://doi.org/10.1109/ICECS.1999.813221>

Karimi M.H., Asemanni D., 2014. Surface defect detection in tiling Industries using digital image processing methods: Analysis and evaluation. *ISA Transactions*, **53**, 834–844.

<https://doi.org/10.1016/j.isatra.2013.11.015>

Kumar A., 2008. Computer-Vision-Based Fabric Defect Detection: A Survey. *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, **55**, 348–363.

- <http://dx.doi.org/10.1109/TIE.1930.896476>
- Le X., Mei J., Zhang H., Zhou B., Xi J., 2020. A learning-based approach for surface defect detection using small image datasets. *Neurocomputing*, **408**, 112–120. <http://dx.doi.org/10.1016/j.neucom.2019.09.107>
- Li X., Wang C., Ju H., Li Z., 2022. Surface Defect Detection Model for Aero-Engine Components Based on Improved YOLOv5. *Applied Sciences*, **12**, 7235. <https://doi.org/10.3390/app12147235>
- Liu K., Wang H., Chen H., Qu E., Tian Y. and Sun H., 2017. Steel surface defect detection using a new Haar–Weibull-variance model in unsupervised manner. *IEEE transactions on instrumentation and measurement*, **66(10)**, 2585-2596. <https://doi.org/10.1109/TIM.2017.2712838>
- Lu Q., Lin J., Luo L., Zhang Y., Zhu W., 2022. A supervised approach for automated surface defect detection in ceramic tile quality control. *Advanced Engineering Informatics*, **53**, 101692. <https://doi.org/10.1016/j.aei.2022.101692>
- Luo Q., Fang X., Liu L., Yang C., Sun Y., 2020. Automated Visual Defect Detection for Flat Steel Surface: A Survey. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, **69(3)**, 626-644. <https://doi.org/10.1109/TIM.2019.2963555>
- Park J.K., Kwon B.K., Park J.H. and Kang D.J., 2016. Machine learning-based imaging system for surface defect inspection. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, **3**, 303-310. <https://doi.org/10.1007/s40684-016-0039-x>
- Sakhare K., Kulkarni M., Kumbhakarn M., Kare N., 2015. Spectral and spatial domain approach for fabric defect detection and classification. *2015 International Conference on Industrial Instrumentation and Control (IIC)*, Pune, India, 640-644. <http://dx.doi.org/10.1109/IIC.2015.7150820>
- Sharifzadeh M., Amirfattahi R., Sadri S., Alirezaee S. and Ahmadi M., 2008. Detection of steel defect using the image processing algorithms. *In The International Conference on Electrical Engineering ICEENG 2008*, 1-7. <https://doi.org/10.21608/iceeng.2008.34372>
- Tabernik D., Šela S., Skvarč J., Skočaj D., 2020. Segmentation-based deep-learning approach for surface-defect detection. *Journal of Intelligent Manufacturing*, **31**, 759–776. <https://doi.org/10.1007/s10845-019-01476-x>
- Uzen H., Turkoglu M., Hanbay D., 2023. Multi-dimensional feature extraction-based deep encoder–decoder network for automatic surface defect detection. *Neural Computing and Applications*, **35**, 3263–3282. <https://doi.org/10.1007/s00521-022-07885-z>
- Wang Z., Zhu H., Jia X., Bao Y., Wang C., 2022. Surface Defect Detection with Modified Real-Time Detector YOLOv3. *Journal of Sensors*, **2022**, e8668149. <https://doi.org/10.1155/2022/8668149>
- Weimer D., Scholz-Reiter B. and Shpitalni M., 2016. Design of deep convolutional neural network architectures for automated feature extraction in industrial inspection. *CIRP annals*, **65(1)**, 417-420. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2016.04.072>
- Wu G., Kwak H., Jang S., Xu K. and Xu J., 2008. Design of online surface inspection system of hot rolled strips. *In 2008 IEEE International Conference on Automation and Logistics*, 2291-2295. <https://doi.org/10.1109/ICAL.2008.4636548>
- Xiao L., Wu B., Hu Y., 2020. Surface Defect Detection Using Image Pyramid. *IEEE Sensors Journal*, **20**, 7181–7188. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2020.2977366>
- Xing J., Jia M., 2021. A convolutional neural network-based method for workpiece surface defect detection. *Measurement*, **176**, 109185. <http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109185>



Effect of Storage on the Antioxidant, Color and Sensory Properties of Local Bread

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 20.02.2023

Kabul/Accepted: 09.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Yöresel Ekmeğin Antioksidan, Renk ve Duyusal Özelliklerine Depolamanın Etkisi

Seda YALÇIN*

Afyon Kocatepe University, Afyon Vocational School, Food Processing Department, Afyonkarahisar, Turkey

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

The aim of this study is to evaluate the effect of storage on antioxidant, color and sensory properties of bread, containing sourdough and potato puree, baked in stone oven in Afyonkarahisar which is city of Turkey. Sourdough was used as yeast for the production of bread. Potato puree was added to the formulation at the ratio of 30%. Breads were stored in sealed polyethylene bag at room temperature (20°C) for 1, 5 and 10 days. Bread characterization, color, β -carotene, phenolics, minerals were analyzed and a sensory evaluation was performed. Decrease in bread mass, height, width, crust thickness, total volume and specific volume were observed. β -carotene and phenolic compounds quantity of breads decreased with increasing of storage time. Storage caused a change in the crumb color of breads. Storage statistically didn't affect the crust color values of breads. According to the panelist scores, it can be concluded that all breads stored 1, 5 and 10 days had a desired crust color, crumb texture, porosity, aroma and overall acceptance.

Keywords: Potato; β -carotene; Bread; Sourdough; Storage

Öz

Bu çalışmanın amacı, Türkiye'nin Afyonkarahisar ilinde ekşi hamur ve patates püresi içeren taş fırında pişirilen ekmeğin antioksidan, renk ve duyuşal özelliklerine depolamanın etkisini değerlendirmektir. Ekşi hamur, ekmeğin yapımında maya olarak kullanılmıştır. Formülasyona %30 oranında patates püresi eklenmiştir. Ekmekler oda sıcaklığında (20°C) 1, 5 ve 10 gün süreyle polietilen poşet içinde depolanmıştır. Ekmek karakterizasyonu, renk, β -karoten, fenolikler, mineraller analiz edilmiş ve duyuşal değerlendirme yapılmıştır. Ekmeğin kütlesi, boyu, genişliği, kabuk kalınlığı, toplam hacmi ve özgül hacminde azalma gözlenmiştir. Ekmeklerin β -karoten ve fenolik bileşenleri miktarı depolama süresinin artmasıyla azalmıştır. Depolama, ekmeklerin iç renginde değişikliğe neden olmuştur. Depolama istatistiksel olarak ekmeklerin kabuk rengi değerlerini etkilememiştir. Panelist puanlarına göre 1, 5 ve 10 gün depolanan tüm ekmeklerin istenilen kabuk rengine, iç dokuya, gözenekliliğe, aromaya ve genel kabule sahip olduğu sonucuna varılabilir.

Anahtar Kelimeler: Patates; β -karoten; Ekmek; Ekşi hamur; Depolama

1. Introduction

Afyonkarahisar is a city located in the west of Turkey. Potato sourdough bread is local product in Afyonkarahisar. Afyonkarahisar potato sourdough bread is made by villagers in the countryside or by housewives in neighborhood bakeries in the city center. Although it is usually made with the same methods, small recipe or process differences have led to the emergence of various flavors and forms. In this sense, Afyonkarahisar's potato sourdough bread is the closest type of bread to the concept of village bread. Homemade breads are made with completely natural sourdough. While preparing bread in Afyonkarahisar, boiled potatoes are added to increase its flavor and nutritional value and to delay staling. It is cooked in stone-based ovens. Its difference from other traditional breads is that its sour flavor and pore structure are richer. The potatoes of the region add a different texture to the bread. It has a non-intense

sourness and a confident, modest aroma. It is a type of traditional bread that is very popular with its 10-day shelf life and has a higher nutritional value than normal breads (Gurman, 2018).

Carotenoids are effective antioxidants with health promoting functions like provitamin A activity, reduction of cardiovascular disease, cancer, age related degeneration diseases and prevention of skin disorders (Schieber and Carle, 2005). Sweet potatoes (*Ipomoea batatas* L.) have high amounts of dietary fibre, minerals, vitamins and antioxidants which are phenolic acids, anthocyanins, tocopherol and β -carotene (Woolife, 1992). These compounds are obtained from yellow sweet potatoes. Sweet potato flour contains high levels of β -carotene, dietary fiber, carbohydrate and protein (Kamal et al., 2013). β -carotene, found as 25-30% of the total carotenoids in plants, is the highest bioconvertibility in the human body and prevents development of

tumorigenesis in skin, lung, liver and colon (de Carvalho et al., 2018). It increases basal dermal defense against UV irradiation and provides longer term protection (Stahl and Sies, 2012). Potato also provides reducing sugar, alternative as natural dye and source of β -carotene in breads. So it can generate economic gains for agribusiness and benefits for human with vitamin A deficiency (Nogueria et al., 2018). Van Jaarsveld et al. (2006) investigated β -carotene of orange-fleshed sweet potato (Resisto) and reported that β -carotene of Resisto ranged between 132-194 mg/g and after boiling of Resisto, 70-80% of β -carotene was retained. Kotíková et al. (2016) investigated the retention of carotenoids in potatoes after thermal processing and reported that boiling and baking caused a decrease in total carotenoids (92% and 88%, respectively). Tian et al. (2016) investigated carotenoid content of purple potatoes after cooking and reported that reduction ranged from 20.15 to 76.16%. Bonsi et al. (2016) investigated β -carotene amount in bread including wheat flour and potato puree (2.5/1) compared to wheat bread and reported that β -carotene amount in bread with potato puree was approximately 6-fold higher. Oluwalana et al. (2012) investigated the quality of breads made with sweet potato flour (Nigeria) and wheat flour in the percentage proportion of 0:100, 5:95, 10:90, 15:85 and 100:0. According to this study, protein, fat and carbohydrate content of breads are 10.15-12.44%, 4.36-4.68% and 80.44-105.97%, respectively. Sodium, calcium and potassium contents of breads are 46.88-73.74 mg/100g, 3.58-4.64 mg/100g and 162.81-358.75 mg/100g, respectively. It was reported that potato flour can be added to formulation up to 15% level. Roudrigez-Sandoval et al. (2012) investigated the effects of potato flour on bread properties. Substitution levels of potato flour were 10% and 20%. It was reported that mass, height and width of bread including 10% potato flour are similar to those of wheat bread. Trejo-González et al. (2014) replaced wheat flour with 5-20% sweet potato flour (Mexican cultivar cv Nylon) in bread formulation and reported that all breads with sweet potato flour were different from control bread in porosity. Iancu (2015) reported that resistant starch content of bread was increased with addition of potato-paste (30%). Wanjuu et al. (2018) investigated the physicochemical properties and shelf life of composite bread with sweet potato puree (30%) and wheat flour (70%) and compared with standard wheat bread (100% wheat flour). Breads were stored at 7, 20, 25 and 30°C. β -carotene content decreased with increasing storage temperature and time. Breads containing sweet potato puree (6 days) had longer shelf life than wheat bread (4

days). Dako et al. (2016) reported that sensory properties such as appearance, aroma, taste, mouthfeel and overall acceptability showed that bread including 15% sweet potato flour scored above 6 (like slightly) range and acceptable by panelists. Ma et al. (2022) reported that potato steamed bread including α -amylase (20 mg/kg) and lipase (40 mg/kg) showed the lowest hardness, increasing the specific volume, L^* and overall acceptability. Lactic acid bacteria (LAB) especially lactobacillus species is most dominating microorganism in sourdough. Other bacterial species are Leuconostoc, Lactococcus, Enterococcus Weissella, Pediococcus and Streptococcus (Liu et al., 2018). LAB gives flavors to sourdough bread. Fermentation with LAB produces flavors in crumb and crust of bread (Hansen and Schieberle, 2005). Sourdough-based products are healthier than the others which are produced with normal dough. In which, lactobacillus neutralize the phytic acid, thus, making products easier to digest (Hayta and Hendek Ertop, 2017). Degradation of phytates and antinutritional agents enhances the mineral availability (Kariluoto et al., 2004). Sourdough, which has industrial benefits like high shelf life owing to antifungal and antibacterial properties, is a potential tool to increase bread quality without the use of additives and lowers addition of chemicals such as anti-staling and anti-fungal (Sakandar et al., 2019). Barber et al. (1993) investigated the effect of spontaneous sourdough on the characteristics and shelf-life of white bread and reported that spontaneous sourdough gave the bread with the high volume, good crumb grain and the low rate of staling during storage.

Studies examining quality of bread containing potato flour have been investigated (Trejo- González, 2014; Nogueria et al., 2018; Rodrigues-Sandoval et al., 2012). However, no research has been seen in literature about the quality of bread containing both sourdough and potato puree. Therefore, investigation into the effect of storage on quality of local bread with long shelf life (10 days) should be worthwhile. In this present study, the effect of storage (1 day, 5 days, 10 days) on quality of local bread was investigated. Sourdough was used as yeast in local bread production. Potato puree was used for increasing the nutritional value of local bread. The difference from other breads, local bread shows higher shelf life due to containing sourdough.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

Hard wheat flour, salt and yellow potatoes were purchased at a local market in Turkey.

2.2. Methods

Yellow potatoes were covered with water and open-pot-boiled for 30 minutes and peeled. Then those were pressed and cooled. Potato puree was obtained. Moisture, ash and protein contents were determined in hard wheat flour and potato puree according to AACC International Approved Methods 44-01.01, 08-01.01 and 46-13.01, respectively (AACC, 2010).

Colors of hard wheat flour and potato puree were determined according to the L*, a* and b* parameters, using a spectrophotometer (Konica Minolta, Cr-400/410). β -carotene, phenolics and minerals of hard wheat flour and potato puree were determined according to the methods reported by Akpan et al. (2006); Ulusoy et al. (2009); Caponio et al. (1999) and Gopalani (2007), respectively.

Extensograph properties of hard wheat flour were determined according to the International Association for Cereal Science and Technology with standard method number 114/1 (ICC, 1992) using an extensograph (Brabender, Duisburg, Germany). Dough (150 g) was passed through the balling unit of extensograph. After 45 min resting in the fermentation cabinet, the dough was stretched. The dough was tested again after 45 min. The test was repeated after 45 min. The maximum resistance, the extensibility, the energy (area under the curve) and maximum resistance to extensibility ratio (R/E) were obtained from the extensograph graphic.

2.2.1. Bread production

The production of bread containing sourdough and potato puree was carried out according to Official Geographical Sign and Traditional Product Name Bulletin (Number: 14, Anonymous, September 26, 2017) with some modification. Dough pieces were separated from the previous bread dough and stored in sealed polyethylene bag at room temperature for ten days. During that, the dough was soured. This sourdough was used as yeast in bread production. 10 kg flour, 1 kg sourdough, 3 kg potato puree, 0.15 kg salt and 6 kg water were used. Photographs of breads are shown in Figure 1. The "pre-dough", called yeast, was prepared the night before. Sourdough taken from the previously made bread dough is dissolved with warm water. Flour, salt and melted sourdough were mixed together and the dough was kneaded until it becomes not sticky to the hand by adding enough hot water to withstand the hand. A little flour was sprinkled on the dough, covered with a thick cloth and left at room temperature until the next day (12

hours). In this way, the first fermentation was completed. Since Afyonkarahisar potato sourdough bread does not contain any additives in its composition and is fermented with sourdough, the fermentation process takes many times longer than other types of bread. Then hot water, salt and potato puree were added to dough and mixed for one hour. Dough (1.8kg) was left for one and a half hours to complete the second fermentation. Thereafter, the doughs were brought to a circular shape and left for another hour for the last fermentation. 160°C was applied to the dough in the stone oven for 45 minutes (Ideal, AiM167, Turkey). Breads were left for cooling another 15 minutes. After cooling, breads were stored at room temperature (20°C) in the presence of oxygen and light for 1, 5 and 10 days. Production was made in triplicate.



Figure 1. Photograph of local bread

2.2.2. Analysis of breads

2.2.2.1. Moisture, ash and protein content of breads

Moisture, ash and protein content of breads were determined according to AACC International Approved Methods 44-01.01, 08-01.01 and 46-13.01, respectively (AACC, 2010).

2.2.2.2. Bread technological characterization

Weight of breads was determined by using a balance. Height and width were determined by using ruler. Crust thickness was determined by using caliper.

The baking loss of the breads was determined as below:

$$\text{Baking loss (\%)} = \frac{(\text{dough mass} - \text{bread mass}) \times 100}{\text{dough mass}} \quad (1)$$

Bread total volume was assessed by rapeseed displacement method 10-05.01 (AACC, 2000). The

specific volume of the bread was calculated using the equation: the volume (cm³)/ mass (g) ratio, after 3 h of cooling. Analysis was made in duplicate.

2.2.2.3. Color values of breads

Colors of bread crumb and crust were determined according to the L*, a* and b* parameters using spectrophotometer (Konica Minolta, Cr-400/410). Analysis was made in duplicate.

2.2.2.4. β -carotene content of breads

β -carotene of breads was extracted according to the method reported by Akpan et al. (2006) and analyzed according to the method reported by Ulusoy et al. (2009). HPLC (Shimadzu Prominence, Japan), equipped with diode array detector (SPD-M20A) and ODS 2 column (100 x 4.6 mm, 5 μ) were used for determination of β -carotene in breads. Analysis was made in duplicate.

2.2.2.5. Phenolic compounds of breads

Phenolic compounds of breads were analyzed according to the method of Caponio et al. (1999) with some modifications by using HPLC (Shimadzu Prominence, Japan) equipped with diode array detector (SPD-M20A) and Zorbax Eclipse C18 column (250 x 4.6 mm, 5 μ). Analysis was made in duplicate.

2.2.2.6. Mineral content of breads

Potassium, calcium, magnesium, phosphorus and zinc of breads were determined according to the method reported by Gopalani et al. (2007) by using Perkin Elmer ICPOES Optima 8000 (USA). 1 g sample was added to 65% HNO₃ (8 mL) and 30% H₂O₂ (2 mL) and heated to 110°C in 15 min and then waited at these conditions for 15 min at microwave oven (Milestone start D, Italy). The wavelengths of potassium, magnesium, calcium, phosphorus and zinc were 766.49 nm, 279.07 nm, 315.88 nm, 214.91 nm and 213.85 nm, respectively. Analysis was made in duplicate.

2.2.2.7. Sensory analysis

Sensory analysis was applied to breads after 1 day, 5 days and 10 days. The sensory panel contained 20 trained people (10 males and 10 females, age range: 18–59 years). The hedonic test with 7 point scale ranged between 1 (extremely dislike) and 7 (extremely like) described by Yuliana et al. (2018). The breads were

evaluated for crust color, crumb texture, porosity, aroma and overall acceptance. Score of crust color: 7 (pale brown), 3 (brown), 1 (dark brown). Score of crumb texture: 7 (very soft), 1 (very hard). Score of porosity: 7 (very uniform), 1 (extremely not uniform). Score of aroma: 7 (extremely not acidic), 1 (very acidic). Score of overall acceptance: 7 (extremely like), 1 (extremely disliked).

2.2.2.8. Statistical analysis

Data related to height, width, crust thickness, total volume, specific volume, color values, β -carotene and phenolic compounds of the breads were statistically evaluated in duplicate by one-way analysis of variance procedure. The Duncan test was applied to compare mean values.

3. Results and Discussions

3.1. Characterization of raw materials

Moisture contents of hard wheat flour and potato puree were 13.5% and 79.2%, respectively. Ash content of hard wheat flour was 0.74% dry matter (d.m.) which was higher than ash content (0.58%) of wheat flour reported by Nogueira et al. (2018). Ash content of potato puree was 4.86% (d.m.). Protein content of hard wheat flour was 13.93% (d.m.). Ktenioudaki et al. (2010) reported that protein content of eight wheat varieties from various geographical regions ranged between 8.2% and 13.4% which were lower than protein content of hard wheat flour. Protein content of potato puree was 8.06% (d.m.). L*, a* and b* color values of hard wheat flour were 88.04, -1.065, and 15.60, respectively. Nogueira et al. (2018) reported that L*, a* and b* color values of wheat flour were 97.00, 0.71 and 10.36, respectively. The color of wheat flour comes from carotenoids, fibers and protein content. L*, a* and b* color values of potato puree were 70.77, -7.56 and 24.53, respectively. The color of potato puree was sustained from carotenoids, anthocyanins and phenolic compounds. L* and a* color values of hard wheat flour were higher than that of potato puree, while b* color value of hard wheat flour was lower than that of potato puree.

β -carotene of hard wheat flour was 275.88 mg/kg (d.m.), while that of potato puree was 510.18 mg/kg (d.m.). β -carotene content of potato puree was higher than β -carotene of potato pulp which was reported by Takahata et al. (1993). Takahata et al. (1993) reported that the carotenoid amount in orange or yellow-white potato pulp ranged between 0.65 and 265 μ g/g.

Gallic acid, chlorogenic acid, syringic acid, vanilic acid, p-coumaric acid, ferulic acid and cinamic acid of hard wheat flour were 22.46, 93.26, 37.94, 31.10, 0.01, 12.44 and 0.34 mg/kg (d.m.), while those of potato puree were 1315.95, 896.58, 882.97, 121.77, 0.13, 6.75 and 36.88 mg/kg (d.m.), respectively. The results of potato puree were lower than the results reported by Tian et al (2016). Authors demonstrated that chlorogenic acid, caffeic acid, p-coumaric acid and ferulic acid of raw potatoes were 463.72, 47.31, 22.37 and 24.36 mg/100g (d.m.). After boiling, those were 370.59, 30.84, 21.45 and 15.61 mg/100g (d.m.), respectively. After baking, those were 285.11, 11.10, 18.95 and 10.46 mg/100g (d.m.), respectively. Chlorogenic acid content was notably decreased by all cooking methods (boiling, baking, steaming, microwave, frying). Baking and frying were highly effective on chlorogenic acid. Caffeic acid was significantly affected by cooking methods, especially baking and frying. P-coumaric acid content after baking and steaming decreased a little. Ferulic acid didn't notably altered by boiling. Cooking has a negative impact on phenolic acids. Destruction of caffeic acid was more than that of chlorogenic acid.

Potassium, calcium, magnesium, phosphorus and zinc contents of hard wheat flour and potato puree were 574464, 151254, 155446, 619238 and 1570 mg/kg (d.m.) and 48761.02, 3687.38, 3262.00, 8306.50 and 15.21 mg/kg (d.m.), respectively.

Maximum resistance (670 BU) for hard wheat flour was higher compared to wheat flour samples, reported by Ktenioudaki et al. (2010) which were Cordiale (Ireland), Raffles (Ireland), Hereward (UK), Malacca (UK), Caphorn (France), Tzeneroso (Greece), Tzemele (Greece) and the Canadian blend, while extensibility (127mm) for hard wheat flour was lower.

3.2. Bread properties

3.2.1. Moisture, ash and protein content

Moisture content of local breads stored 1 day, 5 days and 10 days were 33.50, 29.80 and 26.40 %, respectively. Ash content of local breads ranged between 1.79 and 1.92% (d.m.). Protein content of local breads ranged between 9.55 and 10.76% (d.m.), which are similar to protein results reported by Oluwalana et al. (2012). Oluwalana et al. (2012) investigated the quality of breads made with sweet-potato flour (Nigeria) and wheat flour in the percentage proportion of 0:100, 5:95, 10:90, 15:85 and 100:0 and found protein contents in breads between 10.15 and 12.44%.

3.2.2. Characterization of breads

The decrease in mass of local breads containing sourdough and potato puree with storage is shown in Figure 2. During storage, the decrease in local bread mass was polynomial so the reaction kinetic followed second order ($r^2 = 0.9986$). The mass loss of local bread during 10 days storage was found as 10.26%. According to Tontul and Babaoğlu (2019), mass loss of white bread during 6 days storage was 14.91%. This indicated that local bread has longer shelf life compared to white bread. Local bread height, width, crust thickness, total volume and specific volume are given in Table 1. The higher baking loss (10.80%) was measured in local bread than that of bread including lentil, dextran and sourdough (7.74%) by Perri et al. (2021). Total volume of local bread was higher (7350cm^3) compared to that of bread including lentil, dextran and sourdough (1533cm^3). Local bread led to lower specific volume ($4.71\text{cm}^3/\text{g}$) than that of bread including lentil, dextran and sourdough ($3.3\text{cm}^3/\text{g}$). Specific volume of local bread was higher ($4.71\text{cm}^3/\text{g}$) compared to that of bread containing potato flour at the level of 3-9% ($3.74\text{-}3.47\text{cm}^3/\text{g}$) reported by Nogueira et al. (2018) and that of orange-fleshed sweet potato bread ($3.86\text{-}3.99\text{cm}^3/\text{g}$) reported by Wanjuu et al. (2018). Because local bread contains sourdough. The bread weight, height, width, crust thickness, total volume and specific volume of local breads decreased with increasing of storage time due to staling. Ayo Omogie (2021) reported that specific volume of potato bread including 25% sweet potato flour and 75% wheat flour was $2.08\text{cm}^3/\text{g}$.

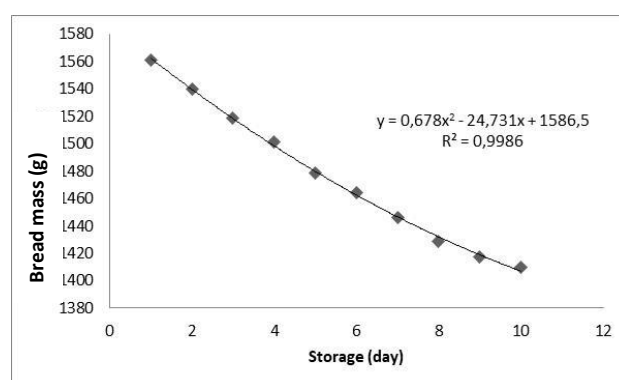


Figure 2. The decrease in local breads weight with storage

3.2.3. Colors of bread crumb and crust

No significant difference among L^* crumb color values of local breads containing sourdough and potato puree was observed (Table 2.). Storage time affected a^* and b^* crumb color of breads, significantly. b^* crumb color values increased with increasing of storage time. There is no

significant difference between a* crumb color values of breads stored 5 days and 10 days. Storage didn't significantly affect L*, a* and b* crust color values of breads. Yellowness of local bread crumb increased with storage due to β -carotene loss. Because the change in redness (a*) and yellowness (b*) of the bread associate with the carotenoid content. The degradation of carotenoids caused a change in color (Limbo et al., 2007). The present results about crumb color (a* and b*) corroborate with findings of Nogueira et al. (2018) who found that storage caused an increase in a* and b* crumb color values.

3.2.4. β -carotene of breads

Storage negatively affected β -carotene content of local bread containing sourdough and potato puree. β -carotene amount of local bread decreased with increasing of storage time (Table 2). Because β -carotene shows low stability to light, oxygen and temperature (Fonseca et al. 2008). According to Wanjuu et al. (2018), storage of orange-fleshed sweet potato bread at temperatures of 20, 25 and 30°C resulted in loss of β -carotene. Nogueira et al. (2018) reported that β -carotene losses on day 5 was 25%, while on day 10 was 56%, which were higher than β -carotene losses (20%) after 9 day storage of breads.

3.2.5. Phenolic compounds of breads

The effect of storage on phenolic compounds of local breads is shown in Table 3. Storage affected phenolic compounds content of local bread containing sourdough and potato puree. Phenolic compounds (gallic acid, chlorogenic acid, syringic acid, vanillic acid, p-coumaric acid, ferulic acid, cinnamic acid) decreased significantly with the increase of storage time from 1 day to 10 days. Phenolic compounds have effects as antioxidants. So storage at room temperature caused the reduction in phenolic compounds of local breads containing sourdough and potato puree. Stabilities of phenolic compounds to light and oxygen were ranged like this; Ferulic acid > p-coumaric acid > chlorogenic acid > cinnamic acid > gallic acid > syringic acid > vanillic acid.

3.2.6. Minerals of breads

Potassium, calcium, magnesium, phosphorus and zinc amounts of local breads containing sourdough and potato puree were 769617, 165848, 165202, 605945 and 13.87 mg/kg (d.m.), respectively. Potassium content of potatoes caused an increase in potassium of local breads. Potassium content in local bread containing sourdough and potato puree was higher compared to that in bread containing potato flour reported by Oluwalana et al. (2012). Oluwalana et al. (2012) reported that sodium, calcium and potassium contents of breads with potato flour were 46.88-73.74 mg/100g, 35.3-4.64 mg/100g and 162.83-38.75 mg/100g, respectively. Helou et al. (2016) reported that potassium, calcium, magnesium, phosphorus and zinc contents of white breads ranged between 189- 207, 25.10-28.70, 33.4-37.8, 146-158 and 1.01-1.25 mg/100 g (d.m.), respectively. Bibiana et al. (2014) reported that β -carotene and calcium increased with increasing levels of sweet potato in bread.

3.2.7. Sensory scores of breads

Sensory profile of local breads containing sourdough and potato puree stored for 1 day, 5 days and 10 days is shown in Figure 3. Score of crust color for local bread stored 1 day was similar to that for those stored 5 days and 10 days. Score of crumb texture for those stored 1 day was higher than that for those stored 5 days and 10 days. Score of porosity for those stored 1 day was similar to that for those stored 5 days and 10 days. Score of aroma for bread stored 1 day was higher compared to that for those stored 5 days and 10 days. Overall acceptance score was higher for bread stored 1 day than that for those stored 5 days and 10 days. All scores of those stored 1 day, 5 days and 10 days were found to be higher than 4. Depending on the higher scores (> 4), it can be stated that all local breads stored 1 day, 5 days and 10 days had the desired crust color, crumb texture, porosity, aroma and overall acceptance. According to Lu et al. (2021), potato based bread was chewy when it was fresh and it became floury and crumbly after just one day of storage at room temperature.

Table 1. Characterization of local breads stored for 1 day, 5 days, 10 days

Sample	Height (cm)	Width (cm)	Crust thickness (mm)	Total volume (cm ³)	Spific volume (cm ³ /g)
Bread 1. day	13.9±0.4 ^a	32±0.7 ^a	4.5±0.1 ^a	7350±91 ^a	4.71±0.1 ^a
Bread 5. day	13.2±0.2 ^b	30±0.3 ^b	4.0±0.1 ^b	6900±89 ^b	4.67±0.1 ^a
Bread 10. day	12.8±0.2 ^c	28±0.2 ^c	3.5±0.1 ^c	6500±75 ^c	4.61±0.1 ^a

Mean values in the same column are significantly different (p<0.05).

Mean ± Standard deviation

Table 2. L*, a*, b* crust and crumb color values, β -carotene of local breads stored for 1 day, 5 days, 10 days

Sample	L* crust	a* crust	b* crust	L* crumb	a* crumb	b* crumb	β -carotene (IU)
Bread 1. day	42.06 \pm 1.74 ^a	16.55 \pm 0.79 ^a	26.60 \pm 1.68 ^a	71.46 \pm 2.40 ^a	-3.50 \pm 0.18 ^b	21.42 \pm 0.11 ^c	339.96 \pm 9.79 ^a
Bread 5. day	42.41 \pm 1.34 ^a	17.36 \pm 0.36 ^a	27.61 \pm 0.40 ^a	78.45 \pm 0.81 ^a	-2.53 \pm 0.11 ^a	24.61 \pm 0.29 ^b	253.41 \pm 2.09 ^b
Bread 10. day	43.65 \pm 0.74 ^a	17.88 \pm 0.19 ^a	27.72 \pm 0.09 ^a	77.85 \pm 5.86 ^a	-2.53 \pm 0.35 ^a	26.80 \pm 0.45 ^a	150.97 \pm 3.28 ^c

Mean values in the same column are significantly different ($p < 0.05$).

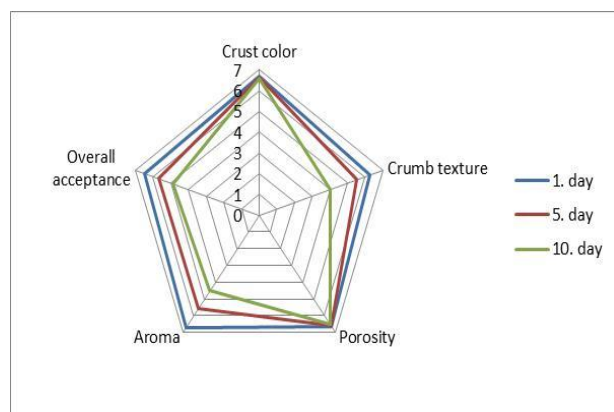
Mean \pm Standard deviation.

Table 3. Phenolic compounds of local breads stored for 1 day, 5 days, 10 days

Samples	Gallic acid (mg/kg)	Chlorogenic acid (mg/kg)	Syringic acid (mg/kg)	Vanillic acid (mg/kg)	p-Coumaric acid (mg/kg)	Ferulic acid (mg/kg)	Cinnamic acid (mg/kg)
Bread 1. day	378.60 \pm 2.82 ^a	37.81 \pm 1.06 ^a	275.58 \pm 3.11 ^a	41.35 \pm 3.13 ^a	0.09 \pm 0.02 ^a	4.10 \pm 0.58 ^a	0.98 \pm 0.06 ^a
Bread 5. day	326.89 \pm 3.78 ^b	27.63 \pm 1.65 ^b	251.34 \pm 3.45 ^b	32.02 \pm 6.33 ^b	0.07 \pm 0.07 ^b	1.82 \pm 0.18 ^b	0.89 \pm 0.11 ^b
Bread 10. day	224.44 \pm 1.88 ^c	15.47 \pm 1.22 ^c	193.50 \pm 3.67 ^c	29.06 \pm 1.96 ^c	0.02 \pm 0.01 ^c	0.059 \pm 0.01 ^c	0.57 \pm 0.02 ^c

Mean values in the same column are significantly different ($p < 0.05$).

Mean \pm Standard deviation

**Figure 3.** Sensory profile of local breads stored for 1 day, 5 days and 10 days

4. Conclusions

Bread weight, height, width, crust thickness, total volume, specific volume, β -carotene content and phenolic compounds were affected statistically from storage. Local bread is nutritionally beneficial, as it includes high amounts of β -carotene that persisted for 10 days. Local breads had an acceptable sensory properties, because average mean score of overall acceptance of local bread stored 10 days is above 4. By visual observation, local bread did not show spoilage until the tenth day. The local bread is hence more shelf stable. From this result, it can be concluded that local bread containing sourdough and potato puree had long shelf life (10 days). Consequently, bread waste can be prevented and this contributes to the World economy because local bread containing sourdough and potato puree lasts longer than other breads. Longer shelf life would also be positive for distribution logistics and therefore also reduce costs.

Declaration of Ethical Standards

The author declares that they comply with all ethical standards.

Declaration of Competing Interest

The author has no conflicts of interest to declare regarding the content of this article.

Data Availability Statement

All data generated or analyzed during this study are included in this published article.

Acknowledgement

I wish to thank Afyon Kocatepe University Scientific Research Projects Coordination Unit for the financial support (Project No: 18.KARIYER.163).

5. References

- AACC, 2000. Approved methods of the American association of cereal chemists (11th ed.). MN, USA: St. Paul.
- AACC, 2010. International Approved Methods:44-01.01, 08-01.01 and 46-13.01.
- Akpan, U. G., Jimoh, A., & Mohammed, A. D., 2006. Extraction, characterization and modification of castor seed oil. *Leonardo Journal of Sciences*, **8(1)**, 43-52.
- Anonymous, Official Geographical Sign and Traditional Product Name Bulletin numbered 14 (September 26, 2017) registered by Turkish Patent and Trademark Authority.
- Ayo-Omogie, H. N., 2021. Gluten-Reduced sweet Potato-Wheat bread: Influence of fermented sweet potato flour addition on bread quality and dough rheology. *Journal of Culinary Science & Technology*, **19(3)**, 187-213.

- Bibiana, I., Grace, N., & Julius, A., 2014. Quality evaluation of composite bread produced from wheat, maize and orange fleshed sweet potato flours. *American Journal of Food Science and Technology*, **2(4)**, 109-115.
- Bonsi, E.A., Zabawa, R., Mortley, D., Bonsi, C., Acheremu, K., Amagloh, F.C., Amagloh, F.K., 2016. Nutrient composition and consumer acceptability of bread made with orange sweet potato puree. *Acta Horticult.* **1128**, 7-14.
- Caponio, F., Alloggio, V., Gomes, T., 1999. Phenolic compounds of virgin olive oil: influence of paste preparation techniques. *Food Chemistry*, **64**, 203-209.
- Dako, E., Retta, N., Desse, G., 2016. Comparison of three sweet potato (*Ipomoea Batatas* (L.) Lam) varieties on nutritional and anti-nutritional factors. *Global Journal of Science Frontier Research: D Agriculture and Veterinary*, **6(4)**, 62-72.
- De Carvalho LMJ, Ortiz G. MD, de Carvalho J.V, de Oliveira ARG, 2018. Carotenoids in Raw Plant Materials. In *Progress in Carotenoid Research*. IntechOpen (**Chapter 6**, 107-119).
- Fonseca, M. J. D. O., Soares, A. G., Freire Junior, M., de Almeida, D. L., & Ascheri, J. L. R., 2008. Effect of extrusion-cooking in total carotenoids content in cream and orange flesh sweet potato cultivars. *Horticultura Brasileira*, **26**, 112-115.
- Gopalani, M., Shahare, M., Ramteke, D.S., Wate, S.R., 2007. Heavy metal content of potato chips and biscuits from Nagpur city, India. *B environ contam toxicol*, **79(4)**, 384-387.
- Gurman, Z., 2018. Afyonkarahisar ili ev ekmeği yapımı ve kullanılan gereçler. VIII. Uluslararası Afyonkarahisar Araştırmaları Sempozyumu (pp. 271-272).
- Hansen, A., & Schieberle, P., 2005. Generation of aroma compounds during sourdough fermentation: Applied and fundamental aspects. *Trends in Food Science & Technology*, **16(1)**, 85-94. [https://doi.](https://doi.org/)
- Hayta, M., & Hendek Ertop, M., 2017. Optimisation of sourdough bread incorporation into wheat bread by response surface methodology: Bioactive and nutritional properties. *International Journal of Food Science & Technology*, **52(8)**, 1828-1835.
- Helou, C., Gadonna-Widehem, P., Robert, N., Branlard, G., Thebault, J., Librere, S., & Tessier, F. J., 2016. The impact of raw materials and baking conditions on Maillard reaction products, thiamine, folate, phytic acid and minerals in white bread. *Food & function*, **7(6)**, 2498-2507.
- Iancu, M. L., 2015. Effect of potato (*Solanum tuberosum*) addition on dough properties, sensory qualities and resistant starch content of bread. The Annals of the University Dunarea de Jos of Galati. The Annals of the University Dunarea de Jos of Galati. *Fascicle VI-Food Technology*, **39(1)**, 93-108.
- Lu, Z. H., Donner, E., & Liu, Q., 2021. Development and characterisation of gluten-free potato bread. *International Journal of Food Science & Technology*, **56(6)**, 3085-3098.
- ICC, 1992. International Association for Cereal Science and Technology. Standard method number 114/1.
- Kamal, M. S., Islam, M. N., & Aziz, M. G., 2013. Effect of sweet potato flour of two local varieties on quality of breads. *Journal of the Bangladesh Agricultural University*, **11 (452-2016-35588)**, 301-306.
- Kariluoto, S., Vahteristo, L., Salovaara, H., Katina, K., Liukkonen, K. H., & Piironen, V., 2004. Effect of baking method and fermentation on folate content of rye and wheat breads. *Cereal Chemistry* 81(1): 134-139. 81(1), 134-139. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.2004.81.1.134>
- Ktenioudaki, A., Butler, F., & Gallagher, E., 2010. Rheological properties and baking quality of wheat varieties from various geographical regions. *Journal of Cereal Science*, **51(3)**, 402-408.
- Kotíková, Z., Šulc, M., Lachman, J., Pivec, V., Orsák, M., & Hamouz, K., 2016. Carotenoid profile and retention in yellow-, purple-and red-fleshed potatoes after thermal processing. *Food chemistry*, **197**, 992-1001.
- Limbo, S., Torri, L., & Piergiovanni, L., 2007. Light-induced changes in an aqueous β -carotene system stored under halogen and fluorescent lamps, affected by two oxygen partial pressures. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 55(13): 5238-5245.
- Liu, X., Zhou, M., Jiabin, C., Luo, Y., Ye, F., Jiao, S., ... & Lü, X., 2018. Bacterial diversity in traditional sourdough from different regions in China. *LWT- Food Science and Technology*, **96**, 251-259.
- Ma, M., Mu, T., Sun, H., & Zhou, L., 2022. Evaluation of texture, retrogradation enthalpy, water mobility, and anti-staling effects of enzymes and hydrocolloids in potato steamed bread. *Food Chemistry*, **368**, 130686.
- Nogueira, A. C., Sehn, G. A., Rebellato, A. P., Coutinho, J. P., Godoy, H. T., Chang, Y. K., & Clerici, M. T. P., 2018. Yellow sweet potato flour: use in sweet bread processing to increase β -carotene content and

- improve quality. *Anais da academia brasileira de ciências*, **90**, 283-293.
- Oluwalana, I. B., Malomo, S. A., & Ogbodogbo, E. O., 2012. Quality assessment of flour and bread from sweet potato wheat composite flour blends. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, **6(1)**, 65-76.
- Perri, G., Coda, R., Rizzello, C. G., Celano, G., Ampollini, M., Gobetti, M., ... & Calasso, M., 2021. Sourdough fermentation of whole and sprouted lentil flours: In situ formation of dextran and effects on the nutritional, texture and sensory characteristics of white bread. *Food Chemistry*, **355**, 129638.
- Sakandar, H. A., Hussain, R., Kubow, S., Sadiq, F. A., Huang, W., & Imran, M., 2019. Sourdough bread: A contemporary cereal fermented product. *Journal of Food Processing and Preservation*, **43(3)**, e13883. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13883>
- Schieber, A., & Carle, R., 2005. Occurrence of carotenoid cis-isomers in food: Technological, analytical, and nutritional implications. *Trends in Food Science & Technology*, **16(9)**, 416-422.
- Stahl, W., & Sies, H., 2012. Photoprotection by dietary carotenoids: concept, mechanisms, evidence and future development. *Molecular nutrition & food research* **56(2)**: 287-295. <https://doi.org/10.1002/mnfr.201100232>
- Takahata, Y., Noda, T., & Nagata, T., 1993. HPLC determination of β -carotene content of sweet potato cultivars and its relationship with color values. *Japanese Journal of Breeding*, **43(3)**, 421-427.
- Tian, J., Chen, J., Lv, F., Chen, S., Chen, J., Liu, D., & Ye, X., 2016. Domestic cooking methods affect the phytochemical composition and antioxidant activity of purple-fleshed potatoes. *Food Chemistry*, **197**, 1264-1270.
- Tontul, S. A., & Babaoğlu, H. Ç., 2019. Effect of flour particle size on physical properties and shelf life of bread. *GIDA-Journal of Food*, **44(5)**, 898-906.
- Trejo-González, A. S., Loyo-González, A. G., & Munguía-Mazariegos, M. R., 2014. Evaluation of bread made from composite wheat-sweet potato flours. *International Food Research Journal*, **21(4)**, 1683.
- Ulusoy, S., Boşgelmez-Tinaz, G., & Seçilmiş-Canbay, H., 2009. Tocopherol, carotene, phenolic contents and antibacterial properties of rose essential oil, hydrosol and absolute. *Current microbiology*, **59(5)**, 554-558.
- Van Jaarsveld, P. J., Marais, D. W., Harmse, E., Nestel, P., & Rodriguez-Amaya, D. B., 2006. Retention of β -carotene in boiled, mashed orange-fleshed sweet potato. *Journal of Food Composition and Analysis*, **19(4)**, 321-329.
- Wanjuu, C., Abong, G., Mbogo, D., Heck, S., Low, J., & Muzhingi, T., 2018. The physicochemical properties and shelf-life of orange-fleshed sweet potato puree composite bread. *Food science & nutrition*, **6(6)**, 1555-1563.
- Yuliana, N., Nurdjanah, S., & Ratna Dewi, Y., 2018. Physicochemical properties of fermented sweet potato flour in wheat composite flour and its use in white bread. *International Food Research Journal*, **25(3)**, 1051-1059.



Generation of PM₁₀ Map with Sentinel-2 Satellite Images: The Case of Çankırı Province

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 07.10.2023

Kabul/Accepted: 09.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Sentinel-2 Uydu Görüntüleri ile PM₁₀ Haritasının Üretilmesi: Çankırı İli Örneği

Osman KARAKOÇ^{1*}, Semih EKERCİN²

¹Necmettin Erbakan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Harita Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye

²Antalya Bilim Üniversitesi, Antalya, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

Air pollution, which is characterized as a global environmental problem, negatively affects life in Turkey as a result of the increase in the amount of energy needed and uncontrolled construction. In order to minimize the health impacts of air pollution, air quality should be monitored regularly and necessary steps should be taken to improve it. With the innovations in satellite technologies, the air quality of large areas can be monitored with the help of satellite images and effective solutions can be produced in many areas such as the detection of air pollutant parameters and the creation of thematic maps. The main objective of the research is to investigate the relationship between in-situ measured PM₁₀ parameters and Sentinel-2 satellite data and to map PM₁₀ based on this relationship. In this context, PM₁₀ parameters measured in the field on two different dates and Sentinel-2 satellite images dated 22.11.2021 and 16.04.2022 were used as data sources. The relationship between the data used was established by multiple regression analysis. The coefficients obtained from the analysis results were applied to the relevant bands and thematic maps were created using satellite images. The correlation coefficients of 0.80 and 0.79 calculated by regression analyses indicate that sufficient accuracy was achieved in the research. The results of the study show that satellite imagery provides accurate data for PM₁₀ estimate and that pollution exceeds World Health Organization limits in the road transportation network and industrial areas.

Keywords

Remote sensing; Air pollution; Regression analysis; PM₁₀; Sentinel-2

Öz

Küresel boyutta çevresel bir problem olarak nitelendirilen hava kirliliği dünya ülkelerine benzer şekilde Türkiye’de de gereksinim duyulan enerji miktarındaki artışın ve kontrolsüz yapılaşmanın bir sonucu olarak yaşamı negatif yönde etkilemektedir. Hava kirliliğine bağlı sağlık etkilerinin minimum düzeye indirilmesi için hava kalitesinin düzenli periyotlarla izlenmesi ve iyileştirilmesi yönünde ihtiyaç duyulan adımların atılması gerekmektedir. Uydu teknolojilerindeki yenilikler ile birlikte büyük alanların hava kalitesi uydu görüntüleri yardımıyla izlenebilmekte ve hava kirlileti parametrelerin saptanması, tematik haritaların oluşturulması gibi birçok alanda etkili çözümler üretilebilmektedir. Araştırmanın temel amacı yerinde ölçülen PM₁₀ parametreleri ile Sentinel-2 uydu verileri arasındaki ilişkiyi araştırmak ve bu ilişkiye dayanarak PM₁₀’u haritalandırmaktır. Bu kapsamda çalışmada farklı iki tarihte arazide ölçülen PM₁₀ parametreleri ile Sentinel-2 uydusuna ait 22.11.2021 ve 16.04.2022 tarihli görüntüler veri kaynakları olarak kullanılmıştır. Kullanılan veriler arasındaki ilişki çoklu regresyon analizi ile kurulmuştur. Analiz sonuçlarından temin edilen katsayılar ilgili bantlara uygulanmış ve uydu görüntüleri kullanılarak tematik haritalar oluşturulmuştur. Regresyon analizleri ile hesaplanan 0,80 ve 0,79 korelasyon katsayıları araştırmada yeterli doğruluğa ulaşıldığını işaret etmektedir. Çalışma sonuçları PM₁₀ tahmininde uydu görüntülerinin doğru veriler sunduğunu ve kirliliğin karayolu ulaşım ağı ile endüstriyel bölgelerde Dünya Sağlık Örgütü limitlerini aştığını göstermektedir.

Anahtar Kelimeler

Uzaktan algılama; Hava kirliliği; Regresyon analizi; PM₁₀; Sentinel-2

1. Introduction

The world population is expected to reach 9.7 billion in 2050 and 10.4 billion in the 2080s, and to remain at this level until 2100 (UN 2022). Increasing energy demand and uncontrolled urbanization in parallel with rapid population growth negatively affect air quality. According to the World Health Organization's air quality database, 99% of the world's population is behind the WHO air quality limits and is exposed to air pollution at a scale that threatens human health (WHO 2022).

Particulate matter (PM), which causes air pollution, is one of the most dangerous air pollutants because it easily enters the respiratory tract (Kim 2015). Particulate matter, which is part of air pollution, is tiny particles consisting of organic chemicals, metals, acids and dust particles (Jonathan et al. 2012). Particles between 2.5 µm and 10 µm in size are called coarse particles (PM₁₀), those between 0.1 µm and 2.5 µm are called fine particles (PM_{2.5}) and particles smaller than 0.1 µm are called ultrafine particles (UFP) (Tasic et al. 2006). The results of

worldwide epidemiological research revealed the relationship between the number of particles in the environment and the death rates in the population (Schwarze et al. 2006). Developing air pollution with PM causes a variety of cardiovascular and respiratory diseases (Hime et al. 2018). It is estimated that 3% of all developing deaths due to heart and respiratory disease in the world and 5% of developing deaths due to lung cancer have been caused by particle substances (Cohen et al. 2005). It is known that a 10 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ increase in PM₁₀ level causes an increase in daily mortality rates between 0.5% and 1.5% (Valavanidis et al. 2008). This situation reveals the necessity of studies to be carried out for regular monitoring and control of the PM₁₀ parameter. Due to all these reasons, the PM₁₀ parameter, one of the most important components of air pollution, was used in the study.

Developing air pollution from both natural and artificial sources of PM threatens human health, as well as adversely affects climate conditions. To reduce these adverse effects and contain air pollution, local legislation studies in all countries and the WHO daily (45 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) and annual (15 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) limit values and PM₁₀ limits have been established. In Turkey, the "Air Quality Assessment and Management Regulation" and the daily and annual PM₁₀ limit values are set at 50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ and 40 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ respectively. To ensure control of PM₁₀ boundary values, proper monitoring of the number of pollutants and steps towards improving air quality must be taken.

Today, PM₁₀ values can be measured through fixed stations or portable samplers. However, the high installation costs of fixed monitoring stations and the level of data that cannot homogeneously represent a region's air quality, and the low cost of data sensitivity of portable samplers have led to new solutions for the estimation of polluting parameters. Innovations in satellite systems, which are the result of technological developments, provide highly accurate results in estimating major pollution sources using satellite images, monitoring air quality in regions with large surface areas, creating dispersion models for air quality and producing thematic maps. In fact, there are several studies in international literature aimed at estimating satellite images and air pollutant parameters (Karakoç 2022).

Harbula (2010), tested the relationship between Aerosol Optical Depth (AOD) data from the Modis sensor and PM₁₀ parameters. The regression analysis has determined that PM₁₀ values are in a meaningful relationship with the AOD. Wang et al. (2021) developed a new approach for the estimation of daily full-scope ambient concentrations

of PM_{2.5} and PM₁₀ in China using Sentinel-5P TROPOMI and GEOS-FP datasets. Light Gradient Boosting Machine (LGBM) machine learning method was used to estimate the parameters. The correlation coefficients of 0.88 and 0.83 for PM_{2.5} and PM₁₀, respectively, showed that the parameters were successfully estimated by the applied method and thus the model performance was good. Nguyen and Tran (2014), In a study conducted in Hanoi, Vietnam, Landsat-8 implemented regression analysis to determine the relationship between the reflectance values derived from the bands of the satellite image and PM₁₀ data. The correlation coefficient (R=0.888) obtained by regression analysis indicates that the Landsat-8 satellite image and PM₁₀ parameters may be calculated. Makineci et al. (2023) used Sentinel-5P satellite data to examine the status of pollutant parameters in Konya between 2019 and 2021. In the study, the amounts of ozone, methane, carbon monoxide and nitrogen dioxide gases were plotted on a monthly basis and mapped on an annual basis using Sentinel-5P Level-2 data obtained from the Google Earth Engine platform. It was concluded that methane gas is observed in forested areas and large wetlands and reaches its minimum levels in winter, while other gases reach their minimum levels in summer. Jafarian and Behzadi (2020), Using PM_{2.5} data from 23 air quality monitoring stations located in Tehran, Iran, and Landsat-8 satellite imagery, it was tested the relationship between air pollution and satellite images. The relationship between the band values of Landsat satellite images and PM_{2.5} values has been studied by the 19 regression model. The study found that it was possible to estimate PM_{2.5} values by satellite images. Othman et al. (2010) developed a multispectral algorithm in the Mecca, Myna and Arafat regions of Saudi Arabia to predict the concentrations of particulate matter (PM₁₀) using Landsat-7 satellite images. In the application field, coordinates from the PM₁₀ measurement points are taken using GPS. The correlation coefficient (R > 0.8) obtained by regression analysis indicates that this method is reliable. Ghasempour et al. (2021) used nitrogen dioxide (NO₂) and sulfur dioxide (SO₂) data derived from Sentinel-5P and AOD (Aerosol Optical Depth) data derived from MODIS to investigate the impact of Covid-19 pandemic quarantines on air quality in Turkey. The results of the study showed that SO₂ did not change during the quarantine and even increased slightly in some areas, while NO₂ and AOD decreased significantly. When the data obtained were compared with the station data in Istanbul, it was found that there was no significant correlation for SO₂. Correlation coefficients of 0.83, 0.70 and 0.65 for NO₂ and 0.86 and 0.82 for AOD data,

respectively. Sifakis and Deschamps (1992), in their work, estimated the concentration of particulate matter using the SPOT XS1 band in Toulouse, France. The study results show that particulate matter estimation over large areas can be easily done by satellite imaging. Chen et al. (2021) used the Bira-Lambert law and multivariate regression analysis to accurately estimate PM_{2.5} and PM₁₀ values using hyperspectral imaging. It has been found that PM_{2.5} and PM₁₀ can be analyzed in visible, near-infrared and remote infrared light bands and that the accuracy in the visible light band is higher than in other bands. Mamić et al. (2023) estimated PM_{2.5} and PM₁₀ concentrations in their study in Croatia using remote sensing data sets in the Google Earth Engine system with Sentinel-5P. They used a random forest machine learning algorithm to perform spatial modeling of particulate matter spatial distribution. The data obtained from the air quality monitoring station were matched with remote sensing data and seasonal models were trained by machine learning method. The results of the study showed that the method applied in the estimation of PM_{2.5} and PM₁₀ parameters was successful. Li et al. (2019) compared AOD data from Sentinel-2A and Landsat-8 satellite images to local source AOD data. The results of the study determined by the determining coefficient ($R^2 > 0.90$) indicate that the relationship for AOD data is available in urban environments. The Sentinel-2A satellite data was also found to yield higher accuracy compared to Landsat-8.

Although there have been many international studies on the estimation of air pollution with satellite imagery, this issue is not yet common in Turkey. For this reason, this study aims to estimate and thematically map the PM₁₀ parameters causing air pollution Çankırı city center using Sentinel-2 satellite images. In this context, the applicability of the method was investigated in Çankırı city center, which is dense in terms of traffic and population and contains industrial zones.

2. Materials and Methods

2.1 Study area

In this study, the city center of the city of Çankırı was selected as the main application area for the 32° 30' to 34° 10' eastern meridians and the 40° 30' to 41° 33' north parallels (Figure 1).

2.2 Satellite data

Obtaining the images closest to the dates of the fieldwork carried out within the scope of the study is very important

for achieving high accuracy. In addition, another factor affecting the accuracy of the study is that the satellite images to be used should be cloud-free. Sentinel-2 is one of the most advanced satellites offering free data for remote sensing applications. Sentinel-2 satellite provides the opportunity to take images from the same place at 5-day intervals, with its images covering wide areas with high spatial resolution. For these reasons, Sentinel-2 satellite imagery was used in the study, which has a short revisit time and therefore allows cloud-free images to be obtained closest to the field work. The Sentinel-2 satellite has a spatial resolution of 13 spectral bands ranging from 10 m to 60 m and a strip width of 290 km. In this study, a combination of red, green and blue bands with a resolution of 10 m was used because it provides high accuracy in regression analysis. Sentinel-2 satellite imagery from April and November was used to estimate air pollution in more meaningful ways. Satellite images from the spring (16.04.2022) and autumn (22.11.2021) are important for assessing the impact of fossil fuel use and seasonal conditions on PM₁₀ values.

2.3. In-situ data

The implementation part of the study was followed by two field works on 20.11.2021 and 13.04.2022. Particulate samples are to be collected before the field work, and on the relevant dates are localized measurement methods and PM₁₀ measurements from locations within the application area. In both field works, measurements were made at frequent intervals in areas with high fossil fuel use, traffic and population density. In this context, the first field work took measurements from 30 locations and the second field work from 40 locations.

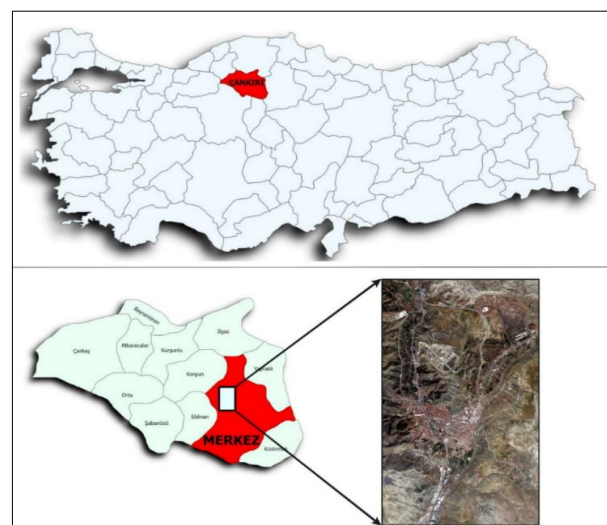


Figure 1. Study area map

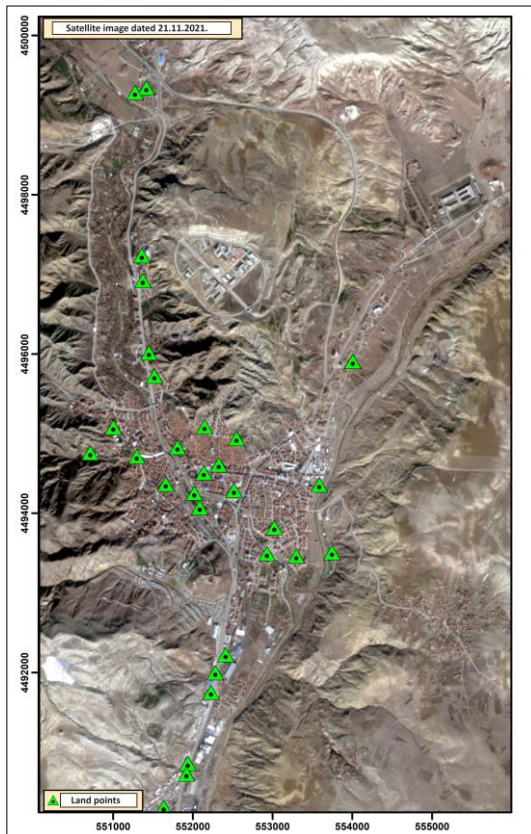


Figure 2. PM₁₀ sampled point locations on 21.11.2021

In this work, the CEM DT-9880 portable air quality measuring device was used to collect PM₁₀ samples. Sampling was performed at all points when the height of the device averaged 1 meter. The measurements worked with a minimum of 2 minutes between each measurement and a measurement time of 1 minute. Also, the locations of the points being measured are taken with the help of handheld GPS.

2.4 Radiometric and atmospheric correction

Radiometric correction is intended to reduce the atmospheric effects that develop during satellite imaging. This is done by converting the pixel brightness values of the image into a unit comparable to the spectral projection values, which are implemented in two phases (Mather et al. 2011). The European Space Agency (ESA) has been providing derived Level-1C products for Sentinel-2A since 2015 and Sentinel-2B since 2017. Level-1C data correspond to reflectance values after radiometric and geometric corrections have been applied. In addition, Copernicus Open Access Center has been providing Level-2A products since March 2017 (Sola et al. 2018). Sentinel-2 satellite images used in the study were obtained as a free registration through the USGS (United States Geological Survey) Earthexplorer system. The downloaded file contains the image file, metadata,

geometric and radiometric correction information for all bands. Atmospheric correction was performed through the SCP (Semi-Automatic Classification Plugin) module integrated into the QGIS software, using the metadata in the downloaded file.

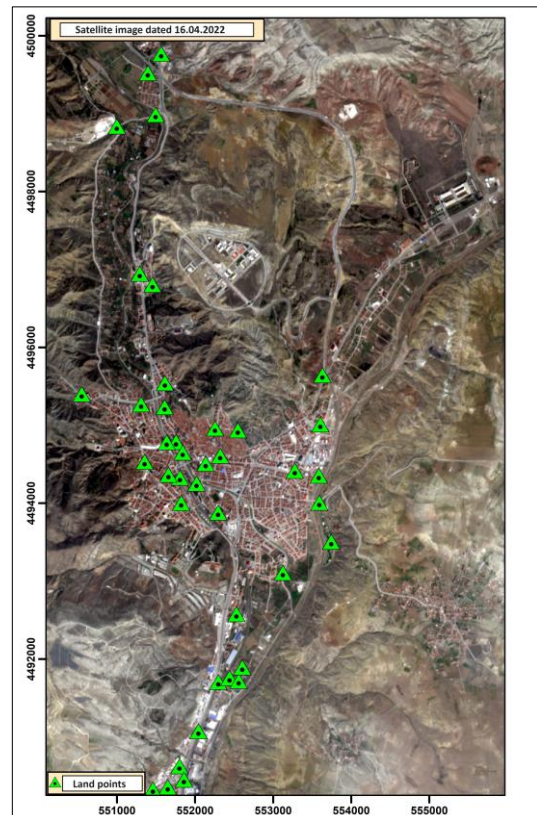


Figure 3. PM₁₀ sampled point locations on 13.04.2022



Figure 4. PM₁₀ measurement device

2.5 Kriging method

Kriging is a method of cutting the optimal values of data from other points by using data from known points. With this method, the parameters to be interpolated in an area are used as a regional variable. The regional variable constantly varies in location so that points close to each

other have a high correlation (İnal et al. 2002). In general, today there are a number of different kriging methods is being used. These methods are ordinary, universal, block, disjunctive and co-kriging (Nas et al. 2007). Ordinary kriging method is mainly used for environmental as a reliable interpolation method in many disciplines, including studies is used. For this reason, ordinary kriging, a geostatistical interpolation method, was used to obtain the spatial distribution of PM₁₀ parameters measured during field studies.

2.6 Regression analysis

Regression analysis is a technique of analysis to determine the relationship between two or more variables with cause-and-effect relationships. The mathematical engine of this technique is the equation of regression (Şahinler 2000). The main objectives of regression analysis, which is one of the most important methods in terms of determining the statistical relationship, are listed as follows;

- To analyze whether one or more independent variables have a significant effect on the dependent variable,
- Estimating the values that the dependent variable can take,
- To examine the effect on the dependent variable specific to the change in the independent variables (Maddala 2001).

The correlation coefficient (*r*) is used in determining the degree to which the regression equation explains the observation value or the degree of the relationship between variables. The correlation coefficient is taking values in the range +1 to -1, giving an idea of the direction of the correlation. Correlation coefficient value;

- *r*=1 state; It means that the relationship between the variables is complete.
- *r*=0 state; which means that there is no relationship between the variables.

Regression analysis method is frequently used for the relationship between satellite images used in remote sensing applications and the studied parameters. In this study, the relationship between in-situ measured PM₁₀ data and satellite image reflectance values was tested by regression analysis. A regression equation was created to estimate PM₁₀ values from satellite images. With the help of this equation, the relationship between PM₁₀ parameters and satellite images was tested. The independent variables of this equation are the reflectance values of the bands (red, green and blue) of the Sentinel-

2 satellite. The dependent variable is PM₁₀ values obtained from field works on two different dates. This triple band combination was used in the regression analysis because it provides higher accuracy. The regression equation is shown below.

$$Y = B_0 + B_1X_{i1} + B_2X_{i2} + \dots + B_pX_{ip} + E_i \quad (1)$$

Y: PM10 values obtained from field works

X_i: Reflectance values obtained from the red, green and blue bands of the Sentinel-2 satellite

i: the band numbers from the satellite image

B: Regression coefficients.

3. Results and Discussion

3.1 Interpolation of data with kriging method

Thematic maps were produced by kriging interpolation using PM₁₀ data measured during both field studies (Figure 5 and Figure 6). Thematic maps obtained by kriging method are important data sources to test the distribution of pollutants in the application area and to show the positive impact of satellite imagery on the accuracy of the study. In both thematics produced by the kriging interpolation method, It has been determined that the areas with high PM₁₀ levels are similar in the map. This shows that the thematic maps produced by the kriging method are consistent.

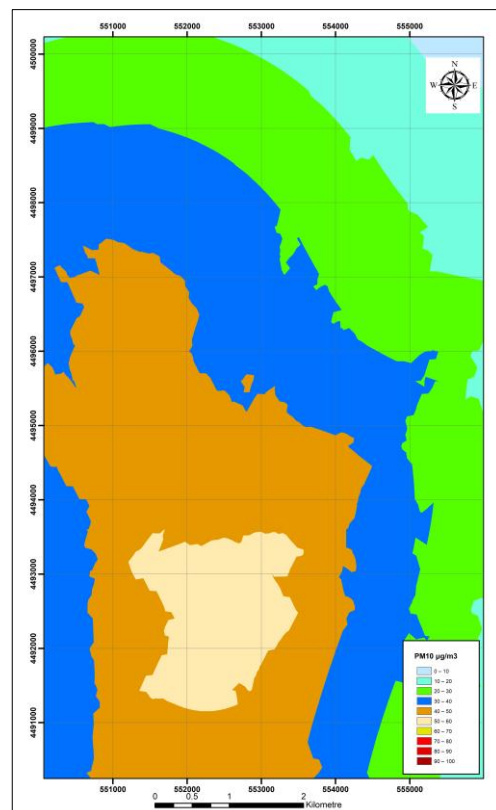


Figure 5. Thematic map dated 20.11.2021 produced with the Kriging method

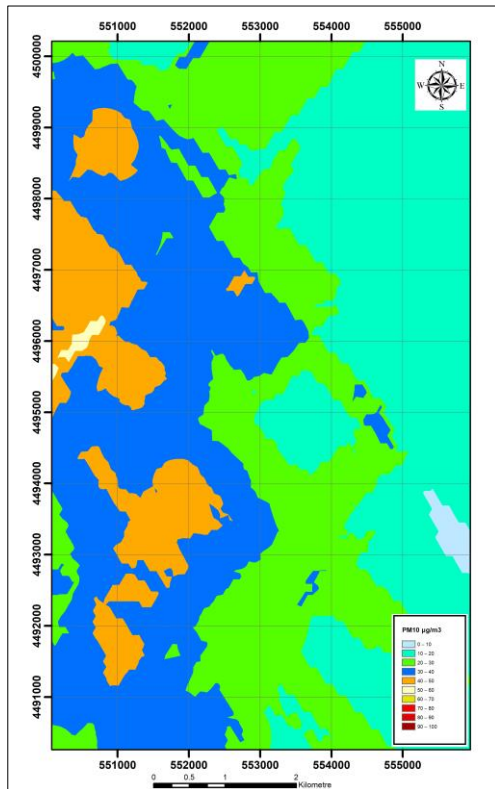


Figure 6. Thematic map dated 13.04.2022 produced with the Kriging method

3.2 Evaluation of the regression model

In the field work dated 20.11.2021, PM₁₀ measurements were made from 30 locations. The PM₁₀ measurement was measured by the hand-held GPS coordinate of each point. All the measured PM₁₀ samples are included in the regression analysis. Regression analysis showed an 80% relationship between the PM₁₀ values obtained from the field work and the model generated (Figure 7). This ratio indicates a high degree of correlation between the PM₁₀ and the Red, Green and Blue bands. The remaining 20% were scattered by other unknown factors. In addition, the Durbin-Watson test statistics, expected to be around 2, were calculated at 2,294. This can be explained by the fact that there are no other factors that affect the dependent variable other than the arguments. Finally, the Sigma value in the Anova table is less than 0.05, indicating the significance of the generated model.

In the field work dated 13.04.2022, PM₁₀ measurements were made from 40 locations. The PM₁₀ measurement was measured by the hand-held GPS coordinate of each point. All the measured PM₁₀ samples are included in the regression analysis. Regression analysis showed a 79% relationship between the PM₁₀ values obtained from the field work and the model generated (Figure 8). This ratio indicates a high degree of correlation between the PM₁₀ and the Red, Green and Blue bands. The remaining 21%

were scattered by other unknown factors. In addition, the Durbin-Watson test statistics, expected to be around 2, were calculated at 1,284. This can be explained by the fact that there are no other factors that affect the dependent variable other than the arguments. Finally, the Sigma value in the Anova table is less than 0.05, indicating the significance of the generated model.

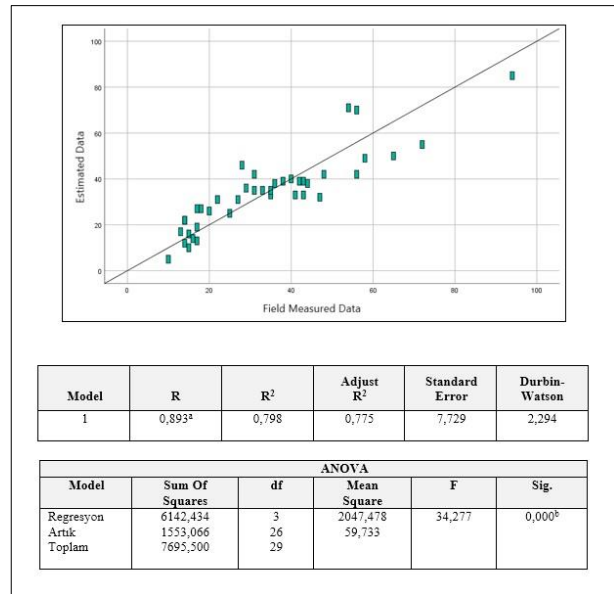


Figure 7. First regression analysis model

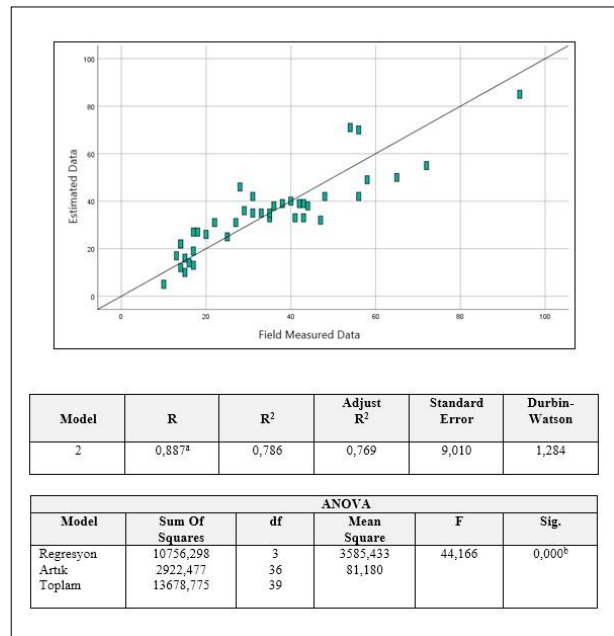


Figure 8. Second regression analysis model

3.3 Production of thematic maps

A model flowchart has been created for the generation of PM₁₀-related satellite images using coefficients derived from regression analysis. Both satellite images use the same model flow, but only the coefficients of the red, green and blue bands obtained by regression analysis

vary. The first input data of the installed model is the Sentinel-2 satellite image, which is truncated by its workspace. Regression coefficients were multiplied by red, green, and blue bands, and the resulting output data were collected to produce the associated satellite image of PM₁₀. These images were then classified, resulting in thematic maps of both terrain periods (Figure 9 and Figure 10).

In this study, two field studies were conducted in April and November. PM₁₀ maps were produced using satellite images closest to these dates. The main reason for this date difference between the studies is to accurately determine the impact of fossil fuel use and seasonal conditions on the study. The results obtained for two different dates enable a more meaningful interpretation of air pollution in the city center and the evaluation of other factors that cause pollution.

In the thematic map associated with PM₁₀, produced from a satellite image of 22.11.2021, the density of the city center ranges from 20 to 50 µg/m³ and 50 to 100 µg/m³, while traffic flow varies from 40 to 70 µg/m³ on intercity roads with heavy traffic, and 40 to 70 µg/m³ and 70 to 150 µg/m³ in the small industrial site and nearby region.

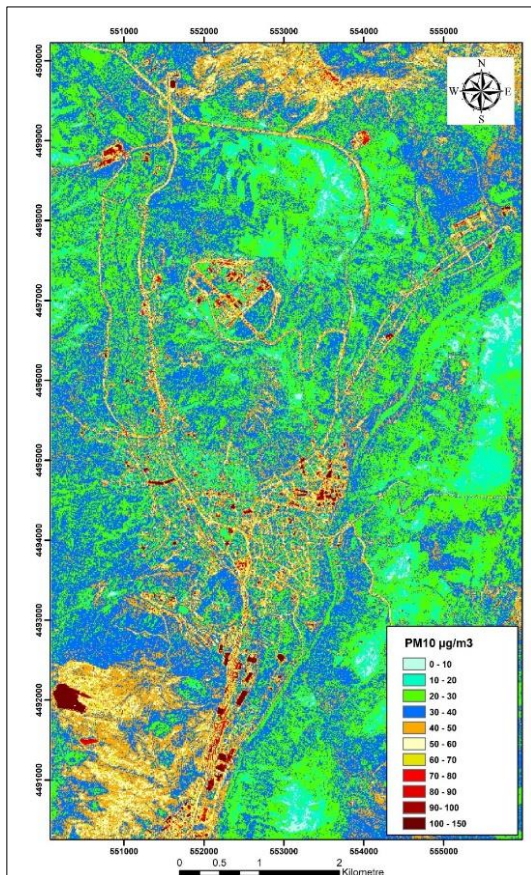


Figure 9. PM₁₀ thematic map dated 22.11.2021

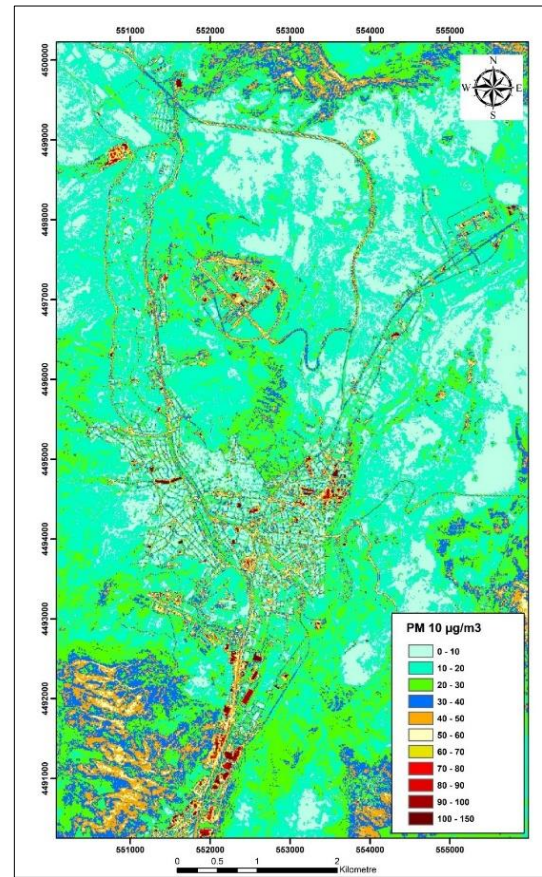


Figure 10. PM₁₀ thematic map dated 16.04.2022

In the thematic map associated with PM₁₀, produced from a satellite image of 16.04.2022, the density of the city center in the PM₁₀ range ranges from 0 to 30 µg/m³, while traffic flow between 30 and 70 µg/m³ on intercity roads where it is dense, and between 30 and 70 µg/m³ and 70 to 150 µg/m³ in the small industrial site and nearby.

The PM₁₀ values were outpaced by the index value of the air quality specified by the WHO in certain areas of the city center, the intercity roads and the small industrial site and its immediate area. High levels of PM₁₀ in the city center are thought to be caused by fossil fuel usage and vehicle emissions. The small industrial site and the high levels in its immediate vicinity originate from industrial facilities that operate within the region. The city-wide road is expected to be removed from the center of the city and the intercity connection to be established via an alternative freeway, resulting in better air quality in their habitats. It is also predicted that by moving industrial facilities away from the city center, the air quality of their living space can be improved, and industrial plant-generated air pollution can be reduced.

The determination coefficient values describing the extent of the relationship between PM₁₀ and Sentinel-2 satellite images were found in satellite image 0.893 on

22.11.2021 and 0.887 on 16.04.2022. These values indicate that the PM₁₀ parameters can be estimated using satellite images, such as in the work of Othman et al. (2010), Wang et al. (2021), Mamić et al. (2023), Nguyen and Tran (2014), and Chen et al. (2021). In addition, the failure of the fieldwork to perform the Sentinel-2 satellite images on the same day as the acquisition dates results in a relatively low deterministic coefficient. With the addition of PM₁₀ instances simultaneously from more dots and satellite images, or by choosing the passive sampling method instead of the portable sampling method used, the work accuracy can be improved.

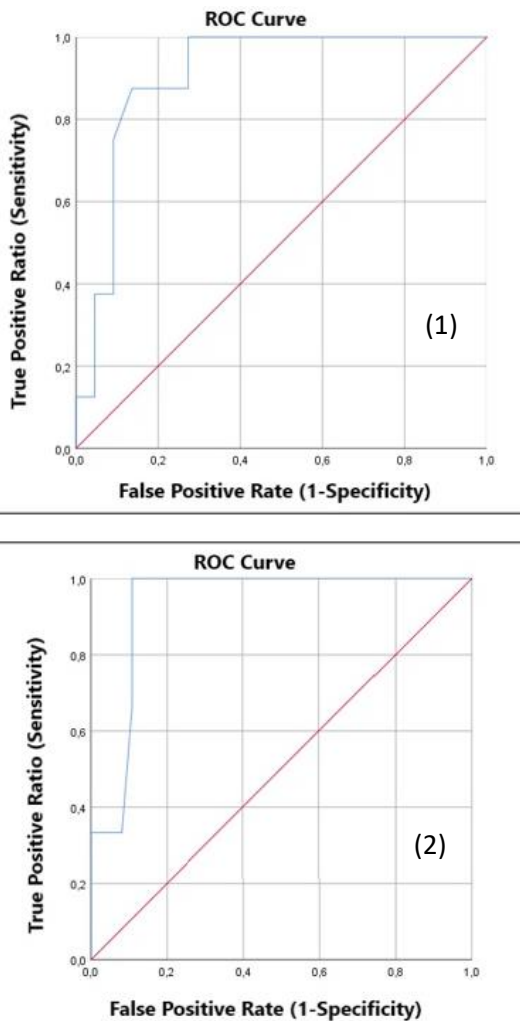


Figure 11. ROC curves generated by analysis

3.4 Statistical accuracy analysis

An ROC curve is a curve with true positive (sensitivity) rates on the vertical axis and false positive (1-specificity) rates on the horizontal axis for different threshold values. Each point on the ROC curve reveals the sensitivity and 1-specificity values corresponding to different threshold values (Tomak and Bek 2010). The ROC curve is formed by combining the intersection points of the sensitivity and

(1-specificity) points on the coordinate axis (Krzanowski and Hand 2009). ROC curves were drawn to analyze the accuracy of the thematic maps obtained in the study. Thematic maps produced for both terrain periods were compared to the test data which was randomly selected at about 20% before the model, with the value PM₁₀ given, and the ROC (Receiver Operating Characteristic) curves were drawn in this scope. Analysis shows that the area under the ROC curve shows thematic map accuracy of 90.6% for the first fieldwork and 93.2% for the second terrain study (Figure 11).

4. Conclusion

In this study, PM₁₀ parameters causing air pollution in Çankırı city center were estimated using Sentinel-2 satellite images. Two field studies were conducted to measure PM₁₀ parameters. The relationship between the red, green and blue bands of the Sentinel-2 satellite and the PM₁₀ data measured in field works was established by multiple regression analysis. Regression analyses yielded correlation coefficients of 0.80 and 0.79, respectively. A model was developed using the coefficients obtained from the regression analysis and the reflectance values of the Sentinel-2 satellite image. The PM₁₀ related satellite images obtained as a result of the model were classified, and thematic maps were produced.

The results of the study show that there are significant relationships between the reflectance values of the bands of Sentinel-2 satellite imagery and in-situ measured PM₁₀ parameters. Therefore, it is concluded that Sentinel-2 satellite imagery can be used to estimate PM₁₀ parameters that cause air pollution.

Declaration of Ethical Standards

The authors declare that they comply with all ethical standards.

Credit Authorship Contribution Statement

Author-1: Conceptualization, investigation, methodology and software, visualization and writing – original draft, review and editing.

Author-2: Conceptualization, methodology, supervision, review.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data Availability Statement

All data generated or analyzed during this study are included in this published article.

Acknowledgement

We would like to thank the T.C Ministry of Environment, Urbanization and Climate Change for their support in providing the data needed for this study.

5. References

- Anderson, J.O., Thundiyil, J.G., Stolbach, A., 2012. Clearing the air: a review of the effects of particulate matter air pollution on human health. *Journal of medical toxicology: official journal of the American College of Medical Toxicology*, **8(2)**, 166–175.
<https://doi.org/10.1007/s13181-011-0203-1>
- Chen, C.W., Tseng, Y.S., Mukundan, A., Wang, H.C., 2021. Air pollution: Sensitive Detection of PM_{2.5} and PM₁₀ Concentration Using Hyperspectral Imaging, *Applied Sciences*, **11**.
<https://doi.org/10.3390/app11104543>
- Cohen, A.J., Anderson, H.R., Ostro, B., Pandey, K.D., Krzyzanowski, M., Künzli N., Gutschmidt, K., Pope, A., Romieu, I., Samet, J.M., Smith, K., 2005. Comparative Quantification of Health Risks, Global and Regional Burden of Disease Attributable to Selected Major Risk Factors, Urban Air pollution, *Journal of Toxicology and Environmental Health*, 433–1354.
- De Donno, A., De Giorgi, M., Bagordo, F., Grassi, T., Idolo, A., Serio, F., Ceretti, E., Feretti, D., Villarini, M., Moretti, M., Carducci, A., Verani, M., Bonetta, S., Pignata, C., Bonizzoni, S., Bonetti, A., Gelatti, U., MAPEC_LIFE Study Group., 2018. Health Risk Associated with Exposure to PM₁₀ and Benzene in Three Italian Towns. *International journal of environmental research and public health*, **15(8)**, 1672.
<https://doi.org/10.3390/ijerph15081672>
- Ghasempour, F., Alihsan Şekertekin, A., Kutoğlu, Ş.H., 2021. Google Earth Engine based spatio-temporal analysis of air pollutants before and during the first wave COVID-19 outbreak over Turkey via remote sensing, *Journal of Cleaner Production*, **319**.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.128599>
- Harbula, J., 2010. Dependence of PM₁₀ Particles Concentration on Aerosol Optical Thickness Value from the MODIS Data.
- Hime, N., Marks, G., Cowie, C., 2018. A Comparison of the Health Effects of Ambient Particulate Matter Air Pollution from Five Emission Sources. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, **15**, 1206.
<https://doi.org/10.3390/ijerph15061206>
- İnal, C., Turgut, B., Yiğit, C.Ö., 2002. Lokal Alanlarda Jeoit Ondülasyonlarının Belirlenmesinde Kullanılan Enterpolasyon Yöntemlerinin Karşılaştırılması (Comparison of Interpolation Methods Usset to Determine Geoid Corrugations in Local Areas), Selçuk Üniversitesi Jeodezi ve Fotogrametri Mühendisliği Öğretiminde 30. Yıl Sempozyumu, 16–18.
- Jafarian, H., Behzadi, S., 2020. Evaluation of PM_{2.5} Emissions in Tehran by Means of Remote Sensing and Regression Models, *Pollution*, **6**, 521–529.
- Karakoç, O., 2022. Uzaktan Algılama ve Coğrafi Bilgi Sistemleri Entegrasyonu ile Çankırı İli Hava Kalitesi Haritasının Oluşturulması (Mapping of Dispersion of Air Quality of Çankırı Province by the Integration of Remote Sensing and Geographical Information Systems), (Master Thesis), Instute of Science, Konya, 96.
- Kim K. H., Kabir, E., Kabir, S., 2015. A Review on the Human Health Impact of Airborne Particulate Matter, *Environment International*, **74**, 136–143.
<https://doi.org/10.1016/j.envint.2014.10.005>
- Krzanowski, W. J., Hand, D. J., 2009. ROC Curve for Continuous Data, Chapman and Hall/CRC.
<https://doi.org/10.1201/9781439800225>
- Li, Z., Roy, D. P., Zhang, H. K., Vermote, E. F., Huang, H., 2019. Evaluation of Landsat-8 and Sentinel-2A Aerosol Optical Depth Retrievals Across Chinese Cities and Implications for Medium Spatial Resolution Urban Aerosol Monitoring, *Remote Sensing*, **11**.
<https://doi.org/10.3390/rs11020122>
- Maddala, G. S., 2001. Introduction to Econometrics, John Wiley&Sons, New York.
- Makineci, H., Arikan, D., Alkan, D., Karasaka, L., 2023. Spatio-temporal Analysis of Sentinel-5P Data of Konya City Between 2019- 2021, **170**, 23-40.
- Mamić, L., Gašparović, M., Kaplan, G., 2023. Developing PM_{2.5} and PM₁₀ prediction models on a national and regional scale using open-source remote sensing data, *Environ Monit Assess* **195**, 644.
<https://doi.org/10.1007/s10661-023-11212-x>
- Mather, P. M., Koch, M., 2011. Computer Processing of Remotely-Sensed Images: An Introduction, 4th ed., *Wiley-Blackwell*, Chichester.
- Nas, B., Karabork, H., Berktaş, A., Ekercin, S., 2007. Assessing Water Quality in the Beyşehir Lake (Turkey) by the Application of GIS, Geostatistics and Remote Sensing.
- Nguyen, N. H. and Tran, V.A., 2014. Estimation of PM₁₀ from Aot of Satellite Landsat 8 Image over Hanoi City,

in: International Symposium on Geoinformatics for Spatial Infrastructure Development in Earth and Allied Sciences.

Othman, N., Mat Jafri, M. Z., San, L. H., 2010. Estimating Particulate Matter Concentration over Arid Region Using Satellite Remote Sensing: A Case Study in Makkah, Saudi Arabia, *Modern Applied Science*, **4**.
<https://doi.org/10.5539/mas.v4n11p131>

Schwarze, P. E., Ovrevik, J., Låg, M., Refsnes, M., Nafstad, P., Hetland, R. B., & Dybing, E, 2006. Particulate matter properties and health effects: consistency of epidemiological and toxicological studies. *Human & experimental toxicology*, **25(10)**, 559–579.
<https://doi.org/10.1177/096032706072520>

Sifakis, N., 1992. Mapping of Air Pollution Using SPOT Satellite Data, *Photogrammetric Engineering and Remote Sensing*, **58**, 1433-1437.

Sola, I., García-Martín, A., Sandonís-Pozo, L., Álvarez-Mozos, J., Pérez-Cabello, F., González-Audicana, M., Llovería, R. M., 2018. Assessment of atmospheric correction methods for Sentinel-2 images in Mediterranean landscapes, *International Journal of Applied Earth Observation and Geoinformation*, **73**, 63-76.
<https://doi.org/10.1016/j.jag.2018.05.020>.

Şahinler, S., 2000. En Küçük Kareler Yöntemi ile Doğrusal Regresyon Modeli Oluşturmanın Temel Prensipleri (Basic Principles of Linear Regression Modeling with Least Squares Method), *MKÜ Faculty of Agriculture Journal*, **5**, 57–73.

Tasic, M., Rajsic, S., Novakovic, V., Mijic, Z., 2006. Atmospheric Aerosols and Their Influence on Air Quality in Urban Areas, *Facta universitatis-series: Physics, Chemistry and Technology*, **4**, 83–91.
<https://doi.org/10.2298/FUPCT0601083T>

Tomak, L., Bek, Y., 2010. Deneysel Araştırma (Experimental Research), **27**, 58-65.

Valavanidis, A., Fiotakis, K., Vlachogianni, T., 2008. Airborne particulate matter and human health: toxicological assessment and importance of size and composition of particles for oxidative damage and carcinogenic mechanisms. *Journal of Environmental Science and Health, Part C*, **26(4)**, 339-362.
<https://doi.org/10.1080/10590500802494538>

Wang, Y., Yuan, Q., Li, T., Tan, S., Zhang, L., 2021. Full-coverage spatiotemporal mapping of ambient PM2.5

and PM10 over China from Sentinel-5P and assimilated datasets: Considering the precursors and chemical compositions, *Science of The Total Environment*, **793**.

<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.148535>.

Internet sources

- 1- https://www.un.org/development/desa/pd/sites/www.un.org.development.desa.pd/files/wpp2022_summary_of_results.pdf
- 2- <https://www.who.int/news/item/04-04-2022-billions-of-people-still-breathe-unhealthy-air-new-who-data>

Düşük Maliyetli GNSS Alıcılarının Çoklu-GNSS PPP Performanslarının Farklı Anten Tipleri ve Ağırılık Modellerine Göre Araştırılması

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 24.10.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Investigation of Multi-GNSS PPP Performance of Low-Cost GNSS Receivers with Different Antenna Types and Weight Models

Sinan Birinci^{*}, Furkan Soğukkuş, Nezir Sözen, Mustafa İkiz, Miray Ezgi Kerimoğlu, Mehmet Halis Saka

¹ Gebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Harita Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Düşük maliyetli GNSS donanımlarındaki güncel gelişmeler hassas konum belirleme uygulamalarında jeodezik donanımlara güçlü bir alternatif sunmaktadır. Bu donanımlar hem ekonomik hem de boyut olarak kullanıcılara birçok avantaj sağlamaktadır. Ancak tasarım yapısı itibarıyla ve çok yolluluk etkisine daha fazla duyarlı olmalarından dolayı gözlemlerdeki gürültü seviyesi artmaktadır. Bu nedenle, Hassas Nokta Konumlama (PPP) çözümlerinde güvenilir bir kestirim sonucu için gözlemlerin uygun ağırlıklandırılması kritik önem teşkil eder. Bu çalışmada ana hedef olarak düşük maliyetli alıcı ve antenler için uygun ağırlıklandırma modeli araştırılmıştır. Deneysel bir düzenele, çift frekanslı çoklu-GNSS gözlemleri toplayabilen düşük maliyetli u-blox ZED-F9P GNSS alıcısının PPP performansı farklı anten tiplerinin etkileri incelenecek şekilde ele alınmıştır. Bu amaçla, birbirine yakın iki sabit noktada, bu alıcılardan birine jeodezik NovAtel 702 anteni, diğerine ise düşük maliyetli u-blox ANN-MB-00-00 anteni bağlanarak eş zamanlı olarak GNSS verileri toplanmıştır. PPP çözümleri, uydü yükseklik açısına ve taşıyıcı-gürültü yoğunluk oranı (carrier-to-noise density ratio-C/N0)'a bağlı ağırlıklandırma modelleri kullanılarak; dört farklı GNSS kombinasyonu (GPS (G), GPS+GLONASS (GR), GPS+GLONASS+Galileo (GRE) ve GPS+GLONASS+Galileo+BDS-2 (GREC)) gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmanın sonuçlarına göre; NovAtel 702 anteni çözümlerinde ağırlıklandırma modelleri arasında anlamlı farklar not edilmezken; GRE ve GREC kombinasyonlarında yaklaşık olarak 20 dk yakınsama süresinden sonra 3 boyutta 7 cm konumlama doğruluğu üretilmiştir. U-blox ANN-MB-00-00 anteni sonuçlarında ise C/N0 tabanlı ağırlıklandırma modeli yükseklik açısına bağlı ağırlıklandırma modelinden daha iyi sonuçlar vermiştir. Bu antende en iyi sonuç, 66,36 dk yakınsama süresi ve 3 boyutta 8,42 cm doğruluk ile GREC kombinasyonu ve C/N0 ağırlık modeli kullanılarak elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Statik PPP; Düşük Maliyetli GNSS Alıcısı; Konumlama Doğruluğu; GNSS Anteni; Ağırlık Modeli; C/N0.

Abstract

Recent developments in low-cost GNSS equipment offer a powerful alternative to geodetic equipment for precise positioning applications. The low-cost equipment has many advantages to users both economically and in terms of size. However, the noise level in the observations increases due to the design structure and the fact that they are more sensitive to the multipath effect. Thus, the appropriate weighting of observations is critical for a reliable estimation result in Precise Point Positioning (PPP) solutions. The main objective of the study is to investigate the appropriate weighting model for low-cost antennas and receivers. In an experimental setup, the PPP performance of a low-cost u-blox ZED-F9P GNSS receiver capable of collecting dual-frequency multi-GNSS observations is examined by analyzing the effects of different antenna types. For this purpose, GNSS data were collected simultaneously at two fixed points close to each other by connecting a geodetic NovAtel 702 antenna to one of these receivers and a low-cost u-blox ANN-MB-00-00 antenna to the other. PPP solutions were carried out with four different GNSS combinations (GPS (G), GPS+GLONASS (GR), GPS+GLONASS+Galileo (GRE), and GPS+GLONASS+Galileo+BDS-2 (GREC)) using weighting models based on satellite elevation angle and carrier-to-noise density ratio (C/N0). According to the results of this study, there were no significant differences in the weighting models for the NovAtel 702 antenna solutions, while the GRE and GREC combinations generated a positioning accuracy of 7 cm in 3D after a convergence time of approximately 20 minutes. For the U-blox ANN-MB-00-00 antenna results, the C/N0-based weighting model outperformed the elevation angle-based weighting model. The best result for this antenna was obtained using the GREC combination and the C/N0 weight model with a convergence time of 66,36 min and an accuracy of 8,42 cm in three dimension.

Keywords: Static PPP; Low-cost GNSS Receiver; Positioning Accuracy; Weight Model; C/N0

1. Giriş

Hassas Nokta Konumlama (Precise Point Positioning, PPP) tekniği, ikinci bir alıcıya gerek duymaksızın tek GNSS alıcısı ile yüksek hassasiyette konum ve zaman bilgisi sağlayan

mutlak konum belirleme yöntemidir (Zumberge *et al.* 1997). Bu yöntem çift frekanslı kod ve faz gözlemlerinin yanında hassas uydü yörünge ve saat ürünleri kullanılarak, uygun kestirim teknikleri ile ölçüm anı bazlı olarak çözümlerin sunulmasını içermektedir (Kouba and Héroux

2001). PPP'nin kullanım açısından çok esnek olması, ekonomik anlamda bağıl konum belirlemeye göre avantaj sağlaması onu öne çıkaran temel etkenler olarak sıralanabilir. Teknolojik gelişmelerin paralelinde yüksek maliyetli hassas jeodezik donanımlara muadil, çift frekanslı veri toplayabilme özelliğine sahip düşük maliyetli alıcıların üretimiyle (örneğin; İsviçreli çip üreticisi u-blox ZED-F9P GNSS yonga seti) bu alanda PPP üzerine yapılan araştırmalar gittikçe artmaya başlamıştır. Özellikle bu donanımların navigasyon, deformasyonların izlenmesi, atmosferik çalışmalar ve arazi uygulamaları gibi birçok alanda kullanımı son dönemde yaygınlaşmıştır (Nie *et al.* 2020, Xue *et al.* 2021, Ogutcu *et al.* 2023, Oku Topal *et al.* 2023, Yi *et al.* 2021, Stępniaak and Paziewski 2022, Wielgocka *et al.* 2021). Ayrıca akıllı telefonlar arasında çift frekans özelliğine sahip cihaz sayısı da gün geçtikçe artmaktadır. Akıllı cihazlar ile yapılan uygulamalarda statik PPP'de desimetre seviyesinde, kinematik PPP'de ise birkaç metre seviyesinde konumlama performansının elde edildiği belirtilmektedir (Wang *et al.* 2021). Hamza vd. (2021) farklı antenler kullanarak u-blox ZED-F9P GNSS alıcısı ve PPP tekniğiyle birkaç santimetreye kadar olan yer değiştirmelerin tespit edileceğini göstermişlerdir. Romero-Andrade vd. (2021) aynı alıcı ve u-blox ANN-MB-00-00 anteni ile yaptığı çalışmada örneklem aralığının PPP çözümlerine etkisini araştırmışlar; GPS ve GLONASS gözlemlerini bütünleşik kullanıldığı çalışmalarında statik oturumlarda santimetre mertebesinde konumlama doğruluğuna ulaşıldığı sonucuna varmışlardır. Bir diğer çalışmada farklı çok bantlı antenlere bağlanan ZED-F9P alıcısı ile hem statik yer değiştirme hareketleri hem de dinamik hareketler test edilmiştir. Bu çalışmanın sonuçlarına göre düşük maliyetli donanımların santimetre mertebesinde hassasiyet sunduğu ve mevcut GNSS ağlarının sıklaştırılmasında umut verici olduğundan söz edilmiştir (Hohensinn *et al.* 2022). Ek olarak, gerçek zamanlı PPP uygulamalarında kullanılan u-blox ZED-F9P alıcısı ve u-blox ANN-MB-00-00 anteni donanımlarıyla yapılan bir deneyde statik ve kinematik senaryolarda desimetre seviyesinde konumlama performansı elde edilmiştir (Bezcioglu 2023). Konumlama tabanlı çalışmaların dışında; düşük maliyetli alıcıların atmosfer izlemesi için iyi bir potansiyele sahip olup olmadığının araştırıldığı bir çalışmada PPP tekniği uygulanmış ve düşük maliyetli donanımların jeodezik alıcılar ile karşılaştırılabilir bir troposfer kestirim başarısı gösterdiği belirtilmiştir (Stępniaak and Paziewski 2022).

PPP yöntemi, bağıl yöntemlere nazaran maliyet, uygulanabilirlik ve esneklik açısından etkin ve yaygın bir biçimde kullanılmasına rağmen, gerçek zamanlı

uygulamalardaki en büyük dezavantajı, kestirilecek parametrelerin gerçek değerlerine ulaşması için gerekli olan yakınsama süresidir. Yukarıda sözü edilen bu doğruluklar, yakınsama süresinden sonra elde edilen doğruluklardır. Bu sürenin kısaltılması için son 10 yıldır çoklu-GNSS kombinasyonları ile PPP çözümleri üzerine yoğunlaşmıştır. Yani GPS ile birlikte Rusya'ya ait GLONASS, Avrupa Birliği'ne ait Galileo ve Çin'e ait olan BDS (BeiDou Navigation System) uydu takımları bütünleşik şekilde kullanılmaktadır (Alkan *et al.* 2017, Ogutcu 2019, Chen *et al.* 2021). Ek olarak geleneksel PPP yerine PPP-AR (Ambiguity Resolution) tekniği de yakınsama süresinin kısaltılmasına katkı sağlamaktadır (Ge *et al.* 2008, Bezcioglu vd. 2019). Bu dört uydu takımına ait gözlemleri kaydeden u-blox donanımları ile yapılan bir diğer çalışmada açık gökyüzü ortamına sahip bir alanda farklı kombinasyonların yakınsama süreleri ele alındığında en iyi çözümü GPS+GLONASS+Galileo+BDS PPP kombinasyonunun sağladığı sonucu elde edilmiştir (Elmezayen and El-Rabbany 2021).

Bu faktörlerin yanı sıra, parametre kestirimi sırasında kullanılan filtreleme tekniklerinde stokastik modelleme çözümünün performansını doğrudan etkilemektedir. Eğer stokastik model gözlemlerin gürültüsünü ne kadar iyi yansıtabilirse parametreler de gerçek değerlerine o kadar hızlı yakınsayabilir (Paziewski 2020). Jeodezik tipteki GNSS alıcıları için uydu yükseklik açısı ve gözlem gürültüsü arasındaki güçlü korelasyondan ötürü genellikle yükseklik açısına bağlı ağırlıklandırma yöntemleri ile stokastik model oluşturulmaktadır (Li *et al.* 2016). Ancak düşük maliyetli alıcılar göz önüne alındığında, donanım koşulu kısıtlamaları nedeniyle gözlem kalitesi düşmektedir. Taşıyıcı-gürültü yoğunluk oranı (carrier-to-noise density ratio, C/N0) değerleri jeodezik muadillerinden yaklaşık 10 dB-Hz daha azdır. Ek olarak, kullanılan doğrusal veya dairesel polarize antenler fazlaca çok yolluluk etkisine maruz kalmaktadır. Bu nedenle, gözlem gürültüsü artmakta, kaba hatalı ölçülerin oranı yükselmektedir. Bu donanımlardaki gürültü, uydu yükseklik açısından ziyade C/N0 değerleri ile daha fazla korelasyona sahip olduğundan düşük maliyetli donanımlar için yükseklik açısı yerine C/N0 tabanlı ağırlıklandırma modeli kullanmanın daha uygun olduğu vurgulanmıştır (Paziewski *et al.* 2019, Shinghal and Bisnath 2021). Ek olarak, Wang vd. (2021) yaptığı çalışmada ele aldığı bir uydunun kod ölçüsüne ait düzeltmenin 50 metreden fazla olduğu bir t anında uydu yükseklik açısı değerinin yüksek, C/N0 değerinin ise düşük olduğunu göstermiştir. Dolayısıyla bu donanımlarda ölçüm hatalarının C/N0 ile daha uyumlu olduğu ortaya konulmuştur. Özetlemek

gerekirse, düşük maliyetli GNSS donanımlarında son dönemdeki gelişmeler ile PPP tekniği birleştiğinde hem ekonomik hem de doğruluk açısından çok umut verici sonuçlar alınmıştır. Özellikle çoklu-GNSS kullanımı bu süreçteki ana gövdeyi oluşturan etmenlerden olmuştur. Bunun yanı sıra bu donanımların karakteristiğinin jeodezik alıcılardan farklı olduğu belirtilmiştir. Bu nedenle, daha iyi konumlama performansları elde edebilmek için stokastik modellemede geleneksel yöntemlerin aksine C/NO'a bağlı ağırlıklandırmanın verimli sonuçlar doğuracağına altı çizilmiştir.

Bu çalışmada, düşük maliyetli u-blox ZED-F9P GNSS alıcısının konumlama performansı farklı tipte antenler kullanılarak araştırılmıştır. Görüş engelini bulunmadığı açık gökyüzü ortamına sahip alanda, jeodezik amaçlı anten olan NovAtel 702 anteni ve düşük maliyetli anten olan u-blox ANN-MB-00-00 kullanılarak, aralarında yaklaşık 4 m mesafe olan iki noktada statik gözlem verileri toplanmıştır. Bu veriler VieVS (The Vienna VLBI and Satellite Software) tarafından sunulan oldukça kullanıcı-dostu olan raPPPid isimli GNSS PPP yazılımı ile değerlendirilmiştir (Glaner and Weber 2023). raPPPid yazılımı farklı kombinasyonlar kullanmaya izin verdiği için GPS, GPS+GLONASS, GPS+GLONASS+Galileo ve GPS+GLONASS+Galileo+ BDS-2 olmak üzere dört farklı kombinasyon seçilerek çözümler gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ana hedefi, düşük maliyetli GNSS alıcılarına bağlanan bu antenlerin çoklu-GNSS PPP performanslarının uydu yükseklik açısına ve C/NO'a bağlı ağırlıklandırma yaklaşımları ile araştırılmasıdır. Elde edilen bulgular neticesinden antenler için uygun ağırlıklandırma modeli hangisi olduğu ortaya konulmuş, bu antenlerden elde edilen yakınsama süreleri ve konumlama doğrulukları analiz edilmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1 Çoklu-GNSS PPP fonksiyonel modeli

Geleneksel çift frekanslı PPP metodunda, tek GNSS alıcısıyla, kod ve faz gözlemlerinin iyonosferden bağımsız doğrusal kombinasyonları oluşturularak uygun kestirim teknikleri ile konumlama çözümleri sağlanır. Bu aşamada, global GNSS ağlarından üretilen hassas yörünge ve saat ürünleri kullanılır. İlk zamanlarda bu ürünler IGS (International GNSS Service) tarafından kullanıcılara sunulsa da, günümüzde pek çok Analiz Merkezi bu ürünleri ücretsiz olarak yayınlamaktadır (Birinci and Saka 2023). Hem bu ürünlerin hem de PPP üzerine yapılan çalışmaların daha da artması ve GLONASS, Galileo ve BDS gibi uydu takımlarına ait yeni uyduların da fırlatılması,

PPP'yi daha ilgi çekici hale getirmiştir. Öyle ki; IGS'in başlattığı MGEX (Multi-GNSS Experiment) projesi ile sadece GPS için değil tüm sistemler için de hassas ürünlerin üretilmesi hedeflenmiştir. 2017 yılında yapılan bir çalışmada çoklu-GNSS'nin hem görülen uydu sayısı, hem de geometriye sağladığı katkıya dikkat çekilmiş, yeni sistemlerin dahil edildiği uygulamalarda konumlama performansı arttığı ve yakınsama süresinin iyileştiğinin altı çizilmiştir (Montenbruck et al. 2017). Çoklu-GNSS'in getirdiği birçok fırsat olmasının yanında, tek sistem ile kıyaslandığında modelleme ilave bilinmeyenler ve stokastik modeldeki değişimler ile biraz farklılık göstermektedir. Bu kapsamda, kod ve faz gözlem eşitlikleri; GPS (Eşitlik 1 ve 2), GLONASS (Eşitlik 3 ve 4), Galileo (Eşitlik 5 ve 6) ve BDS (Eşitlik 7 ve 8) için aşağıdaki gibi yazılabilir:

$$P_{IF,r}^{G,j} = \rho_r^{G,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ZWD \cdot m_W(e)^{G,j} + \epsilon_{P_{IF,r}^{G,j}} \quad (1)$$

$$L_{IF,r}^{G,j} = \rho_r^{G,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ZWD \cdot m_W(e)^{G,j} + \lambda_{IF}^G \widetilde{N}_{IF}^{G,j} + \epsilon_{L_{IF,r}^{G,j}} \quad (2)$$

$$P_{IF,r}^{R,j} = \rho_r^{R,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ISB_G^R + ZWD \cdot m_W(e)^{R,j} + \epsilon_{P_{IF,r}^{R,j}} \quad (3)$$

$$L_{IF,r}^{R,j} = \rho_r^{R,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ISB_G^R + ZWD \cdot m_W(e)^{R,j} + \lambda_{IF}^R \widetilde{N}_{IF}^{R,j} + \epsilon_{L_{IF,r}^{R,j}} \quad (4)$$

$$P_{IF,r}^{E,j} = \rho_r^{E,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ISB_G^E + ZWD \cdot m_W(e)^{E,j} + \epsilon_{P_{IF,r}^{E,j}} \quad (5)$$

$$L_{IF,r}^{E,j} = \rho_r^{E,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ISB_G^E + ZWD \cdot m_W(e)^{E,j} + \lambda_{IF}^E \widetilde{N}_{IF}^{E,j} + \epsilon_{L_{IF,r}^{E,j}} \quad (6)$$

$$P_{IF,r}^{C,j} = \rho_r^{C,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ISB_G^C + ZWD \cdot m_W(e)^{C,j} + \epsilon_{P_{IF,r}^{C,j}} \quad (7)$$

$$L_{IF,r}^{C,j} = \rho_r^{C,j} + c\widetilde{dt}_r^G + ISB_G^C + ZWD \cdot m_W(e)^{C,j} + \lambda_{IF}^C \widetilde{N}_{IF}^{C,j} + \epsilon_{L_{IF,r}^{C,j}} \quad (8)$$

Burada; üst indis G, R, E ve C sırasıyla GPS, GLONASS, Galileo ve BDS uydu sistemlerini, j ise uydu numarasını temsil etmektedir. Alt indis IF iyonosferden bağımsız kombinasyonu r ise alıcıyı temsil etmektedir. P ve L sırasıyla uydu saat hatası ve troposferin kuru kısmının düzeltildiği kod ve faz ölçüsü, ρ uydu ile alıcının anten faz merkezleri arasındaki geometrik mesafe, \widetilde{dt} alıcı kod donanım gecikmesini içeren alıcı saat hatası, ISB sistemler-arası fark, ZWD zenit ıslak troposferik gecikme, m_W ıslak kısım için izdüşüm fonksiyonu, e uydu yükseklik açısı, c ışığın boşluktaki yayılma hızıdır. λ ilgili frekansın dalga boyu, \tilde{N} tam sayı bilinmeyenidir. ϵ_P ve ϵ_L sırasıyla kod ve faz gözlemleri için çok yolluluk, yörünge hatası gibi değerleri içeren gözlem gürültüleridir. Ayrıca eşitlikte gösterilmemesine rağmen, anten faz kayıklıkları ve değişimleri, anten yüksekliği, gelgit etkileri (katı yeryuvarı, okyanus ve kutup gelgiti), taşıyıcı faz dönüklüğü (wind-up) etkisi, rölativistik etki gibi hata kaynakları da dikkate alınmalı ve var olan modeller ile düzeltilmelidir (Kouba and Héroux 2001).

Çoklu-GNSS fonksiyonel modelinde farklı uydu sistemleri için alıcı saat hatalarının olduğu ve model oluşturulurken bu durumun dikkate alınması gerektiği bilinmektedir. Bunun için literatürde genellikle iki teknik kullanılmaktadır. Bunlardan birincisi tüm uydu sistemleri için farklı alıcı saat hatasının kestirimi, ikincisi referans bir zaman ölçeği tanımlayıp (genellikle GPS zamanı) diğer sistemler için ISB parametrelerinin kestirilmesidir (Liu *et al.* 2019). Sonuç olarak, çoklu GNSS için geleneksel PPP yönteminde kestirim yapılacak parametreler aşağıdaki gibi \mathbf{X} durum vektörü ile ifade edilebilir.

$$\mathbf{X} = [\mathbf{r}, \widetilde{dt}_r^G, ISB_G^R, ISB_G^E, ISB_G^C, ZWD, \tilde{N}_{IF}^G, \tilde{N}_{IF}^R, \tilde{N}_{IF}^E, \tilde{N}_{IF}^C] \quad (9)$$

Burada; \mathbf{r} vektörü alıcı koordinatlarına gelen düzeltmelerden oluşmaktadır. GPS, GLONASS, Galileo ve BDS uydu sistemlerinin dâhil olduğu çoklu-GNSS PPP çözüm adımı için serbestlik derecesi incelendiğinde; 2n tane gözlemin mevcut olduğu t anı için PPP çözümünde n adet tam sayı bilinmeyeni, 3 adet koordinat bilinmeyeni, 1 adet GPS için alıcı saat hatası ve diğer 3 sistem için 3 adet ISB terimi ve 1 adet ıslak kısım için ZWD parametresi olmak üzere toplam n+8 adet bilinmeyen bulunmaktadır.

2.2 Çoklu-GNSS PPP ağırlıklandırma modeli

PPP gözlem modelinde uygun modellemeler ile ilgili parametreler denklemden çıkarıldıktan sonra Eşitlik 9'da

görüldüğü üzere kestirim yapılması gereken parametreler ele alınmaktadır. Bu parametreler genellikle Kalman Filtresi veya Ardışık En Küçük Kareler yöntemleri ile kestirilmektedir. Kestirim adımı PPP yönteminin yüksek performans sergileyebilmesi, gözlemlerin uygun şekilde ağırlıklandırılması yani stokastik modellemenin doğru oluşturulmasıyla mümkündür. Özellikle bu ağırlıklandırma senaryoları üç başlık altında toplanabilir.

Birincisi; kod ve faz gözlemlerinin hassasiyetinin farklı olmasından dolayı PPP çözümlerinde doğru biçimde hassasiyetlerinin belirlenmesi gerekmektedir. Genellikle kod gözlemlerinin hassasiyeti faz gözlemlerinden 100 kat daha az alınmaktadır (Abd Rabbou and El-Rabbany 2017, Kazmierski *et al.* 2018).

İkincisi; çoklu-GNSS uygulamalarında farklı uydu sistemleri gerek yörünge ve saat ürünleri doğruluğu gerek sinyal yapısı açısından ağırlıklandırma aşamasında dikkate alınmalıdır. Örneğin, diğer uydu sistemlerinden farklı olarak her uydusu için farklı frekansa sahip olan yani FDMA (Frequency Division Multiple Access) tekniğini kullanan GLONASS'ta kod gözlemlerinin içerdiği IFB (Inter-Frequency Bias) terimini göz ardı edebilmek için GLONASS kod gözlemlerinin ağırlığı modelde azaltılmaktadır (Cai and Gao 2013).

Üçüncüsü ise; uydulardan gelen sinyallerin kalitesinin farklı faktörlerden dolayı eşit olamayacağı aşikârdır. Bunun için uydular arasında da ağırlıklandırma PPP performansı için öneme sahiptir. Bu kapsamda; toplanan ölçülerden elde edilen ölçü gürültülerine bağlı olarak uygun ağırlık yaklaşımlarının belirlenmesi mümkündür. Ancak literatürde gerçekleştirilen pek çok çalışmada genel kabul görmüş ağırlık modelleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin, yüksek kalitede jeodezik antenlerin kullanıldığı çalışmalarda genellikle uyduların yükseklik açısına bağlı ağırlıklandırma yapılmaktadır. Ancak düşük maliyetli antenler ve alıcı yonga setlerinde C/N0 tabanlı ağırlıklandırmaların stokastik modeli daha iyi yansıttığı yapılan deneysel çalışmalar ile gösterilmektedir (Li *et al.* 2023, Wang *et al.* 2021).

Bu çalışmada; farklı antenlere ait verilerin PPP çözümlerinde bu iki ağırlıklandırma yöntemi kullanılarak, stokastik modellerin sağladığı konumlama performansları incelenmiştir. Bu yöntemlerden birincisi yükseklik açısına bağlı olarak oluşturulan yaklaşımdır. Model varyans-kovaryans matrisinin tersi olarak düşünüldüğünde bu matrisin köşegen elemanları aşağıdaki eşitlik ile ifade edilebilir.

$$\sigma^2 = \frac{\sigma_0^2}{\sin^2(e)} \quad (10)$$

burada σ_0 ilgili GNSS sisteminin kod ve faz gözlemlerinin standart sapması, e ise uydunun yükseklik açısını ifade etmektedir. Bu çalışmada uydu takımlarının kod ve faz gözlemleri için kullanılan standart sapma değerleri Çizelge 1’de verilmektedir.

İkinci yöntem ise C/N_0 tabanlı olarak seçilmiştir ve aşağıdaki eşitlik ile ifade edilebilir (Carcanague 2013, Wang *et al.* 2021).

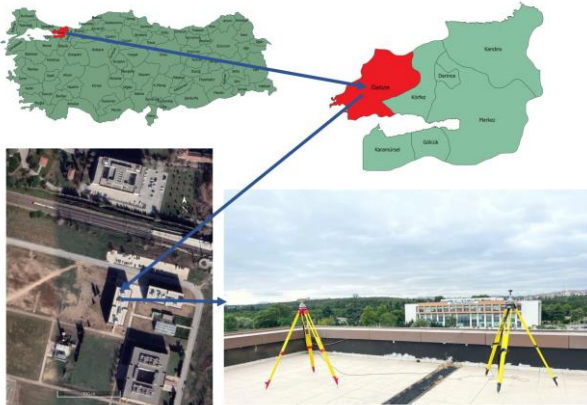
$$\sigma^2 = \sigma_0^2 \times 10^{\frac{\max(55-C/N_0,0)}{10}} \quad (11)$$

burada, $C/N_0,0$ sinyalin C/N_0 değerini, max ise en büyük fonksiyonunu ifade etmektedir. Sonuç olarak; gözlemlerin ağırlık matrisi P aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$P = \begin{bmatrix} \sigma_1^{-2} & \dots & 0 \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & \dots & \sigma_{2n}^{-2} \end{bmatrix} \quad (12)$$

2.3 Çalışma bölgesi ve GNSS veri değerlendirme stratejisi

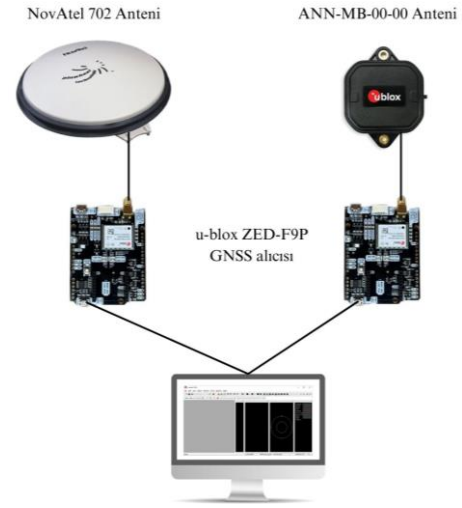
Bu çalışma kapsamında, GNSS verileri Gebze Teknik Üniversitesi Harita Mühendisliği Bölümü Binası çatısında birbirine yakın mesafede olan iki nokta seçilerek toplanmıştır. Detaylı olarak incelenmek istendiğinde Şekil 1’de çalışma bölgesi ayrıntılı olarak gösterilmektedir.



Şekil 1. Deneysel testlerin gerçekleştirildiği çalışma bölgesi.

Antenlerin performansını eşit şartlarda aynı zaman aralığında test etmek için bu noktaların birinde jeodezik tipte NovAtel 702 anteni, diğerinde ise u-blox ANN-MB-00-00 anteni kullanılmıştır. Bu antenler Şekil 2’de görüldüğü üzere düşük maliyetli u-blox ZED-F9P GNSS alıcılarına bağlanmıştır. Bu alıcı çift frekanslı GPS, GLONASS, Galileo, BDS gözlemlerini toplayabilme

yeteneğine sahiptir. Ek olarak belirtilmelidir ki, kullanılan donanımların BDS uydu takımı için kaydedebildiği ikinci frekans olan B2 sadece BDS-2 uydularında mevcuttur. Bundan dolayı, çalışmamızda çoklu-GNSS çözümlerinde BDS-2 uydularından faydalanılabilmektedir. U-blox GNSS alıcılarını konfigüre etmek ve değerlendirmek için geliştirilmiş olan u-center yazılımı aracılığıyla GNSS gözlemleri 10 saniye örneklem aralığında bilgisayara kaydedilmiştir (İnt. Kyn. 1).



Şekil 2. Test çalışmasında kullanılan donanımlar.

GNSS verileri 03.07.2023-08.07.2023 tarihleri arasında belirli saatlerde kaydedilmiştir. Toplanan gözlemler değerlendirilecek veri seti sayısının artırılması amacıyla 3 saatlik olacak biçimde bölünmüş, Şekil 3’ten de görüleceği üzere 24 adet veri seti elde edilmiştir. Satırlar ölçme tarihini, sütunlar ise ölçme gününe ait 3 saatlik aralıkları temsil etmektedir. Yeşil renkli 3 saatlik aralıklar GNSS verisinin o aralıkta mevcut olduğunu, diğer renk ise mevcut olmadığını göstermektedir.



Şekil 3. Veri setlerinin tarih ve saatleri.

Bu çalışmada toplanan 10 saniye örneklem aralığına sahip GNSS verileri VieVS tarafından kullanıma sunulan raPPPid GNSS PPP yazılımı ile değerlendirilmiştir. Bu değerlendirme aşamasında CODE (The Center for Orbit Determination in Europe)’nin hassas yörünge ve saat ürünleri kullanılmıştır. PPP çözümleri GPS (G), GPS+GLONASS (GR), GPS+GLONASS + Galileo (GRE), GPS + GLONASS +Galileo+BDS-2 (GREC) olmak üzere dört farklı kombinasyonla gerçekleştirilmiştir. Stokastik

modellemede kullanılan kod gözlemlerinin standart sapması 1 m, faz gözlemlerinin ki ise 0.01 m olarak ayarlanmıştır (Hohensinn *et al.* 2022). GLONASS uydu takımının önceki bölümde bahsedilen nedenlerden ve frekans yapısından dolayı standart sapmaları iki kat olacak şekilde belirlenmiştir (Pan and Guo 2018), (Nie *et al.* 2020). Ayrıca belirtilmelidir ki, gözlemler için gerçekleştirilecek gürültü analizleri neticesinde kod ve faz gözlemlerine ait standart sapma değerleri elde edilebilir ve bu değerlere göre de çözümler sağlanabilir. Ancak bu çalışmada genel kabul görmüş standart sapma değerleri kullanılmıştır. Yükseklik açısı sınır değeri 10° , C/N0 sınır değeri ise 20 dB-Hz olarak ayarlanmıştır. Birinci dereceden iyonosferik gecikme çift frekanslı gözlemlerin iyonosferden bağımsız doğrusal kombinasyonu ile giderilmiştir. Troposferin hem ıslak hem de kuru kısmı için VMF-3 (Vienna Mapping Functions-3) modeli kullanılmıştır (Landskron and Böhm 2018). Bu çalışmadaki değerlendirme stratejisinin detaylı hali Çizelge 1’de sunulmuştur.

Çizelge 1. GNSS verilerinin değerlendirilme stratejisi.

Yazılım	raPPPid
Gözlemler	IF gözlemleri: GPS (L1/L2), GLONASS (G1/G2), Galileo (E1/E5b), BDS-2 (B1/B2)
Örneklem Aralığı	10 saniye
Uydu Yükseklik Açısı ve C/N0 Sınır Değerleri	10° , 20 dB-Hz
Ağırlıklandırma Modelleri	Uydu Yükseklik açısı C/N0
Kod Gözlemlerinin Standart Sapması	G= 1 m, R= 2 m, E= 1 m, C= 1 m,
Faz Gözlemlerinin Standart Sapması	G= 0,01 m, R= 0,02 m, E= 0,01 m, C= 0,01 m
Kestirim Yöntemi	Kalman Filtresi
Yörünge ve Saat Ürünleri	CODE hassas ürünleri
Birinci Dereceden İyonosferik Gecikme	IF kombinasyonu
Troposfer	VMF-3
Diferansiyel Kod Bias (DCB)	CAS ürünleri
Uydu ve Alıcı Anten Faz Merkezi Kayıklığı	igs20_2247.atx
Katı Yeryuvarı Gelgiti	Düzeltildi
Faz Dönüklüğü	Düzeltildi

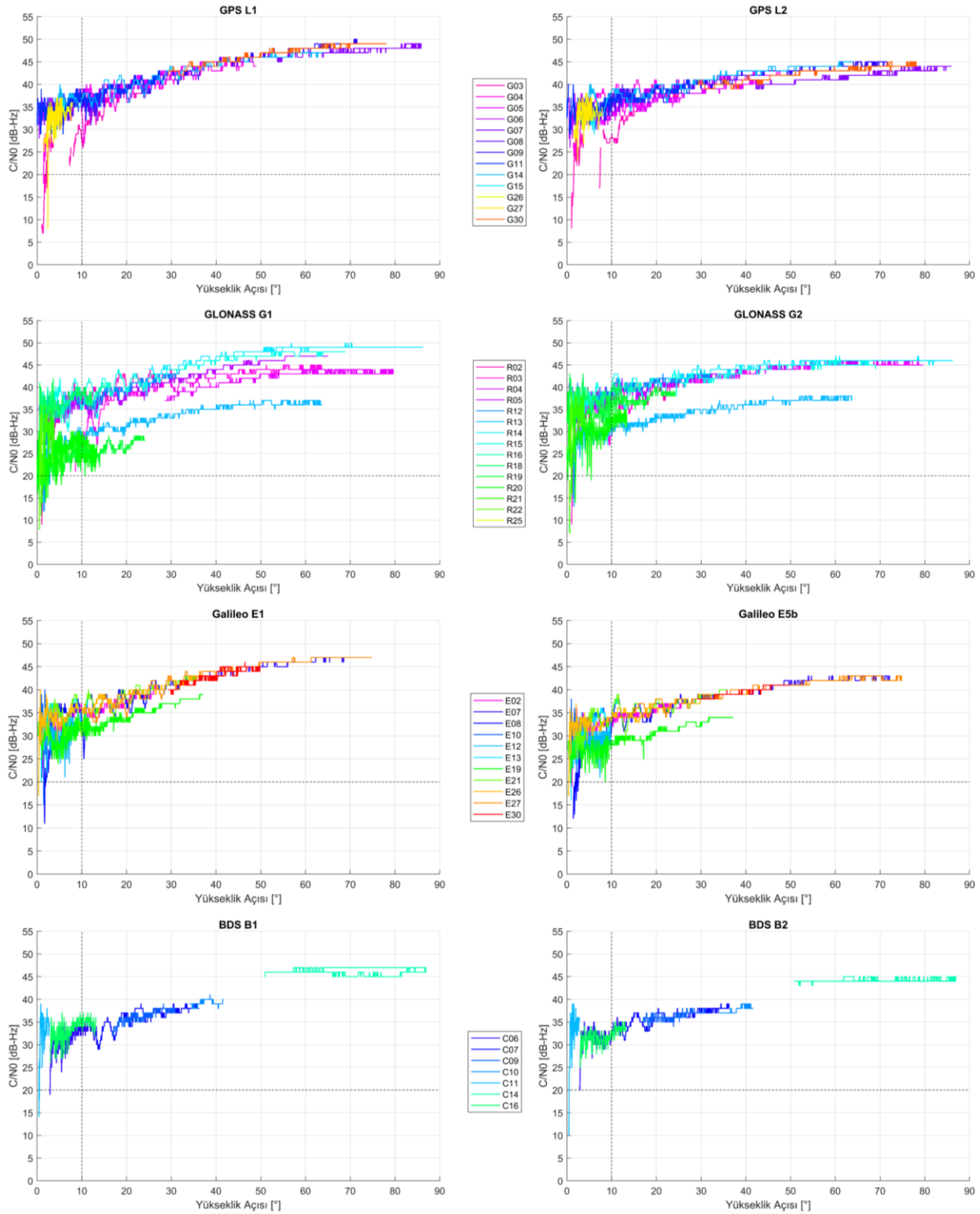
3. Bulgular

Bu çalışmada, hem düşük maliyetli GNSS alıcılarının konumlama performansı hem de jeodezik ve düşük maliyetli GNSS antenlerine ilişkin toplanan verilerin değerlendirilmesinde uygun stokastik modelinin araştırılması amaçlanmıştır. Farklı GNSS kombinasyonlarıyla düşük maliyetli donanımların PPP çözümlerinde hem yakınsama süresi hem de doğruluk kriterlerine çoklu-GNSS’in katkısının detaylıca ele alınması

sağlanmıştır. Her bir kombinasyon iki farklı ağırlıklandırma modeli kullanılarak çözülmüştür. Tüm kombinasyonlardan elde edilen sonuçlar değerlendirilerek farklı antenlerden toplanan veriler için hangi modelin daha verimli olduğu ortaya konulmuştur. Özetlenecek olursa, bir GNSS anteni için toplam 192 adet çözüm sağlanmış olup, analizlerde bu sonuçların ortalamaları dikkate alınarak çalışmanın bulguları sunulmuştur. Konumlama performansı ve yakınsama süresi ile ilgili değerlendirmeden önce, farklı antenlerin C/N0 değerlerinin yükseklik açısı ile olan ilişkisini gösterilebilmesi için 04.07.2023 tarihindeki 18-21 saatleri arasındaki veri seti örnek olarak seçilmiştir. Bu örnek veri setinde kullanılan uyduların yükseklik açılarına karşılık kaydedilen C/N0 değerleri Şekil 4’te gösterilmektedir.

C/N0, 1 Hz bant genişliğindeki sinyal gücünün gürültü gücüne oranı olarak tanımlanmaktadır. Kısaca enerji açısından GNSS alıcısının aldığı sinyalin bir kalite ölçütüdür (Bilich and Larson 2007). NovAtel 702 anteni için toplanan GPS, GLONASS, Galileo ve BDS-2 gözlemlerinin C/N0 değerleri arasında bazı küçük farklılıklar olduğu görülmektedir. L1 frekansı için değerlendirme yapılacak olursa, yükseklik açısı 50° ’yi geçtikten sonra GPS ve Galileo uydularının C/N0 değerleri 45-50 dB-Hz arasında değişmektedir. Ancak GLONASS için bu durumu sağlamayan bazı uydular bulunmaktadır. BDS-2’de bu durum geçerli olsa da yeterince uydu olmaması sağlıklı yorum yapmayı engellemektedir. Ayrıca Şekil 4’e bakıldığında tüm uydu sistemleri için yükseklik açısı ile C/N0 arasında güçlü bir korelasyonun olduğu söylenebilir. Özellikle yükseklik açısı 30° ’den büyük olduğunda, yükseklik açısının artmasıyla birlikte C/N0 değerlerinin dalgalanmalar göstermeyerek arttığı açıkça görülmektedir. Aynı şekilde ikinci frekans için ele alındığında 50° ’den sonra GPS, GLONASS ve BDS-2 sistemlerinde 40-45 dB-Hz arası C/N0 değerleri kaydedilmiştir. L1 frekansı ile kıyaslandığında yaklaşık 5 dB-Hz bir azalma görülmektedir. L1 frekansı için yüksek kaydedilen C/N0 değerinden dolayı gürültüye direnç göstermede daha başarılı olduğu söylenebilir.

Düşük maliyetli u-blox ANN-MB-00-00 anteni için C/N0 yükseklik açısı arasındaki ilişki Şekil 5’te gösterilmektedir. NovAtel 702 anteni ile kıyaslandığında L1 frekansında GPS, GLONASS ve Galileo gözlemlerinin neredeyse tamamı için 20° yükseklik açısından sonra C/N0 değerleri 30-45 dB-Hz arasında değişmektedir. BDS-2 için ise NovAtel 702 anteninde kaydedilen 45-50 dB-Hz değerleri u-blox ANN-MB-00-00 anteninde ciddi şekilde azalarak 25-42 dB-Hz seviyelerine düşmüştür.

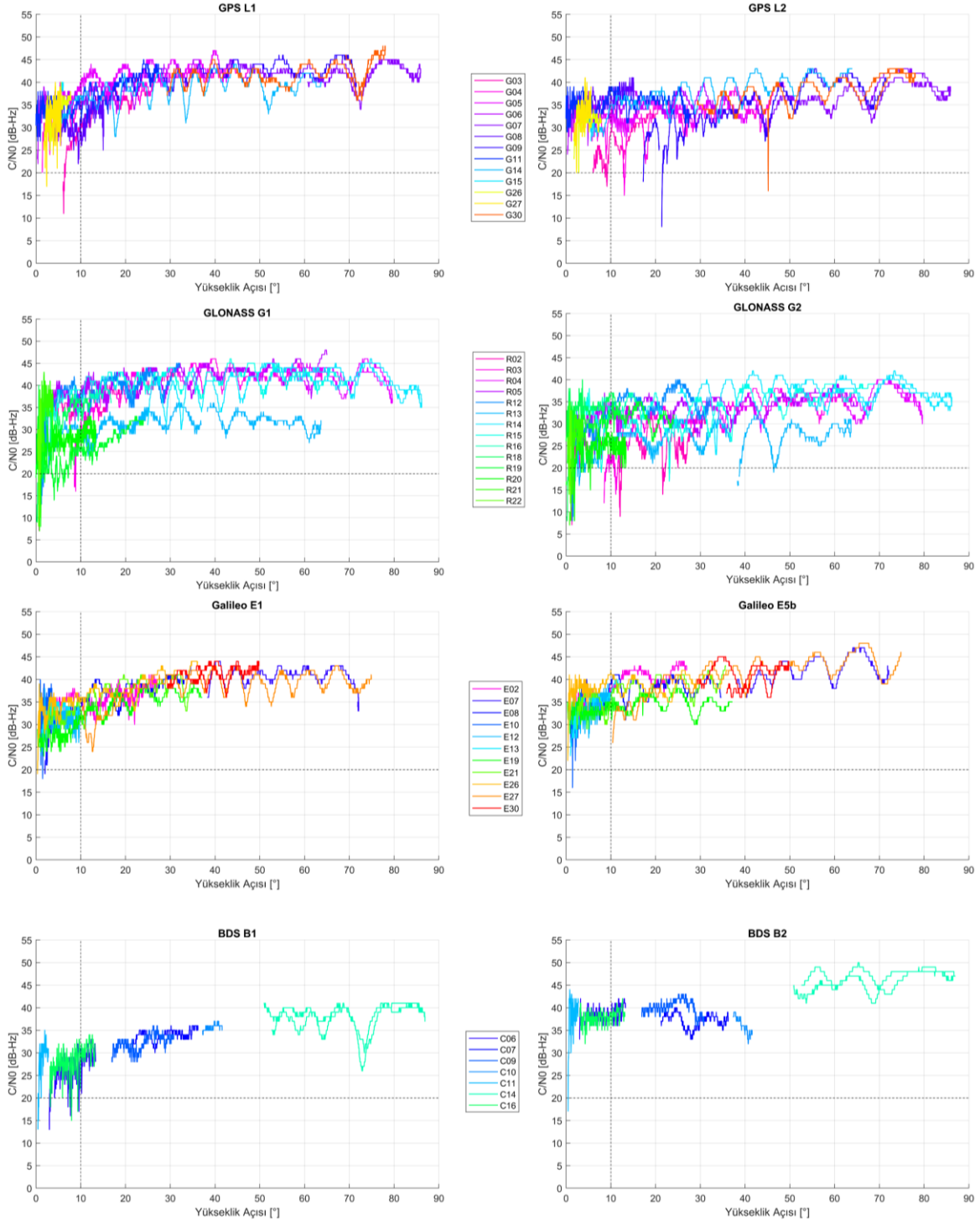


Şekil 4. GPS, GLONASS, Galileo ve BDS-2 için NovAtel 702 anteninde kaydedilen C/N0 değerlerinin uydu yükseklik açısıyla olan ilişkisi.

İkinci frekans incelendiğinde, GPS ve GLONASS'ta C/N0 aralığının arttığı, bazı uydular için yükseklik açısı kesme sınırından sonra 25 dB-Hz den küçük değerler kaydedildiği görülmüştür. Ayrıca ikinci frekanslarda ortalama olarak C/N0 değerlerinin azaldığı söylenebilir. Galileo için ise E5b frekansında 45-50 dB-Hz değerleri varken E1 frekansından tüm değerler 45 dB-Hz den küçüktür. BDS-2 uydu

sisteminde B2 frekansında B1'e kıyasla daha yüksek C/N0 değerleri kaydedilmiştir.

Genel olarak ifade edilecek olursa, u-blox antenin kaydettiği C/N0 değerleri NovAtel antenine göre yaklaşık olarak 7-8 dB-Hz azalmıştır. Ayrıca uydu yükseklik açısı ile C/N0 arasındaki ilişki, NovAtel antenindeki gibi güçlü değildir.

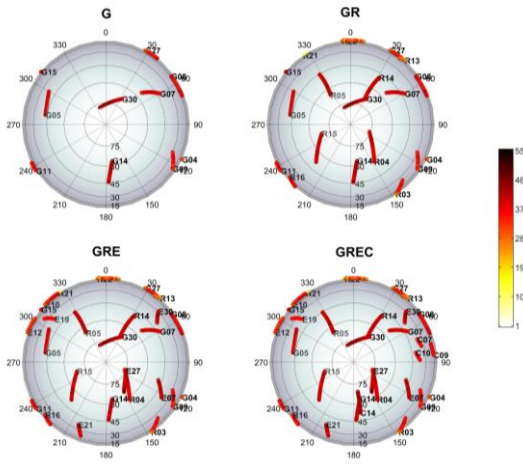


Şekil 5. GPS, GLONASS, Galileo ve BDS-2 için u-blox ANN-MB-00-00 anteninde kaydedilen C/N0 değerlerinin uydu yükseklik açısıyla olan ilişkisi.

Genel bir gidişattan ziyade ciddi boyutta dalgalanmalar görülmektedir. Öyle ki, 60° yükseklik açısına sahip bir uydunun C/N0 değeri, 65°'dekinden daha yüksek, 70° ile aynı değere sahip olabilmektedir. Bu sonuçlar doğrultusunda özellikle u-blox ANN-MB-00-00 anteni için klasik olarak kullanılan yükseklik açısına bağlı ağırlıklandırma modelinin çok uygun olmadığı söylenebilir.

PPP yönteminin en önemli dezavantajı olan yakınsama süresinin azaltılmasında görülen uydu sayısı önemli rol oynamaktadır. Özellikle; çözümün başlangıcında kullanılan uydu sayısının fazla olması, uydu geometrisini iyileştirerek, çözümün daha güvenilir ve hassasiyetinin yüksek olmasını sağlamaktadır. Sonuç olarak, kestirilen parametreler daha hızlı bir biçimde gerçek değerlerine ulaşarak yakınsama süresi kısalmaktadır. Çalışmamızda

kullanılan kombinasyonlardan elde edilen uydu gökyüzü grafiği örnek seçilen veri seti için Şekil 6'da gösterilmektedir. Bu grafik, ek olarak uydunun C/N0 değerlerini de göstermektedir. Her iki anten için de hemen hemen aynı gözlemler toplandığından şekil sadece u-blox ANN-MB-00-00 anteni ile toplanan gözlemler için çizdirilmiştir. Tekli-GPS ile GREC çözümü ele alındığında uydu sayısındaki önemli artışın geometriye olumlu katkı sağladığı açıkça görülmektedir. Ayrıca, düşük maliyetli donanımlardaki yüksek gürültülü gözlemler düşünüldüğünde, uydu sayısının artmasıyla ağırlıklandırma yöntemlerinin etkisinin çözümlere yansımaları beklenmektedir.



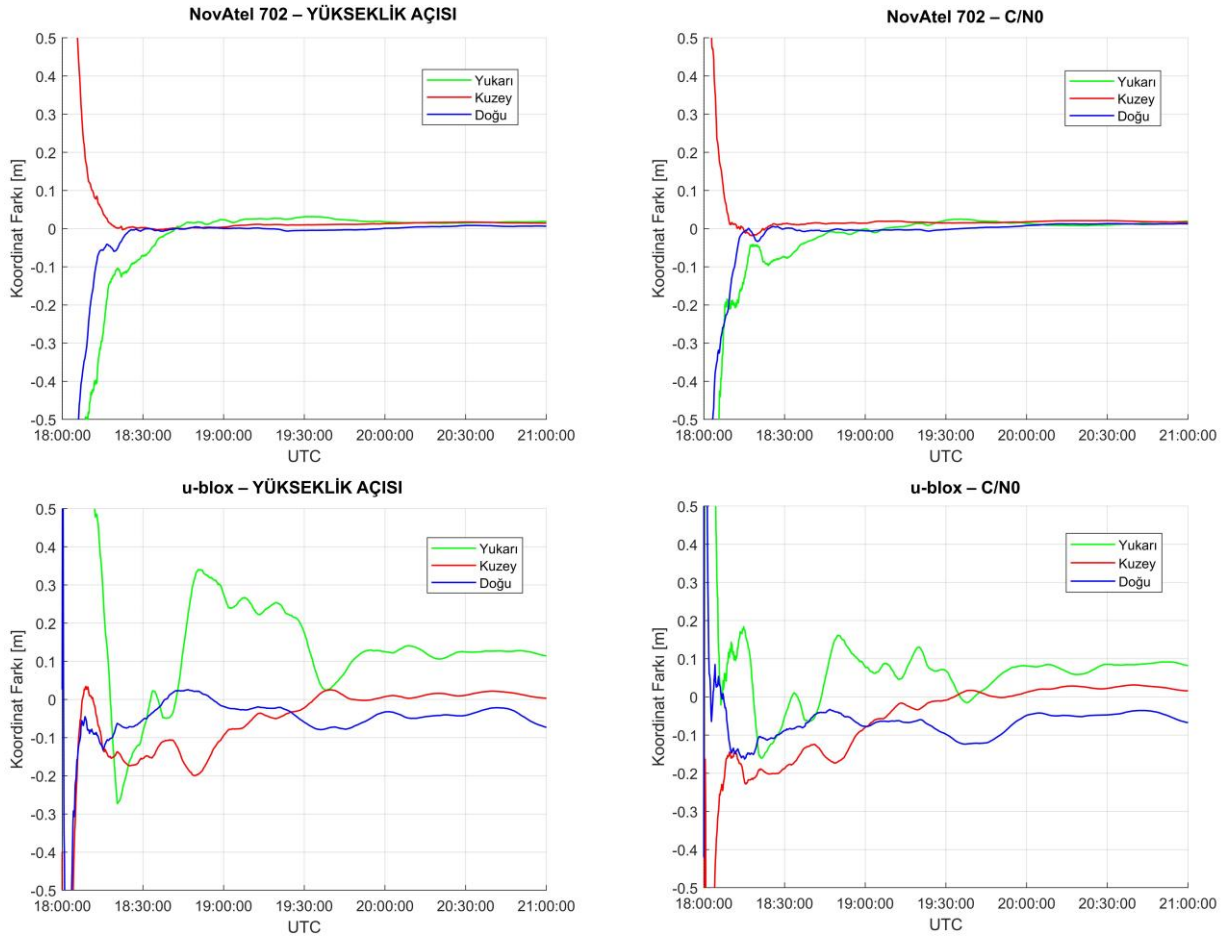
Şekil 6. 04.07.2023 18.00-21.00 saatleri arasında seçilen kombinasyonlar için uydu gökyüzü grafiği.

Literatür incelendiğinde, doğruluk değerlendirmesi için ilk olarak yakınsama süresi tespit edilmektedir. Bu yakınsama süresi belli bir sınır değere göre belirlenir. Noktanın gerçek koordinatı ile PPP çözümünde her bir ölçme anı için elde edilen koordinatların farkı alınarak bu sınır değeri ile karşılaştırılır. Eğer fark sınır değerinin altına düşüp, sonrasında bu değer üzerine çıkmıyorsa ilgili ölçme anında yakınsamanın gerçekleştiği kabul edilmektedir. Bu ana kadar geçen süreye de yakınsama süresi denilmektedir. Pek çok çalışmada yakınsama için sınır değer 3 boyutta 10 cm olarak alınmaktadır. Ancak farklı değerlendirme prosedürleri ve donanımların kalitesine bağlı olarak bu değer değişiklik gösterebilmektedir. Çalışmamızda ise yakınsama için sınır değer 3 boyutta 15 cm olarak alınmıştır. Yakınsamadan sonra elde edilen çözümlerinde karesel ortalama hatası doğruluk olarak ele alınmaktadır. Test düzeneğinin önemli adımlarından biri, iki noktaya ait koordinatların çok hassas olarak bilinmesi veya belirlenmesidir. Bunun için bu noktalarda yüksek hassasiyetli jeodezik alıcı ve anteni (CHC-I80) ile yaklaşık 10 saatlik ölçü toplanmıştır. Bu veriler de GipsyX akademik yazılımı kullanarak PPP çözümüne tabi tutulmuştur. GipsyX'ten elde edilen PPP

sonuçları noktaların kesin koordinatları olarak kabul edilmiş ve analizler bu koordinatlara göre gerçekleştirilmiştir (Bertiger *et al.* 2020). Örnek teşkil etmesi açısından, daha önce bahsedilen iki noktaya ait 3 saatlik veri setinin GREC kombinasyonunun her iki ağırlıklandırma yöntemine göre elde edilen PPP çözümleri Şekil 7'de sunulmaktadır.

Şekil 7 incelendiğinde NovAtel 702 anteninde iki ağırlıklandırma yöntemiyle de elde edilen konumlama performansı arasında gözle görülebilir bir fark bulunmamaktadır. Ek olarak belirtilmelidir ki, düşük maliyetli ZED-F9P alıcısına bağlanan NovAtel 702 anteni ile yaklaşık 30 dakikadan kısa bir süre içerisinde her bir bileşen için 10 cm'den daha iyi konumlama çözümü sağlanmıştır. Aynı alıcıya düşük maliyetli u-blox ANN-MB-00-00 anteni bağlandığında ise konumlama performansının düştüğü çok açık bir biçimde görülmektedir. Özellikle yükseklik açısına bağlı olan ağırlıklandırmada yükseklik bileşenindeki dalgalanmalar daha fazladır. Ancak C/N0'a bağlı ağırlıklandırmanın çözümlere olumlu anlamda katkı yaptığı görülmektedir. Yükseklik açısına göre ağırlıklandırma sonuçlarında tüm bileşenlerin 10 cm'den daha iyi olduğu bir zaman bulunmazken, C/N0'a göre ağırlıklandırmada yaklaşık 100 dakika sonra tüm bileşenler için bu şartın sağlandığı görülmektedir.

NovAtel 702 anteninde elde edilen gözlemlerin PPP çözümlerinin ortalama yakınsama süresi ve konumlama doğruluğu Çizelge 2'de verilmektedir. Yakınsama süresi açısından incelendiğinde GPS'e ek olarak GLONASS ve diğer uydu sistemlerinin kullanılması sonuçlara ciddi anlamda katkı sağlamıştır. Yükseklik açısına göre ağırlıklandırmada tekli-GPS ile kıyaslandığında, yakınsama süreleri GR çözümü ile %52, GRE çözümü ile %63, GREC çözümü ile %61 iyileşme göstermiştir. C/N0'a göre ağırlıklandırma da ise tekli-GPS yakınsama süresi GR kombinasyonu ile %43, GRE ile %63, GREC ile %61 iyileşmiştir. İki ağırlıklandırma yöntemiyle elde edilen yakınsama süreleri birbirine yakın olduğundan iyileştirme oranları da benzerlik göstermektedir. Doğruluk açısından irdelendiğinde, yöntemler arasında anlamlı farkların olduğunu söylemek pek mümkün değildir. Ancak her iki yöntemde de çoklu-GNSS ile konumlama doğruluğunun küçük de olsa iyileştiği görülmektedir. Son olarak düşük maliyetli bir GNSS alıcısı ile yaklaşık olarak yatay bileşende 3 cm ve düşey bileşende 6 cm olarak elde edilen konumlama performansı çok ilgi çekicidir. Çoklu-GNSS kullanımı ile bu doğruluğun yaklaşık 20 dakikalık yakınsama süresine ihtiyacı olmasının da ayrıca altı çizilmelidir.



Şekil 7. Kullanılan antenler ve ağırlıklandırma modellerine göre örnek veri setinin üç bileşen için PPP konumlama doğrulukları.

Çizelge 2. NovAtel 702 anteninin PPP sonuçlarından elde edilen ortalama yakınsama süresi ve konumlama doğrulukları.

Kombinasyonlar	Yükseklik Açısına Göre Ağırlıklandırma				C/N0'a Göre Ağırlıklandırma			
	G	GR	GRE	GREC	G	GR	GRE	GREC
Yakınsama Süresi (dk)	52,29	25,17	19,42	20,21	48,83	27,79	18,21	19,17
Kuzey (cm)	1,60	1,35	1,48	1,43	1,70	1,47	1,53	1,45
Doğu (cm)	3,25	2,51	2,44	2,46	3,65	2,76	2,61	2,55
Yukarı (cm)	6,04	5,45	5,68	5,79	6,31	5,98	5,96	6,03
3 Boyut (cm)	7,38	6,40	6,60	6,67	7,83	6,98	6,92	6,92

Çizelge 3. U-blox ANN-MB-00-00 anteninin PPP sonuçlarından elde edilen ortalama yakınsama süresi ve konumlama doğrulukları.

Kombinasyonlar	Yükseklik Açısına Göre Ağırlıklandırma				C/N0'a Göre Ağırlıklandırma			
	G	GR	GRE	GREC	G	GR	GRE	GREC
Yakınsama Süresi (dk.)	95,40	89,05	83,55	76,67	100,00	75,59	66,77	66,36
Kuzey (cm)	1,95	1,90	1,97	1,79	2,76	2,34	2,00	1,97
Doğu (cm)	5,06	4,32	4,15	3,85	5,62	3,60	4,08	3,96
Yukarı (cm)	7,05	8,29	8,07	7,88	5,72	7,81	6,94	6,87
3 Boyut (cm)	9,35	9,91	9,60	9,25	9,22	9,30	8,54	8,42

U-blox ANN-MB-00-00 anteninden elde edilen gözlemlerin PPP çözümlerinin ortalama yakınsama süresi ve konumlama doğruluğu Çizelge 3'te verilmektedir. İlk olarak, iki antenin yakınsama süreleri bakımından ciddi bir performans farkına sahip olduğu belirtilmelidir. Bu anten, NovAtel 702 antenine göre tekli-GPS çözümünde yaklaşık 2 kat, çoklu GNSS çözümlerinde ise yaklaşık 3-4 kat daha fazla yakınsama süresine sahiptir. Doğruluk kriteri ele alınırsa u-blox ANN-MB-00-00 anteni daha düşük doğruluğa sahiptir. NovAtel 702 anteni, u-blox ANN-MB-00-00 anteninden tüm çözümlerin ortalaması alındığında 3 boyutta yaklaşık olarak %24 daha iyi konumlama performansı sergilemiştir.

U-blox ANN-MB-00-00 anteninin sonuçları irdelendiğinde çoklu-GNSS kullanımının yakınsama süresine olumlu etki ettiği görülmektedir. Ancak en önemli bulgulardan birisi NovAtel 702 anteni sonuçlarında, yakınsama süresi iki ağırlıklandırma yönteminde birbirine yakınken u-blox ANN-MB-00-00 anteni için bu durum geçerli değildir. Tekli-GPS sonuçlarının haricinde, diğer tüm çözümlerde C/N0 ağırlıklandırma modeli hem yakınsama süresi hem de konum doğruluğu açısından uydu yükseklik açısı ağırlıklandırma modelinden daha iyi performans sergilemiştir. Kıyaslama yapılacak olursa, C/N0'a göre ağırlıklandırma ile GR çözümü %15, GRE çözümü %20, GREC çözümü ise %13 iyileşmiştir. Konumlama doğruluğunda ise C/N0'a göre ağırlıklandırma biraz daha iyi sonuçlar üretmiştir. Ek olarak u-blox anteni sonuçlarında yakınsama şartını sağlamayan bazı çözümler meydana gelmiştir. Yükseklik açısına göre ağırlıklandırmada tekli-GPS çözümlerinden 9 tanesinde çözüm sağlanamazken, C/N0'a göre ağırlıklandırmada 7 tanesinde sağlanamamıştır. Diğer kombinasyonlar için ise bu sayı daha düşüktür. Yükseklik açısına göre ağırlıklandırmada GR, GRE ve GREC kombinasyonlarında sırasıyla şartı sağlanamayan çözüm sayısı 3, 2 ve 3'tür. C/N0'a göre aynı sırada şartı sağlamayan çözüm sayısı 2, 2 ve 2'dir. Bu değerler de uygun ağırlık modeli seçiminin etkisini göstermektedir. Sonuç olarak düşük maliyetli bir anten kullanımında yükseklik açısına göre ağırlıklandırma yerine C/N0'a göre ağırlıklandırmanın tercih edilmesinin daha uygun olduğu söylenebilir. Ayrıca 3 saatlik veri setleri ve çoklu-GNSS kullanımı ile düşük maliyetli anten ve alıcı kullanılarak yaklaşık 70 dakikalık bir yakınsama süresi sonrası yatayda 4,5 cm ve düşeyde 7 cm konumlama doğruluğu elde edilmiştir. 3 boyutta elde edilen yaklaşık 8,5 cm'lik doğruluk, yüksek maliyetli hassas jeodezik alıcılardan elde edilen konumlama doğruluğundan düşük olsa da desimetre-altı mertebesinde konumlama ihtiyacını karşılamaktadır.

4. Sonuçlar ve Tartışma

Günümüzde gelişen teknolojiyle birlikte uydu tabanlı konumlama sistemleri için kullanılan donanımlarda önemli ilerleme kat edilmiştir. Öncesinde sadece yüksek hassasiyetli GNSS donanımlarında çift frekanslı gözlemler elde edilebiliyorken, güncel durum itibarıyla düşük maliyetli GNSS donanımları veya akıllı telefonlar ile de çift frekanslı gözlemler toplanabilmektedir. Bu önemli gelişmelerin paralelinde konumlama teknikleri arasında son 25 yıldır etkili şekilde kullanımı yaygınlaşan PPP tekniği de harici alıcılara bağımlılığı ortadan kaldırarak tek bir GNSS alıcısı ile çift frekanslı gözlemler kullanılarak cm mertebesinde konumlama doğruluğu sağlamaktadır. Bu durum neticesinde düşük maliyetli GNSS donanımları ile PPP uygulamalarının gerçekleştirilmesi mümkün hale gelmiştir. PPP yönteminde elde edilmek istenen konumlama doğruluğu için belli bir yakınsama süresine ihtiyaç duyulmaktadır. Hem bu sürenin azaltılması hem de konumlama doğruluğunun artırılması için GPS uydu sisteminin yanında diğer uydu sistemleri olan GLONASS, Galileo ve BDS'nin aktif olarak kullanımı düşük maliyetli alıcılar için çoklu-GNSS ile PPP uygulamalarının önünü açmıştır. Ancak bir jeodezik alıcı ile kıyaslandığında, çok yolluluk etkisine karşı duyarlı olması ve donanımsal tasarımı ele alındığında daha yüksek gürültülü gözlemler içermesinden ötürü düşük maliyetli donanımlar için değerlendirme stratejisinde farklı ağırlıklandırma modellerinin ele alınması gereklidir. Değerlendirme sırasında ölçülerin modeldeki ağırlıklarını gerçekçi bir biçimde tanımlamak çözüm performansını arttırmaktadır.

Bu çalışmada düşük maliyetli ZED-F9P GNSS alıcısına jeodezik anten olan NovAtel 702 anteni ile düşük maliyetli bir anten olan u-blox ANN-MB-00-00 antenleri bağlanmıştır. Bu antenlerin statik PPP performanslarının araştırılması için elde edilen veri seti raPPPid yazılımı ile G, GR, GRE ve GREC olmak üzere dört farklı GNSS kombinasyonu şeklinde değerlendirilmiştir. Tüm kombinasyonlar uygun ağırlıklandırma modelinin araştırılması için uydu yükseklik açısına ve C/N0 değerlerine göre iki farklı ağırlıklandırma yöntemiyle çözülmüştür. İlk olarak NovAtel 702 anteni çözümleri, ağırlıklandırma açısından analiz edildiğinde, uydu yükseklik açısı ile C/N0 yaklaşımları arasında benzer sonuçlar elde edilmiştir. Hem yakınsama süresi hem de konumlama doğruluğu açısından bakıldığında iki ağırlıklandırma yöntemi arasında anlamlı farkların olmadığı sonucuna varılmıştır. Ancak çoklu-GNSS kullanımı ile yakınsama süresinde önemli gelişmeler olduğu görülmüştür. Tekli-GPS çözümüne kıyasla iki ağırlıklandırma yöntemine göre de GREC kombinasyonu

ile yakınsama süresinde %61'lik bir iyileşmenin olduğu bulunmuştur. Ayrıca NovAtel 702 anteni ile GREC kombinasyonu uydu yükseklik açısına göre ağırlıklandırıldığında 3 boyutta 6,67 cm doğruluk, C/NO'a göre ağırlıklandırıldığında ise 6,92 cm konumlama doğruluğu tespit edilmiştir. U-blox ANN-MB-00-00 anteni sonuçlarını incelendiğinde ise sonuçların NovAtel 702 antenin gerisinde olduğu belirtilmelidir. Ek olarak, Novatel 702 antenine ait tüm çözümler yakınsama şartını sağlarken u-blox ANN-MB-00-00 anteninde ise çözümlerin %16'sı bu şartı sağlayamamıştır. Tüm kombinasyon sonuçlarına göre uydu yükseklik açısına göre ağırlıklandırmada 17 çözüm, C/NO'a göre ise 13 çözüm yakınsama sınırı şartına takılmıştır. Ancak şartı sağlayan çözümlerin ortalaması incelendiğinde ağırlıklandırma modelleri arasında farkların olduğu tespit edilmiştir. Tekli-GPS çözümü haricinde C/NO'a bağlı ağırlık modelinin çoklu kombinasyon çözümlerinin yakınsama sürelerinin daha kısa olduğu bulgular kısmında raporlanmıştır. Öyle ki, uydu yükseklik açısıyla kıyaslandığında, C/NO'a göre ağırlıklandırma ortalama olarak yakınsama süresini %16 iyileştirmiştir. Bu anlamda en iyi sonucu 66,36 dakikayla GREC kombinasyonu vermiştir. 3 boyutta konumlama doğruluğu ele alındığında, yükseklik açısına göre ağırlıklandırmada en iyi çözümü 9,25 cm doğrulukla GREC çözümü verirken, C/NO'a göre ise 8,42 cm doğruluk ile yine aynı kombinasyon vermiştir. Böylelikle C/NO ağırlıklandırma modeli ile yaklaşık olarak konumlama doğruluğunda %9 iyileşme elde edilmiştir. Çoklu-GNSS kullanımı ve ölçülerin uygun ağırlıklandırması gerçekleştirildiğinde, 3 saatlik veri setlerinin PPP çözümlerinin ortalamalarından elde edilen desimetre-altı doğruluk ile düşük maliyetli alıcı ve antenlerin jeodezik donanımlara ciddi bir alternatif sağladığının altı çizilmelidir. Ayrıca küresel bir uydu sistemi olan BDS-3'ün de kullanıldığı deneysel çalışmalarda sonuçların iyileşeceği düşünülmektedir. Gözlemlerin stokastik modellemesinin varyans bileşen kestirim teknikleriyle oluşturulmasının da çözümlere katkı sağlayacağı ve araştırılmaya değer bir konu olduğu belirtilmelidir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar 1: Fikir Sahibi, Deney tasarımı, Metodoloji/Çalışma, Araştırma, Analiz ve yorumlama, Görselleştirme, Yazma –orijinal taslak
Yazar 2: Deney, Araştırma, Görselleştirme, Analiz ve yorumlama, Yazma/inceleme ve düzenleme
Yazar 3: Araştırma, Deney, Yazılım, Veri iyileştirme, Görselleştirme
Yazar 4: Araştırma, Deney, Yazılım, Veri iyileştirme, Görselleştirme
Yazar 5: Araştırma, Deney, Yazılım, Veri iyileştirme, Görselleştirme
Yazar 6: Denetleme/danışmanlık, Doğrulama, Kaynak sağlama, Yazma/inceleme ve düzenleme

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Mevcut çalışma sırasında toplanan ve analiz edilen GNSS veri seti, makul bir talep üzerine sorumlu yazardan temin edilebilir.

Teşekkür

Bu çalışmada, raPPPid yazılımı geliştiricilerine, NASA/JPL'e, ürünlerinden faydalandığımız Center for Orbit Determination in Europe (CODE) ve Chinese Academy of Sciences (CAS)'a teşekkür ederiz.

5. Kaynaklar

- Abd Rabbou, M., El-Rabbany, A., 2017. Performance analysis of precise point positioning using multi-constellation GNSS: GPS, GLONASS, Galileo and BeiDou. *Survey Review*, **49(352)**, 39–50.
<https://doi.org/10.1080/00396265.2015.1108068>
- Alkan, R.M., Saka, M.H., Ozulu, I.M., Ilci, V., 2017. Kinematic precise point positioning using GPS and GLONASS measurements in marine environments, *Measurement*, **109**, 36–43.
<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2017.05.054>
- Bertiger, W., Bar-Sever, Y., Dorsey, A., Haines, B., Harvey, N., Hemberger, D., Heflin, M., Lu, W., Miller, M., Moore, A. W., Murphy, D., Ries, P., Romans, L., Sibois, A., Sibthorpe, A., Szilagyi, B., Vallisneri, M., Willis, P., 2020. GipsyX/RTGx, a new tool set for space geodetic operations and research. *Advances in Space Research*, **66(3)**, 469–489.
<https://doi.org/10.1016/j.asr.2020.04.015>
- Bezcioglu, M., 2023. Düşük Maliyetli GNSS Gözlemlerine Dayalı Gerçek-Zamanlı Hassas Nokta Konum Belirleme (RT-PPP) Tekniğinin Performansının Değerlendirilmesi ve Çoklu-GNSS Gözlemlerinin Katkısı. *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **12(4)**, 1341–1350.
<https://doi.org/10.28948/ngumuh.1310577>
- Bezcioglu, M., Yiğit, C.Ö., Bodur, M.N., 2019. Kinematik PPP-AR ve Geleneksel PPP Yöntemlerin Performanslarının Değerlendirilmesi: Antarktika Yarımadası Örneği. *Afyon Kocatepe University Journal of Sciences and Engineering*, **19(1)**, 162–169.
<https://doi.org/10.35414/akufemubid.467336>
- Bilich, A., Larson, K.M., 2007. Mapping the GPS multipath environment using the signal-to-noise ratio (SNR). *Radio Science*, **42(6)**.
<https://doi.org/10.1029/2007RS003652>
- Birinci, S., Saka, M.H., 2023. Sub-meter-level navigation with an enhanced multi-GNSS single-point positioning

- algorithm using iGMAS ultra-rapid products. *Journal of Navigation*, **76(1)**, 133–151.
<https://doi.org/10.1017/S0373463322000601>
- Cai, C., Gao, Y., 2013. Modeling and assessment of combined GPS/GLONASS precise point positioning. *GPS Solutions*, **17(2)**, 223–236.
<https://doi.org/10.1007/s10291-012-0273-9>
- Carcanague, S., 2013. Low-cost GPS/GLONASS Precise Positioning Algorithm in Constrained Environment, PhD Thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, 200.
- Chen, J., Zhao, X., Liu, C., Zhu, S., Liu, Z., Yue, D., 2021. Evaluating the Latest Performance of Precise Point Positioning in Multi-GNSS/RNSS: GPS, GLONASS, BDS, Galileo and QZSS. *Journal of Navigation*, **74(1)**, 247–267.
<https://doi.org/10.1017/S0373463320000508>
- Elmezayen, A., El-Rabbany, A., 2021. Performance Assessment of Real-Time Multiconstellation GNSS PPP Using a Low-Cost Dual-Frequency GNSS Module. *Artificial Satellites*, **56(3)**, 37–56.
<https://doi.org/10.2478/arsa-2021-0005>
- Ge, M., Gendt, G., Rothacher, M., Shi, C., Liu, J., 2008. Resolution of GPS carrier-phase ambiguities in Precise Point Positioning (PPP) with daily observations. *Journal Of Geodesy*, **82**, 389–399.
<https://doi.org/10.1007/s00190-007-0187-4>
- Glaner, M.F., Weber, R., 2023. An open-source software package for Precise Point Positioning: raPPPid. *GPS Solutions*, **27(4)**, 174.
<https://doi.org/10.1007/s10291-023-01488-4>
- Hamza, V., Stopar, B., Sterle, O., 2021. Testing the Performance of Multi-Frequency Low-Cost GNSS Receivers and Antennas. *Sensors*, **21(6)**, 2029.
<https://doi.org/10.3390/s21062029>
- Hohensinn, R., Stauffer, R., Glaner, M. F., Herrera Pinzón, I.D., Vuadens, E., Rossi, Y., Clinton, J., Rothacher, M., 2022. Low-Cost GNSS and Real-Time PPP: Assessing the Precision of the u-blox ZED-F9P for Kinematic Monitoring Applications. *Remote Sensing*, **14(20)**, 5100.
<https://doi.org/10.3390/rs14205100>
- Kazmierski, K., Hadas, T., Sońnica, K., 2018. Weighting of Multi-GNSS Observations in Real-Time Precise Point Positioning. *Remote Sensing*, **10(2)**, 84.
<https://doi.org/10.3390/rs10010084>
- Kouba, J., Héroux, P., 2001. Precise Point Positioning Using IGS Orbit and Clock Products. *GPS Solutions*, **5(2)**, 12–28.
<https://doi.org/10.1007/PL00012883>
- Landskron, D., Böhm, J., 2018. VMF3/GPT3: refined discrete and empirical troposphere mapping functions. *Journal of Geodesy*, **92(4)**, 349–360.
<https://doi.org/10.1007/s00190-017-1066-2>
- Li, B., Lou, L., Shen, Y., 2016. GNSS Elevation-Dependent Stochastic Modeling and Its Impacts on the Statistic Testing. *Journal of Surveying Engineering*, **142(2)**, 1–7.
[https://doi.org/10.1061/\(asce\)su.1943-5428.0000156](https://doi.org/10.1061/(asce)su.1943-5428.0000156)
- Li, X., Gou, H., Li, X., Shen, Z., Lyu, H., Zhou, Y., Wang, H., Zhang, Q., 2023. Performance analysis of frequency-mixed PPP-RTK using low-cost GNSS chipset with different antenna configurations. *Satellite Navigation*, **4(1)**, 26.
<https://doi.org/10.1186/s43020-023-00116-3>
- Liu, X., Jiang, W., Chen, H., Zhao, W., Huo, L., Huang, L., Chen, Q., 2019. An analysis of inter-system biases in BDS/GPS precise point positioning. *GPS Solutions*, **23(4)**, 116.
<https://doi.org/10.1007/s10291-019-0906-3>
- Montenbruck, O., Steigenberger, P., Prange, L., Deng, Z., Zhao, Q., Perosanz, F., Romero, I., Noll, C., Stürze, A., Weber, G., Schmid, R., MacLeod, K., Schaer, S., 2017. The Multi-GNSS Experiment (MGEX) of the International GNSS Service (IGS) – Achievements, prospects and challenges. *Advances in Space Research*, **59(7)**, 1671–1697.
<https://doi.org/10.1016/j.asr.2017.01.011>
- Nie, Z., Liu, F., Gao, Y., 2020. Real-time precise point positioning with a low-cost dual-frequency GNSS device. *GPS Solutions*, **24(1)**, 9.
<https://doi.org/10.1007/s10291-019-0922-3>
- Ogutcu, S., 2019. The contribution of Multi-GNSS Experiment (MGEX) to precise point positioning over Turkey: Consideration of observation time and satellite geometry. *El-Cezerî Journal of Science and Engineering*, **6(3)**, 642–658.
<https://doi.org/10.31202/ecjse.563802>
- Ogutcu, S., Alcay, S., Duman, H., Ozdemir, B.N., Konukseven, C., 2023. Static and kinematic PPP-AR performance of low-cost GNSS receiver in monitoring displacements. *Advances in Space Research*, **72(11)**, 4795–4808.
<https://doi.org/10.1016/j.asr.2023.09.025>
- Oku Topal, G., Karabulut, M.F., Aykut, N.O., Akpınar, B., 2023. Performance of low-cost GNSS equipment in monitoring of horizontal displacements. *Survey Review*, **55(393)**, 536–545.
<https://doi.org/10.1080/00396265.2023.2179910>

Pan, L., Guo, F., 2018, Real-time tropospheric delay retrieval with GPS, GLONASS, Galileo and BDS data, *Scientific Reports*, **8(1)**, 17067.
<https://doi.org/10.1038/s41598-018-35155-3>

Paziewski, J., 2020. Recent advances and perspectives for positioning and applications with smartphone GNSS observations. *Measurement Science and Technology*, **31(9)**, 091001.
<https://doi.org/10.1088/1361-6501/ab8a7d>

Paziewski, J., Sieradzki, R., Baryla, R., 2019. Signal characterization and assessment of code GNSS positioning with low-power consumption smartphones. *GPS Solutions*, **23(4)**, 1–12.
<https://doi.org/10.1007/s10291-019-0892-5>

Romero-Andrade, R., Trejo-Soto, M.E., Vázquez-Ontiveros, J.R., Hernández-Andrade, D., Cabanillas-Zavala, J.L., 2021. Sampling Rate Impact on Precise Point Positioning with a Low-Cost GNSS Receiver. *Applied Sciences*, **11(16)**, 7669.
<https://doi.org/10.3390/app11167669>

Shinghal, G., Bisnath, S., 2021. Conditioning and PPP processing of smartphone GNSS measurements in realistic environments. *Satellite Navigation*, **2(1)**, 10.
<https://doi.org/10.1186/s43020-021-00042-2>

StępniaK, K., Paziewski, J., 2022. On the quality of tropospheric estimates from low-cost GNSS receiver data processing. *Measurement*, **198**, 111350.
<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2022.111350>

Wang, L., Li, Z., Wang, N., Wang, Z., 2021. Real-time GNSS precise point positioning for low-cost smart devices. *GPS Solutions*, **25(2)**, 69.
<https://doi.org/10.1007/s10291-021-01106-1>

Wielgocka, N., Hadas, T., Kaczmarek, A., Marut, G., 2021. Feasibility of Using Low-Cost Dual-Frequency GNSS Receivers for Land Surveying. *Sensors*, **21(6)**, 1956.
<https://doi.org/10.3390/s21061956>

Xue, C., Psimoulis, P., Zhang, Q., Meng, X., 2021. Analysis of the performance of closely spaced low-cost multi-GNSS receivers. *Applied Geomatics*, **13(3)**, 415–435.
<https://doi.org/10.1007/s12518-021-00361-8>

Yi, D., Bisnath, S., Naciri, N., Vana, S., 2021. Effects of ionospheric constraints in Precise Point Positioning processing of geodetic, low-cost and smartphone GNSS measurements. *Measurement*, **183**, 109887.
<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109887>

Zumberge, J.F., Heflin, M.B., Jefferson, D.C., Watkins, M.M., Webb, F.H., 1997. Precise point positioning for the efficient and robust analysis of GPS data from large networks. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, **102(B3)**, 5005–5017.

<https://doi.org/10.1029/96JB03860>

İnternet kaynakları

- 1- <https://www.u-blox.com/en/product/u-center>, (25.12.2023)



Investigation of Displacements in Tunnel-Constructed Liquefiable Soils with Numerical Analysis

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 10.07.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Tünel İnşa Edilmiş Sıvılaştırılabilir Zeminlerdeki Yer Değiştirmelerin Sayısal Analizlerle İncelenmesi

İsa VURAL , Dua KAYATÜRK* , Ayşe SAÇAR 

Department of Civil Engineering, Sakarya University of Applied Sciences, 54050, Sakarya, Turkey

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

The rise in industrialization and population has led to an increase in the economic significance of existing urban areas, and thus the utilization of underground space has become quite remarkable. It is an undeniable fact that in seismically active regions, the underground areas are also exposed to the risk of earthquakes. The devastating 1995 Kobe-Japan, 1999 Chi-Chi-Taiwan and 1999 Kocaeli-Turkey earthquakes are known to have caused major damage to existing underground structures. In this study, numerical models based on finite differences in FLAC 2D were established to evaluate the displacements of the ground around the tunnels located in liquefiable soils. In order to represent the liquefaction condition in the models, soils in the Adapazarı region, which have alluvial characteristics, were used. Soil deformations were examined in models with varying tunnel depths and diameters, for both liquefiable and non-liquefiable soils within the same layers. As a result of this study, it is stated that more stability losses are observed in analyzes where liquefaction can be defined - that is, changes in pore water pressures can be modeled - compared to analyzes without liquefaction. The layout of the ground layers is important for the positioning of the tunnel. The placement of the tunnel towards the solid layers caused the deformations to decrease.

Anahtar Kelimeler: Liquefiable soils; FLAC 2D; Tunnel; Adapazarı soils

Öz

Sanayileşme ve nüfustaki artış, mevcut kentsel alanların ekonomik öneminin artmasına yol açmış ve böylece yeraltı alanlarının kullanımı oldukça dikkat çekici hale gelmiştir. Sismik açıdan aktif bölgelerde yeraltı alanlarının da deprem riskine maruz kaldığı yadsınamaz bir gerçektir. Yıkıcı 1995 Kobe-Japonya, 1999 Chi-Chi-Tayvan ve 1999 Kocaeli-Türkiye depremlerinin mevcut yeraltı yapılarında büyük hasara neden olduğu bilinmektedir. Bu çalışmada, sıvılaştırılabilir zeminlerde bulunan tünellerin etrafındaki zeminin yer değiştirmelerini değerlendirmek için FLAC 2D'de sonlu farklara dayalı sayısal modeller kurulmuştur. Modellerde sıvılaşma durumunu temsil etmek için Adapazarı bölgesindeki alüvyon karakterli zeminler kullanılmıştır. Zemin deformasyonları, aynı katmanlardaki hem sıvılaştırılan hem de sıvılaşmayan zeminler için değişen tünel derinlikleri ve çaplarına sahip modellerde incelenmiştir. Bu çalışma sonucunda, sıvılaşmanın tanımlanabildiği, yani boşluk suyu basınçlarındaki değişimlerin modellenemediği analizlerde, sıvılaşma olmayan analizlere göre daha fazla stabilite kaybı gözlemlendiği belirtilmektedir. Zemin katmanlarının yerleşimi, tünelin konumlandırılması için önemlidir. Tünelin sağlam katmanlara doğru yerleşmesi deformasyonların azalmasına neden olmuştur.

Keywords: Sıvılaştırılabilir zeminler; FLAC 2D; Tünel; Adapazarı zeminleri

1. Introduction

The necessity for underground constructions is increased by rising urban land prices as well as rising domestic and municipal regulations. The tunnels are built in order to serve this need. There are numerous concerns associated with earthquakes for the tunnels in seismically active locations. As the tunnels serve as transportation, irrigation utilities, and storage areas, even minor damage can affect the serviceability of the tunnel (Wang and Zhang 2013). Seismic damage to underground structures is notably less severe in comparison to the harm suffered

by aboveground structures. The majority of damage to underground structures, such as tunnels, is primarily attributed to two factors: issues with the surrounding ground and the movement of the geological fault that the tunnel intersects (Wang et al. 2021). Despite the general safety advantage of underground structures compared to aboveground ones in seismic events, notable instances of seismic damage have been observed, such as the Daikai subway during the 1995 Kobe earthquake (Iida et al. 1996), a tunnel collapse during the 1999 Chi Chi earthquake due to fault crossing (Ueng et al. 2001), and

part of the Bolu tunnel collapsing during the 1999 Duzce earthquake (Hashash et al. 2001). These occurrences underscore the importance of considering seismic effects in tunnel design, emphasizing that such considerations should not be underestimated.

During seismic events, a noteworthy phenomenon frequently observed in alluvial soils is the occurrence of the soil liquefaction. In addition to structural damage caused by liquefaction, loss of life has also experienced in major earthquakes (Cetin et al. 2002). The liquefaction constitutes one of the most critical aspects of the design of structures, as it is one of the most important factors that cause stability loss in underground facilities as well as aboveground structures (Huang and Yu 2012). Due to underground structures pass through extensive areas, they are significantly affected by complex geological conditions. The liquefaction can also become an event that can seriously affect the seismic performance of the underground structure (Zhuang et al. 2015). Uplift of manholes, underground tanks and tunnel parts due to the floatation effect of liquefaction on underground structures has been observed in major earthquakes, such as 1964 Niigata, 2007 Noto Hanto, 2011 Christchurch (Mahmoud et al. 2020).

The considerations for conducting this study are as follows: the liquefaction induces substantial displacements in structures, and underground structures lack the capacity to accommodate such significant displacements. Therefore, the aim of this study is to evaluate the deformations that may occur in cases where liquefiable and non-liquefiable soils. In this numerical study, FLAC 2D software was used to model the pore water behavior at the time of the earthquake, which will enable liquefaction to occur.

2. Modelling

The advancement of technology has facilitated the utilization of numerous software tools, enabling enhanced analysis of underground and aboveground structures subjected to dynamic loads. This progress has resulted in improved modeling capabilities, reduced time requirements, and cost efficiencies. In this regard, modeling techniques such as the finite element method or the finite difference method can be utilized for accurate representation and analysis of these structures. FLAC (Fast Lagrangian Analysis of Continua) used in the numerical model studies in this study is a finite difference program that performs the Lagrangian analysis. The finite difference method is one of the oldest numerical

techniques used to solve differential equations by giving values such as initial conditions and boundary conditions. Firstly, FLAC establishes the equations of motion to generate new velocity and displacements from stresses and forces. And then calculates the deformation rates from the derivatives of the velocity and displacements obtained.

The linear elastic-plastic Mohr-Coulomb model was used for non-liquefiable soils. For liquefiable soils, Finn-Byrne liquefaction model was used to calculate the volumetric strains that occur during dynamic loading. With the Finn-Byrne model, the pore water pressures can be calculated from the volumetric strains, so that the excessive pore pressure and the liquefaction problems that will occur during earthquakes can be modeled (Byrne 1991). These models are documented in the Theory and Background Manual for FLAC (Itasca Consulting Group, Inc., 2000).

2.1 Soil Strata

In the present study, the region of Adapazari was identified as the location for planned tunnel design. The decision to focus on the Adapazari region stemmed from its positioning within a tectonically precarious area, coupled with the absence of existing tunnel structures in the vicinity. These factors served as primary motivations for the authors to undertake this research.

Geology of Adapazari Region

Adapazari is located in a 25x40 km² basin on the former lakebed. It contains quaternary alluvial soils carried by the Sakarya River. The bedrock can be reached at depths of about 200 m. The quaternary alluvial deposits contain lenticular or band-shaped low plasticity clay and silt series. The gravel, sand, clay, and silt are seen in some areas alone and different combinations in some areas (Kutunis et al. 2002).

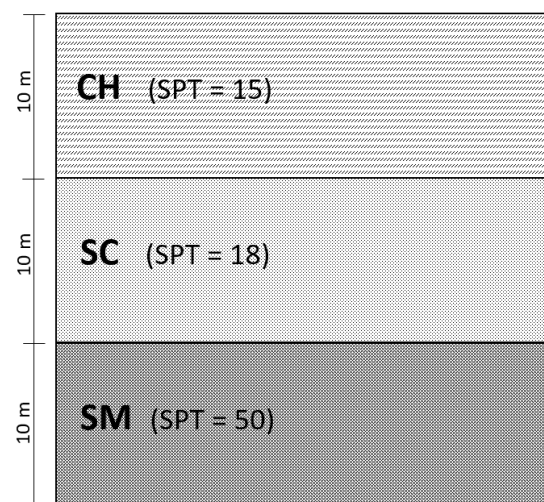


Figure 1. Schematic representation of soil layers

Table 1. Soil parameters

	Soil	Layer Height (m)	SPT	γ (kN/m ³)	ν	E (kN/m ²)	K (kN/m ²)	G (kN/m ²)	c (kN/m ²)	ϕ
Layer 1	CH	10	15	18	0.35	8100	9000	4200	40	1
Layer 2	SC	10	18	18	0.33	5600	5500	2600	1	30
Layer 3	SM	10	50	19	0.3	84000	70000	14800	1	39

CH: clay, SC: clayey sand, SM: silty sand (ASTM, 2006), γ : unit volume weight, ν : poisson ratio, E: Young's modulus, K: bulk modulus, G: shear modulus, c: cohesion, ϕ : angle of friction

Seismicity of Adapazarı Region

Adapazarı and its surroundings are under the influence of the North Anatolian Fault (NAF). The NAF is seismically one of the most important active faults in the world and is strike-slip fault forming. One of the reasons why the NAF is considered important is its similarity with the San Andreas fault in California, USA. These faults are similar in terms of neotectonic history, presence of creep, style of displacement, high seismicity, physiographic expression and problems of seismic-hazard evaluation (Allen 1982). Figure 1 depicts the soil model utilized in this article, which investigates the seismic behavior of tunnels constructed on alluvial and liquefiable soils. The objective is to ensure that the soil layers defined in the model accurately represent the Adapazarı region's soil composition. Detailed soil properties of the modeled soil can be found in Table 1. The SPT value is a soil resistance index measured by a standard sampler driven by a hammer falling a standardized distance. It assesses the soil's ability to withstand penetration. As the SPT value increases, it implies that the soil at that depth has greater shear strength, and in this study, the SPT value of the soil increases with depth.

2.2 Input Motion

The soil profile illustrated in Figure 1 were shaken by 1999 Kocaeli earthquake real strong motion data. The strong ground motion incorporated into the model was sourced

from the SKR station records available in the PEER database. The magnitude of the earthquake is $M_w=7.4$, the peak ground acceleration is $PGA=0.34$, the frequency range is 0.1-20. The acceleration-time graph of the earthquake is given in Figure 2.

2.3 Modeled Tunnels

The purpose of this study is to investigate the displacements that will occur in the tunnel and the soil under dynamic effects according to the depths, diameters and thicknesses of the tunnel. In order to study the displacements of the tunnel under dynamic effects, the models with different depths, diameters and thicknesses were created. With these models, the displacements of various tunnels subjected to dynamic effects were analyzed.

Vural (2012) conducted an analysis to determine the appropriate model size and observed that there were no changes in the accelerations after 30 meters horizontally and vertically. Based on this study, the model dimensions were determined as 30 m x 30 m, and the mesh intervals were defined as 50 cm. The objective of the analyses was to investigate the impacts of tunnel depth and diameter. To accomplish this, the models were created with tunnel depths of 10 m and 15 m, while the tunnel diameters varied between 4 m, 5 m, and 6 m. Additionally, the models were generated without tunnels in order to assess impacts based on depth only.

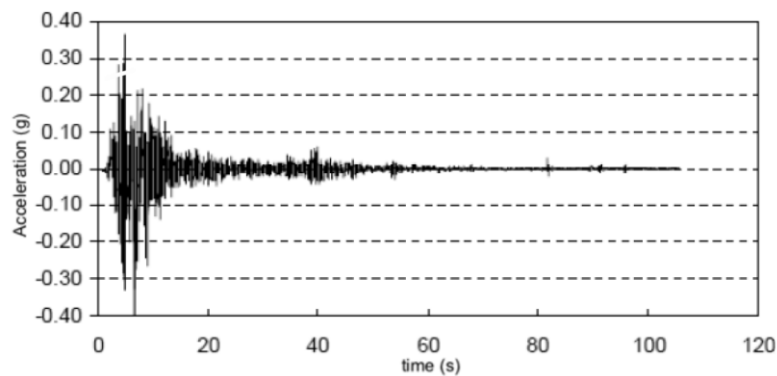


Figure 2. Recorded accelerogram of the Kocaeli Earthquake of 17 August 1999, SKR Station

Table 3. Tunnel material parameters

Shape	circle
Element	beam
Model	elastic
Mass density, ρ_s , kN/m^3	24
Young's modulus, E , GPa	38
Second moment of inertia, I , m^4	9.41
Cross-sectional area, A , m^2	0.548

The thickness effect is examined only in the non-liquefiable model, and thicknesses of 30 cm, 50 cm, and 100 cm were modeled. The dimensions of the modeled tunnels are given in Table 2.

By employing beam elements, which possess three degrees of freedom (x-translation, y-translation, and rotation) at each end node and can be interconnected with each other and/or the grid, circle-shaped tunnels were constructed. The structure is assumed to be elastic material. The material parameters defined for the 10 m depth, 4 m diameter, 30 cm thickness tunnel are given in Table 3.

The determination of boundary conditions holds significant importance in numerical model creation. Reflection of dynamic waves affects the accuracy of

analysis results. The FLAC 2D implements damping boundary conditions to prevent wave reflections at model boundaries and to allow smaller dimensions in dynamic analysis. In this research, the free-field boundary conditions of FLAC 2D were used as boundary conditions to ensure the continuity of the soil in the discretization of the infinite soil domain and to prevent wave reflections at the boundaries.

The tunnel cross-sectional shape is circular. The center of the 10 m deep tunnel is located at $x=15$ m, $y=20$ m, and the center of the 15 m deep tunnel is situated at $x=15$ m, $y=15$ m (The below point of the model is the $y=0$ point.) The mesh of the model set up for the tunnel with a depth of 10 m and the specific points where the displacements were examined in the study are shown in Figure 3a. Additionally, the depths, diameters and thicknesses of the modeled tunnels are given in Figure 3b, c, d respectively.

Liquefaction is a geotechnical phenomenon characterized by the loss of soil's load-bearing capacity and significant deformation due to excessive increases in pore water pressures under dynamic loading conditions. During the soil liquefaction, a significant decrease is observed in the shear strength and stiffness of the soils, which is caused by the increase in pore water pressure during the earthquake.

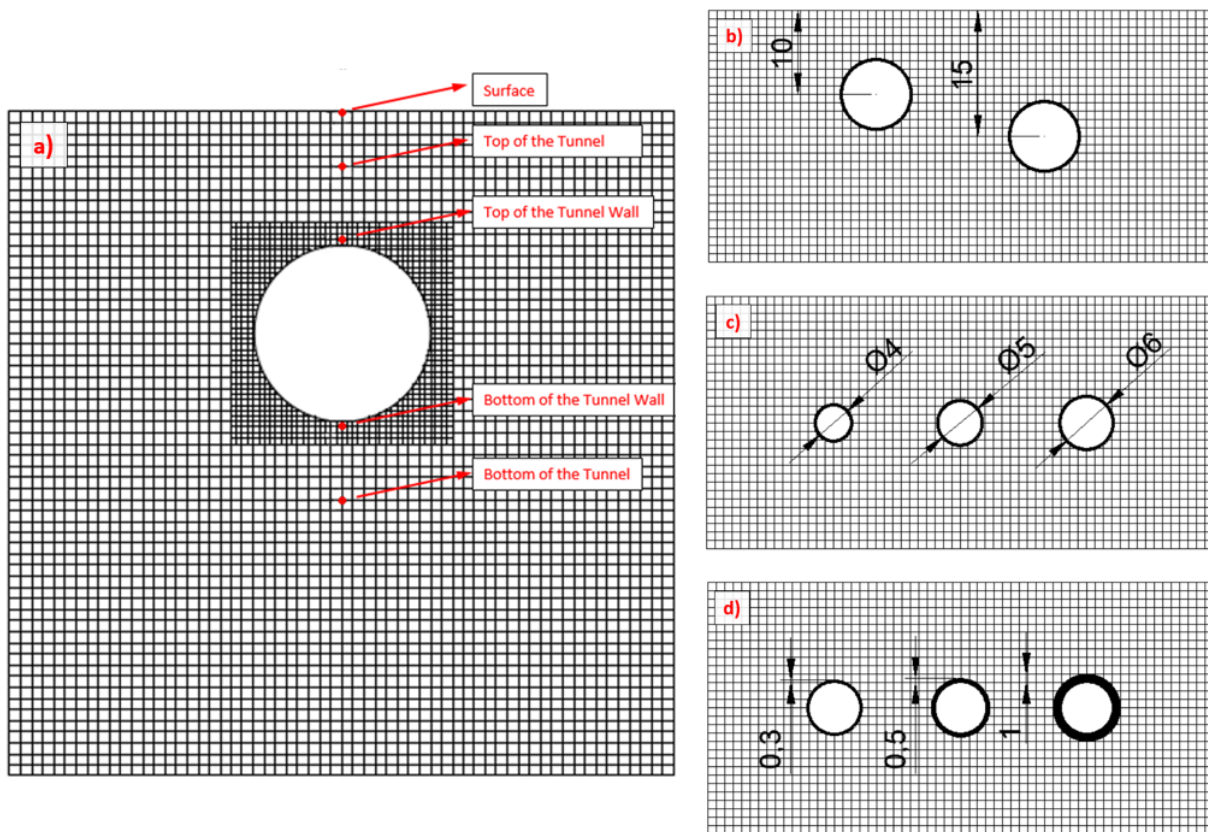


Figure 3. (a) The examined points of the model; (b) tunnel depths (m); (c) tunnel diameters (m); (d) tunnel thicknesses (cm)

The increase in the pore water pressure will trigger liquefaction; thus, the soil, which behaves like a liquid, will cause a loss of stability in the structures. In this study, two different constitutive models are used to examine the effect of liquefaction by numerical analysis; Mohr-Coulomb and Finn-Byrne.

Existing literature suggests that increasing the thickness of tunnel walls in liquefiable soils does not result in substantial changes in pore water pressure, thereby indicating negligible impact on liquefaction (Azadi and Hosseini 2010, Unutmaz 2014). Therefore, only the effects of varying the thickness of the tunnel walls in the dynamic models without liquefaction were examined.

3. Analysis Results

This study focuses on investigating the displacements that will arise from liquefaction induced by the dynamic effects of a tunnel on Adapazari soils. The Mohr-Coulomb constitutive model for non-liquefiable soils, the Finn-Byrne constitutive model has been used for the liquefiable soils. For the soil layers illustrated in Figure 1, the SC soil at depths of 10 m-20 m is identified as

liquefiable soil, and thus, the Finn-Byrne model has been employed to characterize this specific layer. The horizontal and vertical displacements of five distinct points within the soil are provided in this section for the models.

Figure 4 presents a comparative analysis of horizontal displacements for three scenarios: without a tunnel, with a tunnel at a depth of 10 m, and with a tunnel at a depth of 15 m. The horizontal displacements are examined and compared using both the Mohr-Coulomb and Finn-Byrne models. Similarly, Figure 5 provides a comparison of vertical displacements for the same three scenarios as Figure 4, also utilizing the Mohr-Coulomb and Finn-Byrne models. Moving on to Figure 6, it focuses on horizontal displacements and compares them for three different tunnel diameters: 4 m, 5 m, and 6 m. The displacements are assessed using both the Mohr-Coulomb and Finn-Byrne models. Lastly, Figure 7 parallels the examinations conducted in Figure 6, but specifically for vertical displacements, comparing the same three tunnel diameters using the Mohr-Coulomb and Finn-Byrne models.

Horizontal Displacement for Mohr-Coulomb Model

Horizontal Displacement for Finn-Byrne Model

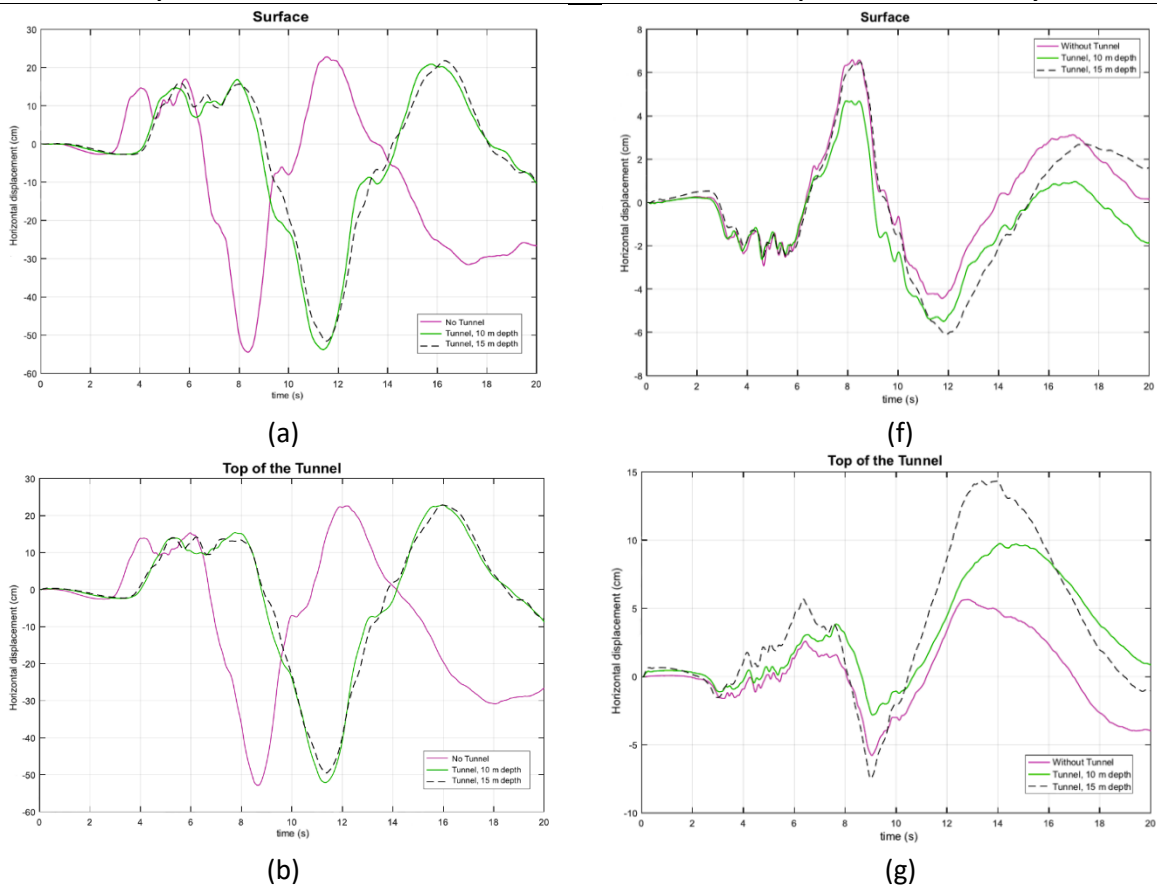


Figure 4. Horizontal displacements by depth; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

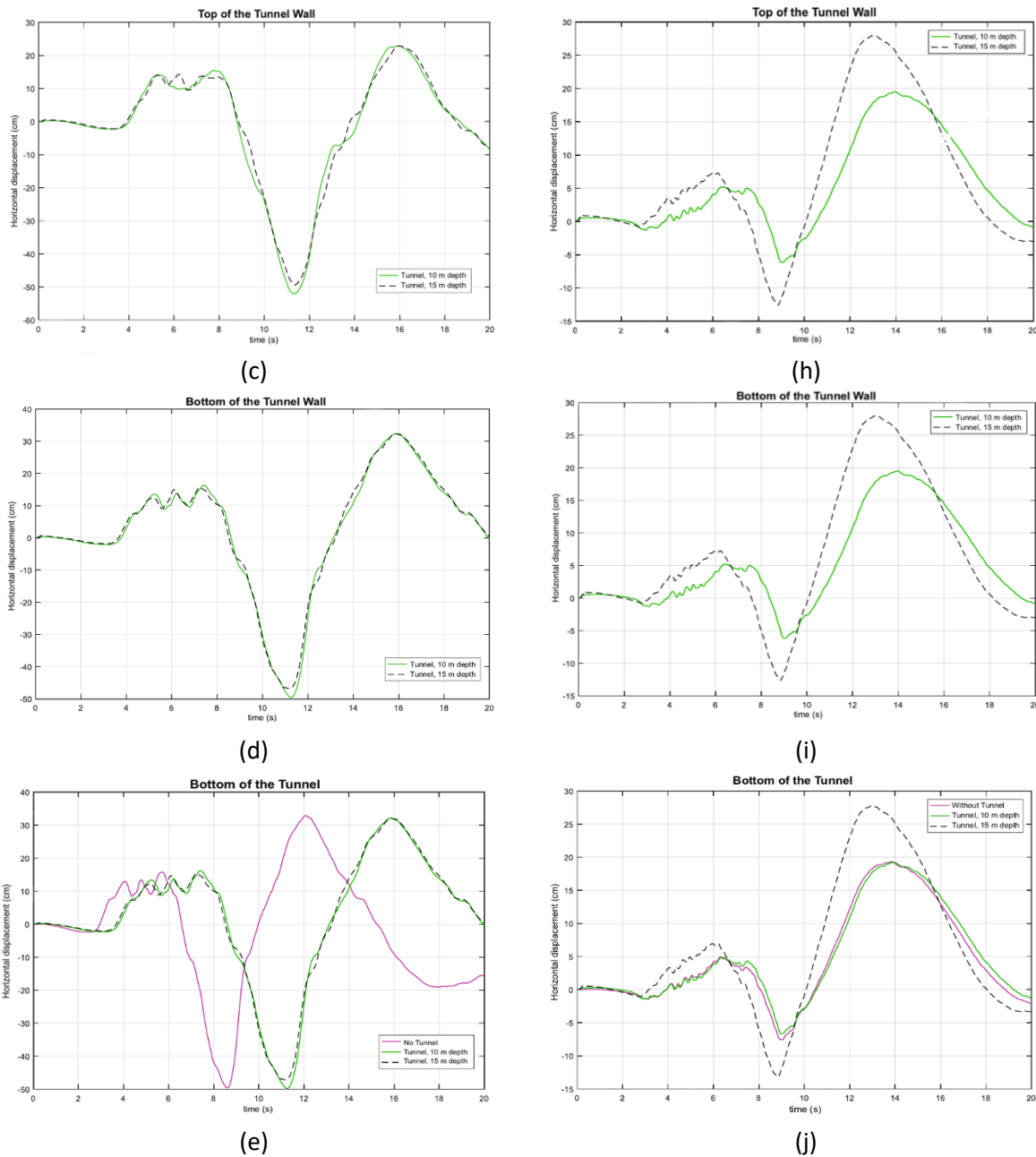


Figure 4. (Continued) Horizontal displacements by depth; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

As demonstrated in the acceleration time graph of the Kocaeli earthquake given in Figure 2, the time interval in which the energy of the earthquake and therefore the displacements due to the earthquake is the highest in the first 20 seconds. The main discharge time of the energy occurred in the first 20 seconds. In dynamic analysis, especially the first 20 seconds of earthquake will create peak values in terms of displacements. The decrease in the energy of the earthquake after 20 seconds will mean that the displacements due to the earthquake will not reach peak values after 20 seconds. The ultimate displacements (displacements at 20 sec) are also given in

Table 4, as it gives the chance to interpret the change in the same time period in different constitutive models. In Figures 4 and 5, the graphs of displacements of models with a diameter of 5 m without a tunnel, with a center at 10 m and with a tunnel at 15 m are given. In Figure 4, it is observed that the horizontal displacements of the tunnels at different depths are approximately 3 times higher in non-liquefiable soils than in liquefiable soils, the bottom of the tunnel wall point for the tunnel located at the central 10 m remained within the liquefiable soil layer in both models (Figure 4d, 4i). It can be said that different behaviors are observed in this study using two different

constitutive models. In the Mohr-Coulomb model, it can be concluded that failure occurs due to the load exceeding, and therefore the deformations are higher. In addition, in the Mohr-Coulomb model, it is seen that the displacements at the five points examined on the soil are very close to each other, which shows that the same soil behavior is observed at every point in the Mohr-Coulomb constitutive model. According to the findings in the Finn-Byrne model, it is evident that the horizontal displacements at the tunnel wall points located near the underground structure are greater compared to the upper points of the tunnel. This observation suggests that the structure within the soil is more susceptible to dynamic movements, resulting in increased ground motion around the structure. Based on Figure 4, a

comparison between the Finn-Byrne and Mohr-Coulomb models reveals that the soil experiences less movement with the tunnel in the former model. This suggests that the tunnel tends to maintain its horizontal position due to the presence of liquefaction. Furthermore, in the absence of a tunnel, it can be observed that the bottom point of the tunnel, one of the points under investigation, remains within the liquefiable soil layer at a depth of 10 m-20 m. In contrast, the surface and top points of the tunnel remain in the soil layer where liquefaction is not anticipated at a depth of 0 m-10 m. Significantly, in the liquefiable layer, horizontal displacements reach twice the magnitudes compared to the upper layer, indicating the higher levels of movement experienced in the layer prone to liquefaction.

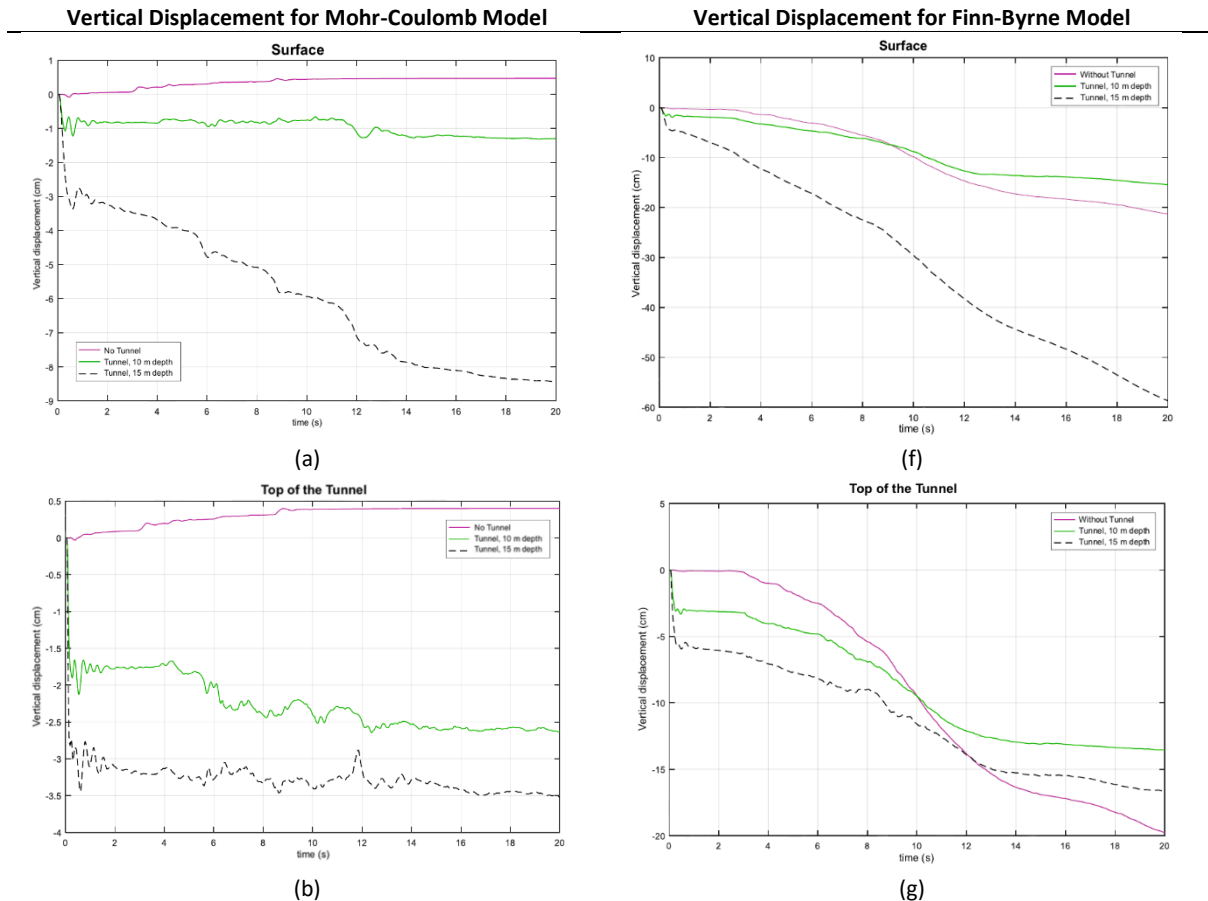


Figure 5. Vertical displacements by depth; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

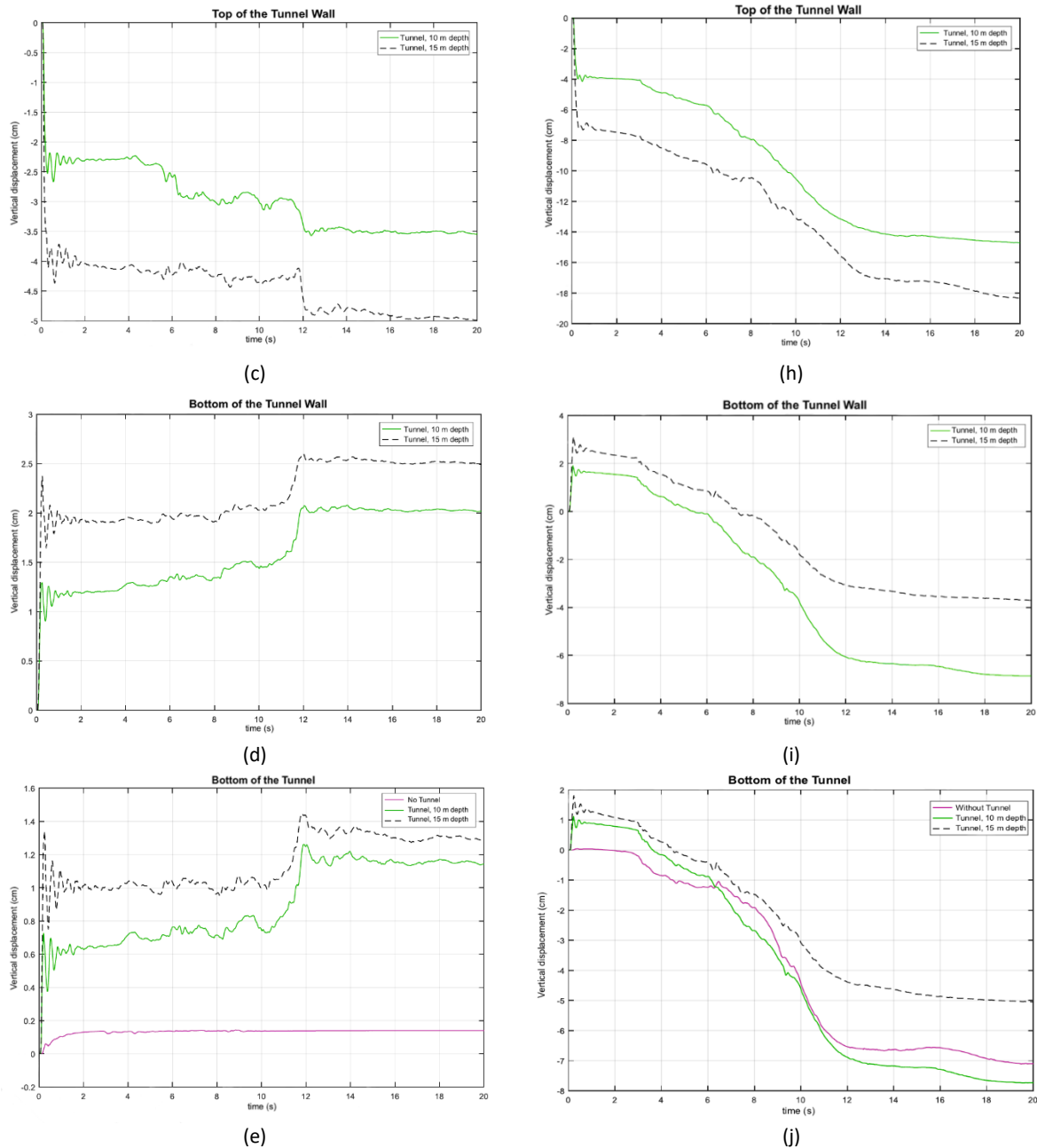


Figure 5. (Continued) Vertical displacements by depth; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

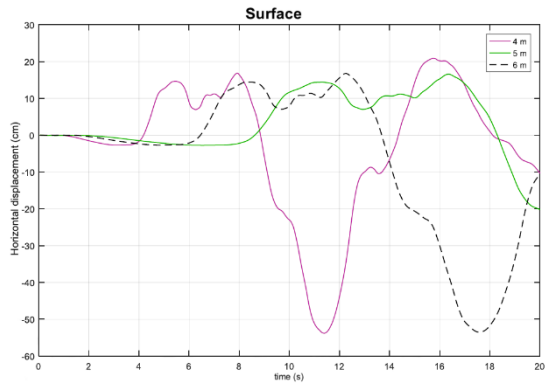
In Figure 5, the vertical displacements of tunnels at different depths are examined. Tunneling to deeper points in the Mohr-Coulomb model increased the displacements at the points above the tunnel (Figure 5a, b, c), in addition, it is seen that swelling occurs at the points under the tunnel. (Figure 5d, e).

Since the diameters of the tunnels at different depths are taken as 5 m in the Finn-Byrne model, the positive effect of the lowest soil layer, which is the firmer layer, on the horizontal deformations is seen (Figure 5i, 5j). Since the tunnel with its center located at 15 m will settle on more

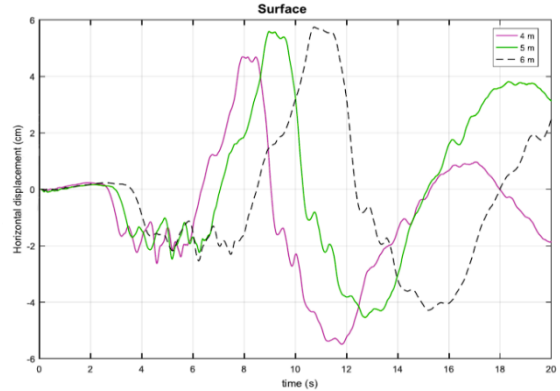
solid ground, the deformation center at the bottom of the tunnel has been less than the tunnel located at 10 m. When the Finn-Byrne model is compared with the Mohr-Coulomb model, it is seen that the vertical displacements increase approximately 5 times due to the liquefaction effect (Figure 5). Due to liquefaction, the vertical deformation center of the tunnel is located at 15 m, and the vertical deformation on the surface is higher than the other models (Figure 5a, 5f). The lower positioning of the tunnel has made it vulnerable to deformations that will occur as a result of dynamic effects, as it causes more soft soils on top.

Horizontal Displacement for Mohr-Coulomb Model

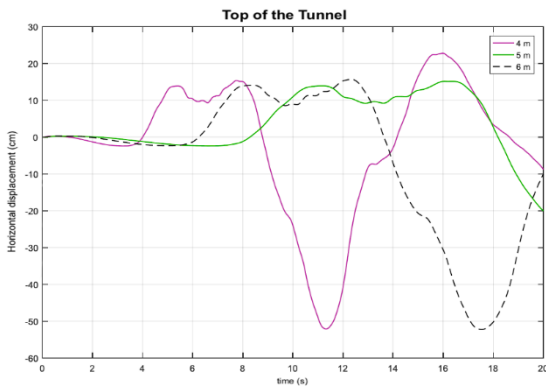
Horizontal Displacement for Finn-Byrne Model



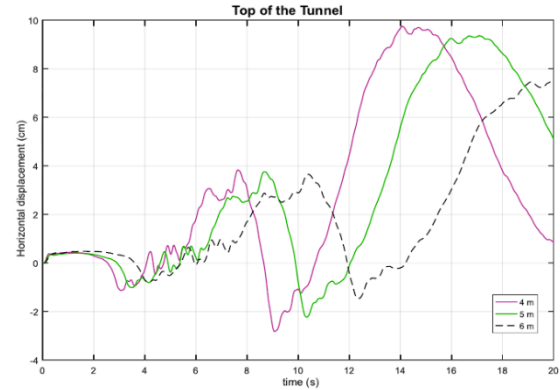
(a)



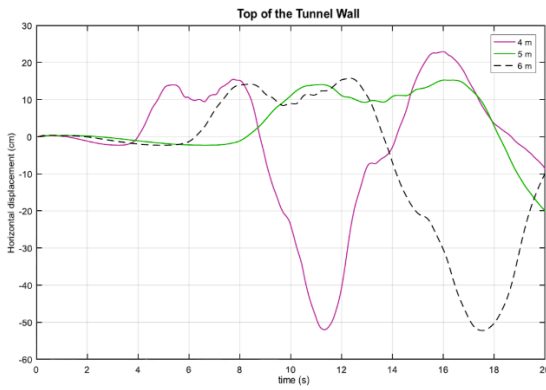
(f)



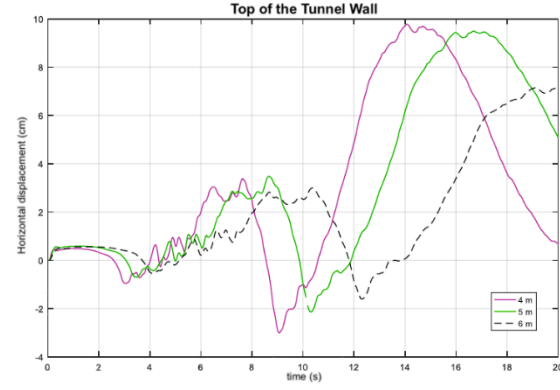
(b)



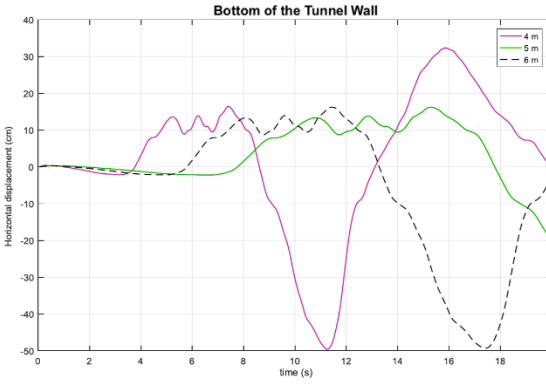
(g)



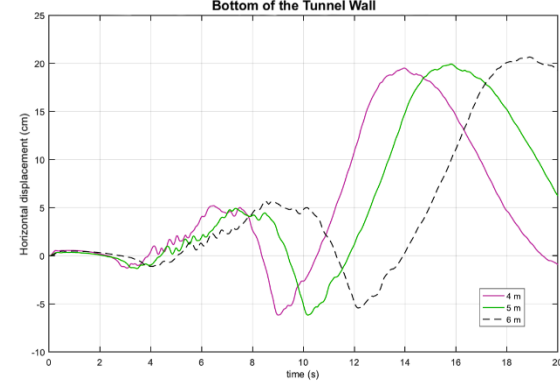
(c)



(h)



(d)



(i)

Figure 6. Horizontal displacements by diameter; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

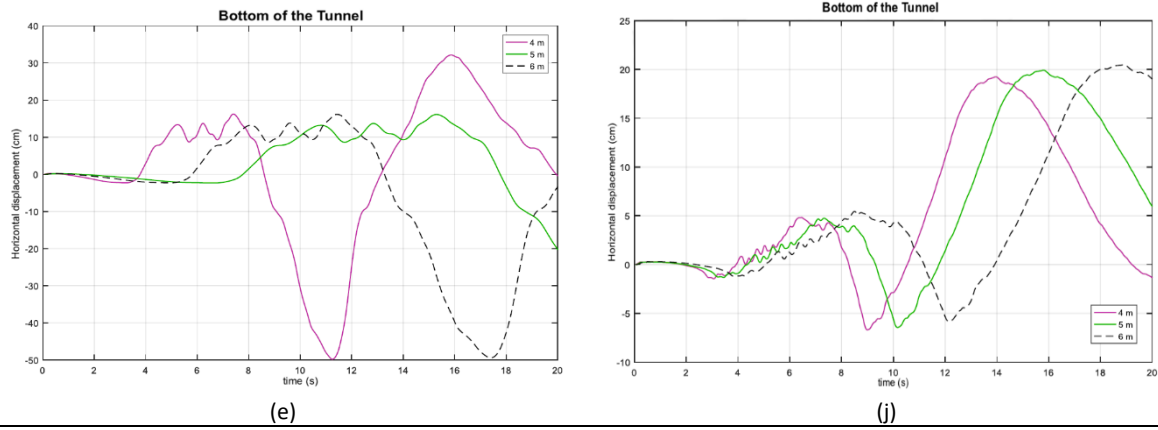


Figure 6. (Continued) Horizontal displacements by diameter; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

Figures 6 and 7 represent the displacement graphs of tunnels with varying diameters centered at 10 m. The diameters of these tunnels range from 4 m to 6 m. In Figure 7, the vertical displacements of tunnels with different diameters are investigated. According to the Finn-Byrne model, increasing the diameter of the tunnels leads to a reduction in vertical displacements at the points below the tunnel (as illustrated in Figures 7i and 7j).

Increasing the diameter of the tunnel means getting closer to the SM, which is the hardest layer in the models. It is worth noting that the vertical displacements in the Finn-Byrne model are approximately six times greater than those in the Mohr-Coulomb model. Additionally, horizontal displacements in liquefiable conditions result in higher displacements below the tunnel and under the tunnel wall compared to the areas above the tunnel.

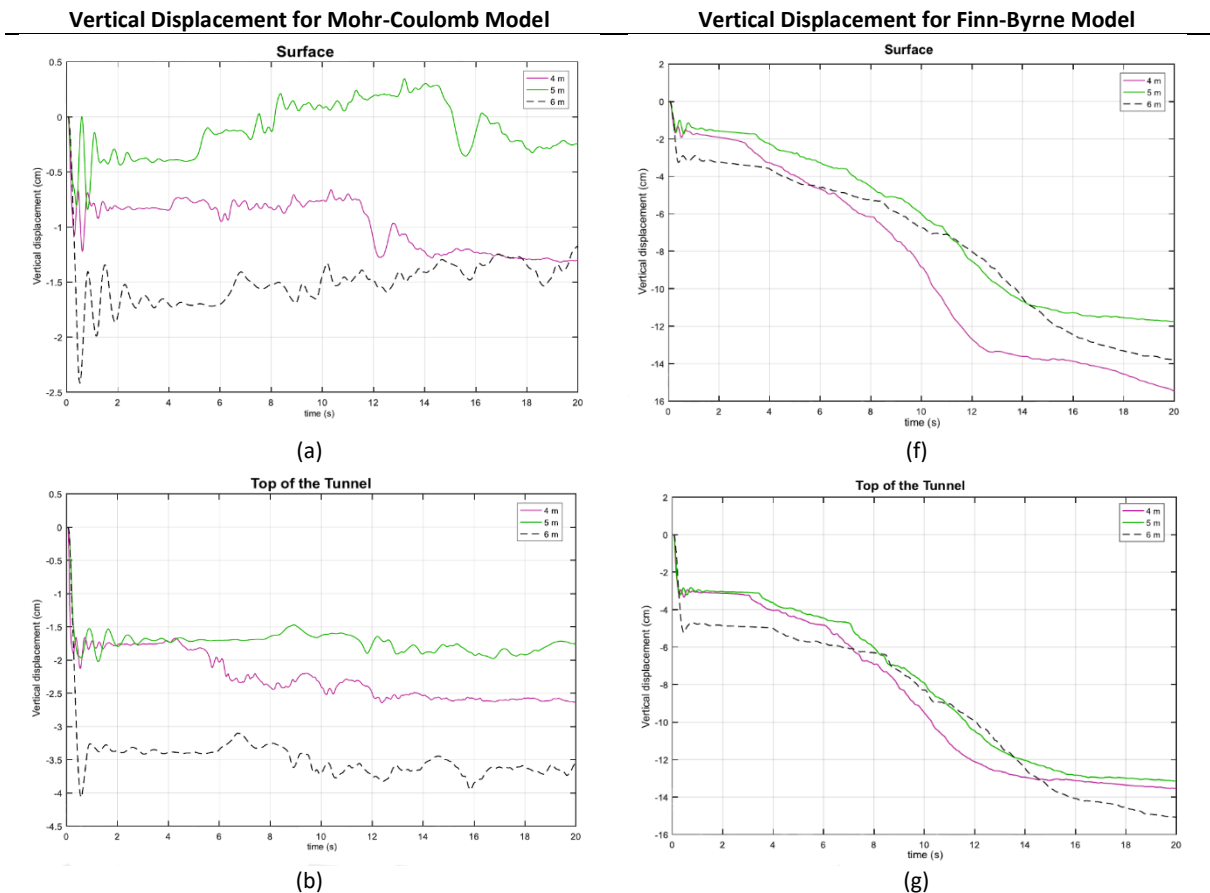


Figure 7. Vertical displacements by diameter; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

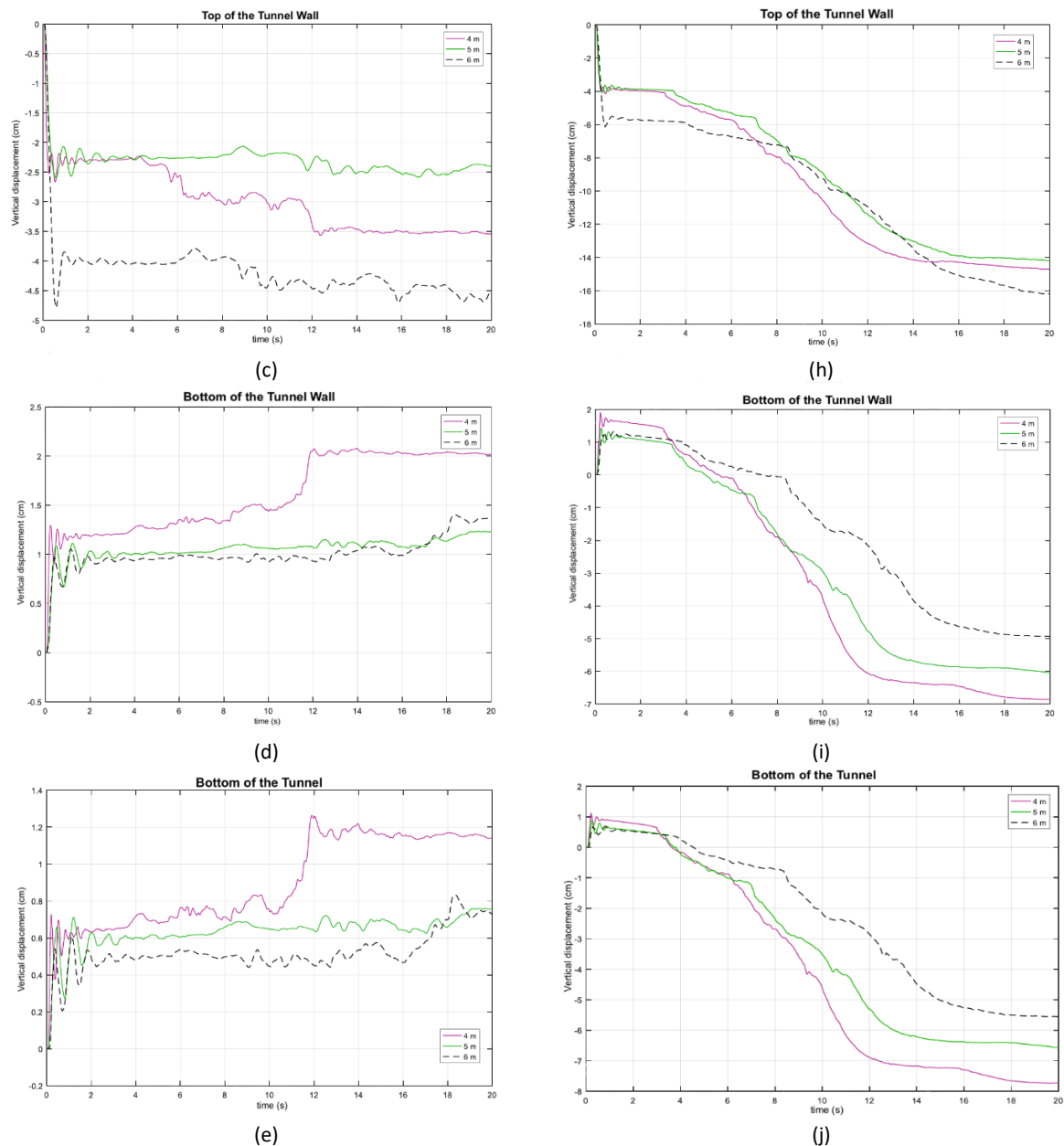


Figure 7. (Continued) Vertical displacements by diameter; (a), (b), (c), (d), (e) Mohr-Coulomb model; (f), (g), (h), (i), (j) Finn-Byrne model; (a), (f) at surface; (b), (g) at top of the tunnel; (c), (h) at top of the tunnel wall; (d), (i) at bottom of the tunnel wall; (e), (j) at bottom of the tunnel

The data from Figures 4, 5, 6 and 7 are summarized in Table 4. While the peak displacement defines the maximum and minimum values recorded during the 20 second earthquake, the displacements at the end of 20 seconds are given as ultimate displacements.

It has been mentioned in the studies of Azadi and Hosseini (2010), Unutmaz (2014) that different thicknesses of the tunnel wall do not have an effect on displacements in liquefiable soils. In this study, the effect of thickness on non-liquefiable soils is investigated. The obtained displacements data are given in Table 4. The tunnel wall thicknesses of 30 cm, 50 cm and 100 cm are determined in the models created. According to the analysis, it is seen that different tunnel wall thicknesses have no effect on displacements in non-liquefiable soils.

4. Conclusions

The rise in industrialization and population growth has amplified the economic significance of urban areas, consequently augmenting both domestic and municipal demands. The escalating challenges associated with constructing aboveground structures have propelled the prominence and necessity of underground structures. The tunnels are regarded as a viable solution to meet the growing needs of individuals and urban areas. As underground tunnels, which form the backbone of vital infrastructure systems, are susceptible to dynamic forces, their design necessitates adherence to specific conditions.

Table 4. The numerical analysis results

Mohr-Coulomb Model;

By Depth;	Mohr-Coulomb Model;																		
	Surface			Top of the Tunnel			Bottom of the Tunnel			Top of the Tunnel Wall			Bottom of the Tunnel Wall						
	No Tunnel	With Tunnel	10 m	4 m	5 m	6 m	No Tunnel	With Tunnel	10 m	15 m	With Tunnel	10 m	15 m	With Tunnel	10 m	15 m	With Tunnel	10 m	15 m
Peak Horizontal Disp. (cm)	+23, -55	+21, -55	+22, -52	+23, -53	+23, -53	+23, -50	+33, -50	+33, -50	+32, -50	+32, -47	+23, -52	+23, -50	+32, -50	+32, -50	+32, -50	+32, -46	+32, -50	+32, -50	+32, -46
Peak Vertical Disp. (cm)	+0.5	-1.3	-8.5	+0.4	-2.6	-8	-3.5	+0.15	+1.27	+1.45	-3.5	-5	-3.5	-5	-3.5	-5	-3.5	-5	+2.5
Ultimate Horizontal Disp. (cm)	-25	-10	-10	-27	-8	-8	-8	-15	0	0	-8	-8	-8	-8	-8	0	0	0	0
Ultimate Vertical Disp. (cm)	+0.5	-1.3	-8.5	+0.4	-2.6	-3.5	+0.15	+1.15	+1.3	+1.3	-3.5	-5	-3.5	-5	-3.5	-5	-3.5	-5	+2.5
By Diameter;																			
	Surface			Top of the Tunnel			Bottom of the Tunnel			Top of the Tunnel Wall			Bottom of the Tunnel Wall						
	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	
Peak Horizontal Disp. (cm)	+20, -54	+15, -20	+17, -53	+23, -52	+15, -20	+16, -52	+32, -50	+16, -20	+16, -50	+23, -52	+15, -20	+16, -52	+32, -50	+16, -20	+16, -52	+32, -50	+16, -20	+16, -50	
Peak Vertical Disp. (cm)	-1.3	+0.3, -0.8	-2.4	-2.6	-2	-4	+1.28	+0.74	+0.84	-3.5	-2.6	-4.7	+2	+1.25	+1.4	+2	+1.25	+1.4	
Ultimate Horizontal Disp. (cm)	-10	-20	-10	-8	-20	-10	0	-20	-4	-8	-20	-10	0	-20	-4	-8	-20	-10	-4
Ultimate Vertical Disp. (cm)	-1.3	-0.25	-1.2	-2.6	-1.75	-3.5	+1.17	+0.74	+0.72	-3.5	-2.4	-4.5	+2	+1.25	+1.4	+2	+1.25	+1.4	
By Thickness;																			
	Surface			Top of the Tunnel			Bottom of the Tunnel			Top of the Tunnel Wall			Bottom of the Tunnel Wall						
	30 cm	50 cm	100 cm	30 cm	50 cm	100 cm	30 cm	50 cm	100 cm	30 cm	50 cm	100 cm	30 cm	50 cm	100 cm	30 cm	50 cm	100 cm	
Peak Horizontal Disp. (cm)	+20, -53	+20, -52	+20, -51	+22, -52	+22, -51	+22, -50	+32, -50	+32, -50	+32, -50	+23, -52	+23, -51	+23, -50	+32, -50	+32, -50	+32, -49	+30, -48	+32, -49	+30, -48	
Peak Vertical Disp. (cm)	-1.35	-1.3	-1.25	-2.6	-2.6	-2.6	+1.27	+1.27	+1.27	-3.5	-3.5	-3.5	-3.5	-3.5	+2	+2	+2	+2	
Ultimate Horizontal Disp. (cm)	-10	+2	+20	-10	+4	+22	0	+15	+30	-8	+5	+22	0	+15	+30	+30	+15	+30	
Ultimate Vertical Disp. (cm)	-1.35	-1.3	-1.25	-2.6	-2.6	-2.6	+1.18	+1.18	+1.18	-3.5	-3.5	-3.5	+2	+2	+2	+2	+2	+2	

Finn-Byrne Model;

By Depth;	Finn-Byrne Model;																		
	Surface			Top of the Tunnel			Bottom of the Tunnel			Top of the Tunnel Wall			Bottom of the Tunnel Wall						
	No Tunnel	With Tunnel	10 m	4 m	5 m	6 m	No Tunnel	With Tunnel	10 m	15 m	With Tunnel	10 m	15 m	No Tunnel	With Tunnel	10 m	15 m	With Tunnel	10 m
Peak Horizontal Disp. (cm)	+6.5, -4.3	+4.8, -5	+6.5, -6	+6, -6	+9, -2.5	+14, -7.5	+19, -7.5	+19, -7.5	+19, -7	+26, -13	+19, -6	+27, -13	+19, -6	+19, -6	+27, -13	+19, -6	+27, -13	+19, -6	+27, -13
Peak Vertical Disp. (cm)	-22	-15	-58	-20	-14	-16	-7	-7.7	-7.7	-5	-15	-18.5	-7	-15	-18.5	-7	-15	-18.5	-7
Ultimate Horizontal Disp. (cm)	0	-2	+1.8	-4	+1	-1	-2	-1	-4	-4	-1	-3	-1	-3	-1	-1	-3	-1	-3
Ultimate Vertical Disp. (cm)	-22	-15	-58	-20	-14	-16	-7	-7.7	-7.7	-5	-15	-18.5	-7	-15	-18.5	-7	-15	-18.5	-7
By Diameter;																			
	Surface			Top of the Tunnel			Bottom of the Tunnel			Top of the Tunnel Wall			Bottom of the Tunnel Wall						
	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	4 m	5 m	6 m	
Peak Horizontal Disp. (cm)	+4.5, -5.5	+5.5, -4.5	+5.8, -4.2	+9.7, -3	+9, -2	+7.4, -1.5	+19, -7	+20, -7	+20, -6	+10, -3	+9.5, -2	+7, -1.5	+19, -6	+20, -6	+21, -5	+19, -6	+20, -6	+21, -5	
Peak Vertical Disp. (cm)	-15	-12	-14	-13.5	-13	-15	-7.7	-6.5	-5.5	-15	-14	-16	-15	-14	-16	-15	-14	-16	
Ultimate Horizontal Disp. (cm)	-2	+3	+2.5	+1	+5	+7	-1	+6	+19	+1	+5	+7	+1	+5	+6	+1	+5	+6	
Ultimate Vertical Disp. (cm)	-15	-12	-14	-13.5	-13	-15	-7.7	-6.5	-5.5	-15	-14	-16	-15	-14	-16	-15	-14	-16	

One of the most important phenomena occurring in the soil as a result of dynamic effects is liquefaction. The increase in pore water pressures as a result of liquefaction will cause a decrease in the shear strength and stiffness of the soil, and it will also cause stability losses in the structures in liquefied soils. The presence of liquefiable layers will significantly affect the deformation of the underground structure. As a result, the formation of the ground is of great importance when designing tunnels to be built in regions with high seismic activity.

This study focused on the modeling of a three-layered soil system that incorporates a liquefiable layer. The soil formation considered in the analysis was based on the characteristics of the Adapazarı region, which is known to experience significant occurrences of liquefaction. The numerical models of varying depths, diameters, and thicknesses were developed using FLAC 2D, a software capable of simulating changes in pore water pressure. This allowed for the examination of pore water pressure variations within the models. The objective of this study is to investigate the differences in soil deformation under conditions of liquefaction and non-liquefaction. The research aims to analyze and compare the extent of deformations observed in the soil in both scenarios. The constitutive models play a crucial role in numerical modeling, as demonstrated in this study where the Mohr-liquefaction can be modeled, are different from the models obtained from Mohr-Coulomb, reveals the importance of defining the soil behavior in numerical analysis. Similar findings have observed in Beaty and Perlea (2011); upon evaluating the vertical Mohr-Coulomb model exhibited lower displacements compared to the Finn-Byrne model.

The deformations occurring at the points analyzed beneath the tunnel can be interpreted with greater accuracy due to the presence of a liquefiable intermediate layer within the soil formation. The instability experienced in the intermediate layer also had an impact on the upper layers. The soil layers within the depth range of 0 m-20 m exhibit lower SPT values compared to the layers at a depth of 20 m-30 m. As a result, it is anticipated that fewer deformations will be observed in tunnels positioned closer to the bottom layer, considering the trend of decreasing SPT values with depth.

In the models without liquefaction, the influence of thickness on deformations was studied. Interestingly, other studies have suggested that the thickness effect is

not evident in deformations observed in models experiencing liquefaction (Azadi and Hosseini 2010, Unutmaz 2014). Similar to the liquefiable models, the non-liquefiable models did not exhibit a significant impact of thickness on deformations.

Based on this study, it has observed that selection of routes attentively for tunnel placement can minimize their susceptibility to dynamic effects. Additionally, the choice of appropriate soil behavior models for numerical analysis is crucial in accurately modeling liquefaction resulting from dynamic effects.

Declaration of Ethical Standards

The authors of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

Credit Authorship Contribution Statement

İsa VURAL: Conceptualization, supervision, methodology, review

Dua KAYATÜRK: Visualization, writing – review and editing, formal analysis

Ayşe SAÇAR: Conceptualization, software, formal analysis

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

5. References

- Allen C.R. 1982. Comparison between the North Anatolian fault of Turkey and the San Andreas fault of California. In: Isikara A.M. and Vogel A. (eds), *Multidisciplinary Approach to Earthquake prediction. Proceedings of the International Symposium on Earthquake Prediction in the North Anatolian Fault Zone held in Istanbul, March 31–April 5, 1980. Vol. II.* Vieweg, Braunschweig, 67–75.
- ASTM International, 2006. *Standard Practice for Classification of Soils for Engineering Purposes (Unified Soil Classification System).* ASTM D2487-06. ASTM International, WestConshohocken, PA.
- Azadi M., Hosseini S. M. M. M., 2010. Analyses of the Effect of Seismic Behavior of Shallow Tunnels in Liquefiable Grounds, *Tunnelling and Underground Space Technology*, **25**, 543-552.
- Beaty M. H. and Perlea V. G., 2011. Several Observations on Advanced Analyses with Liquefiable Materials.

- 31th Annual USSD Conference, U. S. Society on Dams, San Diego, California. 1369-1397.
- Byrne, P. M. 1991. A Cyclic Shear-Volume Coupling and Pore-Pressure Model for Sand, Second International Conference on Recent Advances in Geotechnical Earthquake Engineering and Soil Dynamics, St. Louis, Missouri, March. Paper No. 1.24, 47-55.
- Cetin, K. O., Armen Der Kiureghian, and Raymond B. Seed. 2002. Probabilistic Models for the Initiation of Seismic Soil Liquefaction. *Structural Safety* **24** (1): 67–82. [https://doi.org/10.1016/S0167-4730\(02\)00036-X](https://doi.org/10.1016/S0167-4730(02)00036-X).
- FLAC 2D, User's Manual-Fast Lagrangian Analysis of Continua, Itasca Consulting Group, Minnesota.
- Hashash Y.M.A., Hook J.J., Schmidt B., Yao J.I., 2001. Seismic Design and Analysis of Underground Structures, *Tunnelling and Underground Space Technology*, **16**, 247-293.
- Huang, Y., Yu, M. 2013. Review of soil liquefaction characteristics during major earthquakes of the twenty-first century. *Nat Hazards* **65**, 2375–2384 (2013). <https://doi.org/10.1007/s11069-012-0433-9>
- Iida H., Hiroto T., Yoshida N., Iwafuji, 1996. Damage to Daikai subway Soils and Foundations, Special Issue on Geotechnical Aspects of Hyogoken-Naambu Earthquake, *Japanese Geotechnical Society*, **36**, 280-300..
- Kutanis M., Arman H., Firat S., Gündüz Z., 2002. 17 Ağustos 1999 Marmara Depremi ve Adapazarı Bölgesinde Gözlemlenen Deprem Hasarları, IV. Mühendislik ve Mimarlık Sempozyumu, Balıkesir, 459-460..
- Mahmoud, A. O., Hussien, M. N., Karray, M., Chekired, M., Bessette, C., & Jinga, L., 2020. Mitigation of liquefaction-induced uplift of underground structures. *Computers and Geotechnics*, **125**, 103663.
- Ueng T.S., Lin M.L., Chen M.H., 2001. Some geotechnical aspects of 1999 Chi-Chi, Taiwan earthquake, Proceeding of the Fourth International Conference on Recent Advances in Geotechnical Earthquake Engineering and Soil Dynamics, SPL-10, 1-5.
- Unutmaz B., 2014. 3D Liquefaction Assessment of Soils Surrounding Circular Tunnels, *Tunnelling and Underground Space Technology*, **40**, 85-94.
- Vural İ., 2012., Alüvyal ve Sıvılaşılabilen Zeminlerde Altyapıların Deprem Risk Analizi: Adapazarı Örneği, (Doktora tezi), Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 160.
- Wang, T. T., Kwok, O. L. A., & Jeng, F. S., 2021. Seismic response of tunnels revealed in two decades following the 1999 Chi-Chi earthquake (Mw 7.6) in Taiwan: A review. *Engineering Geology*, **287**, 106090.
- Wang, Z. Z., and Z. Zhang. 2013. Seismic Damage Classification and Risk Assessment of Mountain Tunnels with a Validation for the 2008 Wenchuan Earthquake. *Soil Dynamics and Earthquake Engineering* 45: 45–55. <https://doi.org/10.1016/J.SOILDYN.2012.11.002>.
- Zhuang, H., Hu, Z., Wang, X., & Chen, G., 2015. Seismic responses of a large underground structure in liquefied soils by FEM numerical modelling. *Bulletin of Earthquake Engineering*, **13**, 3645-3668.

Sınıfsız Afşin – Elbistan Uçucu Külüne Amorf Silis İkame Edilerek Elde Edilen Sınıflı Kül ile Üretilen Harçların Mekanik Özelliklerinin Araştırılması

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 22.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Investigation of the Mechanical Properties of Mortars Produced with Classified Ash Obtained by Substituting Amorphous Silica into Classless Afşin-Elbistan Fly Ash

Mustafa EKEN^{1*}, Ela AVŞAROĞLU²

¹ Kahramanmaraş İstiklal Üniversitesi, Elbistan Meslek Yüksekokulu, İnşaat Teknolojisi Bölümü, K. Maraş/Elbistan, Türkiye

² Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, İnşaat Teknolojisi Bölümü, K. Maraş, Türkiye

© Ayfon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Türkiye'nin enerji üretiminde dışa bağımlılığını azaltmanın bir yolu da endüstrinin diğer kesimlerinde yararlanılamayan düşük kalorili linyit kömürlerini termik santrallerde kullanmaktan geçmektedir. Bu çalışmada Afşin – Elbistan sınıfsız uçucu külüne amorf silis AEFA-AS-%5, AEFA-AS-%10, AEFA-AS-%15, AEFA-AS-%20, AEFA-AS-%25 ve AEFA-AS-%30 oranlarında ikame edilerek C sınıfı kül olarak değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Sınıflı kül ile hamur ve harç karışımları üretilerek numunelerin bazı fiziksel ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Karışımın üretilen hamur ve harç numunelerinin basınç, sülfat, alkali silika reaksiyonu, aşınma ve donma çözünme dayanımı ve mikro yapı özellikleri incelenerek referans numunesi ile karşılaştırılmıştır. Deney sonuçları ile blaine değerlerinin amorf silis ikame oranı arttıkça arttığı, priz başlama ve sona erme sürelerini arttırdığı, genleşme değerlerini düşürdüğü, kapiler su emme değerlerini azalttığı, basınç dayanım değerleri %5-11 oranında, eğilme dayanım değerlerine %4-11 oranlarında katkı sağladığı ve donma-çözülme kayıp oranlarını %2-8 oranlarında azalttığı belirlenmiştir. Mekanik ve durabilite değerleri SEM incelemeleri ile desteklenmiştir. Ayrıca sınıfsız Afşin-Elbistan külüne amorf silis ikamesinin %15 oranında katılmasının optimum değer olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Uçucu kül; Amorf silis; Atıkların ekonomiye kazandırılması; Çimento katkı maddesi.

Abstract

To reduce Turkey's foreign dependence on energy production, one solution is to use low-calorific lignite coals that are unsuitable for other industries in thermal power plants. This study evaluates the substitution of amorphous silica AEFA-AS-5%, AEFA-AS-10%, AEFA-AS-15%, AEFA-AS-20%, AEFA-AS-25%, and AEFA-AS-30% ratios for Afşin-Elbistan unclassified fly ash, classified as C class ash. Some physical and mechanical properties of the samples were investigated by producing dough and mortar mixtures with class C ash. Compressive, sulphate, alkali silica reaction, abrasion and freeze thaw resistance and microstructure properties of the dough and mortar samples produced from the mixture were investigated and compared with the reference sample. The study found that as the amorphous silica substitution ratio increased, the blaine values also increased. Additionally, the setting start and end times increased, while the expansion values and capillary water absorption values decreased. The amorphous silica substitution also contributed to a 5-11% increase in compressive strength values, a 4-11% increase in flexural strength values, and a 2-8% decrease in freeze-thaw loss rates. SEM analyses supported the mechanical and durability values. It has been determined that the optimal amount of amorphous silica substitution for unclassified Afşin-Elbistan ash is 15%.

Keywords: Fly ash; Amorphous silica; Economic recovery of waste; Cement additive

1. Giriş

Beton, yapı sektöründen elde edilen verilere göre yılda 25x10⁹ ton ile dünyada en çok kullanılan yapı malzemesidir (Varun ve Haris 2018, Amran vd. 2021). Gelecek yıllarda sanayileşmedeki artış, yeni şehirleşmeler, köprüler, altyapılar gibi inşaat sektöründeki gelişmeler beton üretiminin artacağına göstergeleridir. Meydana gelen talep artışı ise doğrudan çimento üretimindeki artışı desteklemektedir. Çimento üretimi kalsiyum karbonatın (CaCO₃) kalsinasyonu ile başlar ve ortaya CO₂ açığa çıkar. CaO yüksek sıcaklıklarda (1400-1500°C) silis, alümin ve

demir ile reaksiyona girerek klinkeri meydana getirmektedir. Çimento, Klinkerin alçı taşı ve katkı maddeleri ile öğütülmesi sonucu ortaya çıkan hidrolik bağlayıcıdır (Latawiec 2018). Çimento üretimi esnasında 1 kg çimento elde edebilmek için çevreye yaklaşık 0,5-0,9 kg CO₂ salınımı gerçekleşmektedir. Bir yıl içerisinde 3,6 milyar ton çimento üretimi gerçekleşmekte ve dolayısı ile her yıl ortama 3,24 milyar ton CO₂ salınımının yapıldığı anlamına gelmektedir (Favomi vd., 2019). Çimento üretimi sırasında 0,5-0,9 kg oranında yayılan CO₂ çevreyi olumsuz etkilemektedir (Ali vd., 2011). 2009 yılında

Uluslararası Enerji Ajansı ve Dünya Sürdürülebilir Kalkınma İş Konseyinin belirlediği dört ana strateji ile 2050 yılına kadar CO₂ emisyonlarının azaltılması amaçlanmaktadır. Bu amaçla klinkeri tamamlayıcı ya da çimentoya alternatif olacak uçucu kül, yüksek fırın cürufu gibi atık malzemelerin kullanılması hedeflenmektedir (IEA 2009, Schneider 2015, İnt. Kyn. 1).

Uçucu kül, termik santrallerinde kömürün yakılması sonucu ortaya çıkan çok ince taneli puzolanik özelliğe sahip malzemedir. Elektrik üretimi için termik santrallerinde kömür yakımı devam etmektedir. Bu nedenle, ortaya yüksek miktarda kül çıkmakta ve uçucu külün depolanması, kısıtlı alan imkânları ve çevreye verdiği zararlı etki nedeniyle büyük sorun oluşturmaktadır. Özellikle çok küçük taneli yapısı emisyon kontrol cihazları tarafından bazen algılanmamakta rüzgâr etkisiyle hava kirliliği oluşturarak halk sağlığını tehdit etmektedir (Patil ve Anandhan 2015). Dünya’da her yıl ortaya çıkan 700 milyon ton yan ürün içerisinde uçucu külün yaklaşık 49 milyon tonluk orana sahip olması değerlendirilmesinin ne kadar önemli olduğunu ortaya koymaktadır. Çimento tüketiminin minimize edilmesinde alternatif olarak kullanılacak özellikte olması da çözüm yolu olarak görülmektedir.

Uçucu kül ASTM C 618 standardında belirtilenlere göre F ve C sınıfı olmak üzere iki sınıfa ayrılmaktadır. F sınıfı uçucu külün bitümlü kömürün yakılmasıyla elde edilen bir yan ürün olduğu ve CaO oranının %10’dan düşük olduğu için düşük kireçli kül olarak da ifade edildiği bilinmektedir. C sınıfı uçucu kül ise linyit ve bitümlü kömürün yakılması sonucu elde edilen bir yan üründür ve CaO oranının %10’dan fazla olduğu bilinmektedir (McCarthy ve Dyer 2019).

Uçucu kül sahip olduğu puzolanik özelliğinden dolayı beton üretiminde çimentodan ikame edilerek belirli oranlarda kullanılmaktadır (Filho vd. 2013, Ondova vd. 2012). Uçucu kül çimentodan ikame edilerek kütlece %15-25 oranlarında bazı istisnai durumlarda ise %80 oranlarına kadar kullanımı gerçekleştirilmiştir (Thomas 2017, Merceau vd. 2002). Uçucu külün çimento hamuru mikroyapısının iyileşmesine katkı sağladığı ve betonun dayanım-durabilite özelliklerini iyileştirdiği ifade edilmektedir (Montgomery vd. 1981, Filho vd. 2013). Uçucu kül katkılı betonun taze ve sertleşmiş hallerinde göstermiş olduğu performansları literatürde bazı kişiler tarafından araştırılmıştır. Turgut ve Demir (2019), uçucu külün çimentoya eklenmesi ile normal kıvam değerlerinin elde edilmesinde su miktarının artması ile mümkün olduğunu belirtmişlerdir (Turgut ve Demir 2019). Mineral

katkıların çimentoya eklenmesi ile priz süresinin eklenen mineralin katkı oranına bağlı olarak arttırdığı, priz süresinin uçucu kül katkılı çimento hamurlarında artmasında uçucu külün inceliğinin etkili olduğu ifade edilmiştir (Brooks at al. 2000). Uçucu kül tanelerinin küresel olması ile agrega ve beton arasındaki sürtünme etkisini azaltıp karışım vizkozitesinin azalmasını sağlar ve böylece işlenebilirliği artırır (Paliwal ve Marua 2017). Sadrmomtazi ve ark. uçucu kül ile silis dumanının beton numunelerde etkisini araştırmışlardır. Çalışma sonuçları %10 uçucu kül ikamesinin uzun kür süresinde dayanımını referans numunesine göre %14 oranında artırdığını belirtmişlerdir (Sadrmomtazi vd. 2018). Uçucu kül ve fiber katkılı beton numunelerinin eğilme dayanım değerleri incelendiğinde 0,25 polyester elyaf ve %20 uçucu kül katkısının eğilme dayanım değerini referans betona göre %40 oranında arttırdığı gözlemlenmiştir. Ayrıca lif katkısız sadece %10 uçucu kül katkılı numunelerin eğilme dayanımlarının da referans numunesinden yüksek değerler verdiği görülmüştür (Barbuta vd., 2017). Jena ve Panda (2018) silpozz esaslı beton üretiminde silpozz yerine %10 oranında uçucu kül katkılı numunelerin elastisite modülünü önemli ölçüde iyileştirdiğini ifade etmişlerdir. Uçucu kül ikameli beton numuneler ile katkısız beton numunelerin 7 günlük aşınma derinlikleri aynı çıkmıştır. Ayrıca uçucu külün 3800 cm²/g incelik değerinde olması aşınma direncine daha dayanıklı numuneler üretilmesine katkı sağladığı bildirilmiştir (Xu vd. 2020). Kumar vd. (2020) yaptıkları çalışmada SCC beton numunelerin üretiminde %15 oranında uçucu kül ikamesinin geçirgenliği azalttığı ve dolayısı ile de darbe direncini arttırdığını belirtmişlerdir. Uçucu kül katkılı numunelerin erken yaşlarda gözenekli bir yapıya sahip olduğu fakat ileriki yaşlarda bu gözenekliliğin azaldığı yorumunu yapmışlardır (Wang vd. 2021). Uçucu külün ince partiküllü yapısı numune içerisindeki boşlukları doldurarak numunenin daha yoğun ve kompakt olmasına katkı sağlayarak geçirgenliği azaltmaktadır (Islam vd. 2018). Yapılan çalışmada uçucu kül ikamesinin ekstra macun oluşumuna katkı sağlayarak klor geçirgenliğini azalttığı ifade edilmiştir (Praveeb ve Ravi 2019). Nie vd. (2014) %25 oranında uçucu kül katkılı numunelerin yüksek oranda sülfat direncine sahip olduğunu ortaya koymuşlardır. Uçucu külün alkali silika reaksiyonu (ASR) üzerindeki performansının kimyasal içeriğine bağlı olduğu belirtilmiştir. Kül içeriğindeki kireç oranının yüksek olması ASR oluşumuna karşı direncinin yüksek olacağı anlamına geldiği belirtilmiştir (Harish ve Rangaraju 2013). Uçucu külün hidrasyon ısısını erken yaşlardaki yavaş puzolanik etkisi nedeniyle düşürdüğünü, hidrasyon ısısının blaine inceliğine, silis içeriğine, alümina içeriğine gibi özelliklere

bağlı olduğu da ifade edilmiştir (Medepalli vd. 2020, Nocuñ-Wczelik 2001).

Amorf silis açık renkli, silis oranı bakımından oldukça zengin bir kayaç türüdür. Amorf silis dünyanın bazı noktalarında uçucu kül gibi inşaat sektöründe mineral katkı olarak kullanılmaktadır (Davraz ve Gündüz 2003).

Türkiye K. Maraş bölgesinde bulunan Afşin-Elbistan termik santrali 2795 MW güç ile linyit kömürü yakılması sonucu termik santralleri arasında 3.240.000 ton uçucu kül üreten bir santraldir (Peker 2006, Mahyar ve Erdoğan 2015). Afşin-Elbistan termik santrallerinden elde edilen uçucu kül yüksek oranda serbest CaO içermekte ve $SiO_2+Al_2O_3+Fe_2O_3$ miktarlarının toplamı C ve F sınıflandırılmaları için yetersiz kalmaktadır (Türker vd. 2009). Ayrıca ASTM C 618 (ASTM C 618-17a 2017), EN 197-1 (EN 197-1 2011) ve EN 450-1 (EN 450-1 2012) standartlarına uymamaktadır. Bu nedenle bölgeden temin edilen küle CaO oranı düşük SiO_2 oranı yüksek amorf silis ikamesi ile C sınıfı kül standardına getirilmiştir. Böylece ekonomik değer taşımayan, depolama, çevre sorunları oluşturan kül sınıflı hale getirilip çimento sektöründe değerlendirilmesi ile ülke ekonomisine kazandırılması öngörülmektedir.

2. Materyal ve Metot / Materials and Methods

2.1 Materyal

Bu çalışmada kullanılan uçucu kül Afşin-Elbistan Termik Santralinden temin edilmiştir. Uçucu külün kimyasal ve fiziksel özellikleri Çizelge 1’de verilmiştir. TS 196-1 (TS 196-1 2016) standardına uygun kullanılan Rilem Cembureau standart kumu Trakya Limak Çimento fabrikasından temin edilmiştir. Rilem kumuna ait granülometri Çizelge 2’de verilmiştir. Çalışmada Cem I 42,5R tipi çimento Kahramanmaraş çimento sanayinden temin edilmiştir ve çimentoya ait kimyasal özellik Çizelge 3’te verilmiştir. Amorf silis malzemesi Niğde-Tepeköy mevkiinden temin edilmiştir ve amorf silisin rezerv alanı Şekil 1’de, kimyasal özelliği Çizelge 4’te verilmiştir.

Çizelge 1. Afşin-Elbistan Uçucu kül kimyasal ve fiziksel özellikler

Katkı türü	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃
	30,1	10,5	5,9	29,4	2,6	10,8
Fiziksel özellikler						
Uçucu kül	Özgül ağırlık (gr/cm ³)	Özgül yüzey (cm ² /gr)	Elek üzerinde kalan (%)			
	2,64	2248	90μ	45μ	4,3	10,5

Çalışmada kullanılan materyallerin kimyasal ve fiziksel analizleri Kahramanmaraş çimento sanayi tarafından yapılmıştır. Afşin-Elbistan külü ve amorf silis katkılı harç

numuneler standart 4x4x16 cm boyutlarındaki prizmatik kalıplar kullanılarak üretilmiştir. Harç karışım oranları Çizelge 5’te verilmiştir. Çalışmada doğal amorf silis malzemesinden belirli oranlarda (%5-%30) eklenmesi ile sınıflı hale getirilecek atık halde bulunan sınıfsız uçucu kül ASTM C 618’de C sınıfında belirtilen S+F+A>%50 ve TS 639’da S+F+A>%70 şartlarını kimyasal analiz yöntemi uygulanarak sağlanması çalışmanın özgün değerini oluşturmaktadır. Atık olarak bulunan ve değerlendirilmeyen uçucu külden daha fazla miktarda yararlanılması ve çimento katkı malzemesi olarak kullanılması ile CO₂ salınımlarında azaltmalar meydana getirecektir. Atıkların değerlendirilmesi sonucunda sürdürülebilir çevre ve enerji tasarrufu sağlayacaktır.

Çizelge 2. Rilem kum granülometrisi

Kümülatif elekte kalan (%)	0	7±2	33±2	67±2	87±2	99±1
Elek boyutları (mm)	2.0	1.60	1.00	0.50	0.16	0.08

Çizelge 3. CEM I 42,5 R çimento kimyasal özellik

Katkı	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃
Amorf silis	95,37	0,83	0,55	0,20	0,05	0,04

Çizelge 4. Amorf silis kimyasal analizi

Katkı türü	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃
	19,4	5,4	3,8	64,3	2,3	2,5
Fiziksel özellikler						
CEM I 42,5 R	Özgül ağırlık (g/cm ³)		Özgül yüzey (cm ² /gr)	Elek üzerinde kalan (%)		
	3,15		3480	90μ	45μ	8,2



Şekil 1. Amorf silis rezerv alanı

2.2.1. İncelik

Çimento tanelerinin incelik değeri TS EN 196-6 (2020) standardına uygun olarak belirlenmiştir. Blaine değeri tane yoğunluğunu ve hidrasyonu etkilemektedir.

Tane boyutu uygun oranlarda olan çimento ile hazırlanan karışımlar kompakt, uniform ve dayanım-dayanıklılık özellikleri yüksektir. Çimento taneciklerinin incelik oranının artması özgül alanın artmasına ve böylece 3, 7, 28, 90 ve ileriki günlerdeki dayanımlarının artmasını sağlamaktadır (Çelik 2004).

2.2.2. Çimento priz süresi ve hacim genleşmesi

Üretilen harç numunelerinin priz süreleri vicat cihazı ile hacim genleşmesi Le Chatelier kalıbıyla uygulanarak gösterilmiştir. Priz süreleri TS EN 196-3 standardına uygun olarak ortam sıcaklığı 20±2 °C, karışım suyu sıcaklığı 20±2 °C olacak deney koşulları sağlanarak yapılmıştır. Le Chatelier kalıbı ile çimento hamurunda meydana gelebilecek hacim genleşmesi TS EN ISO 9597 (EN ISO 9597 2008) standardına uygun olarak belirlenmiştir.

2.2.3. Alkali Silika Reaksiyonu (ASR)

Uçucu kül ve amorf silis katkılı harçların alkali silika reaksiyonu ASTM C 1293 (ASTM C 1293 2008) standardına göre uygulanmıştır. Karışım içeriği ASTM C 1260 standardında belirtilen oranlarında hazırlanmış ve harç karışımı 25x25x285 mm boyutlarındaki kalıplara dökülmüştür. Döküm yapıldıktan sonra harç numuneleri laboratuvar şartlarında 24 saat bekletilmiştir. 24 saat sonunda kalıptan çıkarılan harç numunelerinin boy ölçümleri yapılarak kaydedilmiş ve ardından 80°C sıcaklığındaki saf su içerisine yerleştirilmiştir. Saf suda 24 saat süre bekletilen harç numunelerinin komparatörde sıfır okumaları gerçekleştirilmiş ve numuneler 80°C 1M NaOH çözeltisinde 14 gün süre bekletilmek üzere çözelti içerisinde bırakılmıştır. Harç numunelerinde meydana gelen boy değişim oranları ölçülerek genleşme değerleri kaydedilmiştir.



Şekil 2. Harç numunelerinin ASR ölçümleri

2.2.4. Eğilme ve basınç dayanımı

Hazırlanan 4x4x16 cm boyutlarındaki harç numunelerinin eğilme dayanımları TS EN 196-1 standardında belirtilen şartlara göre yapılmıştır. Eğilme deneyi için her

karışımdan üç adet hazırlanan harç numuneleri orta noktadan kırılarak altı adet 4x4x8 cm boyutlarında numuneler elde edilmiştir. Elde edilen 4x4x8 cm boyutlarındaki harç numunelerinin basınç dayanım değerleri TS EN 196-1 standardına uygun olarak yapılmıştır.

2.2.5. Donma-Çözülme

Üretilen harç numunelerinin donma-çözülme deneyi ASTM C 666 (ASTM C 666 1998) standardına uygun olarak yapılmıştır. 28 gün süre ile kürlenmiş küp numuneler üzerinde 100 donma-çözülme çevrimine tabi tutulduktan sonra basınç dayanım değerleri ölçülmüştür. Harç numunelerine havada donma, su ortamında çözülme olacak şekilde hızlı yöntem uygulanmıştır. Donma sıcaklığı -18°C, çözülme sıcaklığı ise 5°C olarak uygulanmıştır. Ayrıca numunelerin donma-çözülme sonrası yüzey görüntüleri çatlak ölçer mikroskobu ile incelenmiştir.

2.2.6. Kapiler su emme

Harç numunelerinin kapiler su emme deneyi TS 4045 (TS 4045 1985) standardında belirtilen yönergeler dikkate alınarak uygulanmıştır. Harç numunelerinin sadece temas ettirildiği bölgeden su emme sağlanması için numunelerin yan yüzeyleri silikon ile kaplanmıştır. Harç numunelerinin su emme deney uygulaması Şekil 4'te gösterilmiştir. Numunelerin su emme deneyi için su yüksekliği 5 mm olacak şekilde sabit tutulmuştur. Harç numuneleri 0, 5, 10, 20, 30, 60, 180, 360 ve 1440 dk sürelerinde tartılarak su emme katsayı değerleri (1) nolu denklem yardımıyla hesaplanmıştır.

$$\frac{Q}{A} = k\sqrt{t} \quad (1)$$

Burada;

Q= Numunenin absorbe ettiği su miktarı (cm³),

A= suya temas eden yüzeyin alanı (cm²),

k= kapiler su emme katsayısı (cm^{/s^{1/2}}),

t= zaman (sn)

2.2.7. Mikro yapı incelemeleri

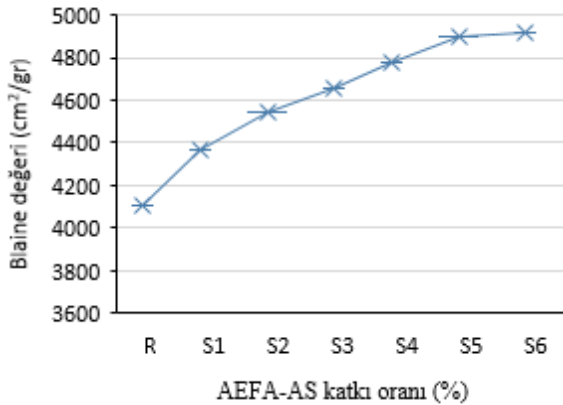
Harç numunelerinin mikro yapılarının incelenebilmesi için Scanning Electron Microscope (SEM) taraması yapılmıştır. Numuneler yaklaşık 0,5-1 cm boyutlarına getirilmiş ve iletkenliğinin arttırabilmesi için altın kaplama yapılmıştır.

3. Bulgular / Results and Discussions

3.1. İncelik

Afşin-Elbistan uçucu kül ve amorf silis katkılı harçların blaine değerleri incelendiğinde çimento yerine ikame edilen katkı oranları arttıkça blaine değerlerinin arttığı

görülmektedir. Amorf silis katkılı numunelerin blaine değerleri 4398-4915 cm²/gr arasında ölçülmüştür. En düşük blaine değeri 4398 cm²/gr ile S1 katkılı numuneden, en yüksek blaine değeri 4915 cm²/gr S6 katkılı numuneden elde edilmiştir. Çimento blaine değerlerinin 4107-5420 cm²/gr arasında olduğu çalışmada çimentodan %5-30 oranlarında azaltılarak ikame edilen katkıları sonucu elde edilen blaine değerlerinin standart değerler içinde olduğu Çelik (2004), tarafından yapılan çalışma ile desteklenmektedir (Çelik 2004). Çimento tanelerinin incelik değeri arttıkça erken yaşlardaki dayanım değeri yüksek olmaktadır (Sottili ve Padovani 2011). Ayrıca incelik değerinin yüksek olması puzolanik aktivite değerinin de artmasına neden olduğu belirtilmiştir (Demirörs 2009, Şengül vd. 2003). Yapılan farklı bir çalışmada kolemanit katkısının öğütülerek 3839 cm²/g blaine değerine getirilmesi ile puzolanik aktivitesinin arttığı belirtilmiştir (Bideci ve Bideci 2018). Fakat aynı zamanda hidrasyon ısısının yükselmesinin de nedeni olarak çimento inceliği hedef gösterilmektedir. Bu yüzden genellikle çimento inceliğinin 90µ'luk eleklerden elenmesi sonucu elek üzerinde kalan malzeme miktarının %14'ten fazla olmaması istenmektedir (Tosun vd. 2020).



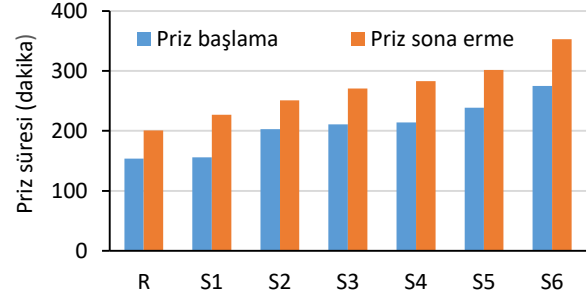
Şekil 3. Blaine değeri katkı oranı ilişkisi

3.2. Çimento priz süresi

Katkılı harçların ve katkısız referans numunesinin priz başlama ve priz sona erme süreleri Şekil 4'te verilmiştir. Şekil 4'te elde edilen değerlerde belirtildiği üzere uçucu kül ve amorf silis ikamesi priz başlama ve priz sona erme sürelerinde artış meydana gelmiştir. Hamur karışımların priz başlama ve sona erme süreleri incelendiğinde referans numunesine göre katkı oranı arttıkça priz sürelerinin arttığı görülmektedir.

Uçucu kül ve amorf silis ikamesi priz başlama 154-275 dk ve priz sona erme 201-353 dk arasında meydana getirmiştir. Katkılı hamurlar katkısız referans numunesi ile karşılaştırıldığında en uzun priz başlama süresi 275 dk ile

S6 nolu numuneden elde edilmiştir. Katkılı numunelerden en kısa priz başlama süresi 152 dk ile S1 nolu numuneden elde edilmiştir. Priz sona erme süreleri karşılaştırıldığında ise en uzun priz sona erme süresine sahip numune 353 dk ile S6 nolu numune olurken, en kısa priz sona erme süresine sahip numune 226 dk ile S1 olmuştur.



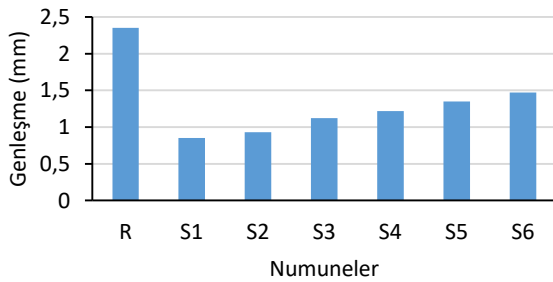
Şekil 4. Hamur karışımlarının priz süreleri

Çalışmada katkılı tüm numunelerin minimum priz başlama süresi (60 dk) ve maksimum priz sona erme (600 dk) sürelerini sağladığı görülmektedir (TS 197-1). Priz başlama ve sona erme sürelerinin belirtilen aralıklarda bulunması taze harcın taşınması ve yerleştirilmesinin kolay olacağı, dayanım değerlerine belirlenen günlerde kazanmasına katkı sağlayacağı ve numunelerin iklim koşullarından etkilenmeyeceği ifade edilebilmektedir (Şimşek 2000). Çimento hamur kıvamının yan ürünlerin eklenmesi ile (uçucu kül, silis dumanı vb. puzolanik özelliğe sahip) değerinin etkilendiği, çalışmamızdaki çimentoya eklenen uçucu kül ve amorf silis katkılarının da çimentonun kıvamını arttırdığı ve priz başlama-sona erme sürelerini arttırdığı belirtilmektedir (Şakir vd. 2011; Li vd. 2020; Mondal vd. 2010). Aynı şekilde priz sona erme süreleri incelendiğinde yine katkı oranı arttıkça priz sona erme süreleri de artmıştır. En kısa priz sona erme süresine sahip olan referans numunesi iken, en uzun priz sona erme süresine S6 nolu numunesinde görülmüştür. Tampus yaptığı çalışmada, kireç yerine odun külünü %25-100 oranlarında ikame etmiştir. Odun külü katkılı numunelerin priz başlama süreleri 114-147 dk ve priz sona erme süreleri 243-321 dk aralığında ölçülmüştür. Odun külü katkının numunelerin priz başlama ve priz sona erme sürelerini arttırdığı ifade edilmiştir (Tampus vd., 2020). Çalışmamızda çimentoya eklenen uçucu kül ve amorf silis ikamesinde priz başlama ve sona erme sürelerini arttırdığı görülmektedir. Priz sürelerinde meydana gelen bu değişimlerin nedeni olarak çimentonun hidrasyon ısısından sorumlu olan C₃A bileşeninin katkı ikamesi nedeniyle azalması olarak ifade edilmektedir (Dorum vd. 2009; Topçu vd. 2009). Çalışmadaki katkılı harç numunelerin priz başlama ve sona erme sürelerindeki değişimin uçucu kül ve amorf silis ikamesi ile C₃A

bileşeninde meydana gelen azalma olarak düşünülmektedir.

3.3. Hamur karışımlarının genişleme değerleri

Çimento hamurlarından elde edilen genişleme değerleri TS 196-3 standardına göre Şekil 5'te verilmiştir. Çimento hamurlarının genişleme değerleri TS EN 197-1 standardında verilenlere uygun olarak 10 mm ile sınırlandırılmıştır. Üretilen katkılı harç numunelerinin genişleme değerleri 0,85-1,47 mm arasında ölçülmüştür. Katkılı numuneler arasında en yüksek genişleme değeri 1,47 mm ile S6 nolu numuneden elde edilirken, en düşük genişleme değeri 0,85 S1 kodlu numuneden elde edilmiştir. S3, S4 ve S5 nolu numunelerin değerleri birbirlerine yakındır. Binici vd., yaptıkları çalışmada Afşin-Elbistan uçucu külüne cam tozu ilavesinin numuneler üzerindeki hacim genişleme etkisini araştırmışlardır. Cam tozu katkılı S1 ve S2 numunelerinin genişleme değerlerinin çok düşük olduğu S3, S4, S6 ve S7 nolu numunelerinin de genişleme değerlerinin TS 196-3 standardına uygun oldukları ifade edilmiştir (Binici vd. 2021). Çimentoya ikame edilen puzolanik malzemeler ile ilgili çalışmalarda genişleme miktarları çalışmamıza benzer şekilde değerleri içermektedir (Dave vd., 2016). Çalışmada kullanılan uçucu kül ve amorf silis katkılı numunelerinin hepsinin genişleme oranlarının TS EN 197-1 standardına uygun olduğu belirtilmiştir. Hacimsel genişleme değerlerinin standardın altında kalmasında katkı olarak kullanılan amorf silisin kimyasal analizindeki CaO ve MgO oranlarının çok düşük olması ve bu nedenle de reaksiyona girmeyen CaO oranının azaltılması ile açıklamak mümkündür.

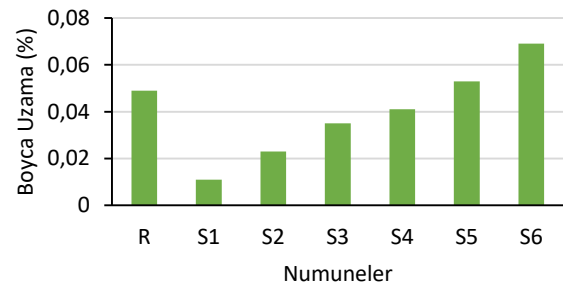


Şekil 5. Hamur numunelerinin genişleme değerleri

3.4. Alkali Silika Reaksiyon Testi Sonuçları

Harç numunelerinin 14 günlük alkali silika reaksiyon değerleri Şekil 6'da incelenmiştir. Numunelerin boyca uzama oranlarında S1, S2, S3 ve S4 nolu numunelerdeki katkı oranları dikkate alınarak referans numunesine göre düşük oranda gerçekleşmiştir. Harç numunelerinin alkali silika değerleri %0,049-0,069 arasındadır. En yüksek alkali silika değeri ölçülen numune 0,069 ile S6 numunesi olmuştur. Alkali silika reaksiyon değeri en düşük numune

ise 0,049 ile S1 nolu numune olmuştur. Katkı oranı içeriği arttıkça harç numunelerinde boyca uzama değerlerinin arttığı gözlemlense de standartlara uygun sınırlar içerisinde kaldığı görülmüştür (Bektas vd. 2004; Fernandez vd. 2007). TS 196'da belirtilen ifadeye göre çimento üretiminde kullanılacak malzemelerin kimyasal içeriğinin Na_2O+K_2O 'nun %5'ten fazla olması istenmemektedir. S5 ve S6 kodlu numunelerin toplam alkali oksitlerin %5'ten fazla olduğu belirlenmiştir. Katkılı numunelerin alkali silika reaksiyonu etkisi ile boyca uzama göstermesinde amorf silisin içerisindeki aktif silisin neden olduğu düşünülebilir. Nano silika, uçucu kül, metakaolin gibi puzolanik malzemelerin kullanımı alkali silika reaksiyonunun azaltılması ya da önlenmesi bakımından olumlu performans gösterdiği ifade edilmiştir (Zeidan ve Said 2016; Mukhopadhyay ve Liu 2015). Çalışmada uçucu kül ve amorf silis ikamesi ile ASR sonuçları değerlendirildiğinde katkı oranına bağlı olarak ASR oranlarında artış olduğu kaydedilmiştir. S1-S2-S3-S4 katkılı numunelerin ASR verilerinin referans numunesinden düşük çıktığı, S5 ve S6 numunelerinin ASR verilerinin yüksek değerlerde olduğu belirlenmiştir. S1-S2-S3-S4 katkılı numunelerin ASR verilerinin düşük çıkması uçucu kül katkısının ASR önleyici performans göstermesi olarak düşünülmekte ve Zeidan ve Mukhopadhyay'ın yaptıkları çalışmalarda yorumlar ile de desteklenmektedir. Alkali silika reaksiyonu sonucu harç numunelerinin boyca uzaması çatlamalara yol açarak dayanım-dayanıklılık problemlerinin ortaya çıkmasına neden olacaktır (Ramyar vd. 2002). Bu yüzden harç numunelerinin mekanik özelliklerine katkı sağlamak ve alkali silika reaksiyonunun oluşumunu engellemek için katkı oranının sınırlandırılmasında fayda olduğu ifade edilebilir.

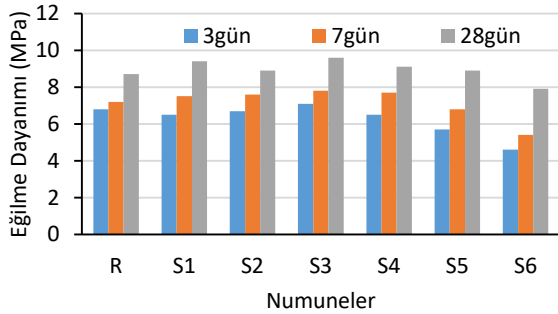


Şekil 6. Alkali silika test sonuçları

3.5. Eğilme dayanımı

Harç numunelerinin TS 196-1 standardına göre 3, 7 ve 28 günlük eğilme dayanım değerleri Şekil 7'de verilmiştir. Üretilen harç numunelerinin 3 günlük eğilme dayanım değerleri 4,6-7,1MPa arasında değişmektedir. En yüksek eğilme dayanım değeri 7,1MPa ile S3 nolu numuneden

elde edilmiştir. Numunelerin 7 günlük eğilme dayanım değerleri 5,4-7,8MPa arasında değiştiği görülmektedir. Katkılı S1, S2, S3 ve S4 nolu numuneler referans numunesine oranla daha yüksek eğilme dayanım değerine ulaşırken, S5 ve S6 nolu numunelerin eğilme dayanım değerleri referans numunesine oranla düşük değerler vermişlerdir. Referans numunesine göre %9 oranla en yüksek eğilme dayanımı gösteren numune S3 nolu numune olmuştur. 28 günlük eğilme dayanım değerlerinde ise dayanım değerleri 7,9-9,5MPa arasındaki değerlere ulaşmıştır. Katkı oranlarına göre referans numunesine göre eğilme dayanımı yüksek çıkan S1, S2, S3, S4 ve S5 nolu numunelerdir. Eğilme dayanım değeri referans numunesine oranla yaklaşık %11 oranında en yüksek çıkan S3 nolu numunesidir. 3, 7 ve 28 günlük eğilme dayanım değerleri incelendiğinde optimum karışım oranı olarak AEFA-AS-15 içeriğine sahip S3 nolu karışım oranına vermek mümkündür. İlk günlerdeki dayanım değerleri düşük olan numunelerin ileriki yaşlardaki eğilme dayanım değerleri yüksek çıkmıştır. Bu durumun sebebi olarak uçucu kül ve amorf silis malzemesinin sahip olduğu puzolanik özelliği ile açıklamak mümkündür. Katkılı tüm harçların kür süresi arttıkça eğilme dayanım değerlerinin arttığı, katkı oranı arttıkça eğilme dayanımının azaldığı ifade edilmiştir.



Şekil 7. Numunelerin 3, 7 ve 28 günlük eğilme dayanımları

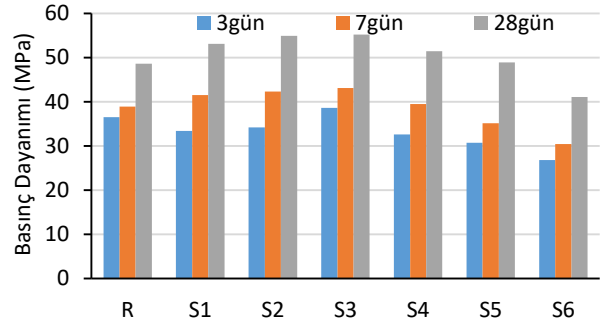
3.5. Basınç dayanımı

Afşin-Elbistan uçucu külü-amorf silis katkı harçlarının ve katkısız referans harç numunelerinin basınç dayanım değerleri Şekil 8’de verilmiştir. Harç numunelerinin 3 günlük basınç dayanım değerlerinin 26,8-38,6MPa arasında olduğu görülmektedir. En yüksek basınç dayanım değerini referans numunesine göre %5 oranla S3 nolu numuneden elde edilmiştir. Harç numunelerinin 7 günlük basınç dayanım değerleri incelendiğinde 30,4-43,1MPa arasında değiştiği görülmektedir. Katkılı harç numunelerinden S1, S2, S3 ve S4 referans numunesinden sırasıyla %6, %9, %11, ve %2 oranlarında basınç dayanım değerlerine ulaşırken, S5 ve S6 sırasıyla %8 ve %21 oranlarında daha düşük basınç dayanım değerleri

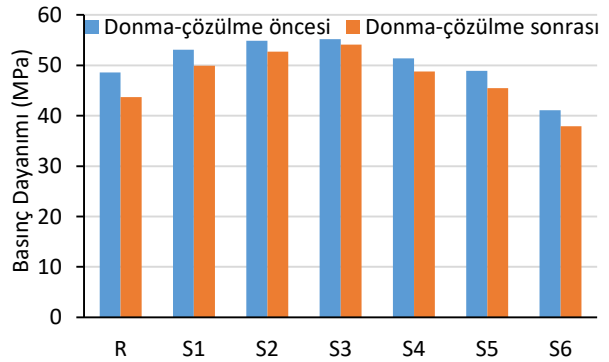
vermişlerdir. 28 günlük harçların basınç dayanım değerleri ise 41,1-55,2MPa arasında değerler vermişlerdir. Katkı içeriklerine göre referans numunesine göre S1-%9, S2-%13, S3-%14 ve S4-%6 oranlarında daha yüksek basınç dayanımı, S5-%1 ve S6-%14 oranlarında daha düşük basınç dayanım değeri göstermişlerdir. TS EN 197-1 standardında belirtilenlere göre Cem I 42,5R çimento katkı harç numunelerinin 28 günlük basınç dayanım değerlerinin min.42,5-max.62,5MPa arasında olması şartı aranmaktadır. Üretilen harç numunelerinin içerisinde karışım oranlarına göre S6 nolu numune dışında tüm harç numunelerinin ilgili standartta belirtilen dayanım değerleri arasında olduğu belirtilmiştir. Katkılı harç numunelerinin basınç dayanım değerleri yüksek çıkan S1-S2-S3 ve S4 nolu numunelerin Şekil 7’de belirtilen eğilme dayanım değerlerinin de yüksek çıktığı belirlenmiştir. Ayrıca katkı ve katkısız harç numunelerinin Şekil 7’de eğilme dayanım değerlerinde olduğu gibi basınç dayanım değerlerinde de kür süresine bağlı olarak basınç dayanımlarının arttığı görülmektedir.

3.6. Donma-Çözülme

Harç numuneleri donma-çözülme çevrimine maruz bırakıldıktan sonra elde edilen basınç dayanım değerleri Şekil 9’da verilmiştir.



Şekil 8. Basınç dayanımı



Şekil 9. Donma-çözülme basınç dayanımı

Sonuçlar standartlara uygun olarak deneye tabi tutulan üç numunenin ortalaması alınarak verilmiştir. Şekil 9’da verilen sonuçlardan da anlaşılacağı üzere en fazla dayanım kaybı %10 ile referans numunesinde

gerçeklemiştir. Katkı oranına bağlı olarak referans numunesine göre en az dayanım kaybına %2 ile S3 nolu numune uğramıştır. Diğer katkıli numunelerin referans numunesine göre donma-çözülme sonrası basınç kaybı S1-%6, S2-%4, S4-%5, S5-%7, S8-%9 oranlarında elde edilmiştir. Katkıli numunelerin tümü donma-çözülme sonrası basınç dayanım kayıplarının katkısız referans numunesine göre az olduğu gözlemlenmiştir. Mineral katkıların eklenmesi ile katkıli numunelerin katkısız numunelere oranla boşluk miktarının azaldığı, geçirimsizliğin arttığı ve donma-çözülme gibi durabilite sorunlarına karşı performanslarının artmasına olanak sağladığı ifade edilmiştir (Mardani vd. 2014).

3.7. Kapiler su emme

Kılcal su emme grafiği Çizelge 5 incelendiğinde ilk dakikalarda su emme oranı artmış, ancak ilerleyen zamanlarda tüm numunelerde azalma eğilimi göstermiştir. Referans numune, ilk 20 dakikada en yüksek

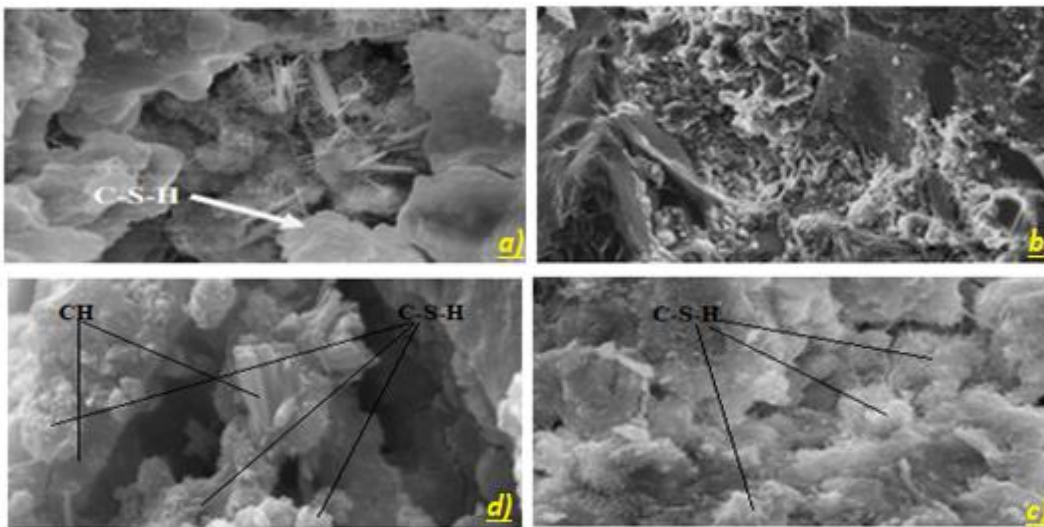
kılcallık katsayısına sahiptir. Katkıli harç numuneleri arasında kılcallık katsayısı en düşük olan numuneler S1, S3, S4 ve S5 nolu numunelerdir. Üretilen harç numuneleri kapiler su emme değerleri incelendiğinde katkı oranına bağlı olarak kılcallık katsayısının arttığı gözlemlenmektedir. Katkı oranının artması porozite oranını arttırmakta ve su emme değerinin de artmasına neden olmaktadır.

3.8. Mikro yapı incelemeleri

Üretilen harç numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 10'da verilmiştir. Katkıli harçların SEM görüntüleri (Şekil 10) incelendiğinde katkısız R betona göre daha yoğun bir mikroyapıya sahip olduğu görülmektedir. Çalışmada kullanılan puzolanik malzemelerin ikamesi ile C-S-H jellerinin farklı boyutlarda ve rast gele dizilimi ile boşlukları doldurduğu gözlemlenmiş ve basınç dayanımına olumlu katkısı meydana gelmiştir.

Çizelge 5. Kapiler su emme sonuçları

Numuneler	0 dk	5 dk	10 dk	20 dk	30 dk	60 dk	180 dk	360 dk	720 dk	1440 dk
R	546.19	556.12	556.42	556.73	556.9	557.47	559.43	561.97	565.91	560.15
S1	544.92	555.27	555.48	555.63	555.64	555.83	556.37	557.12	558.39	558.30
S2	536.15	545.04	545.27	545.61	545.82	546.31	548.26	550.61	554.55	554.21
S3	525.08	527.76	528.19	528.49	528.68	529.17	530.79	533.11	537.23	547.35
S4	538.81	541.05	541.3	541.48	541.55	541.83	542.64	543.92	545.81	558.67
S5	546.11	551.87	552.03	553.13	553.20	551.40	551.80	552.19	553.44	560.10
S6	526.8	530.12	530.43	530.63	530.87	531.35	532.75	534.86	538.26	567.68



Şekil 10. R (a-b) ve S3 (c-d) numunelerinin 7 ve 28 günlük SEM görüntüleri

4. Sonuçlar ve Tartışma / Conclusions

Afsin-Elbistan sınıfsız külüne amorf silis ikamesi ile sınıflı hale getirilmesi ile ilgili yapılan değerlendirmeler aşağıda listelenmiştir.

- Harç numunelerinin blaine değeri amorf silis ikame oranı arttıkça artmaktadır. Katkılı harçlardan en düşük blaine değerine sahip %5 katkı S1 numunesi R numunesinden %6,5 oranında yüksek, en yüksek blaine değerine sahip %30 katkı S6 numunesi R numunesinden %19,9 oranında yüksek bulunmuştur.
- Katkılı harç numunelerinden priz başlama süresini R numunesine göre % 78 oranında S6 numunesi uzatmıştır. Priz sona erme süresini R numunesine göre % 75 oranında uzatan S6 numunesi olmuştur. En düşük priz başlama ve sona erme süresi R numunesinden ölçülmüştür.
- Hamur numunelerinden elde edilen genleşme değerlerinin ilgili TS EN 197-1 standardında belirtilen değerlerin altında olduğu ve uygun olduğu belirtilmiştir. Harç numunelerinin 14 günlük genleşme değerlerinde S1-S2-S3-S4 nolu numuneler referans numunesinden düşük değerler vermişlerdir.
- Harç numunelerinin eğilme dayanım değerleri incelendiğinde 3, 7 ve 28 günler sonunda en yüksek dayanıma S3 nolu numuneden elde edilmiştir. Katkı oranına bağlı olarak katkı oranı arttıkça eğilme dayanım değerlerinin düşük değerler verdiği ve S5-S6 nolu numunelerin en düşük eğilme dayanım değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir.
- Üretilen harç numunelerin 3, 7 ve 28 gün sonundaki incelenen basınç dayanım değerleri sonucunda en yüksek basınç dayanım değerine 55,2 MPa ile S3 numunesinden elde edilmiştir. Elde edilen veriler sonucunda AEFA-AS %15 karışım oranının optimum karışım olduğu belirlenmiştir.
- Katkılı harç numuneleri arasında kılcallık katsayısı en düşük olan numuneler S1, S3, S4 ve S5 nolu numunelerdir. Amorf silis ikamesinin geçirimsizliğe katkı sağladığı belirlenmiştir.
- Donma-çözülme deneyi sonucu katkı tüm harç numuneler katkısız R numunesine oranla daha az basınç kaybı ve ağırlık kaybı değerlerine ulaşmıştır. En az ağırlık kaybı %0,26 S3 nolu numunesinden ölçülürken, en yüksek ağırlık kaybı %0,41 ile R numunesinden ölçülmüştür.
- SEM görüntüleri elde edilen veriler ile oluşan C-S-H jellerinin mekanik sonuçları destekleyici yönde bağdaştığı ifade edilmektedir.

Sonuç olarak; Çalışmada doğal amorf silis malzemesinden %5-%30 oranlarında eklenmesi ile sınıflı hale getirilerek

üretilen katkı numunelerin harçların fiziksel, mekanik ve durabilite özelliklerine önemli derecede olumlu katkı sağladığı belirlenmiştir. Elbistan termik santrali sınıfsız uçucu külüne amorf silis malzemesi ilave edilerek C sınıfı uçucu kül olarak değerlendirilmesi ile doğal kaynakların korunmasına ve çevresel problemlerin önüne geçilmesinde önemli bir aşama kaydedilecektir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Mustafa Eken: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak
Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Ela Avşaroğlu: Kaynaklar, Araştırma, Deneyleme, Biçimsel analiz, Doğrulama, Metodoloji, Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak,

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Teşekkür / Acknowledgement

Bu araştırma Kahramanmaraş İstiklal Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiştir (Proje No: 2021/2-1).

5. Kaynaklar / References

- Ali, M. B., Saidur, R., Hossain, M. S., 2011. A review on emission analysis in cement industries. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(5), 2252–2261. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.02.014>
- Amran, M., Murali, G., Fediuk, R., Vatin, N., Vasilev, Y., Abdelgader, and H., 2021. Palm oil fuel ash-based eco-efficient concrete: A critical review of the short-term properties. *Materials (Basel)*. **14**, 1–33. <https://doi.org/10.3390/ma14020332>
- ASTM C 618-17a, 2017. Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- ASTM C1293-08b, 2008. Standard Test Method for Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali-Silica Reaction. PA, USA.
- ASTM C666, 1998. Standard Test Method for Resistance of Concrete to Rapid Freezing and Thawing". Pennsylvania, USA.
- Barbuta, M., Bucur, R., Serbanoiu, A.A., Scutarasu, S., and Burlacu, A., 2017. Combined Effect of Fly Ash and

- Fibers on Properties of Cement Concrete. *Procedia Eng.* **181**, 280–284.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.02.390>
- Bektas, F., Turanlı, L., Topal, T., and Goncuoğlu, M.C., 2004. Alkali reactivity of mortars containing chert and incorporating moderate-calcium fly ash. *Cement and Concrete Research.* **34**, 2209–2214.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.02.007>
- Bideci, Ö. S., Bideci, A., 2018. Öğütülmüş Kolemanit Katkısının Çimento Harçlarına Etkisi. *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi.* **30(1)**, 133-138.
- Binici, H., Eken, M., Uslu, K., 2021. Properties Of Mortars Produced With Classless Afşin-Elbistan Fly Ash And Waste Ground Glass. *Konya Journal of Engineering Sciences.* **9(2)**, 416-427.
<https://doi.org/10.36306/konjes.825996>
- Brooks, J.J., Megat Johari, M.A., and Mazloom, M., 2000. Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete. *Cem. Concr. Compos.* **22 (4)**, 293–301.
[https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00025-1](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00025-1)
- Çelik, Ö., 2004. Farklı İnceliklerdeki Tras ve Uçucu Külün Çimento Dayanımlarına Etkisi. *Pamukkale University Engineering Journal of Engineering Sciences.* **10 (3)**, 333-337.
- Dave, N., Misra, A.K., Srivastava, A., Kaushik, S.K., 2016. Experimental Analysis Of Strength And Durability Properties Of Quaternary Cement Binder And Mortar. *Construction and Building Materials.* **107**, 117-124.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.195>
- Davraz, M., ve Gündüz, L., 2003. Isparta Yöresi Amorf Silika Kayacının Katkı Maddesi Olarak Beton Dayanımına Etkisi. 3. *Ulusal Kırmataş Sempozyumu Kitabı.* 35-42, 3-4 Aralık, İstanbul.
- Demirörs, N. 2009. Suudi Arabistan Damad Barajında Uçucu Kül Yerine Puzolanik Madde Olarak Taş Unu Kullanımı ve Proje Ekonomisine Etkisi. *ARCEA-Association of Turkish Consulting Engineers and Architects 7th Engineering Consultancy Congress*, Ankara.
- Dorum, A., Koçak, Y., Yılmaz, B., Uçar, A., 2009. Yüksek Fırın Cürufunun Çimento Yüzey Özelliklerine ve Hidratasyona Etkileri. *Dumlupınar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi.* **19**, 47-58.
- Erdoğdu, Ş., Arslantürk, C., Kurbetci, Ş. 2011. Influence of fly ash and silica fume on the consistency retention and compressive strength of concrete subjected to prolonged agitating. *Construction and Building Materials.* **25(3)**, 1277-1281.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.09.024>
- Fayomi, G.U., Mini, S.E., Fayomi, O.S.I., and Ayoola, A.A., 2019. Perspectives on environmental CO₂ emission and energy factor in Cement Industry. *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* **1**, 331.
<https://doi.org/10.1088/1755-1315/331/1/012035>
- Fernandez-Jimenez, A., Garcia-Lodeiro, I., and Palomo, A., 2007. Durability of alkali-activated fly ash cementations materials. *Advances In Geopolymer Science & Technology.* **42**, 3055–3065.
<https://doi.org/10.1007/s10853-006-0584-8>
- Filho, J.H., Medeiros, M.H.F., Pereira, E., Helene, P., and Isaia, G.C., 2013. High-Volume Fly Ash Concrete with and without Hydrated Lime: Chloride Diffusion Coefficient from Accelerated Test. *J. Mater. Civ. Eng.* **25 (3)**, 411–418.
[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000596](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000596)
- Harish, K.V., and Rangaraju, P.R., 2013. Decoupling the Effects of Chemical Composition and Fineness of Fly Ash in Mitigating Alkali-Silica Reaction. *Cement and Concrete Composites.* **43**, 54-68.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.06.009>
- International Energy Agency (IEA) and World Business Council for Sustainable Development (WBCSD), Cement Technology Roadmap 2009–Carbon Emissions Reductions up to 2050, 2009.
- Islam, M.M., Alam, M.T., and Islam, M.S., 2018. Effect of fly ash on freeze–thaw durability of concrete in marine environment. *Aust. J. Struct. Eng.* **19 (2)**, 146–161.
<https://doi.org/10.1080/13287982.2018.1453332>
- Jena, T., and Panda, K.C., 2018. Mechanical and durability properties of marine concrete using fly ash and silpozz. *Adv. Concr. Constr.* **6 (1)**, 47–68.
<https://doi.org/10.12989/acc.2018.6.1.047>
- Kumar, S., Murthi, P., Awoyera, P., Gobinath, R., and Kumar, S., 2022. Impact Resistance and Strength Development of Fly Ash Based Self-compacting Concrete. *Silicon.* **14**, 481–492.
<https://doi.org/10.1007/s12633-020-00842-2>
- Latawiec, R., Woyciechowski, P., and Kowalski, K.J., 2018. Sustainable concrete performance CO₂ emission. *Environ. MDPI* **5 (2)**, 1–14.
<https://doi.org/10.3390/environments5020027>
- Li, G., Liu, S., Niu, M., Liu, Q., Yang, X., Deng, M. 2020. Effect of granulated blast furnace slag on the self-healing capability of mortar incorporating crystalline

- admixture. *Construction and Building Materials*. **239**, 117818.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117818>
- Mahyar, M., Erdogan, S.T., 2015. Phosphate-activated high-calcium fly ash acid-base cements. *Cem. Concr. Compos.* 96–103.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.09.002>
- Marceau, M.L., Gajda, J., and VanGeem, M., 2002. Use of Fly Ash in Concrete: Normal and High Volume Ranges. *Portland Cement Association*. 2604.
- Mardani, A., Sezer, G.İ., and Ramyar, K., 2014. Comparison of fly ash, silica fume and metakaolin from mechanical properties and durability performance of mortar mixtures view point. *Construction and Building Materials*. **70**, 17-25.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.07.089>
- McCarthy, M.J., and Dyer, T.D., 2019. Pozzolanas and Pozzolanic Materials, 5th ed., Elsevier Ltd.
- Medepalli, S., Sharma, M., and Bishnoi, S., 2020. Blending of Fly Ashes to Reduce Variability in the Heat of Hydration and Compressive Strength. *J. Mater. Civ. Eng.* **32** (4), 04020046.
[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.00031](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.00031)
- Mondal, P., Shah, S. P., Marks, L. D., Gaitero, J. J. 2010. Comparative study of the effects of microsilica and nanosilica in concrete. *Transportation Research Record*. **2141**(1), 6-9.
<https://doi.org/10.3141/2141-02>
- Montgomery, D.G., Hughes, D.C., and Williams, R.I.T., 1981. Fly ash in concrete - a microstructure study. *Cem. Concr. Res.* **11** (4), 591–603.
- Mukhopadhyay, K.A., and Liu, W.K., 2015. Application of nanotechnology to control ASR in Portland cement concrete. *Nanotechnol. Constr.* 465–471.
- Nie, Q., Zhou, C., Shu, X., He, Q., and Huang, B., 2014. Chemical, mechanical, and durability properties of concrete with local mineral admixtures under sulfate environment in Northwest China. *Materials (Basel)*. **7** (5), 3772–3785.
<https://doi.org/10.3390/ma7053772>
- Nocun-Wczelik, W., 2001. Heat evolution in hydrated cementitious systems admixed with fly ash. *J. Therm. Anal. Calorim.* **65** (2), 613–619.
- Ondova, M., Stevulova, N., and Estokova, A., 2012. The study of the properties of fly ash based concrete composites with various chemical admixtures. *Procedia Eng.* **42**, 1863–1872.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.07.582>
- Paliwal, G., and Marua, S., 2017. Effect of fly ash and plastic waste on mechanical and durability properties of concrete. *Adv. Concr. Constr.* **5** (6), 575–586.
- Patil, A.G., and Anandhan, S., 2015. Influence of planetary ball milling parameters on the mechano-chemical activation of fly ash. *Powder Technol.* **281**, 151-158.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.078>
- Peker, S.N., 2006. Lignite-fired thermal power plants and SO₂ pollution in Turkey. *Energy Policy*. **34**, 2690–2701.
<https://doi.org/10.1016/j.enpol.2005.03.006>
- Praveen Kumar, V.V., and Ravi Prasad, D., 2019. Influence of Supplementary Cementitious Materials on Strength and Durability Characteristics of Concrete. *Adv. Concr. Constr.* **7** (2), 75–85.
<https://doi.org/10.12989/acc.2019.7.2.075>
- Ramyar, K., Dönmez, H., ve Andiç, Ö., 2002. Alkali-Silis Reaksiyonunun Mineral ve Kimyasal Katkılar Yardımı ile Kontrol Altına Alınması. *Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği*. Çimento Endüstrisi-Üniversite İş birliği Araştırma Projesi Raporları, Rapor No:9, Ege Üniversitesi, İzmir, Türkiye.
- Sadrmomtazi, A., Tahmouresi, B., and Khoshkbijari, R.K., 2018. Effect of fly ash and silica fume on transition zone, pore structure and permeability of concrete. *Mag. Concr. Res.* **70** (10), 519–532.
<https://doi.org/10.1680/jmacr.16.00537>
- Schneider, M., 2015. Process technology for efficient and sustainable cement production. *Cem. Concr. Res.* **78**, 14-23.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.014>
- Sottili, L., and Padovani, D., 2011. Effect of grinding aids in the cement industry. *ZKG International*. **54** (3), 146-151.
<https://doi.org/doi:10.1088/1742-6596/1082/1/012091>
- Şengül, Ö., Taşdemir, M.A., Sönmez, R., 2003. Yüksek Oranda Uçucu Kül İçeren Normal ve Yüksek Dayanımlı Betonların Klor Geçirimsizliği. 5. *Ulusal Beton Kongresi, TMMOB İnşaat Mühendisleri Odası İstanbul Şubesi*, İstanbul, 75-85.
- Şimşek, O., 2000. Yapı malzemesi II. Ankara Üniversitesi Basımevi, Ankara, Türkiye.
- Tampus, R. M., Lardizabal, J. R., Acena, D. L. M., Uy, M. A. M., and Arcenal, K. V. R., 2020. Proportion and property specifications and strength behavior of mortar using wood ash as partial replacement of lime. *International Journal*. **18** (70), 49-55.
<https://doi.org/10.21660/2020.70.5757>

- Thomas, M.D.A., 2007. Optimizing the Use of Fly Ash in Concrete. *Portl. Cem. Assoc.* **24**, 5420.
- Topçu, İ.B., Bilir, T., Uygunoğlu, T., 2009. Effect Of Waste Marble Dust Content As Filler On Properties Of Self-Compacting Concrete. *Construct. Build. Mat.*, **23 (5)**, 1947-1953.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.09.007>
- Tosun, K., Felekoğlu, B., Baradan, B., and Altun, İ. A., 2009. Portland Calcareous Cement Part I - Preparation of Cements. *IMO Technical Journal.* **309**, 4717-4736.
- TS 4045, 1985. Determination of Capillary Water Absorption in Building Materials, Turkish Standards Institute, Ankara.
- TS EN 196-1, 2016. Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength.
- TS EN 196-3, 2002. Cement Test Methods - Part.3: Setting time and expansion determination, Turkish Standards Institute, Ankara.
- TS EN 196-3, 450-1, 459-2; TS EN ISO 9597 2002. Le Chatelier molds; It is used with Le Chatelier Water Bath to measure the expansion volume change of fly ash and lime used in cement, concrete.
- TS EN 196-6, 2020. Çimento deney yöntemleri- Bölüm 6: İncelik tayini.
- TS EN 197-1, 2011. Cement – Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, European Committee for Standardization, Brussels, Belgium.
- TS EN 450-1, 2012. Fly ash for concrete- Part 1: Definition, specification and conformity criteria, European Committee for Standardization, Brussels, Belgium.
- Turgut, P., and Demir, F., 2019. The influence of disposed fly ash on Ca²⁺ leaching and physico-mechanical properties of mortars. *J. Clean. Prod.* **226**, 270–281.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.105>
- Türker, P., Erdogan, B., Kantas, F., and Yeginobalı, A., 2003. Türkiye'deki Uçucu Küllerin Sınıflandırılması ve Özellikleri. *Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği.* 20-34, Ankara.
- Varun, B.K., Harish, B.A., 2018. Effect of Addition of Flyash and Ggbs on Cement Concrete in Fresh and Hardened State. *Int. J. Adv. Eng. Res. Dev.* **5** 91–100.
<https://doi.org/10.17577/IJERTCONV6IS11023>
- Wang, L., Jin, M., Guo, F., Wang, Y.A.N., and Tang, S., 2021. Pore structural and fractal analysis of the influence of fly ash and silica fume on the mechanical property and abrasion resistance of concrete. *Fractals* **29 (2)**, 1–18.
<https://doi.org/10.1142/S0218348X2140003X>
- Xu, O., Han, S., Liu, Y., and Li, C., 2020. Experimental investigation surface abrasion resistance and surface frost resistance of concrete pavement incorporating fly ash and slag. *Int. J. Pavement Eng.* 1–9.
<https://doi.org/10.1080/10298436.2020.1726348>
- Zeidan, M., and Said, M. A., 2016. Effect of colloidal nano-silica on alkali-silica mitigation. *J. Sustainable Cem. - Based Mater.* **6 (2)**, 126–138.
<https://doi.org/10.1080/21650373.2016.1191387>

İnternet kaynakları

1-<http://www.holcim.com>. (02.02.2015)

Elektrik Akımı Destekli Sinterleme Yöntemi ile Üretilen Bronz Esaslı Seramik Takviyeli Fren Balatalarının Tribolojik Özelliklerine B₂O₃ Etkisi

Makale Bilgisi / Article Info
Alındı/Received: 23.06.2023x
Kabul/Accepted: 07.03.2024
Yayımlandı/Published: 29.04.2024

B₂O₃ Effect on Tribological Properties of Bronze Based Ceramic Reinforced Brake Pads Produced by Electric Current Assisted Sintering Method

Nuri ERGİN^{1*}, Bora ÇALIŞKANÖZTÜRK¹, Yasin ÇİPİL¹, Necati KOÇAK¹, Mehmet UYSAL², Özkan ÖZDEMİR¹

¹ Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya, Türkiye

² Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Bu çalışma kapsamında başta tanklar olmak üzere zorlu arazi şartlarında görev yapan askeri araçlar için balata üretimi hedeflenmiştir. Toz boyutları 3-45 µm aralığında değişim gösteren Bronz (Cu, %11 Sn), Al₂O₃, B₂O₃ ve grafit tozu başlangıç malzemesi olarak kullanılarak, 900-1200A akım aralığında 8 dakika bekleme süresi ile Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (ECAS) yöntemiyle bronz esaslı balata imalatı gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin özellikleri; metalografik (SEM) incelemeler, faz analizi (XRD, SEM-EDS), yoğunluk, sertlik ve aşınma çalışmaları ile belirlenmiştir. Ağırlıkça %2, %4 ve %6 B₂O₃ ilaveli numunelerde sırasıyla %98.26, %98.97, %98.08 nispi yoğunluklar elde edilirken, sertlik değerleri 258, 402 ve 385 Hv olarak belirlenmiş ve sürtünme katsayısı yaklaşık 0.67, 0.51 ve 0.72 olup aşınma oranları ise yaklaşık 0.83, 0.46 ve 1.1 mm³/Nm olarak tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler ECAS; Balata; B₂O₃; Aşınma

1. Giriş

Ekonomi, trafik güvenliği gibi farklı yönleri ile ele alınan ulaşım faaliyetleri, tüm sanayi kolları ile yakından ilişkilidir ve sağladığı katma değer sayesinde günümüz araştırma konuları arasında yer almaktadır. Genel olarak ulaşım türleri incelendiğinde, deniz taşımacılığı haricindeki tüm ulaşım türlerinin vazgeçilmez ve hayati önem taşıyan unsurları fren sistemleridir. Bu mekanizma içerisinde fren balataları aşınmaya maruz kalan zor çalışma koşullarında aktif olarak görev alan parçalar olup, yıllardır üzerinde çalışılan ve halen çalışılmakta olan mühendislik ürünüdür. Bir fren balatası tasarlanırken, sürtünmeye maruz kalan elamanların performansları test edilerek en uygun kompozisyona sahip bileşimlerin belirlenmesi sağlanmaktadır. Genel itibarıyla fren balataları yapısal,

Abstract

Within the scope of this study, it is aimed to produce brake pads for military vehicles operating in difficult terrain conditions, especially tanks. Using Bronze (Cu, 11% Sn), Al₂O₃, B₂O₃ and graphite powder, whose powder sizes vary between 3-45 µm, as starting materials, bronze-based brake pads were manufactured by the ECAS method with a waiting time of 8 minutes in the current range of 900-1200A. Properties of the produced samples; It was determined by metallographic (SEM) examinations, phase analysis (XRD, SEM-EDS), density, hardness and wear studies. While relative densities of 98.26%, 98.97% and 98.08% were obtained in samples with 2%, 4% and 6% B₂O₃ by weight, respectively, the hardness values were determined as 258, 402 and 385 Hv, the friction coefficient was approximately 0.67, 0.51 and 0.72, and the wear rates were approximately It was determined as 0.83, 0.46 and 1.1 mm³/Nm.

Keywords ECAS, Brake Pad; B₂O₃; Wear

bağlayıcılar, yağlayıcılar, aşındırıcılar ve dolgu elemanları olmak üzere "farklı grup malzemelerden oluşmakta ve bu malzemelerin üretimlerinde genellikle toz metalurjisi tekniği kullanılmaktadır (Mohanty, *et. al.* 2007, Cho, *et. al.* 2005). Herhangi bir sistemi tasarlamak için güç, dayanıklılık, performans ve diğer özellikleri veren bir malzeme seçmek önemlidir (Abdel-Rahim and Darwish 2010). Fren sisteminde ilk olarak ahşap ve deri gibi organik malzemeler kullanılmıştır. Çalışma koşullarının ağırlaşması ile yetersiz kalan bu organik malzemelerin yerini reçine bağlayıcı asbest esaslı malzemeler almıştır (Mahdribin 1995). Uzun yıllar kullanılmakta olan bu malzemeler sabit sürtünme katsayısı, düşük aşınma oranı, düşük gürültü ve titreşim önleme, güvenli kullanım için yüksek direnç ve zor koşullarda kullanılabilirlik gibi fren

balatalarından beklenen tüm özellikleri karşılayamamaktadır. Ayrıca asbest mineralinin kanserojen yapısı açısından insan sağlığına olumsuz etkilerinden dolayı son zamanlarda çoğu ülkede asbest esaslı fren balatalarının üretimine izin verilmemektedir (Kato and Akira 1994). Buna karşın, bazı üreticiler ya başka malzemelere geçmek istemedikleri için ya da çok daha üstün modern sürtünme malzemelerine geçmek için gerekli teknolojiye sahip olmadıkları için temel malzeme olarak hala asbest kullanıyorlar (Blau 2001). Asbest esaslı balatalara göre yüksek hızda daha fazla enerji emmesi, daha yüksek aşınma direnci sergilemesi, daha iyi yüksek sıcaklık kararlılığına sahip olması ve sürtünme katsayılarının sıcaklık ve basınçla daha az değişim göstermesi sebebiyle metalik fren balataları daha çok ön plana çıkmaktadır (Liu and Rhee 1978, Boz ve Kurt 1999). Bronz ve demir esaslı olmak üzere iki ana gruba ayrılan metalik fren balatalarında servis şartlarına bağlı olarak, 1000°C den yüksek olduğu yerlerde demir, yüksek sürtünme şartlarının olduğu yerlerde yaygın olarak bakır ve bronz esaslı balatalar tercih edilmektedir (Morshed *et. al.* 2004, Albayrak B. 2009). Kurt ve Boz (2005) çalışmalarında bronz esaslı fren balatalarında aşınma oranının daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir.

Yapılan bu çalışmada bronz, matris olarak kullanılırken; sertliği artırma ve sertlik değerini çevre koşullarına bağlı olarak koruma, yoğunluğu azaltarak ağırlık tasarrufu sağlama gibi özelliklerinden dolayı B₂O₃ ve benzer özelliklere sahip Al₂O₃ aşındırıcı takviye elemanı olarak, grafit tozu ise yağlayıcı olarak kullanılmıştır. Üretilen numunelerin karakterizasyonu metalografik (SEM) incelemeler, faz analizi (XRD, SEM-EDS), yoğunluk, sertlik ve aşınma çalışmaları ile belirlenmiştir.

2. Materyal ve Metot

Balataların üretiminde başlangıç malzemesi olarak, partikül boyutları 3-45 µm aralığında değişim gösteren atomizasyon yöntemi ile üretilmiş Bronz (Cu, %11 Sn), mekanik yöntemlerle elde edilmiş Al₂O₃, B₂O₃ ve grafit tozları kullanılmıştır.

Tablo 1. Tozların karışım oranları

Malz.	Kullanılan Tozlar ve Karışım Oranları
1.	79% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 2% B ₂ O ₃ , 3% Grafit
2.	77% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 4% B ₂ O ₃ , 3% Grafit
3.	75% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 6% B ₂ O ₃ , 3% Grafit

Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen numunelerin özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biri olarak kabul edilen başlangıç tozlarının yüzey morfolojileri

SEM analizleri yapılarak belirlenmiştir. Yapılan çalışmada B₂O₃ miktarı değişken parametre olduğundan, takviye miktarlarına göre ayarlanıp uygun bileşim oranına göre hazırlanan toz karışımlar gezegensel bilyalı değirmende 1/30 toz/bilya ağırlık oranı olacak şekilde 600 rpm hızda 4 periyot set olarak 4 saat sürede karıştırılmıştır. Hazırlanan toz karışımların ön şekillendirme işlemlerinin yapılabilmesi ve sonrasında elektrik akımı tatbik edilerek üretimlerin gerçekleştirilmesi için yüksek sıcaklık takım çeliklerinden elde edilmiş tek kullanımlık kalıplar kullanılmıştır.

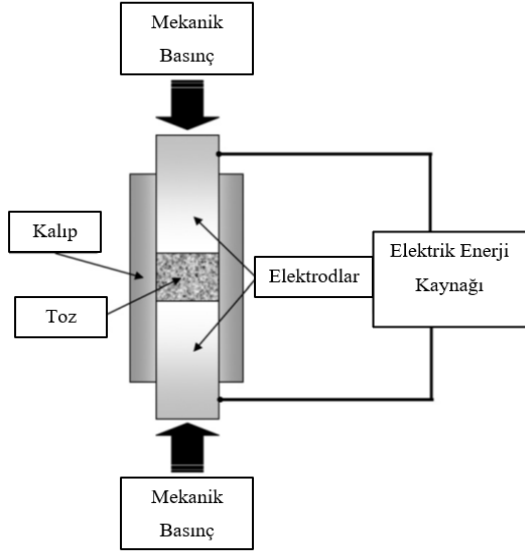
Numunelerin nihai şekline uygun olarak talaşlı imalat yöntemleri ile elde edilen ve sonrasında taşlama işlemi ile yüzey pürüzlülüğü minimuma indirgenen kalıplar, ECAS prosesinde meydana yüksek ısıdan etkilenmemesi ve üretimi gerçekleştirilen numunelerin kalıplardan kolay çıkması için bor nitrür yağlayıcılar ile yağlanmıştır. Tüm bu işlemler sonrası kalıplara yerleştirilen numuneler tek eksenli hidrolik pres kullanılarak 250 MPa basınç altında şekillendirilip, ECAS prosesi için redresör problemleri arasına alınmıştır. 900-1200A akım aralığında 8 dakika bekleme süresi sonrası 30 mm çap ve 5 mm yüksekliğe sahip numuneler elde edilmiştir. Üretilen numunelerin karakterizasyon çalışmaları; standart numune hazırlama tekniklerine uygun olarak hazırlandıktan sonra metalografik (SEM) incelemeler, faz analizi (XRD, SEM-EDS), yoğunluk, sertlik ve aşınma çalışmaları ile belirlenmiştir. Aşınma testleri CSM Instruments SA marka (Avusturya) aşınma cihazında yapılmıştır. Sürtünme katsayısı eğrileri, cihazda bulunan program tarafından otomatik alınmıştır. Aşınma hızı hacimsel olarak hesaplanmıştır. Testlerden sonra, aşınmış malzemenin alanını hesaplamak için aşınma izleri yüzey profilometresi (KLA Tencor P6) ile ölçülmüştür. Aşınma hızı Eşitlik.1 ile hesaplanmıştır.

$$\text{Aşınma hızı} = V/FS \quad (1)$$

Burada; V mm³ cinsinden aşınma hacmi, F ise N cinsinden uygulanan yük ve S kayma mesafesidir. ECAS süreci şematik olarak Şekil 1'de gösterilmiştir. Tozları birleştirmek veya belirli ürünleri istenen şekle ve yoğunlukta sentezlemek ve aynı anda yoğunlaştırmak için mekanik basınçla birlikte aynı anda bir elektrik akımı uygular. Uygulanan elektrik akımı ve mekanik yük, sinterleme döngüsü boyunca sabit olabilir veya seçilen yoğunlaştırma aşamaları sırasında değişebilir.

Numunelerin nihai şekline uygun olarak elde edilmesi amacıyla öncelikle üretim kalıpları tasarlanmıştır. Kalıp şekillendirmeleri talaşlı imalat yöntemleri ile

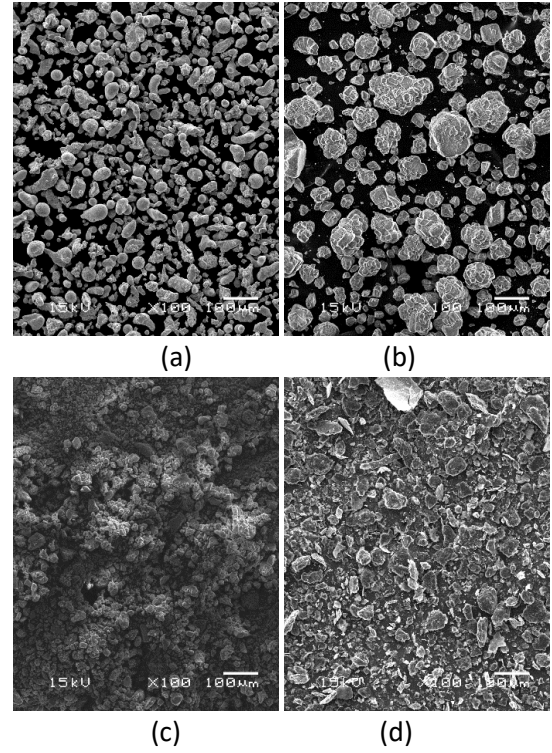
gerçekleştirilmiş ve sonrasında taşlama işlemleri ile 0.8 mikron Ra yüzey pürüzlülüğü değerine sahip kalıplar üretilmiştir. ECAS prosesinde toz karışımlar, kalıplar içerisine yerleştirilerek tek eksenli hidrolik preste 250 MPa basınç altında şekillendirilmiştir. Üretimler tek kullanımlık kalıplar içerisinde gerçekleştiğinden ön şekillendirme sonrası numuneler kalıptan çıkarılmadan ECAS prosesi ile 900-1200A akım aralığında 8 dakika bekleme süresi sonunda boyutları 30 mm çap ve 5 mm yüksekliğe sahip olacak şekilde üretilmiştir.



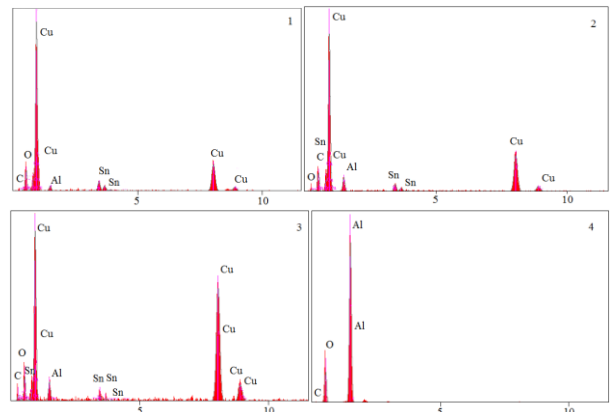
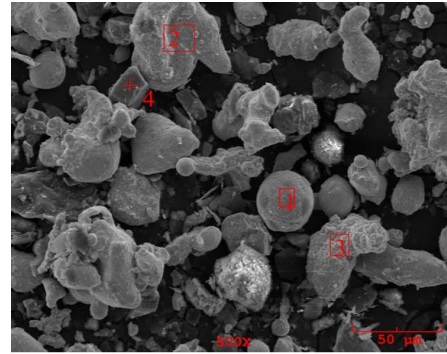
Şekil 1. Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (ECAS) işleminin şematik gösterimi

3. Bulgular

Numunelerin üretiminde başlangıç malzemesi olarak kullanılacak tozların yüzey şekillerinin ve partikül dağılımlarının belirlenmesi amacıyla SEM analizleri yapılarak toz özellikleri belirlenmiştir. Şekil 2.a'da görülen Bronz tozu kısmen küresel, gözyaşı damlası ve ligamet şekilli tozlardan oluşmaktadır. Bronz tozu genel itibariyle küresel formda, Al₂O₃ tozu yapraksı çıkıntılara sahip küresele yakın formda, B₂O₃ tozu topaklanma eğiliminde olup düzensiz geometride ve grafit tozu keskin köşeli olup boyutsal olarak geniş bir aralıkta değişim göstermektedir. Belirlenen bileşim oranına göre hazırlanıp gezegensel bilyalı değirmende toz/bilya ağırlık oranı 1/30 olacak şekilde kuru ortamda 600 rpm hızda 4 periyot olarak toplam 4 saat karıştırma işlemi gerçekleştirilen tozların yüzey morfolojilerini belirlemek amacıyla SEM-EDS analizi yapılmıştır. Detay incelemelerinde tespit edilen EDS analizi sonuçları hazırlanan kimyasal bileşime uygun sonuçların elde edildiğini göstermektedir. Şekil 3' te %2 B₂O₃ ihtiva eden toz karışımının SEM-EDS görüntüsü verilmiştir. Şekil 4'te %4 B₂O₃ ihtiva eden toz karışımının SEM-EDS görüntüsü verilmiştir.

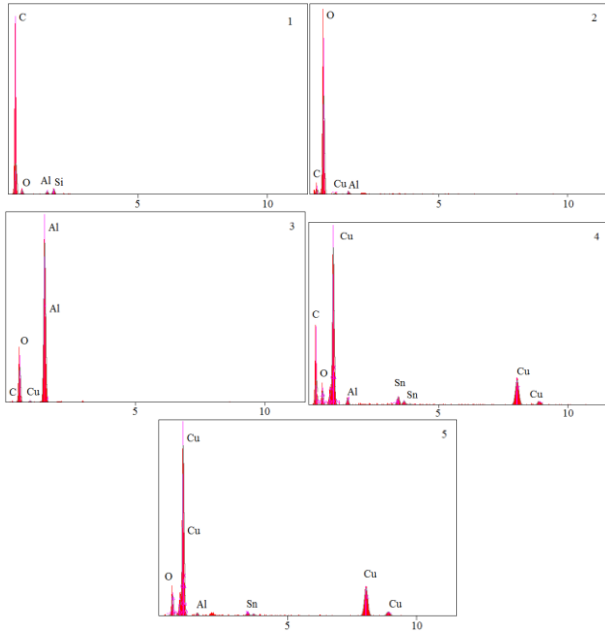
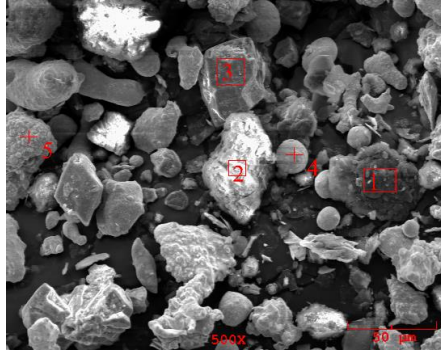


Şekil 2. Hammaddede kullanılan tozların SEM mikroyapıları (a) Bronz, (b) Al₂O₃, (c) B₂O₃, (d) Grafit tozu

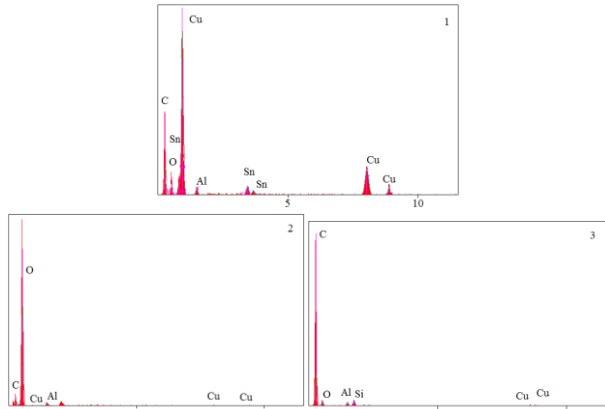
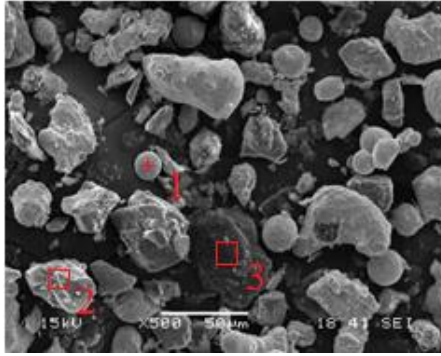


Şekil 3. %2 B₂O₃ ihtiva eden toz karışımının SEM-EDS görüntüsü

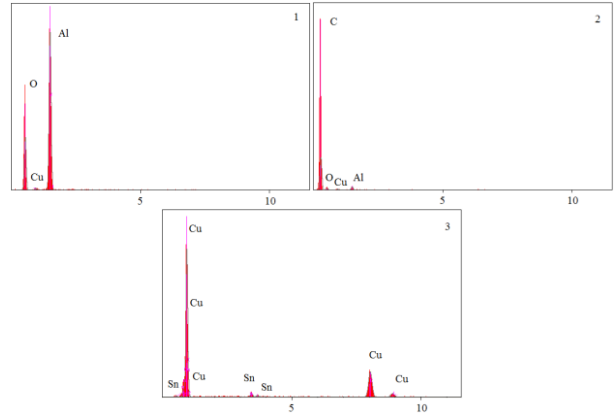
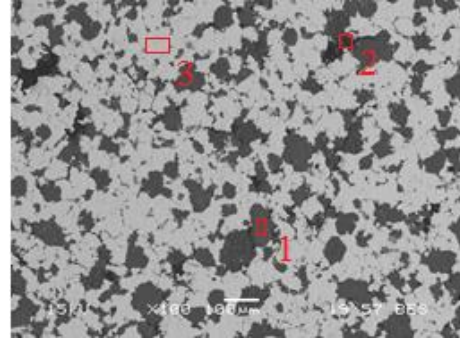
Şekil 5'te %6 B₂O₃ ihtiva eden toz karışımının SEM-EDS görüntüsü verilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen numunelerin SEM-EDS çalışmaları Şekil 6-8'de verilmiştir. SEM incelemelerinden açık renkli bölgenin bronzdan oluşan matris yapısı olduğu koyu renkli bölgelerin ise oksitlerden oluşan takviye fazı olduğu belirlenmiştir.



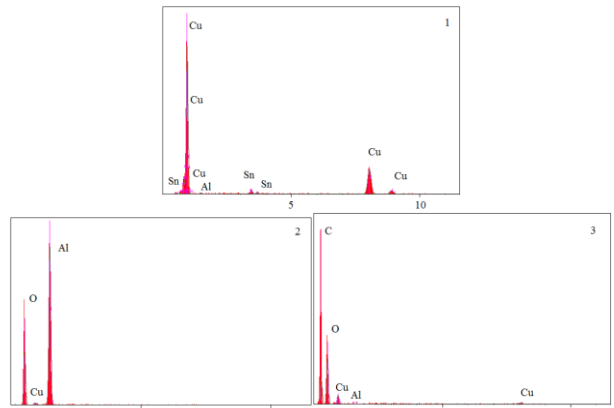
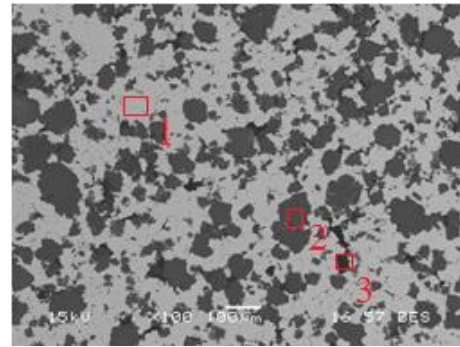
Şekil 4. %4 B_2O_3 ihtiva eden toz karışımın SEM-EDS görüntüsü



Şekil 5. %6 B_2O_3 ihtiva eden toz karışımın SEM-EDS görüntüsü



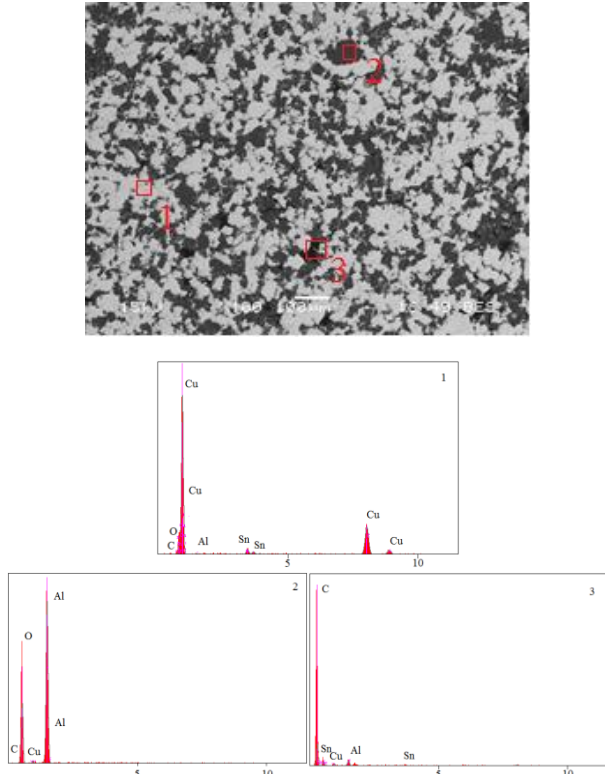
Şekil 6. %2 B_2O_3 ihtiva eden balata numunesinin SEM-EDS görüntüsü



Şekil 7. %4 B_2O_3 ihtiva eden balata numunesinin SEM-EDS görüntüsü

Numunelerde oluşan faz yapılarını tespit etmek amacıyla XRD analizleri yapılmıştır. Analiz sonuçlarına göre B_2O_3 miktarının ağırlıkça % 2, 4 ve 6 oranında değişmesi ve ana

yapının aynı olması dolayısıyla XRD paternleri benzer olup, sadece şiddetlerinde artışlar belirlenmiştir.

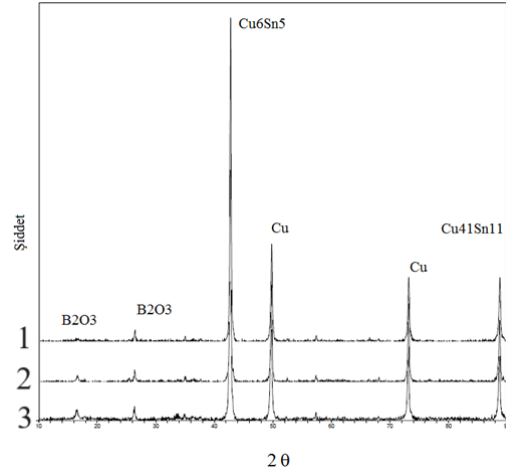


Şekil 8. %6 B₂O₃ ihtiva eden balata numunesinin SEM-EDS görüntüsü

Archimed prensibine göre ölçülen numunelerin nispi yoğunlukları Tablo 2’de verilmiştir. Üretilen numunelerin nispi yoğunluklarının %90’ın üzerinde olduğu belirlenmiştir. Numunelerin nispi yoğunluklarının geleneksel toz metalurjisine göre yüksek olmasının nedeni tercih edilen üretim yöntemi olan ECAS tekniğindedir. Bu teknikte, işlem süresince elektrik akımı ile eş zamanlı olarak tek eksenli preste mekanik basınç uygulanmaktadır. Yanmaz ve Şahin (2023), B₄C-ZrB₂ kompozitini spark plazma sinterleme (SPS) yöntemi ile üretmiş ve %99,23 nispi yoğunluğa ulaşmışlardır. Spark plazma sinterleme tekniği ECAS yönteminin bir alt dalıdır (Cordier et. al. 2012). SPS tekniğinde AC akım kullanırken, bu çalışmada DC akım kullanılmıştır. Genel itibari ile yoğunluklar birbirine yakın olmakla birlikte en iyi nispi yoğunluğa sahip numunenin homojen bir mikroyapı dağılımına sahip olan %4 B₂O₃ takviyeli numune olduğu tespit edilmiştir. En düşük nispi yoğunluğun %6 B₂O₃ takviyeli numunede olmasının nedeni kompozit malzemede B₂O₃ partiküllerinin kısmi olarak topaklanmasıdır.

Numunelerin sertlik değerlerinin tespit edilmesi, mekanik özellikleri ile ilgili bilgi vermesi açısından oldukça önemlidir. Sertlik ölçümleri mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak yapılmıştır. Numunelerin sertlik değerleri, metalografik olarak hazırlanmış numunelerden

500 gr yük altında 6 farklı ölçümün ortalaması alınarak tespit edilmiş ve bulunan sertlik değerleri Tablo 3’de verilmiştir.



Şekil 9. Farklı B₂O₃ oranlarında takviye edilen bronz kompozit malzemelerin XRD paternleri (1) %2 B₂O₃ (2) %4 B₂O₃ (3) %6 B₂O₃ takviyeli

Tablo 2. Numunelerin nispi yoğunlukları

Malzeme	Nispi Yoğunluk(%)
79% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 2% B ₂ O ₃ , 3% Grafit	98.26
77% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 4% B ₂ O ₃ , 3% Grafit	98.97
75% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 6%B ₂ O ₃ , 3% Grafit	98.08

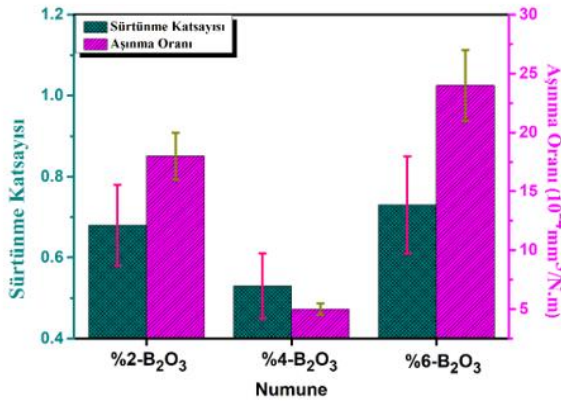
Matrise ilave edilen takviye elemanının hacimce yüzde oranı ve metal matris içindeki dağılımı sertlik üzerinde büyük etkisi olduğu literatürden bilinmektedir (Chak et. al. 2020). Sur ve Kayabaşı (2019)’da yaptığı çalışmada seramik partiküllerin metal matrisine göre daha sert olması ve seramik partiküllerin homojen bir şekilde metal matrisinde dağıldığını bildirmiştir. Dahası seramik partiküllerin varlığı, dislokasyonların hareketini etkili bir şekilde engelleyerek matrisin sertliğini arttırdığı düşünülmektedir. Benzer bir çalışmada takviyesiz matris alaşımının sertlik değeri seramik partikül ilavesi ile artmıştır (Soy 2009). Yapılan bu çalışmada en yüksek sertlik değerinin %4 B₂O₃ takviyeli numuneye ait olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3. Üretilen numunelerin sertlik değerleri

Malzeme	Sertlik Değeri (Hv)
79% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 2%B ₂ O ₃ , 3%Grafit	258
77% Bronz, 16%Al ₂ O ₃ , 4%B ₂ O ₃ , 3%Grafit	402
75% Bronz, 16% Al ₂ O ₃ , 6%B ₂ O ₃ , 3%Grafit	385

Aşınma deneyleri 1 N yük altında kuru kayma koşulunda M50 çelik bilyeye karşı yapılmıştır. Farklı B₂O₃ oranlarında takviye edilen bronz kompozit malzemelerin sürtünme

katsayısı ve aşınma hızı sonuçları Şekil 10'da verilmiştir. Şekil 10'dan görüldüğü gibi ağırlıkça %2, %4 ve %6 B₂O₃ oranlarında üretilen kompozit malzemelerin sürtünme katsayısı değerleri sırasıyla yaklaşık 0.67, 0.51 ve 0.72. En düşük sürtünme katsayısı değeri ağırlıkça %4 B₂O₃ oranında üretilen bronz kompozit malzemesinde elde edilmiştir. Sonuçlar uygun oranda bor oksit ilavesinin, sürtünme katsayısının azaltılmasında önemli bir rol oynadığını göstermektedir. Şekil 10'dan görüldüğü gibi ağırlıkça %2, %4 ve %6 B₂O₃ oranlarında üretilen kompozit malzemelerin aşınma oranları sırasıyla yaklaşık 0.83, 0.46 ve 1.1 mm³/Nm'dur. En iyi aşınma performansı ağırlıkça %4 B₂O₃ oranında üretilen bronz kompozit malzemesi göstermiştir. Ağırlıkça % 4 B₂O₃ oranında üretilen bronz kompozit malzemesinin en iyi aşınma performansı sergilemesinin sebebi birkaç mekanizmadan dolayı olabilir. İlk olarak B₂O₃ ilavesi ile kompozit malzemenin mekanik özelliklerini iyileştirmiş ve böylece aşınma sırasında meydana gelen plastik deformasyona karşı direnç oluşturmuştur. Sonuç olarak kompozit malzemenin sertliğinde meydana gelen artış, aşınma hızının düşmesine neden olmuştur. Bu durum literatürde Archard'ın teorisi olarak bilinmektedir. Archard'ın denklemi, kompozit malzemenin aşınma oranı, kuvvet ve sertlik ile doğrudan ilişkisi olduğunu kabul etmektedir. Ayrıca bronz matris içindeki sert bor oksit takviyelerin varlığı; karışık malzeme – kompozit malzeme (metal-metal teması) arasında teması engellediği için kompozit malzemelerin aşınma direncini önemli ölçüde geliştirmiştir.



Şekil 10. Numunelerin aşınma oranları ve sürtünme katsayıları

Farklı B₂O₃ oranlarında üretilen bronz kompozit malzemelerin aşınma sonrası elde edilen aşınma izlerinin SEM yüzey görüntüleri Şekil 11'de verilmiştir. %2 ağırlıkça B₂O₃ oranında üretilen bronz kompozit malzemelerinin aşınma yüzeyleri incelendiğinde mikro çatlak oluşumun söz konusu olduğu görülmektedir. Metal matris içerisine ilave edilen bor oksit miktarının yetersiz olması nedeniyle ara yüzeyde oluşan deformasyonu önleme yetersiz kaldığı

görülmektedir. SEM aşınma izlerinden, artan bor oksit miktarıyla kompozit malzemelerin aşınma yüzeyinde oluşan deformasyonların azaldığı görülmektedir. Ağırlıkça %4 oranında ilave edilen bor oksit ile matris arasındaki ara yüzeyin iyi olması, takviye elemanının aşınma esnasında gelen yükü çok iyi taşıyarak malzemenin aşınma direncini iyileştirmiştir. Ayrıca aşınma yüzeyinde sürtünme dolayısıyla oluşan ısı nedeniyle bölgesel oksidasyonların meydana geldiği görülmektedir. Aşınma yüzeyinde oluşan bu kararlı oksit tabakası doğal katı yağlayıcı etkisi göstererek sürtünmeyi azalttığı düşünülmektedir.



Şekil 11. Farklı oranlarda takviye edilen B₂O₃ ilaveli bronz esaslı kompozit malzemelerin aşınmış yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri (a) %2 B₂O₃ (b) %4 B₂O₃ (c) %6 B₂O₃ takviyeli

Gültekin (2007) yaptığı çalışmada % 20 SiC partikül takviyeli Al-Si disk ve ağırlıkça % 1-5 grafit partikül takviyeli bakır matriksli balata malzemelerinin aşınma özelliklerini çalışmıştır. Aşınma testleri sonucunda sürtünme ısısından dolayı aşınma yüzeyinde oluşan oksit

tabakasının, matriksten daha sert olduğu ve aşınma yüzeyi üzerinde koruyucu bir tabaka gibi davranarak sürtünme katsayısı ve aşınma değerlerini düşürdüğü bildirmiştir (Gültekin 2007). Uyyuru vd.(2007)nin yaptığı farklı bir çalışmada ise, kayma arayüzeyinde kararlı oksit tabakasının oluştuğu ve bu oksit tabakasının yağlayıcı olarak davranarak, matris malzemesinin aşınma performansını iyileştirdiğini vurgulamışlardır(Uyyuru et. al. 2007). Yorulma aşınması sonucu yüzeyde mikro çatlak oluşumu görülmüştür. Ağırlıkça %6 bor oksit takviyesiyle bor oksitin matris içinde topaklandığı, matris ile takviye elemanı arasındaki zayıf ara yüzeyden dolayı, aşınma sırasında partiküllerin yerlerinden çıkarak üç gövdeli aşınmaya sebep olduğu görülmüştür. Üç gövdeli aşınma ile ara yüzeydeki gerilim artmaktadır. Artan gerilim ile oluşan deformasyon, çatlak oluşumu sonucu delemineasyona neden olduğu belirlenmiştir. Şekil 11’ de görüldüğü gibi aşınma yüzeyinde çok ciddi plastik deformasyonun meydana geldiği, bu durumun sürtünme katsayısı sonuçlarıyla uyumlu olduğu görülmüştür. Burada hâkim olan aşınma mekanizması ise yorulma aşınması-delemineasyon aşınma olarak düşünülmektedir.

Kurt ve Boz (2005) çalışmalarında Bronz tozları 350, 500 ve 600 MPa basınç altında sıkıştırılarak 810 °C sıcaklıkta amonyak atmosferinde 75 dakika sinterlenmiştir ve yapılan incelemelerde bronz esaslı fren balatalarının aşınma oranının daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Karadeniz (2023) doğa dostu bir fren balatası tasarlamış, bor oksit, boraks, kolemanitten oluşan bor malzemeyi takviye elemanı olarak kullanmış ve tribolojik özelliklerini incelemiştir. Elde edilen sonuçlara göre bor türevli malzemelerin kararlı bir sürtünme katsayısı ve özgül aşınma oranının da düşük olması sebebiyle avantajlı olduğunu bildirmiştir.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

1. Bronz esaslı seramik takviyeli fren balataları 250 MPa ön şekillendirme işlemini takiben 900-1200A akım aralığında 8 dakika bekleme süresinde ECAS prosesi ile başarılı bir şekilde üretilmiştir.
2. Yapılan mikroyapı incelemeleri ve EDS çalışmalarından açık renkli bölgenin bronzdan oluşan matris yapısı olduğu koyu renkli bölgelerin ise oksitlerden oluşan takviye fazı olduğu belirlenmiştir. XRD çalışmalarından B₂O₃ miktarının artması ile paternlerin şiddetlerinin arttığı ancak ana faz yapısının değişmediği görülmüştür.
3. Belirlenen üretim şartları (900-1200 amperde 8 dakika bekleme süresi) sonucu 75% Bronz, 16% Al₂O₃, 3%

Grafit ve ağırlıkça %2, %4 ve %6 B₂O₃ numunelerinin nispi yoğunlukları sırasıyla 98.26, 98.97, 98.08 olarak tespit edilirken sertlik değerleri sırasıyla 258, 402 ve 385 olarak belirlenmiştir.

4. Üretilen malzemelerin sürtünme katsayısı değerleri sırasıyla yaklaşık 0.67, 0.51 ve 0.72 olup aşınma oranları ise sırasıyla yaklaşık 0.83, 0.46 ve 1.1 mm³/Nm’dur.
5. Sonuç olarak aşınmaya karşı en iyi numunenin ağırlıkça %4 B₂O₃ içeriğine sahip numune olduğu tespit edilmiştir.

Etik Standartlar Bildirgesi/ Declaration of Ethical Standards

Yazarlar tüm etik standartlara uygun hareket etmişlerdir.

Yazarlık Katkı Beyanı/ Credit Authorship Contribution Statement

- Yazar-1: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak
Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak, Analiz ve yorumlama
Yazar-2: Araştırma, Deneyleme, orijinal taslak,
Yazar-3: Araştırma, Görselleştirme, orijinal taslak
Yazar-4: Araştırma, Kaynaklar, Deney, Yazma, Orijinal taslak
görselleştirme
Yazar-5: Doğrulama, Analiz ve yorumlama, Araştırma, Kaynak sağlama,
Veril iyileştirme, Yazma/orijinal taslak,
Yazar-6: Yazma/inceleme ve düzenleme, Görselleştirme, Veril iyileştirme

Çıkar Çatışması Beyanı/Declaration of Competing Interest

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği/ Data Availability

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

Teşekkür / Acknowledgement

Bu çalışma, TÜBİTAK tarafından, 2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı kapsamında desteklenmiştir (1919B012000003).

5. Kaynaklar

- Abdel-Rahim, Y.M., Darwish, S.M., 2010. Generalized braking characteristics of friction pad synthetic graphite composites. *Tribology International*, **43**, 838–843.
<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.12.003>
- Albayrak, B., 2009. Bronz Balataların Üretimi ve Performans Testleri. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 113.
- Blau, P.J., 2001. Compositions, functions, and testing of friction brake materials and their additives. Oak Ridge National Lab., Oak Ridge, 38 .
- Boz, M., and Kurt, A., 2000. Relationship between density and friction coefficient in powder metal bronze brake lining. In Proceedings of the second international

- conference on P/M, Cluj-Napoka, Romania, 181-187.
[https://doi.org/10.1016/S0026-0657\(01\)80393-3](https://doi.org/10.1016/S0026-0657(01)80393-3)
- Chak, V., Chattopadhyay, H., Dora, T. L., 2020. A review on fabrication methods, reinforcements and mechanical properties of aluminum matrix composites. *Journal of Manufacturing Processes*, **56**, 1059-1074.
<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.05.042>
- Cho, M.H., Kim, S.J., Kim, D., Jang, H. 2005. Effects of ingredients on tribological characteristics of a brake lining: an experimental case study. *Wear*, **258**, 1682-1687.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2004.11.021>
- Cordier, A., Kleitz, M., Steil, C., 2012. Welding of yttrium-doped zirconia granules by electric current activated sintering (ecas): protrusion formation as a possible intermediate step in the consolidation mechanism. *Journal of the European Ceramic Society*, **32**, 1473–1479.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.12.022>
- Gültekin, D., 2007. Metal matriksli kompozit fren diski, balatası üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 231.
- Karadeniz, Ç., 2023. Mekanik alaşımlı bor türev takviyeli fren balatalarının tribolojik performanslarının incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Iğdır Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Iğdır, 130.
- Kato, T., Akira, M., 1994. The wear of aramid fiber reinforced brake pads: the role of aramid fibers. *Tribology Transactions*, **37**, 559 – 565.
<https://doi.org/10.1080/10402009408983329>
- Kurt, A., Boz, A., 2005. Wear behaviour of organic asbestos based and bronze based powder metal Brake Linings, *Materials and Design*, **26**, 717-721.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2004.09.006>
- Liu, T., Rhee, S. K., 1978. High temperature wear of semimetallic disc brake pads. *Wear*, **46**, 213-218.
[https://doi.org/10.1016/0043-1648\(78\)90122-9](https://doi.org/10.1016/0043-1648(78)90122-9)
- Mohanty, S., Chugh, Y.P., 2007. Development of fly ash-based automotive brake lining. *Tribology International*, **40**, 7, 1217-1224.
<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2007.01.005>
- Mahdribin ZB, 1995. Analysis of disc brake squeal using the finite element method. PhD, thesis, University of Leeds, England, 286.
- Morshed, M.M., Haseeb A.S.M.A., 2004. Physical and chemical characteristics of commercially available brake shoe lining materials: a comparative study. *Journal of Materials Processing Technology*, **155**, 1422–1427.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.232>
- Soy, U., 2009. SiC/B₄C takviyeli metal matriks kompozit üretimi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi. Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 296.
- Sur, G., Kayabaşı, İ., 2019. Hafif metal matrisli kompozit malzeme üretim sisteminin tasarım, imalat ve performansının incelenmesi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, **7**, 63-79.
<https://doi.org/10.29109/gujsc.414933>
- Uyyuru, R.K., Surappa, M.K., Brusethaug, S., 2007. Tribological behavior of Al–Si–SiC_p composites / automobile brake pad system under dry sliding conditions. *Tribology International*, **40**, 365-373.
<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2005.10.012>
- Yanmaz, L., and Sahin, C., F., 2023. Investigation of the density and microstructure homogeneity of square-shaped B₄C-ZrB₂ composites produced by spark plasma sintering method. *Journal of the European Ceramic Society*, **43**, 1295–1302.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.11.026>

Filtration and Optimization for the Recovery of Powder Soap Used in Wire Drawing Process

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 18.11.2022

Kabul/Accepted: 17.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Tel Çekme İşleminde Kullanılan Toz Sabunun Geri Kazanımı İçin Filtreleme ve Optimizasyon

Orhan EREN^{1*}, Esra BENLİCE¹, Ali DURAN², Erkan YILMAZ³

¹ Department of R&D, Hascelik Cables, 38070, Melikgazi, Kayseri, Turkey.

² Department of Nanotechnology Engineering, Faculty of Engineering, Abdullah Gül University, Kayseri, Turkey.

³ Department of Basic Pharmacy Science, Faculty of Pharmacy, Erciyes University, Kayseri, Turkey

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

Today, the amount of production and production-related waste has increased in order to meet the rapidly increasing consumption. Recycling processes have become inevitable in order to dispose of the resulting wastes without harming the environment and human health and to bring them into the economy. In this study, the recovery of sodium-based waste powder soap used in wire drawing processes was carried out. The ion solution method, which is a physical separation method, was used. With this method, the recovery rate was found to be 98%. Thermal and chemical analyzes were carried out with thermogravimetric and differential thermal analyzes device (TGA/DTA), X-ray fluorescence spectrometer device (XRF) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) to determine if there is any change in the structure of the material obtained after recovery.

Keywords: Wire Drawing, Die Soap, Recovery, Ion Solution.

Öz

Günümüzde hızla artan tüketimi karşılamak için üretim ve üretime bağlı atık miktarı artmıştır. Ortaya çıkan atıkların çevreye ve insan sağlığına zarar vermeden bertaraf edilmesi ve ekonomiye kazandırılması için geri dönüşüm süreçleri kaçınılmaz hale gelmiştir. Bu çalışmada, tel çekme işlemlerinde kullanılan sodyum bazlı atık toz sabunun geri kazanımı gerçekleştirilmiştir. Fiziksel ayırma yöntemi olan iyon çözelti yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemle iyileşme oranı %98 olarak bulunmuştur. Termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz cihazı (TGA/DTA), X-ışını floresan spektroskopisi cihazı (XRF) ve Fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ile geri kazanım sonrası elde edilen malzemenin yapısında herhangi bir değişiklik olup olmadığını belirlemek için termal ve kimyasal analizler yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Tel Çekme, Hadde Sabunu, Geri Kazanım, İyon Çözeltisi

1. Introduction

Wire drawing process is a metalworking method based on the plastic deformation of the thick-section material by the pulling force applied towards the die exit by passing it through conical dies called rolling (wire drawing die) (Joong-Ki and Young-Chul 2023, Sun-Ho et al. 2014). Rolling is also categorized as wet and dry spinning (Murakawa et al. 2004). The basic logic of wet and dry spinning is the same and differs in terms of the lubricant used. While special liquid emissions are used in rolling boxes in wet drawing, aluminum, calcium or sodium-based powder lubricant (soap) is used in rolling boxes in dry drawing. Powder lubricants are generally preferred in wire drawing processes.

Powder lubricants are produced with different chemical characteristics in order to show proper working performance at different stages of the process. Powder lubricants are divided into three main groups as calcium-

based, sodium-based and aluminum-based soaps (Felder et al. 2011, Özer and Yurci 1997).

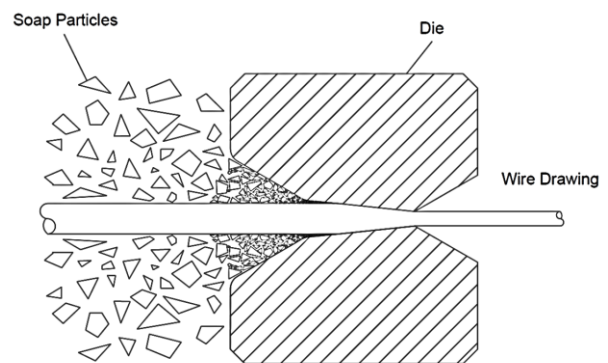


Figure 1. Wire Drawing Principle.

Metals show various deformation behaviors depending on the processing temperature during wire drawing, because the underlying mechanism of strengthening and ductility of metals is different based on temperature

(Joong-Ki and Young-Chul 2023, Kubota et al. 2021, Liu et al. 2020, Hwang 2020, Wei et al. 2020, Kauffmann et al. 2015, Strzepek et al. 2019, Hillery and McCabe 1995).

Calcium-based soaps are insoluble in water. Pure softening temperatures range from 145 °C to 165 °C. They are especially used in the first chambers of low wire drawing speeds in the process. Sodium-based soaps are soluble in water. Pure softening temperatures are between 140 °C and 160 °C. Aluminum-based soaps are insoluble in water. Pure softening temperatures are between 140 °C and 160 °C. Generally, calcium and sodium-based soaps are used at high wire drawing speeds and in wire drawing processes where surface conditions are important, while aluminum-based soaps are generally used in the processing of thick-section materials (Jeimin et al. 2023, Sarma and Vinu 2022, Wright 2011, McNulty 2006, Tripp 1998, Eickemeyer et al. 1996, Brard 1991).

Lubricating soaps are put into the rolling box, and before the wire enters the rolling mill, the soap powders placed in the rolling box pass through it. The reason for the use of powder lubricants is to minimize the friction forces in contact with the wire and the roller, to facilitate shaping and to prevent the formation of scratches on the wire surface. Powder lubricants used in wire drawing processes become a waste that needs to be disposed of by mixing with the metal parts scraped from the wire surface during the reduction process. The resulting wastes cannot be reused as lubricants.

The European Union has the world's largest wire manufacturing industry, followed by Japan and North America. Millions of wires are produced every year. In each of these productions, the soaps mentioned in the subject are used (European Commission 2019).

The aim of this article is to realize the recovery of waste soap. So that it can be used in wire drawing repeated times, and this contributes both financially and environmentally in terms of the process. In the study, a physical method, not a chemical method was used to separate the metal particles found in a wide spectrum of

lubricating waste powder soaps. Since not involving chemical methods in proposed recovery process, there is no different by-products were generated. When the metal particles are physically separated by using ion solution from the contaminated soap particles, powdered lubricating soap is left. This approach strongly approves that it has low energy consumption, and will find a good place for itself in the wire drawing soaps recovery processes.

2. Recycle Process

2.1. Optimization of Parameters for Ion Solution

2.1.1. Ion Solution Optimizations to Sodium-Based Original Soaps

After the wire drawing process, powder particles called waste but containing soap were separated using the ion solution method. Ion solution optimizations were made for the sodium-based original soaps used in the wire drawing process. The reason for optimizing the ion solution to the original soaps is to determine the amount of soap that comes to the surface in the solution. The yield % value obtained will be applied for waste soaps at the same rate. Salts selected for use in solution; They are salts of sodium chloride (NaCl), magnesium chloride (MgCl₂), potassium chloride (KCl), calcium chloride (CaCl₂).

Separately, salts and solutions were prepared, mixed at certain times and subjected to a waiting period, and then observations were made. It is the solution prepared with sodium chloride salt, which yields as a result of the observations. In the solutions prepared with other salts between 5-25% values, the original soap settled to the bottom and no accumulation occurred on the surface. Therefore, no results were obtained.

In the prepared solutions, 100 ml of water and 5 g of sodium-based original soap were used. In addition, flotation optimizations with %5-10-12,5-15-20-22,5-25 were made by using NaCl salt into the solution and are given in Table 1. In Figure 2, the solution images of the original sodium-based soaps prepared in different ratios are given by numbering according to Table 1.

Table 1. Solutions prepared for sodium-based original soaps at different values

Sample No	1	2	3	4	5	6	7
Concentration (%)	5	10	12,5	15	20	22,5	25
NaCl (gr)	5	10	12,5	15	20	22,5	25
Water (gr)	100	100	100	100	100	100	100
Soap (gr)	5	5	5	5	5	5	5

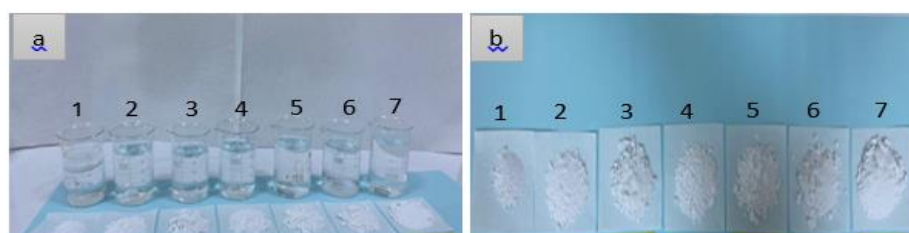


Figure 2. (A) Solution images prepared at different ratios, (B) Soap images after solution

2.1.2. Ion Solution Optimizations for Sodium Based Waste Soaps

The ideal result was found in the ion solution study for the original soap, and the same value was applied to the waste powder particles, which are called waste after the wire drawing process, but contain soap. Optimum efficiency was obtained with 20% NaCl ratio in solutions prepared for sodium-based original soap. A solution was prepared at the same rate for the waste containing sodium-based used soap.

In the prepared solution, 100 ml of water, 5 g of sodium-based waste soap, and 20% NaCl salt were used. After the solution was mixed in the mixer for 10-30 minutes in the range of 300-500 rpm, the soap that came to the surface was collected and taken into another beaker and dried. After the recovered soaps were dried in the oven, they were washed several times to remove the NaCl salt. Afterwards, drying was performed again and the recovered soap was weighed. Figure 3 shows the image of the solution prepared with 20% NaCl salt of sodium-based waste soap.

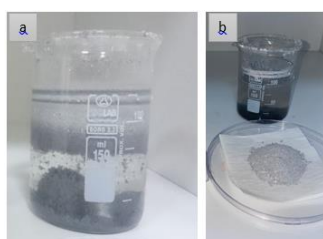


Figure 3. (a) The image of the prepared waste solution, (b) The image of the soap obtained from the waste after the oven.

3. Results

3.1. Elemental Analysis

3.1.1. X-Ray Fluorescence Spectrometer (XRF)

Panalytical Axios Advanced model XRF device was used in the studies. XRF has a wide wavelength. Organic groups such as loss of fire, carbon, hydrogen, nitrogen, free sulfur, are burned at 1000 °C for 1 hour. Thus, the part called organic group is removed by burning. As a result, it is determined how much mass is lost or not.

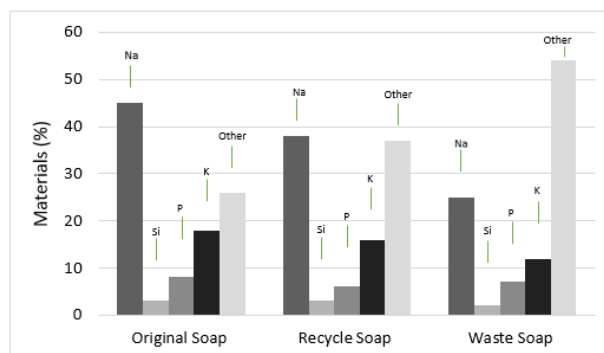


Figure 4. XRF analysis of original, recycled and waste soaps.

According to the results obtained, the sodium (Na) ratio in the recycled soap was taken as a basis. The sodium content in the soap is in parallel with the sodium content in the original soap. Silicon (Si), Potassium (K) and Phosphorus (P) ratios have almost the same % values compared to the original soap. While there was a decrease in the sodium rate due to metal pollution in the wastes, an increase was observed in the rate of other elements.

3.1.2. Fourier Transform Infrared Spectroscopy Analysis (FT-IR)

Perkin Elmer 400 FT-IR/FT-FIR Spectrometer Spotlight model FTIR device was used in the studies. In the 3000-2700 cm^{-1} range, the -C-H peaks occurring in both A sample and B sample are common. Likewise, C=C peaks occurring in the 1600-1400 range, C-O peaks occurring in the 1310-1085 cm^{-1} range and C-H peaks occurring in the 1250-600 cm^{-1} range are common in the original soap and reclaimed soap evaluated.

3.2. Thermal Analysis

3.2.1. Thermogravimetric and Differential Thermal Analysis (TG/DTA)

Thermal behaviors between original soap and reclaimed soap were investigated with Perkin Elmer Diamond model TG/DTA device. According to the analysis result, it is seen that the mass change starts after 350 °C in sample. As a result of the studies and trials, the characterization was supported by elemental - thermal analyzes and the recovered soap was compared with the original soap.

In this study, ion solution method was used for the recovery of waste powder soap used in wire drawing process. Four different salts were used in the prepared solutions. Sodium-based original soap images prepared with NaCl salt in different proportions are given in figure 2. The amounts of soap obtained from the solutions are given in Table 2. After the solution prepared with 20% NaCl salt, it was washed several times in order to get rid of the NaCl salt. Afterwards, the drying process was carried out again and the recovered soap was weighed. The amount of soap obtained as a result of weighing is 4.90 gr.

As a result of the studies, it was seen that the recovery rate was 98%. Whether there is any change in the structure of the material obtained after the recovery was examined by thermogravimetric and differential thermal analysis (TG/DTA) device, X-ray fluorescence spectrometer (XRF) device, Fourier transform infrared

spectroscopy (FTIR) device and thermal and chemical analyzes.

4. Discussion

In the developed method, the optimum conditions in the process can be determined without any difference between the recovered soap and the original soap. In addition, it is advantageous that it can be applied to wires with different contents, such as steel wire, aluminum wire, compared to other recycling methods, the method is a simple method, and the materials to be used are easily accessible. However, it is seen as a result of the prepared solution results that there is non-recoverable soap in the waste. In this context, this efficiency rate can be increased with other methods. Especially in the recovery studies in the literature, there is information that the recovery of waste soap is difficult. For this reason, many countries create relevant policies, regulations and recovery systems to reduce the damage to the environment.

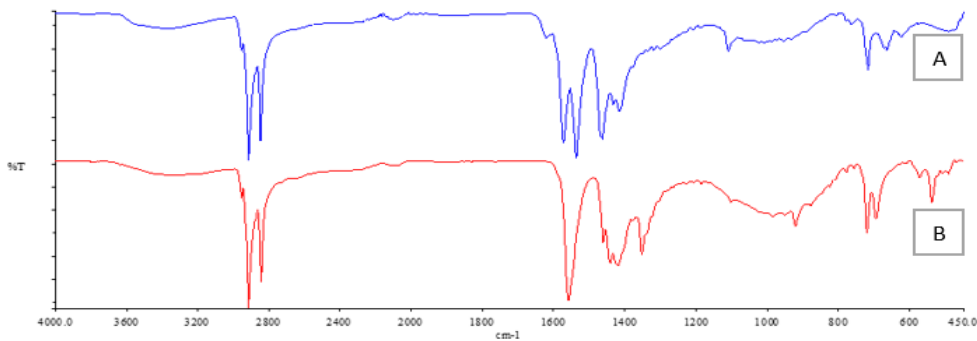


Figure 5. (A) Recycled soap and (B) original soap FT-IR graph.

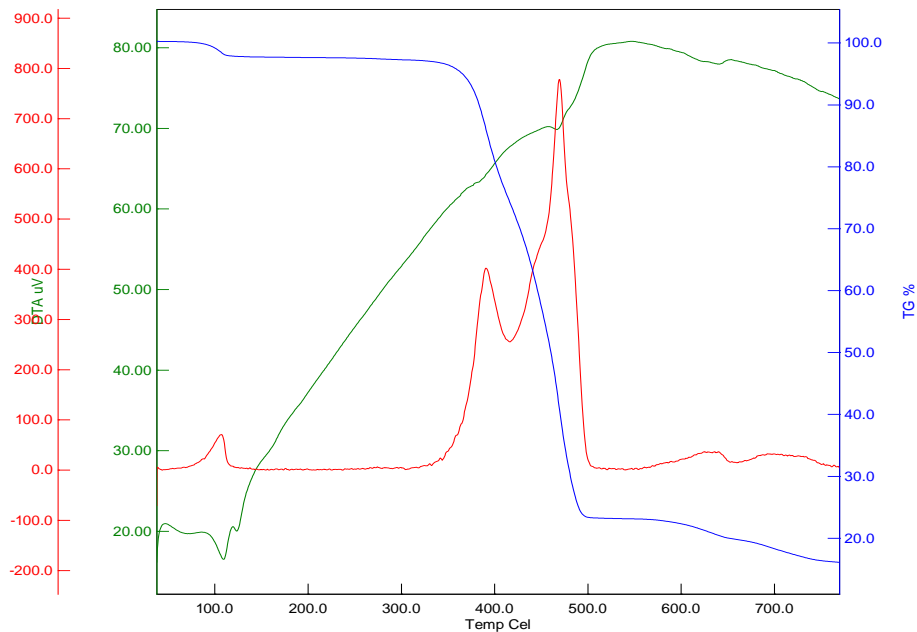


Figure 6. Recovered soap TG/DTA analysis graph.

Table 2. Result values obtained from solutions prepared from sodium-based original soaps

Sample No	1	3	4	5	6	7
Concentration of NaCl (%)	5	12,5	15	20	22,5	25
Amount of Soap in Solution (gr)	5	5	5	5	5	5
Amount of Soap Obtained (gr)	1,25	4,6	7,48	4,90	4,81	4,67

5. Conclusion

It is known that the use of powder lubricants in wire drawing will never end. In this sense, making improvements for the recovery of the waste powder soap will provide significant benefits to the facilities in the sector.

In this study, ion solution method was used for the recovery of waste powder soap. In the proposed method, solutions were prepared using four different salts. Optimizations with %5-10-12,5-15-20-22,5-25 ratios were made by using 100 ml of water, 5 gr sodium-based waste soap and salts at different rates in the solution.

It was determined that the most efficient salt in the prepared solutions was the NaCl salt with 20%, and the most ineffective salt was the CaCl₂ salt with 5%. After determining that the efficient salt is sodium chloride salt, the amount of soap that can be obtained from the waste was determined. It has been washed several times to remove salt. As a result of the studies, it was determined that the amount of soap obtained from 5 g sodium-based waste was 4.90 g. In addition, as a result of the analysis, the reuse of recycled soap was found appropriate. In the studies, it was observed that the recycled soap exhibited the same lubricating properties as the original soap.

As a result of the ion solution method used, the recovery rate of the waste powder soap was 98%, which was supported by the results.

Declaration of Ethical Standards

The authors declare that they comply with all ethical standards.

Conflict of Interest

The authors do not have financial and personal relationships with other people or organizations that could inappropriately influence their work.

Credit Authorship Contribution Statement

Author-1: Study design, Formal analysis, Investigation, Resources, Writing – original draft, Writing – review and editing, Project administration, Project administration.

Author-2: Study design, Formal analysis, Investigation, Resources, Writing – original draft, Writing – review and editing, Project administration.

Author-3: Study design, Supervision, Study design, Formal analysis, Investigation, Resources, Writing – review and editing.

Author-4: Study design supervision, Study design, Formal analysis, Investigation, Resources, Writing – review and editing.

Acknowledgments

This study has been carried out within Hasçelik Cable Industry and Trade Incorporated Company R & D center. Thanks to Hasçelik Cable Industry and Trade Incorporated Company and TUBITAK for its contribution to this work.

6. References

- Brard, D., 1991. Lubrication - Quality and Innovation, Wire Industry, 733-734.
- Eickemeyer, J., Vogel, H.R., Reichert, J. and Rehm, M., 1996. Metal drawing by means of solid soap films. *Journal of Materials Processing Technology*, **61**, 250-253.
- European Commission, March 2019. "Best Available Techniques (BAT) Reference Document for the Ferrous Metals Processing Industry".
- Felder, E., Levrau, C., Mantel, M. and Dinh, N.G.H., 2011. Experimental study of the lubrication by soaps in stainless steel wire drawing. *Part J: Journal of Engineering Tribology*, **225**, 915-923.
- Hillery, M.T. and McCabe, V.J., 1995. Wire drawing at elevated temperatures using different die materials and lubricants. *Journal of Materials Processing Technology*, **55**, 53-57.
- Hwang, J.K., 2020. Effect of drawing speed on microstructure distribution and drawability in twinning-induced plasticity steel during wire drawing. *Journal of Iron and Steel Research International*, **27**, 577-587.
- Jeimin, R. Joshi, Khodidas, K., Bhanderi, J. and Patel, V., (2023). Waste cooking oil as a promising source for bio lubricants-A review. *Journal of the Indian Chemical Society*, **100**, 100820.
- Joong-Ki, H. and Young-Chul, C., 2023. Effects of Contact Conditions at Wire–Die Interface on Temperature Distribution during Wire Drawing. *Processes*, **11**, 513-528.
- Kauffmann, A., Freudenberger, J., Klauß, H., Schillinger, W., Subramanya Sarma, V. and Schultz, L., 2015. Efficiency of the refinement by deformation twinning

in wire drawn single phase copper alloys. *Material Science and Engineering A*, **624**, 71-78.

Kubota, H., Akimoto, Y., Saito, K., Sakurazawa, W. and Yoshida, K., 2021. Residual Stress Control in Drawn Bar and Wire by Heating-Cooling-Drawing Process. *ISIJ International*, **61**, 2792-2797.

Liu, J.P., Chen, J.X., Liu, T.W., Li, C., Chen, Y. and Dai, L.H. 2020. Superior strength-ductility CoCrNi medium-entropy alloy wire. *AMI: Scripta Materialia*, **181**, 19-24.

McNulty, M., 2006. Spotlight on Drawing Machines, *Wire and Cable Technology*, 54 – 56.

Murakawa, M., Jin, M. and Hayashi, M., 2004. Study on semidry/dry wire drawing using DLC coated dies. *Surface and Coatings Technology*, **177**, 631-637.

Özer, Ö. And Yurci, M. 1997. Tel Çekme İşleminde Matris Açılarının Optimizasyonu ve Sapmaların Belirlenmesi. ODTÜ Makine Fakültesi 1. Makine Mühendisliği Kongresi, İstanbul.

Sarma, R.N. and Vinu, R., 2022. Current status and future prospects of biolubricants: properties and applications. *Lubricants*, **10**, 70-91.

Strzepek, P., Mamala, A., Zasadznska, M., Franczak, K. And Jurkiewicz, B., 2019. Research on the drawing process of Cu and CuZn wires obtained in the cryogenic conditions. *Cryogenics*, **100**, 11-17.

Sun-Ho, K., Gyu-Chul, J. and Chi-Wook, L., 2014. Development and Evaluation of Dry Lubricant Recycle Technologies for Wire Drawing Process. *Journal of the Korean Society of Manufacturing Process Engineers*, **13**, 35-40.

Tripp, I., 1998. "Health and Safety Concerns for the Wire Drawing Industry, *Wire and Cable Technology*", 55-56.

Wei, D., Min, X., Hu, X., Xie, Z. and Fang, F., 2020. Microstructure and mechanical properties of cold drawn pearlitic steel wires: Effects of drawing-induced heating. *Material Science and Engineering A*, **784**, 139341.

Wright, R.N., 2011. *Wire Technology: Process Engineering and Metallurgy*, doi:10.1016/B978-0-12-382092-1.00002-6, Elsevier, Oxford, UK.

Klinoptilolit Katkılı Hidroksiapatitin Sentezi ve Karakterizasyonu

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 12.09.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Synthesis and Characterization of Clinoptilolite Doped Hydroxyapatite

Esmâ DALDİKEN¹, Fatma Zehra KOÇAK^{*2}, Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ²

¹ Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Nanobilim ve Nanoteknolojisi Anabilim Dalı, Nevşehir, Türkiye

² Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Nevşehir, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Kemik dokusunun temel inorganik bileşeni olan kalsiyum fosfat temelli hidroksiapatit (HA) bileşiği, yüksek biyouyumluluğu ve biyomimetik yapısı sayesinde kemik doku onarımında skafold ve dolgu malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Ancak saf HA'nın yüksek stabilitesi nedeniyle vücutta çözünürlüğünün düşük olması dokuların iyileşme sürecini uzatmaktadır. Bu nedenle, hidroksiapatiti farklı iyonik katkılarla ya da minerallerle zenginleştirme yönünde çeşitli araştırmalar gerçekleştirilmektedir. Bu çalışmada silisyum bakımından zengin bir zeolit türü olan klinoptilolit (CLP) mineralinin saf HA'ya katkı olarak stokiometrik HA'nın sol-jel yöntemiyle üretimi sırasında eklendiği bileşimler araştırılmıştır. %5 oranında CLP katkılı HA'nın sentezi araştırılarak saf HA ve doğal CLP ile karşılaştırmalı olarak karakterize edilmiştir. Biyomimetik iyon içerikli HA+%5 CLP bileşikler biyoapatit yapısına benzer nano-çubuk şekilde poroz bir morfolojide elde edilmiştir. HA'ya CLP katkısı ortalama partikül boyutunu ve porozite miktarını bir miktar düşürmüştür. Biyolojik testler, tüm numunelerin Saos-2 hücresi ile biyouyumlu olduğunu ve CLP katkılı HA bileşiğinin en yüksek biyouyumluluğa sahip olduğu göstermiştir. Sol-jel yöntemi ile üretilen nano-çubuksu şekli, içeriği ve poroz yapısı nedeniyle biyomimetik HA+%5CLP bileşiminin, ileriki çalışmalarla desteklenebilecek, kemik yenilenmesini teşvik edici potansiyel bir kemik dolgu malzemesi olabileceği düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Doku Mühendisliği; Hidroksiapatit; Klinoptilolit; Zeolit.

Abstract

Hydroxyapatite (HA) which is a calcium phosphate based, main inorganic component of the bone tissue, is commonly used as scaffold or filler material in bone repair owing to its high biocompatibility and biomimetic structure. However, due to high stability of pure HA, its low resorbability extends the recovery time of tissues. Therefore, various studies have been carried out towards enrichment of HA with different ionic or mineral additives. In this study, clinoptilolite (CLP) mineral which is a type of zeolite being rich in silicon was added into stoichiometric HA during its production by sol-gel method. By investigating the synthesis of CLP (5%) doped HA, it was characterized comparatively with pure HA and natural CLP. The HA+5% CLP compound comprising biomimetic ions were obtained in the shape of nano-rods resembling to bioapatite. The CLP additive to HA influenced slight decrease of the mean particle size and porosity. The biological tests have indicated that all samples were biocompatible with Saos-2 cells and HA+5% CLP compound had the highest biocompatibility. Being biomimetic by the content, nano-rod shape and porous structure, HA+5% CLP compound produced by sol-gel method might be considered potential candidate as a bone filler material to induce bone regeneration which could be supported by further studies.

Keywords: Tissue Engineering; Hydroxyapatite; Clinoptilolite; Zeolite

1. Giriş

Kemik dokuların onarımı ve yenilenmesi için biyouyumlu, biyomimetik ve biyoaktif özellikleri sayesinde doğal dokular ile etkileşim göstererek osteojenez ve anjiyojenez proseslerini destekleyici fonksiyonel biyomalzemelerin geliştirilmesine son yıllarda önemli derecede ihtiyaç duyulmaktadır.

Kemiğin organik fazının büyük bir kısmını kollajen molekülleri oluştururken inorganik fazını hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) minerali oluşturmaktadır. Ancak, biyolojik

apatit kristal yapısında, SiO_4^{4-} , CO_3^{2-} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , F^- ve Cl^- pek çok eser miktarda iyon katkısı içermektedir (Kannan vd., 2006). Hidroksiapatit (HA) doğal kemik yapısına olan benzerliği sayesinde doku mühendisliği uygulamalarında yapay kemik greftleri için en yaygın kullanılan biyomalzemedir (Granito vd., 2018; Panda vd., 2021). Hidroksiapatit, biyoaktif yani canlı doku ile kimyasal bağ oluşturabilen yüzey özellikleri sayesinde kemik yenilenmesinde önemli bir yere sahiptir. Bu sayede hidroksiapatit, hücre tutunmasına, osteoiletkenliğe,

osteoblast kemik hücresinin oluşumuna, osteoblastların alkalik fosfat salgılamasına ve böylece kemiklerin erken iyileşmesine katkı sağlamaktadır (Arun Kumar vd., 2015; Liu vd., 2013). Bu nedenle hidroksiapatit kemik dolgu malzemeleri (Higashi vd., 1986), implant kaplamaları (Darr vd., 2004) ve ilaç salınımı (Matsumoto vd., 2004) gibi çeşitli biyomalzeme uygulamalarında kullanılmaktadır. Ancak, birçok *in-vivo* deneyde biyoaktifliği kanıtlanan hidroksiapatitin doğal apatite göre biyolojik çözünürlüğü düşüktür, bu nedenle yavaş osteointegrasyonla birlikte doku iyileşme süresinin uzun olmasına sebep olmaktadır (Iqbal vd., 2016).

Esas olarak biyolojik apatitin yapısında yer alan karbonat, silikat, magnezyum, potasyum gibi iyonların varlığı onun kristal yapısı, termal davranışı, biyolojik çözünürlüğü, hücrelerle olan etkileşimi ve osteoentegrasyon gibi pek çok fonksiyonuna etki etmektedir (Juhász ve Best, 2012). Bu nedenle hidroksiapatitin farklı iyonik katkıları ile sentezi çalışmaları gerçekleştirilmektedir (Bang vd., 2014; Landi vd., 2006). HA bileşiklerine katkı olarak kullanılan önemli bir iyon, kemik mineral dengesi ve iskelet sağlığı açısından oldukça önemli bir element olan silisyumu yapısında bulunduran silikat anyonudur (SiO_4^{4-}). Doğada oksijenden sonra en bol bulunan elementlerden birisi olan silisyum, insan vücudunda çeşitli dokularda farklı oranlarda yer almaktadır. Silikat iyonu hidroksiapatit kristal yapısında PO_4^{3-} iyonu ile yer değiştirip tane boyutunu düşürerek apatitin çözünürlüğünü artırır. Ayrıca, silikat iyonu reaktif bir bölge oluşturur ve hyaluronik asit, heparan sülfat gibi Ekstrasellüler matriks (ECM) bileşenlerini bağlayıcı görevler üstlenerek kırıkta ve kemik gibi bağ dokuların dayanımını arttırmaktadır (Pietak vd., 2007). Bunun yanı sıra, yüksek oranda silisyum içeren biyocamların ve polimer kompozit formlarının osteojenez prosesini ve kollajen üretimini desteklediği bildirilmektedir (Lu vd., 2003; Pietak vd., 2007).

Zeolitler genel kimyasal formülü $[\text{Al}_{nx}\text{Si}_{n(4-x)}\text{O}_{n8}]^{nx-}$ olan alümina silikat mineralleridir. Zeolitler, geniş yüzey alanı, moleküler seçicilik, iyon değişimi ve yüksek adsorbsiyon yeteneği gibi önemli özelliklere sahiptirler (Sahin, 2014). Zeolitlerin biyoyumlu olan türleri biyomedikal uygulamalarda da kullanılabilir (Koçak vd., 2022; Serati-Nouri vd., 2020; Zarrintaj vd., 2020). Bunlar arasında, örneğin; klinoptilolit kanser tedavisinde destek terapi ajanı olarak (Pavelić vd., 2000); faujasit, jelatin matriksli skafoldlarda yara iyileşmesini tetikleyici mineral bileşenlerinde (Ninan vd., 2013) ve Na-A tipi zeolitler ise pektin bazlı ilaç salınım sistemlerinde modülatör olarak kullanıldığında (Kocaaga vd., 2019) potansiyel üstün özellikler sergilemişlerdir.

Klinoptilolit (CLP), zeolit ailesinin bir üyesi olup temel molekül formülü $(\text{K}_2,\text{Na}_2,\text{Ca})_3\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}\cdot 21\text{H}_2\text{O}$ şeklindedir (Wang ve Peng, 2010). Klinoptilolit minerali volkanik patlamalar sonucu, monoklinik kristal yapıda doğal cam formunda oluşan silikatça oldukça zengin bir alüminosilikat mineralidir (~%60-75). Beyazdan kırmızımsı renge değişebilen görünümdeki CLP mineralinin Mohs-sertliğinin 3.5-4 ve özgül ağırlığının 2.1-2.2 g/cm³ olduğu belirtilmiştir (Mansouri vd., 2013; Servatan vd., 2020). Doğal CLP minerali ısı ve asitlere karşı dayanıklı olup genel olarak 700 °C'nin altındaki sıcaklıklarda kristal yapısı kararlıdır (Erdoğan vd., 2008; Tok, 2009). Klinoptilolit gözenekli yapıya sahip olması (%35-40) ve biyoyumluluğu sayesinde ilaç endüstrisinde ve biyomedikal alanlarda çeşitli kullanım alanları bulunmaktadır (Pavelić vd., 2000; Servatan vd., 2020). Klinoptilolit, yüksek biyoyumluluğu, poroz ve iyonik yapısı sayesinde kanser tedavilerinde adjuvant olarak (Pavelić vd., 2000), antoksidan ve antiinflamasyon özellikli uygulamalarda (Servatan vd., 2020), kitosan temelli kompozit yara örtü malzemesi olarak (Barbosa vd., 2016), ilaç salınımı ve biyosensör gibi çeşitli uygulamalarda (Servatan vd., 2020) kullanılmaktadır.

Kemik skafoldlarında hidroksiapatitin osteoentegrasyon süresini kısaltmak için sinterleme sıcaklığının değiştirilmesi, gözenekli yapı kazandırma gibi birçok çalışma gerçekleştirilmektedir. Diğer bir strateji olarak, yapılan çalışmalarda hidroksiapatite zeolit eklendiğinde, HA'nın osteoiletkenlik ve kemik yenileme performansının artırıldığı bildirilmektedir (Iqbal vd., 2016). Sentetik bir zeolit katkısının (Zeolit-Y), HA bileşiminin mikrodalga sentez yöntemi ile üretimi sırasında katkı olarak eklendiği bileşikler araştırılmış ve biyoyumlu özellikler sergilemiştir (Iqbal vd., 2014). Klinoptilolit katkı hidroksiapatit bileşikleri hakkında literatürde birkaç çalışmaya rastlanmıştır (Kalkandelen, Gunduz, vd., 2017; Karacaylı vd., 2010; Sadeghinia vd., 2020). Karacaylı vd., (2010), çalışmalarında HA tozunu sığır kemiğinin kalsinasyonu yoluyla üreterek doğal CLP minerali ile karıştırarak katı hal reaksiyonu ile 1200 °C ve 1300 °C gibi yüksek sıcaklıklarda sinterlenmesi sonucu katı formdaki kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonunu gerçekleştirmiştir. Sığır kemiği kaynaklı HA'ya CLP ilavesine ek olarak alümina eklendiği benzer katı formlar da kemik yer değişimi skafoldları olarak kullanım için incelenmiştir (Kalkandelen, Gunduz, vd., 2017). Belirtilen çalışmalarda numuneler toz değil katı formda olup oldukça yüksek sinterleme sıcaklıklarına tabi tutulmuştur. Bu çalışmalarda mekanik özellikler güçlendirilmiştir ve 100-120 MPa civarındaki basma mukavemeti değerine ulaşılmıştır. Ancak 1300 °C gibi yüksek sıcaklıklarda

sinterleme işlemi sonrası poroz yapının kaybolarak yerini katı formların aldığı görülmektedir (Kalkandelen, Gunduz, vd., 2017). Bu durumda bahsedilen skafoldlar kemiğe mekanik destek sağlasa da kemik ile osteointegrasyonu ve osteoiletkenlik özelliklerini kısıtlayabileceği düşünülmektedir. Şu durum vurgulanmalıdır ki kemik yenilenmesini teşvik edici biyomalzemelerin hücrelerin hareketi, yapışması ve göçüne ve ayrıca içerisinden kan damar ağlarının geçişine imkan veren birbirine içten bağlı makro ve mikro poroziteye sahip olması kemik rejenerasyonu ve ilaç salınımı uygulamaları için oldukça elzemdir (Jagadale vd., 2016). Literatürde bildirilen, kitosan-jelatin-HA-CLP polimer bazlı hibrit kompozitlerin oldukça biyouyumlu ve poroz bir yapıya sahip oldukları görülmüştür ancak mekanik dayanımları nispeten düşüktür (Sadeghinia vd., 2020).

Bu çalışmada, HA'nın bir yaş kimyasal metot olan sol-jel yöntemi ile sentezi sırasında CLP ilavesi ile üretilen nano-tozların kemik yenilenmesini teşvik edici dolgu malzemesi olarak kullanımı bilginiz dahilinde ilk kez araştırılmaktadır. HA'nın sentetik olarak üretimi de çalışmanın tekrarlanabilirliğinin arttırmasının yanı sıra doğal kemik kaynaklarındaki pirojenlerin uzaklaştırılmasındaki zorluk ve gereken yüksek sıcaklık işlemlerinden kaçınılmasını sağlar. Sol-jel yöntemi ile bileşenlerin moleküler seviyede etkileşiminin sağlanarak HA'ya ilave edilen CLP mineralinin ek kafes yapısında yer alan silikat, sodyum, potasyum, magnezyum gibi biyomimetik iyonların HA'da bulunan kalsiyum ve fosfat gibi iyonlar ile etkileşimi sayesinde yapının biyoçözünürlüğünün arttırılması öngörülmektedir. Bu sayede yüksek silikat içerikli nano-kompozit tozların kemiğin biyomineralleşme kapasitesi, osteoiletkenlik ve anjiyenez gibi biyolojik fonksiyonların güçlendirilerek nihai kemik yenilenme potansiyelinin arttırılması amaçlanmaktadır. Bu çalışma kapsamında sol-jel temelli CLP-doplu HA nano-tozları sinterlenmeksizin kullanılmıştır. Bunun nedeni, çok yüksek sıcaklıklarda sinterleme işlemi sonrası HA katılaşıp mukavemeti artarken hücrelerin tutunması ve göçüne izin vermeyen gözenek içermeyen katı bir yapı oluşmaktadır ve dolayısıyla malzemenin biyouyumu düşmektedir. Literatürdeki *in-vivo* hayvan deneylerinde 1200 °C gibi yüksek sıcaklıklarda sinterlenmiş HA çoğunlukla çözünmeden dokuda birikme yaparken, sinterlenmemiş ya da 900 °C'nin altında sinterlenen HA'nın biyolojik olarak çözünerek doku ile yer değiştirdiği ve önemli derecede bir farkla yeni kemik oluşumunu arttırdığı bildirilmektedir (Dau vd., 2020; De Carvalho vd., 2019). Bu çalışmada, HA'nın sol-jel kimyasal reaksiyonu ile sentezi sırasında CLP minerali, kalsiyum öncü çözeltisinin %5'i

oranında HA'nın stokiometrik oranı değiştirilmeksizin ilave olarak katılandırılmıştır. Biyomimetik bileşim ve morfolojiye sahip, poroz yapıları nano-boyutlu CLP-doplu HA partikülleri elde edilmiştir. Sentezlenen saf HA numunesi, %5 CLP katkılı HA ve doğal CLP toz numunelerine ait analizler karşılaştırmalı olarak gerçekleştirilmiştir. Örneklerin yapısı, morfolojisi ve element bileşimi X-Işını Kırınımı (XRD), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR)-Azaltılmış Toplam Yansıma (ATR), Brunauer-Emmett-Teller (BET), Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) analizleri ile karakterize edilmiştir. Numunelerin biyouyumluluk özellikleri *in-vitro* sitotoksikite testleri ile kemik türevli osteosarcoma hücreleri (Saos-2) kullanılarak WST-8 tekniği ile üç farklı zaman diliminde test edilmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1 Saf ve klinoptilolit katkılı hidroksiapatit nano-partiküllerin sol-jel yöntemi ile sentezi

Saf HA tozları, bir yaş kimyasal sentez metodu olan sol-jel yöntemi kullanılarak önceden bildirilen çalışmalarımıza benzer şekilde sentezlenmiştir (Kocak vd., 2022b, 2022a). Stokiometrik oranda HA sentezi için, 0,5 M kalsiyum nitrat tetra-hidrat ve 0,3 M di-amonyum hidrojen fosfat (Merck, Almanya) öncü çözeltileri sırasıyla saf etanol (%99.9; Fluka, Almanya) ve ultra saf su içerisinde çözülerek eşit hacimde hazırlanmıştır. Doğal klinoptilolit numunesi Rota Madencilik 'ten (Manisa, Türkiye) temin edilmiştir. %5 CLP katkılı HA bileşiği, CLP tozunun kalsiyum öncü çözeltisi içerisinde süspansiyonu oluşturularak hazırlanmıştır. Sentez işlemi manyetik karıştırıcılı ceketli bir balon ısıtıcı içine yerleştirilmiş üç boyunlu bir cam reaktörde gerçekleştirilmiştir. Reaksiyon sıcaklığı 70 °C'ye ayarlanarak kalsiyum öncüsü üzerine fosfat öncü çözeltisi damla damla ilave edilerek sürekli karıştırma sağlanmıştır. Reaksiyon sırasında düzenli aralıklarla amonyum hidroksit solüsyonu (%25; ISOLAB, Almanya) ilavesi ile pH değeri 10 olarak ayarlanmıştır. 4 saatlik toplam reaksiyonun ardından HA kristallerinin oluşturduğu beyaz solüsyon filtre edilerek elde edilen partiküllerin tekrarlı yıkama sonrası pH değeri nötralize edilmiştir. Yaş HA kristalleri 100 °C'de 24 saat kurutularak toz HA numuneleri elde edilmiştir ve bu çalışma dahilinde numuneler herhangi bir sinterleme işlemi uygulanmaksızın kullanılmıştır.

2.2 Karakterizasyon çalışmaları

Üretilen saf HA, %5 CLP katkılı HA (HA + %5 CLP) ve doğal CLP minerallerinin morfolojik, kimyasal, termal ve biyolojik özellikleri karşılaştırmalı olarak analiz edilmiştir. SEM morfoloji analizleri için öncesi numunelerin yüzeyi

kaplama (Au-Pd: 80:20) işlemine tabi tutulmuştur. SEM görüntüleri ZEISS marka Gemini 500 modeli cihazda, 3kV voltajda elde edilmiştir. BET yüzey alanı analizinde numunelerin içerisindeki gazların uzaklaştırılması için 200 °C'de ön-ısıtma işlemi uygulanmıştır. Analizler dengelenmiş adsorpsiyon tekniği kullanılarak adsorptiv inert N₂ gazı atmosferinde Micromeritics-Gemini VII marka BET cihazında gerçekleştirilmiştir.

Toz numunelerin genel kimyasal fonksiyonel grup analizleri FT-IR cihazının (Perkin Elmer Spektrum 100) ATR tekniği kullanılarak 500-4000 cm⁻¹ dalga boyunda gerçekleştirilmiştir. Kristalin fazlar ve kristalinite gibi özelliklerini tespit etmek için XRD analizleri Rigaku Miniflex 600 cihazında Cu-K α ışığı kullanılarak 10°/dk hızında gerçekleştirilmiştir. Toz numunelere ait X-ışını kırınım desenleri 5° ile 90° 2 θ değer aralığında 0.02°'lik adım genişliklerinde elde edilmiştir. Analiz sonuçları ICDD kristalografi veri tabanında bulunan referanslar ile karşılaştırılarak mevcut fazlar ve bileşikler belirlenmiştir.

Biyoyumluluk analizleri için numunelerin kemik türevli osteosarcoma hücreleri (Saos-2) kullanılarak WST-8 tekniği ile sitotoksosite testleri 3 farklı zaman diliminde (24, 48 ve 72 saat) uygulanmıştır. Saos-2 hücre hattı (ATCC kökenli, pasaj no:12), %10 Fetal Bovine Serum (FBS) (Pan Biotech P30-1301) içeren Dulbecco's Modified Eagle Medium (DMEM) besiyeri ile 75-T flask içerisinde çoğaltılmıştır. Hücre sayımı, Trypan mavisini (Gibco) uygulanan hücreler için Logos Luna II cihazında gerçekleştirilmiştir. Hücreler 96-kuyucuklu plakalara, kuyucuk başına 10⁴ hücre gelecek şekilde ekilerek üzerine %10 FBS'li DMEM besiyeri ilave edilmiştir. Biyolojik analizler öncesi örnek toz numuneler otoklavda 15 dakika sterilize edildikten sonra 1 mL DMEM besiyeri ile karıştırılarak stok solüsyonlar hazırlanmış ve 1 saat boyunca sonikatör yardımıyla homojenize edilmiştir. 0,1 mg/mL deney solüsyonları 96'lık plakalardaki kuyucuk içerisine eklenmiştir. Sadece hücre ve besiyeri bulunan kuyucuk negatif kontrol ve ilave 2 μ L H₂O₂ içeren kuyucuk pozitif kontrol, sadece besiyeri içeren kuyucuk ise blank olarak adlandırılmıştır. Her grup için 3 tekrarlı kuyucuklar hazırlanmıştır.

Hücreler üzerine test numuneleri uygulandıktan sonra hücreler 22 saat inkübatörde bırakılmıştır. 22 saat sonunda kuyucuk hacminin %10'u kadar WST-8 solüsyonu eklenerek plakalar 2 saat boyunca ışık geçirmeyecek şekilde folyo ile kaplanarak inkübatörde bekletilmiştir. Daha sonra hücre kültür kabında 450 nm dalga boyunda absorbans ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Hücrelerin yüzde canlılık oranları Denklem 1'de verilen standart formül ile

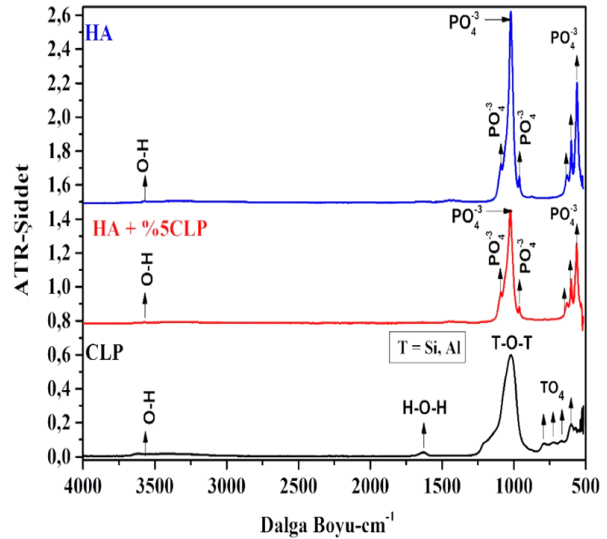
hesaplanmıştır. Aynı işlemler 48 saat ve 72 saat sonrası canlılık testleri için de tekrar edilmiştir.

$$\% \text{ Canlılık Oranı} = \frac{(\text{Deney kuyucuğu} - \text{Blank})}{(\text{Negatif Kontrol} - \text{Blank})} * 100 \quad (1)$$

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. FT-IR kimyasal analizleri

Sentezlenen kurutulmuş saf HA ve %5 CLP katkılı HA (HA+%5CLP) ile doğal CLP numunelerine ait ATR-IR kimyasal analizlerine ait ATR spektrumları Şekil 1'de verilmiştir. Sonuçlara göre, HA numunesinde 3572 cm⁻¹ dalga boyunda yer alan pik hidroksil (O-H) gruplarına ait asimetrik uzama vibrasyon türüne atfedilmiştir. 1021 cm⁻¹ dalga boyunda görülen en şiddetli pik ve solunda yer alan küçük pik (1089 cm⁻¹'de) değerlerinin karakteristik PO₄³⁻ (v₃) grubuna ait olduğu belirtilir (Rehman ve Bonfield, 1997). Raman spektroskopisinde daha çok aktif olan PO₄³⁻ (v₁) grubu ise 962 cm⁻¹ dalga boyunda küçük bir pik olarak yer almaktadır (Khan vd., 2013). PO₄³⁻ (v₄) fonksiyonel grupları ise artan şiddet ile sırasıyla 630 cm⁻¹, 600 cm⁻¹ ve 560 cm⁻¹ dalga boylarında görülmektedir (Kocak vd., 2022b; Rehman ve Bonfield, 1997).



Şekil 1. Saf HA, %5 CLP katkılı HA (HA+%5 CLP) ve CLP numunelerine ait ATR analiz spektrumları

Klinoptilolit numunesine ait spektrumda 3000-3700 cm⁻¹ dalga boyu aralığında bulunan geniş alana ait bölgenin izole silanol gruplarına ait Si-(OH) grupları uzama titreşimlerinden kaynaklandığı bildirilmektedir. 3621 cm⁻¹'deki en belirgin pik ise Si-O(H)-Al fonksiyonel grubuna atfedilmiştir (Garcia-Basabe vd., 2010). 1627 cm⁻¹ dalga boylarında görülen pik ise su moleküllerinin absorpsiyonundan kaynaklı H-O-H bağlarının eğilme

vibrasyon hareketleri nedeniyle olduğu düşünülür (Iqbal vd., 2014; Puszka vd., 2023). Şiddeti en yüksek olan 1020 cm^{-1} dalga boyunda açığa çıkan pikin ise TO_4 (T: Si ve Al) tetrahedra moleküllerine ait T–O–T asimetrik uzama titreşim hareketleri sonucu olduğu söylenebilir (Mansouri vd., 2013; Shumskaya vd., 1999) ve bu pikin mineralin de-alüminasyon oranıyla orantılı olarak 1090 cm^{-1} değerlerine kadar kayabildiği belirtilmiştir (Garcia-Basabe vd., 2010). $600\text{--}700\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında yer alan piklerden 787 cm^{-1} ve 600 cm^{-1} 'deki pikler tetrahedraların sırasıyla O–T–O simetrik uzama ve çift halka titreşim hareketlerine atfedilmiştir (Garcia-Basabe vd., 2010; Rodríguez-Fuentes vd., 1998).

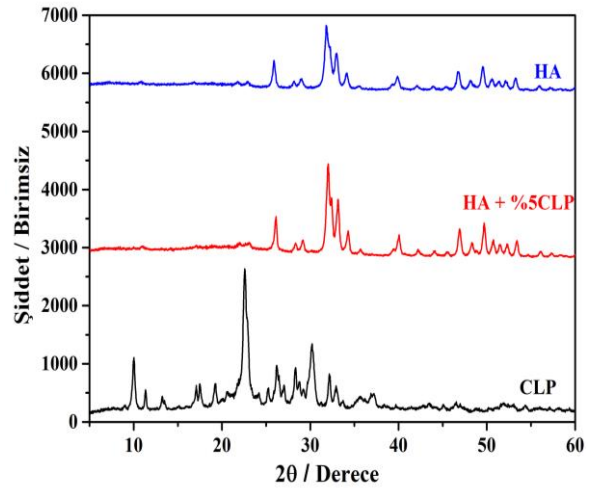
3.2. XRD analizleri

X-ışını difraksiyon tekniği ile CLP, HA+%5CLP ve HA numunelerinin kristal yapıları incelenmiş ve X-ışını kırınım desenleri Şekil 2'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Saf HA'ya ait 2θ değerleri, ICDD kristalografi veri tabanında bulunan 01-072-1243 numaralı HA referans PDF kartı ile örtüşmüştür. En şiddetli HA piki $2\theta = 31.82^\circ$ iken diğer şiddetli HA pikleri sırasıyla 32.95° , 32.19° , 25.88° , 34.11° , 22.89° ve 34.11° değerlerinde yer almaktadır. Klinoptilolit mineraline ait pik şiddetlerinin çok daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum saf CLP'nin daha yüksek kristaliniteye sahip olduğuna işaret etmektedir. $2\theta = 9.98^\circ$, 11.35° , 17.47° , 22.49° , 22.60° ve 30.18° bölgelerinde şiddetli pikler görülmektedir. Bu pikler ICDD veri tabanındaki referans numarası 00-039-1383'e göre klinoptilolite ait pikleridir (Dosa vd., 2022; Galletti vd., 2021). Hidroksiapatite %5 CLP katkısı yapıldığında kristalinite bir miktar artışa neden olduğu X-ışını kırınım deseninden anlaşılmaktadır.

3.3. BET yüzey analizleri

BET analizi biyokompozit içerisindeki nano-ölçekte gözeneklerin ve spesifik yüzey alanının karakterize etmek için kullanılmıştır. Analiz sonuçlarına göre, HA ve HA+%5 CLP numunelerine ait BET spesifik yüzey alanları sırasıyla 47.68 ve $21.9\text{ m}^2/\text{g}$ olarak ölçülmüştür. Ayrıca, BJH (Barrett-Joyner-Halenda) yöntemiyle belirlenen HA ve %5 CLP katkılı HA numunelerine ait gözenek çapları sırasıyla 30.58 ve 4.7 nm olarak belirlenmiştir. %5 CLP katkılı HA'nın saf HA'ya göre BET spesifik yüzey alanının ve gözenek boyutunun düştüğü anlaşılmaktadır. Bu durumun temel sebebinin, HA üretiminde kullanılan kalsiyum ve fosfat öncü miktarlarının düşürülmeksizin stokiyometrik oranın korunması ve buna ilaveten CLP'nin, kalsiyum öncüsünün %5'i oranında ilave olarak eklenmiş olmasıdır. Bu durumda, CLP katkılı numunede artan

madde miktarı ile, bekleneneği gibi gözenekler bir miktar kapanmıştır. Ayrıca HA partiküllerinin iyonik olarak CLP nano-plakalar üzerine yapışması sonucu yüzey alanı miktarının düştüğü düşünülmektedir.



Şekil 2. Saf HA, %5 CLP katkılı HA (HA+%5 CLP) ve CLP numunelerinin X-ışını kırınım desenleri

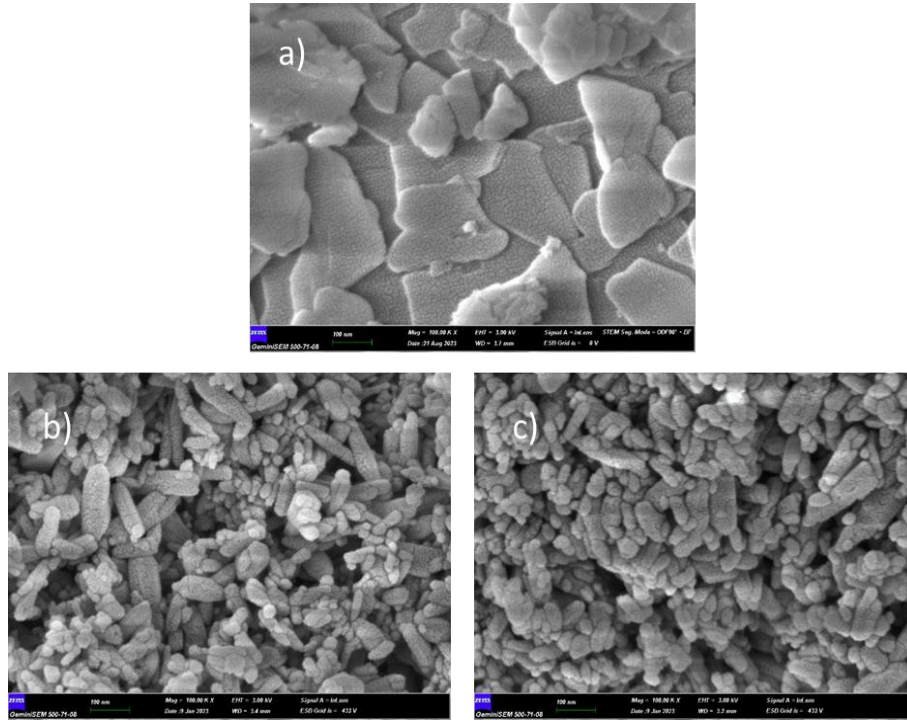
3.4. SEM morfoloji analizleri

Klinoptilolit, HA ve %5 CLP katkılı HA numunelerine ait SEM morfoloji görüntüleri Şekil 3'te verilmektedir. Klinoptilolit'in $100,000$ büyütmede elde edilen görüntüsünde ince plaka şeklinde katmanlı bir morfolojik yapıya sahip olduğu anlaşılmaktadır. Bu sonuçlar, literatürde verilen doğal CLP'ye ait morfolojik görüntüler ile benzerlik göstermektedir (Schiavo vd., 2023; Zhan vd., 2013). Sırasıyla, Şekil 3.b. ve Şekil 3.c.'de verilen saf HA ve %5 CLP katkılı HA numunelerine ait görüntüler benzer, dağılımı çok homojen olmamakla birlikte, Image-J programı yardımıyla belirlenen partikül boyut ölçümlerine göre CLP, saf HA ve %5 CLP katkılı HA tozlarının ortalama tane boyutu $146,42\text{ nm}$, $58,36\text{ nm}$ ve $51,36\text{ nm}$ olarak hesaplanmıştır. CLP katkısı yapılarak üretilen HA tozunun boyutunun saf HA'ya kıyasla az miktarda düştüğü anlaşılmaktadır. Singh ve arkadaşları (2021), silikat bazlı biyomalzemelerin partikül boyutunu azaltıcı etkiye neden olduğunu belirtmiştir. Literatürle uyumlu nispeten daha küçük, çubuk şeklindeki HA partiküllerinin geniş CLP nano-plakaları üzerine yapışarak dağıldığı bu nedenle HA'nın mevcut gözenek boyutunun azaldığı düşünülmektedir. Benzer durum, hidrotermal sentez yoluyla üretilen A-tipi zeolit-HA bileşikleri için gözlenmiştir (Watanabe vd., 2006).

Iqbal ve arkadaşlarının mikrodalga destekli çöktürme yöntemiyle sentezlediği %5 zeolit katkılı- HA kompozitin ortalama tane boyutu $75\text{--}79\text{ nm}$ olarak belirlenmiştir (Iqbal vd., 2014). Diğer bir çalışmada ise %5 ZSM katkılı-

HA kompozit için ortalama tane boyutunun yaklaşık 90 nm olduğu belirtilmiştir (Iqbal vd., 2016). Bu çalışmada elde ettiğimiz sonuçlara göre %5 klinoptilolit katkılı HA'nın ortalama tane boyutu literatürdeki yapılan benzer çalışmalardaki sentezlenen kompozitlerin tane boyutlarına göre nispeten daha düşük olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca saf HA ve %5 CLP katkılı HA toz morfolojilerine baktığımızda yapılarında küçük mesafeye sahip şekilsiz yapıda birçok gözeneklerin (porozitenin)

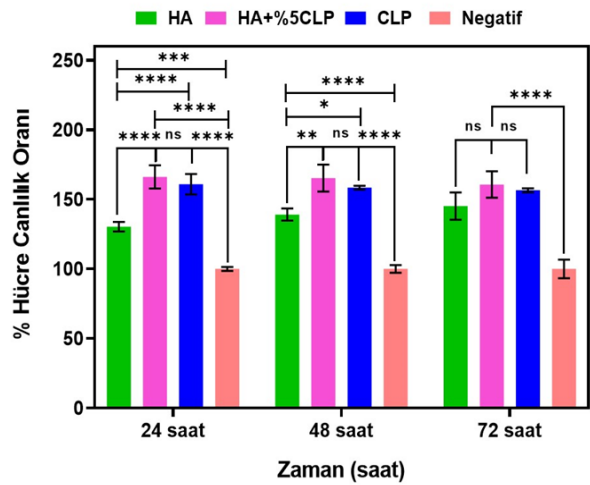
varlığı görülmektedir. Hücrelerin yapışmasını ve çoğalmasını kolaylaştırdığı için ilaç taşıyıcı biyomadikal uygulamalarda ve kemik dokusu mühendisliğinde HA'da gözenekli yapının oluşumu önemlidir (Jagadale vd., 2016). %5 CLP katkılı HA tozlarında CLP mineralinin HA yapısına ek olarak katılanmış olması sonucu porozite miktarında bir miktar azalma gözlenmektedir. Bu durum BET analiz sonuçlarıyla da desteklenmiştir.



Şekil 3. a) Doğal CLP, b) Saf HA ve c) %5 CLP katkılı HA tozlarının morfolojisi

3.5. Biyouyumluluk analizleri

Üç farklı zaman diliminde (24, 48 ve 72 saat) gerçekleştirilen sitotoksitesite testlerine ait sonuçlar Şekil 4'te verilmiştir. Sonuçlara göre sadece hücre içeren negatif kontrole kıyasla hücre ekili olan tüm numunelerin tüm test periyotlarında canlılık oranı yüzdeleri istatistiki olarak da önemli derecede yüksek bulunmuştur. 24 saat sonrası canlılık testlerine göre HA+%5 CLP numunesinin saf HA numunesine göre biyouyumluluğunun önemli derecede daha yüksek olduğu belirlenmiştir ($p < 0,0001$). HA+%5 CLP ile CLP numuneleri canlılık oranları arasında istatistiki olarak önemli bir fark bulunmazken, CLP numunesine ait biyouyumluluğun saf HA'ya göre daha yüksek olduğu görülmüştür. 48 saatlik testte HA'nın biyouyumluluğu 24 saate kıyasla artmıştır. Hücre kültüründe 72 saatlik testlerde 48 saate kıyasla hücre canlılık yüzdesi HA numunesinde artarken değer olarak daha yüksek canlılığa sahip olan CLP ve HA+%5 CLP numunelerinde hafif bir duraklama ve azalış gözlenmiştir.



Şekil 4. Saf HA, CLP ve %5 CLP katkılı HA numunelerine ait % Hücre Canlılık Oranları ve standart sapma miktarlarını gösteren grafik. İstatistiki analiz GraphPad Prism programında 2-Way ANOVA yöntemiyle TUKEY testi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. ($\alpha: 0,005$ ve $0,1234$ (ns), $0,0332$ (*), $0,0021$ (**), $< 0,0001$ (***)).

İqbal ve arkadaşları tarafından mikrodalga destekli çöktürme metodu ile sentezlenen farklı oranlarda zeolit ilaveli bioaktif ZSM-5-HA kompozit'inin biyolojik özellikleri incelenmiştir ve üç günlük MTT test periyodu sonuçlarına göre %5 zeolit katkılı HA'nın yüzde canlılık oranı yaklaşık %155 bulunmuştur (İqbal vd., 2016). Literatürde bildirilen başka bir çalışmada, β -TCP-ZSM-5-Jelatin kompozitinin 24 ve 48 saatlik zaman dilimindeki MTT test sonuçlarına göre hücre canlılığının değişmeden yaklaşık %80 olarak kaldığı belirlenmiştir (Yazdanian vd., 2020). Kalkandelen ve arkadaşları inek kemiğinden kalsinasyonla üretilen hidroksiapatitin kullanıldığı (BHA)-CLP- Al_2O_3 kompozitlerini katı hal reaksiyonu ile 1300 °C üzerindeki sıcaklıklarda sinterleme yoluyla elde etmiştir. %5CLP-%5 Al_2O_3 -BHA kompozitinin 3 günlük MTT test periyodundan elde edilen canlılık oranı yaklaşık %135 olarak belirlenmiştir (Kalkandelen, Suleymanoglu, vd., 2017). Bu çalışmada ise 72 saatlik sitotoksite deneyi sonucunda %5 CLP katkılı HA nano-tozların canlılık oranının yaklaşık %165 olduğu görülmüştür. Sentezlenen %5 CLP katkılı HA kompozitin biyoyumluluğunun literatürdeki sonuçlara nispeten daha yüksek olduğu anlaşılmaktadır.

4. Sonuç

Bu çalışmada, doğal CLP mineral katkılı HA bileşiklerinin sol-jel metoduyla kimyasal olarak sentezlendiği, biyomimetik mineral içerikli nano-kompozit seramikler incelenmiştir. Sol-jel yöntemi ile moleküler düzeyde etkileşen HA bileşiği ve CLP mineralinin dış iskelesinde yer alan iyonların potansiyel yer değişimi sayesinde nihai kemik yenilenmesi için saf HA'ya göre biyoçözünürlüğünün artırılması amaçlanmıştır. Mikroyapısal analiz sonuçlarına göre, sol-jel yöntemi kullanılarak üretilen biyomimetik şeklindeki nano çubuklar görünümündeki HA partikülleri elde edilmiştir ve CLP partikülleri ise nano-plakalar şeklinde, ince ve geniş yapıdadır. Sentezlenen CLP-doplu HA nano-kompozit seramiklerde yüzey alanı ve gözenek miktarı saf HA'ya göre bir miktar düşmüştür. Bunun sebebinin ise HA kristallerinin CLP yüzeyine yapışması ve CLP'nin stokiyometrik HA'ya ilave katkı olarak eklenmesi sonucu olduğu değerlendirilmiştir. Yapılan kemik hücreleri türevli Saos-2 hücre hattı ile gerçekleştirilen hücre canlılık testlerinde, %5 CLP katkılı HA numunesinin, saf HA'ya kıyasla daha yüksek canlılık oranına (%165) sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca, tüm numunelerin sadece hücrelerin bulunduğu kontrole kıyasla tüm zaman dilimlerinde %100'ün üzerinde hücre canlılık oranına sahip olduğu görülmektedir. CLP katkısı ile biyoyumluluğu artırılan HA temelli nano-kompozit tozların, biyomimetik mikroyapı ve kompozisyonu sayesinde kemik dolgu malzemesi olarak kullanıldığında zengin silikat içeriği ile potansiyel pro-

anjyogenik özellikler göstereceği ve iyon yer-değişimi ile biyoçözünürlüğünün artırılması sayesinde *in-vivo* kemik yenilenmesini teşvik etmede üstün potansiyel sergileyeceği öngörülmektedir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar 1: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Yazar 2: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Fikir Sahibi, Deney tasarımı, Proje Yöneticisi, Danışmanlık, Biçimsel analiz, Doğrulama, Metodoloji, Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Yazar 3: Araştırma, Deney, Biçimsel analiz, Doğrulama, Metodoloji, Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Teşekkür

Bu araştırma Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiştir (Proje No: KBP22F01). Ayrıca WST-8 analizinin gerçekleştirilebilmesinde gerekli olan Saos-2 hücre hattını temin eden Dr. Mine Toker'e ve doğal klinoptilolit mineralini teminini sağlayan Rota Madencilik Şirketi'ne (Manisa, Türkiye) teşekkür ederiz.

5. Kaynaklar

- Arun Kumar, R., Sivashanmugam, A., Deepthi, S., Iseki, S., Chennazhi, K. P., Nair, S. V., Jayakumar, R. 2015. Injectable chitin-poly(ϵ -caprolactone) /nanohydroxyapatite composite microgels prepared by simple regeneration technique for bone tissue engineering. *ACS Applied Materials and Interfaces*, **7(18)**, 9399–9409. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b02685>
- Bang, L. T., Long, B. D., Othman, R. 2014. Carbonate hydroxyapatite and silicon-substituted carbonate hydroxyapatite: Synthesis, mechanical properties, and solubility evaluations. *The Scientific World Journal*, **87**, 788–796. <https://doi.org/10.1155/2014/969876>
- Barbosa, G. P., Debone, H. S., Severino, P., Souto, E. B., Da Silva, C. F. 2016. Design and characterization of chitosan/zeolite composite films - Effect of zeolite type and zeolite dose on the film properties. *Materials Science and Engineering C*, **60**, 246–254. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.11.034>

- Darr, J. a, Guo, Z. X., Raman, V., Bououdina, M., Rehman, I. U. 2004. Metal organic chemical vapour deposition (MOCVD) of bone mineral like carbonated hydroxyapatite coatings. *Chemical communications*, **6**, 696–697.
<https://doi.org/10.1039/B312855P>
- Dau, M., Ganz, C., Zaage, F., Staedt, H., Goetze, E., Gerber, T., Kämmerer, P. W. 2020. In vivo comparison of a granular and putty form of a sintered and a non-sintered silica-enhanced hydroxyapatite bone substitute material. *Journal of Biomaterials Applications*, **34(6)**, 864–874.
<https://doi.org/10.1177/0885328219877584>.
- De Carvalho, B., Rompen, E., Lecloux, G., Schupbach, P., Dory, E., Art, J. F., Lambert, F. 2019. Effect of sintering on in vivo biological performance of chemically deproteinized bovine hydroxyapatite. *Materials*, **12(23)**, 3946.
<https://doi:10.3390/ma12233946>
- Dosa, M., Grifasi, N., Galletti, C., Fino, D., Piumetti, M. 2022. Natural Zeolite Clinoptilolite Application in Wastewater Treatment: Methylene Blue, Zinc and Cadmium Abatement Tests and Kinetic Studies. *Materials*, **15(22)**, 8191.
<https://doi.org/10.3390/ma15228191>
- Erdoğan, B., Sakizci, M., Yörükoğullari, E. 2008. Characterization and ethylene adsorption of natural and modified clinoptilolites. *Applied Surface Science*, **254(8)**, 2450–2457.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.09.058>
- Galletti, C., Dosa, M., Russo, N., Fino, D. 2021. Zn²⁺ and Cd²⁺ removal from wastewater using clinoptilolite as adsorbent. *Environmental Science and Pollution Research*, **28(19)**, 24355–24361.
<https://doi.org/10.1007/s11356-020-08483-z>
- Garcia-Basabe, Y., Rodriguez-Iznaga, I., De Menorval, L. C., Llewellyn, P., Maurin, G., Lewis, D. W., ... Ruiz-Salvador, A. R. 2010. Step-wise dealumination of natural clinoptilolite: Structural and physicochemical characterization. *Microporous and Mesoporous Materials*, **135(1–3)**, 187–196.
<https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2010.07.008>
- Granito, R. N., Renno, A. C. M., Yamamura, H., de Almeida, M. C., Ruiz, P. L. M., Ribeiro, D. A. 2018. Hydroxyapatite from fish for bone tissue engineering: A promising approach. *International Journal of Molecular and Cellular Medicine*, **7(2)**, 80–90.
<https://doi.org/10.22088/IJMCM.BUMS.7.2.80>.
- Higashi, S., Yamamuro, T., Nakamura, T., Ikada, Y., Hyon, S. H., Jamshidi, K. 1986. Polymer-hydroxyapatite composites for biodegradable bone fillers. *Biomaterials*, **7(3)**, 183–187.
[https://doi.org/10.1016/0142-9612\(86\)90099-2](https://doi.org/10.1016/0142-9612(86)90099-2)
- Iqbal, N., Abdul Kadir, M. R., Iqbal, S., Razak, S. I. A., Shahid Rafique, M., Bakhsheshi-Rad, H. R., ... Abbas, A. A. 2016. Nano-hydroxyapatite reinforced zeolite ZSM composites: A comprehensive study on the structural and in vitro biological properties. *Ceramics International*, **42(6)**, 7175–7182.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.01.107>
- Iqbal, N., Abdul Kadir, M. R., Mahmood, N. H. Bin, Yusoff, M. F. M., Siddique, J. A., Salim, N., ... Kamarul, T. 2014. Microwave synthesis, characterization, bioactivity and in vitro biocompatibility of zeolite-hydroxyapatite (Zeo-HA) composite for bone tissue engineering applications. *Ceramics International*, **40(10)**, 16091–16097.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.07.038>
- Jagadale, P. N., Jagtap, P. P., Joshi, M. G., Bamane, S. R. 2016. A prototype synthesis and characterization of hydroxyapatite bioceramics nanocrystallites. *Advanced Materials Letters*, **7(4)**, 325–329.
<https://doi.org/10.5185/amlett.2016.5837>
- Juhasz, J. A., Best, S. M. 2012. Bioactive ceramics: processing, structures and properties. *Journal of Materials Science*, **47(2)**, 610–624.
<https://doi.org/10.1007/s10853-011-6063-x>
- Kalkandelen, C., Gunduz, O., Akan, A., Oktar, F. N. 2017. "Part 1: Clinoptilolite-alumina-hydroxyapatite composites for biomedical engineering. *Journal of the Australian Ceramic Society*, **53(1)**, 91–99.
<https://doi.org/10.1007/s41779-016-0013-7>
- Kalkandelen, C., Suleymanoglu, M., Kuruca, S. E., Akan, A., Oktar, F. N., Gunduz, O. 2017. "Part 2: Biocompatibility evaluation of hydroxyapatite-based clinoptilolite and Al₂O₃ composites. *Journal of the Australian Ceramic Society*, **53(1)**, 217–223.
<https://doi.org/10.1007/s41779-017-0027-9>
- Kannan, S., Lemos, A. F., Ferreira, J. M. F. 2006. Synthesis and Mechanical Performance of Biological-like Hydroxyapatites. *Chemistry of Materials*, **18(8)**, 2181–2186.
<https://doi.org/10.1021/cm052567q>

- Karacayli, U., Gunduz, O., Salman, S., Ozyegin, L. S., Agathopoulos, S., Sengil, A. Z., OktaR, F. N. 2010. Effect of sintering temperature on mechanical properties and microstructure of zeolite (clinoptilolite) reinforced bovine hydroxyapatite (BHA) composites, R. M. Natal Jorge, S. M. Santos, I R. S. João Manue, R. C. Tavares, & M. A. P. Vaz (Ed.), *Biodental Engineering*. London: Taylor & Francis Group, 105–108
- Khan, A. F., Awais, M., Khan, A. S., Tabassum, S., Chaudhry, A. A., Rehman, I. U. 2013. Raman Spectroscopy of Natural Bone and Synthetic Apatites. *Applied Spectroscopy Reviews*, **48(4)**, 329–355.
<https://doi.org/10.1080/05704928.2012.721107>
- Kocaaga, B., Kurkcuoglu, O., Tatlier, M., Batirel, S., Guner, F. S. 2019. Low-methoxyl pectin–zeolite hydrogels controlling drug release promote in vitro wound healing. *Journal of Applied Polymer Science*, **136(24)**, 1–16.
<https://doi.org/10.1002/app.47640>
- Koçak, F. Z., Küçükdeveci, N., Daldiken, E. 2022. Zeolitlerin Özellikleri ve Doku Mühendisliği Uygulamaları. *Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi*, **11(2)**, 8–15.
<https://doi.org/10.17100/nevbittek.1178348>
- Kocak, F. Z., Yar, M., Rehman, I. U. 2022a. Hydroxyapatite-Integrated, Heparin- and Glycerol-Functionalized Chitosan-Based Injectable Hydrogels with Improved Mechanical and Proangiogenic Performance. *International Journal of Molecular Sciences*, **23(10)**, 53–70.
<https://doi.org/10.3390/ijms23105370>
- Kocak, F. Z., Yar, M., Rehman, I. U. (2022b). Investigation of Different Synthesis Parameters of Hydroxyapatite For Tissue Engineering Applications. The Sixth International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Sciences (ISPBS-6), Gaziantep, Turkey, 121–126.
- Landi, E., Tampieri, A., Mattioli-Belmonte, M., Celotti, G., Sandri, M., Gigante, A., ... Biagini, G. 2006. Biomimetic Mg- and Mg₃CO₃-substituted hydroxyapatites: synthesis characterization and in vitro behaviour. *Journal of the European Ceramic Society*, **26(13)**, 2593–2601.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.06.040>
- Liu, Q., Huang, S., Matinlinna, J. P., Chen, Z., Pan, H. 2013. Insight into biological apatite: Physicochemical properties and preparation approaches. *BioMed Research International*, **2013**, 1-13.
<https://doi.org/10.1155/2013/929748>
- Lu, H. H., El-Amin, S. F., Scott, K. D., Laurencin, C. T. 2003. Three-dimensional, bioactive, biodegradable, polymer-bioactive glass composite scaffolds with improved mechanical properties support collagen synthesis and mineralization of human osteoblast-like cells in vitro. *Journal of Biomedical Materials Research - Part A*, **64(3)**, 465–474.
<https://doi.org/10.1002/jbm.a.10399>
- Mansouri, N., Rikhtegar, N., Ahmad Panahi, H., Atabi, F., Shahraki, B. K. 2013. Porosity, characterization and structural properties of natural zeolite - Clinoptilolite - As a sorbent. *Environment Protection Engineering*, **39(1)**, 139–152.
<https://doi.org/10.5277/EPE130111>
- Matsumoto, T., Okazaki, M., Inoue, M., Yamaguchi, S., Kusunose, T., Toyonaga, T., ... Takahashi, J. 2004. Hydroxyapatite particles as a controlled release carrier of protein. *Biomaterials*, **25(17)**, 3807–3812.
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2003.10.081>
- Ninan, N., Muthiah, M., Park, I. K., Elain, A., Wong, T. W., Thomas, S., Grohens, Y. 2013. Faujasites incorporated tissue engineering scaffolds for wound healing: In vitro and in vivo analysis. *ACS Applied Materials and Interfaces*, **5(21)**, 11194–11206.
<https://doi.org/10.1021/am403436y>
- Panda, S., Biswas, C. K., Paul, S. 2021. A comprehensive review on the preparation and application of calcium hydroxyapatite: A special focus on atomic doping methods for bone tissue engineering. *Ceramics International*, **47(20)**, 28122–28144.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.07.100>
- Pavelić, K., Hadžija, M., Bedrica, L., Pavelić, J., Čolić, M., Katić, M., ... Čolić, M. 2000. Natural zeolite clinoptilolite: New adjuvant in anticancer therapy. *Journal of Molecular Medicine*, **78(12)**, 708–720.
<https://doi.org/10.1007/s001090000176>
- Pietak, A. M., Reid, J. W., Stott, M. J., Sayer, M. 2007. Silicon substitution in the calcium phosphate bioceramics. *Biomaterials*, **28(28)**, 4023–4032.
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.05.003>

- Puszka, A., Kneć, M., Franus, W., Podkościelna, B. 2023. Preparation and Thermo-Mechanical Characteristics of Composites Based on Epoxy Resin with Kaolinite and Clinoptilolite. *Polymers*, **15(8)** 1898.
<https://doi.org/10.3390/polym15081898>
- Rehman, I., Bonfield, W. 1997. Characterization of hydroxyapatite and carbonated apatite by photo acoustic FTIR spectroscopy. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **8(1)**, 1–4.
<https://doi.org/10.1023/a:1018570213546>
- Rodríguez-Fuentes, G., Ruiz-Salvador, A. R., Mir, M., Picazo, O., Quintana, G., Delgado, M. 1998. Thermal and cation influence on IR vibrations of modified natural clinoptilolite. *Microporous and Mesoporous Materials*, **20(4–6)**, 269–281.
[https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(97\)00013-9](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(97)00013-9)
- Sadeghinia, A., Soltani, S., Aghazadeh, M., Khalilifard, J., Davaran, S. 2020. Design and fabrication of clinoptilolite–nanohydroxyapatite/chitosan–gelatin composite scaffold and evaluation of its effects on bone tissue engineering. *Journal of Biomedical Materials Research - Part A*, **108(2)**, 221–233.
<https://doi.org/10.1002/jbm.a.36806>
- Sahin, M. B. 2014. Zeolitler. MTA Doğal Kaynaklar ve Ekonomi Bülteni, **17**, 53–60.
- Schiavo, L., Boccia, V., Aversa, L., Verucchi, R., Carotenuto, G., Valente, T. 2023. Natural Clinoptilolite Nanoplatelets Production by a Friction-Based Technology. *Materials proceedings*, **14(1)**, 11.
<https://doi.org/10.3390/IOCN2023-14474>
- Serati-Nouri, H., Jafari, A., Roshangar, L., Dadashpour, M., Pilehvar-Soltanahmadi, Y., Zarghami, N. 2020. Biomedical applications of zeolite-based materials: A review. *Materials Science and Engineering C*, **116**, 111225.
<https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111225>
- Servatan, M., Zarrintaj, P., Mahmodi, G., Kim, S. J., Ganjali, M. R., Saeb, M. R., Mozafari, M. 2020. Zeolites in drug delivery: Progress, challenges and opportunities. *Drug Discovery Today*, **25(4)**, 642–656.
<https://doi.org/10.1016/j.drudis.2020.02.005>
- Shumskaya, L. G., Kirillova, Y. A., Yusupov, T. S. 1999. Controlled changes in technological properties of phosphates in mechanical activation with zeolites. *Journal of Mining Science*, **35(1)**, 96–100.
- Singh, J., Chatha, S. S., Singh, H. 2021. Characterization and corrosion behavior of plasma sprayed calcium silicate reinforced hydroxyapatite composite coatings for medical implant applications. *Ceramics International*, **47(1)**, 782–792.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.08.189>
- Tok, S. 2009. *Doğal Zeolit (Klinoptilolit) ile Bakır Adsorpsiyonu*. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 62.
- Wang, S., Peng, Y. 2010. Natural zeolites as effective adsorbents in water and wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal*, **156(1)**, 11–24.
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.10.029>
- Watanabe, Y., Ikoma, T., Suetsugu, Y., Yamada, H., Tamura, K., Komatsu, Y., ... Moriyoshi, Y. 2006. Type-A zeolites with hydroxyapatite surface layers formed by an ion exchange reaction. *Journal of the European Ceramic Society*, **26(4–5)**, 469–474.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.07.024>
- Yazdaniyan, M., Tabesh, H., Houshmand, B., Tebyanian, H., Soufdoost, R. S., Tahmasebi, E., ... Ghullame, S. 2020. Fabrication and properties of β TCP/Zeolite/Gelatin scaffold as developed scaffold in bone regeneration: in vitro and in vivo studies. *Biocybernetics and Biomedical Engineering*, **40(4)**, 1626–1637.
<https://doi.org/10.1016/j.bbe.2020.10.006>
- Zarrintaj, P., Mahmodi, G., Manouchehri, S., Mashhadzadeh, A. H., Khodadadi, M., Servatan, M., ... Mozafari, M. 2020. Zeolite in tissue engineering: Opportunities and challenges. *MedComm*, **1(1)**, 5–34.
<https://doi.org/10.1002/mco2.5>
- Zhan, Y., Lin, J., Li, J. 2013. Preparation and characterization of surfactant-modified hydroxyapatite/zeolite composite and its adsorption behavior toward humic acid and copper(II). *Environmental Science and Pollution Research*, **20(4)**, 2512–2526.
<https://doi.org/10.1007/s11356-012-1136-1>



Nadir Toprak Elementi (Gd) Katkılı ZnO Nanoparçacıkların Sol-Jel Yöntemi ile Sentezlenmesi ve Karakteristik Özelliklerinin İncelenmesi

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 04.10.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Synthesis of Rare Earth Element (Gd) Doped ZnO Nanoparticles by Sol-Gel Method and Examination of Their Characteristic Properties

Fatma AYDIN ÜNAL

Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Rafet Kayış Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Antalya, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Bu çalışmada yarı iletken çinko oksit (ZnO) malzemesine nadir toprak elementlerinden biri olan gadolinyum (Gd) elementi molce %10 oranında katkılanarak sol-jel yöntemine göre nanoboyutta sentezlendi. Elde edilen gadolinyum katkı çinko oksit (Gd/ZnO) nanoparçacıkların morfolojik-kimyasal özellikleri taramalı elektron mikroskobu/enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (SEM/EDX), yapısal özellikleri X-ışını kırınımı (XRD), optik bant özellikleri ultraviyole görünür (UV-Vis) spektroskopisi ve fiziksel özellikleri parçacık boyutu analiziyle karakterize edildi. Çalışmada Gd katkılamanın ZnO üzerine etkisi ve Gd/ZnO nanoparçacığının yarı iletken teknolojisinde kullanımının araştırılması amaçlandı. Yapısal çalışma Gd/ZnO nanoparçacıklarının wurtzite oluşumunu XRD çalışması ile doğruladı. XRD analizinden kristalit boyutu, dislokasyon yoğunluğu ve mikro gerinim değerleri hesaplandı. SEM/EDX analizi Gd katkılamanın başarılı bir şekilde sentezlendiğini gösterdi. Tauc Plot metodu ile direkt ve indirekt bant aralığı değerleri sırasıyla 3.06 eV ve 2.89 eV olarak hesaplanarak Gd katkı maddesinin bant aralığı üzerindeki etkisi incelendi. Gd³⁺ iyonlarının ZnO yapısına katkılanmasıyla kırmızıya kayma gözlemlendi. Gd/ZnO örneğinin ortalama parçacık boyutu dağılımı 209.4 nm olarak elde edildi. Elde edilen sonuçlar literatürdeki katkısız ZnO ile karşılaştırıldı. Sonuç olarak, sentezlenen Gd/ZnO nanoparçacıkların yarıiletken endüstrisinde nanomalzeme olarak, özellikle de güneş pillerinde kullanım alanı bulabileceğini gösterdi.

Anahtar Kelimeler: ZnO; Gd; Sentez; Sol-jel; Karakterizasyon; Nano.

Abstract

In this study, gadolinium (Gd) element, one of the rare earth elements, was doped to the semiconductor zinc oxide (ZnO) material at a rate of 10% per mole and synthesized at the nanoscale according to the sol-gel method. Morphological-chemical properties of the obtained gadolinium-doped zinc oxide (Gd/ZnO) nanoparticles were examined by scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray spectroscopy (SEM/EDX), structural properties by X-ray diffraction (XRD), optical band properties by ultraviolet-visible (UV-Vis) spectroscopy and physical properties by particle size analysis. The study aimed to investigate the effect of Gd doping on ZnO and the use of Gd/ZnO nanoparticles in semiconductor technology. Structural study confirmed the wurtzite formation of Gd/ZnO nanoparticles by XRD study. Crystallite size, dislocation density, and microstrain values were calculated from XRD analysis. SEM/EDX analysis showed that Gd doping was successfully synthesized. Using the Tauc Plot method, the direct and indirect band gap values were calculated as 3.06 eV and 2.89 eV, respectively, and the effect of the Gd dopant on the band gap was examined. A red shift was observed with the doping of Gd³⁺ ions to ZnO. The average particle size distribution of the Gd/ZnO sample was obtained as 209.4 nm. The results obtained were compared with undoped ZnO in the literature. As a result, it was shown that the synthesized Gd/ZnO nanoparticles could be used as nanomaterials in the semiconductor industry, especially in solar cells

Keywords: ZnO; Gd; Synthesis; Sol-gel; Characterization; Nano.

1. Giriş

II-VI grubu yarı iletken bileşiklerinden biri olan ZnO güneş pilleri, sensörler, ışık yayan diyotlar, lazerler, biyomedikal cihazlar, ultraviyole optoelektronik cihazlar gibi çeşitli teknolojik uygulamalarda kullanılmaktadır (Aggarwal vd. 2018). Son zamanlarda ise güneş ışığından enerji

toplanması, düşük maliyeti, verimliliği ve sağlamlığı nedeniyle fotovoltaik teknolojiler üzerine çalışmalar yapılmaktadır (Kant ve Singh 2022, Solak ve Irmak 2023). Bu teknolojiler içerisinde yer alan boyaya duyarlı güneş pilleri, yarı iletken malzemeler ve duyarlılaştırıcılar kullanarak fotonları fotovoltaik etkiyle elektrik enerjisine

dönüştürebilmektedir (Chougale vd. 2023, Mavazzan vd. 2023).

TiO₂, ZnO, SnO₂ ve Nb₂O₅ gibi yarı iletken malzemeler, yeni optik ve hızlı elektron transfer özelliklerinden dolayı boyaya duyarlı güneş pilleri için fotoiletkenler olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır (Tyona vd. 2013, Esakki vd. 2023). Bu fotoanot malzemeleri arasında en yaygın kullanılan yarı iletkenlerin başında ise ZnO gelmektedir (Baxter ve Aydil 2006, Shaat vd. 2017, Shabbir vd. 2023). ZnO satın alınabilirlik, uzun vadeli stabilite, çevre dostu bir doğa ve oldukça iyi radyasyon direnci özelliklerine sahiptir (Bahadur vd. 2007). Oda sıcaklığında sahip olduğu 3.37 eV direkt bant aralığı enerjisi ve 60 meV yüksek eksiton bağlanma enerjisi ZnO malzemesinin kullanım alanlarında avantaj sağlamaktadır (Isik ve Gasanly 2019, Obeid vd. 2019, Sharma vd. 2022). Ayrıca ZnO yarıiletkenlerin altıgen wurtzite yapısı, geniş bant aralıklı malzemeleri, düşük maliyetleri, yüksek optik şeffaflıkları ve ışık yayma yetenekleri fotoanot görevi görmesini sağlamıştır (Esakki vd. 2023). Bunun yanında, ZnO fotoanot malzemelerinin elektron-delik çiftlerinin yüksek rekombinasyon oranı, daha düşük iletkenlik ve nispeten düşük elektron taşıması gibi durumlardan dolayı saf ZnO kullanımı yetersiz kalmaktadır (Ben vd. 2019, Aydın Ünal vd. 2024). Özellikle de ZnO fotoanotlarda elektron transferinin sınırlandırılması yüksek düzeyde rekombinasyona yol açan nedenlerden biridir. Bu duruma bir çözüm olarak katkı maddesi kullanımı, UV-görünür lüminesans yoğunluğunu ve ZnO kafesindeki elektron taşıma hızını artırarak optik, fiziksel ve kimyasal özellikleri değiştirebilmektedir. Bu da fotonların soğurulması için elektriksel iletkenliğin iyileştirilmesini sağlamaktadır (Esakki vd. 2023). ZnO metallere katkı eklenmesi, elektronların yük rekombinasyonunu azaltarak boyaya duyarlı güneş pillerinin performansının artırılmasında önemli bir rol oynamaktadır (Esakki vd. 2023). Ayrıca, katkı maddelerinin ZnO yapısına dahil edilmesiyle elektronların hareketliliğinin daha hızlı olduğu ve ZnO kafesinde karşılık gelen yük taşıyıcı yoğunluğunun artmasıyla birlikte katkı konsantrasyonunun arttığı bilinmektedir (Esakki vd. 2023). Bu nedenle saf ZnO, uygun bir katkı maddesiyle katkılı olduğunda çeşitli fotonik uygulamalar için mükemmel bir malzeme haline gelebilmektedir (Gora vd. 2023). Sonuç olarak, ZnO tozunun optik özelliklerini değiştirmek için yapılan katkılama, görünür bölgede birçok absorpsiyon geçişine neden olduğu için oldukça avantajlı bir yöntemdir (Geng vd. 2013, Carofiglio vd. 2020, Gartner vd. 2023).

Genel olarak nadir toprak elementleri (NTE) (örneğin, Gd, Nd, Eu, Sm vb.) optik ve elektriksel özellikleri iyileştirmek

için katkı maddeleri olarak araştırılmaktadır. Geniş optik bant aralıkları nedeniyle nadir toprak elementleri, ZnO gibi yarı iletken metal oksitlerin elektriksel özelliklerini ve optik özelliklerini geliştirmek için kullanılacak potansiyel katkı adaylarıdır (Kalam vd. 2023). NTE katkı ZnO, toprak element iyonlarındaki 4f elektronlarından dolayı daha güçlü emisyonlar göstermektedir (Guethnvd. 2020, Kalam vd. 2023). NTE'ler arasında üç değerlikli gadolinyum (Gd³⁺), diğer toprak element oksit bileşikleriyle karşılaştırıldığında 0.93 Å'luk daha küçük bir iyon yarıçapına ve 5.3 eV'lik daha önemli bir optik bant aralığına sahip olması nedeniyle tercih edilmektedir. Bunun yanı sıra Gd katkı ZnO nanomalzemeler, Gd (4f) içindeki deliklerin elektronlara göre daha etkili olması nedeniyle deliği artırabilmektedir (Ben vd. 2019, Kalam vd. 2023). Bahsedilen NTE katkı malzemeler literatürde kapsamlı bir şekilde incelenmiştir: Ma ve Wang (2012), termal buharlaştırma ile biriktirme yöntemini kullanarak Gd katkı ZnO nanokristallerini sentezlemiştir. Gd katkılanması ZnO tozunun optik özellikleri üzerinde önemli etkiler göstermiştir. Toma vd. (2022) Nd, Gd ve Er katkı ZnO nanokristalleri kimyasal işlem kullanarak sentezlemiştir. Wurtzite fazının ortalama boyutu (7.4 ± 1.7) nm olan altıgen nanokristalleri elde etmişlerdir. Nadir toprak katkı maddelerinin varlığı, X-ışını floresans (XRF) spektroskopisi ile doğrulanmıştır (Toma vd. 2022). Manikandan vd. (2017), Lantan (La) katkı çinko oksit (ZnO) nanomalzemeleri (La_xZn_{1-x}O, x = 0.0, 0.03, 0.05, 0.07 M), öncül olarak çinko asetat, lantan nitrat ve indirgeme maddesi olarak oktilamin kullanarak birlikte çöktürme yöntemiyle sentezlemiştir. XRD sonuçları, La³⁺ iyonlarının ZnO yapısına başarıyla dahil edildiğini ve ürünlerin iyi kristalli bir yapıya sahip olduğunu göstermiştir. Katkısız ve katkı La-katkılı ZnO parçacığının ortalama boyutunun 15.64 ila 10.18 nm aralığında olduğu bulunmuştur. La katkı ZnO nanoparçacıklarının bant aralığı, La³⁺ iyonlarının katkı konsantrasyonuna göre değişiklik göstermiştir. La³⁺ iyonundaki katkı konsantrasyonunun artırılması, ZnO kafesindeki kusurları artırmış ve dolayısıyla UV emisyonunda kırmızıya kaymaya neden olmuştur. Bu durum katkı nanopartiküllerde dar bant aralığına neden olmuştur (Manikandan vd. 2017). Kayani vd. (2020), ZnO katkı Sm³⁺ iyonlarının ince filmlerini daldırma kaplama yöntemiyle hazırlamıştır. ZnO kafesindeki oksijen boşluğunu arttırmak ve kristal bir yapı elde etmek için ince filmler 400 °C'de 2 saat tavlannmıştır. XRD çalışması, 27.37-24.21 nm aralığında kristalit boyutuna sahip ZnO tozunun wurtzite yapısını göstermiştir. Sm katkı yüzdesindeki artışla bant aralığında mavi bir kayma gözlenmiştir. Yüzey morfolojisinde hafif topaklanma gözlenmiştir. Çalışma, ZnO yapısına nadir

toprak elementi katkısının manyetik yarı iletkenler ürettiğini ortaya koymuştur (Manikandan vd. 2020).

Genel olarak, ZnO nanoyapılarını büyütme için elektrokimyasal biriktirme, termal buharlaştırma, kimyasal buhar biriktirme, hidrotermal işlem ve sol-jel yöntemi gibi çeşitli sentez yöntemleri oluşturulmuştur (Obeid vd. 2019, Goktas ve Goktas 2021). Bu çalışmada, hammaddelerin yüksek saflığı, hammadde bileşiminin kolay kontrol edilmesi ve daha iyi homojenlik özelliklerine sahip olması nedeniyle yüksek saflıkta ürünler sağladığı için sol-jel yöntemi tercih edilmiştir (Kim vd. 2013). Çalışmada Gd katkısının ZnO sistemine ek özellikler kazandırması, yarı iletken teknolojisindeki ZnO kafes kusurlarını artırarak yapısal ve optik özelliklerin geliştirilmesi, görünür bölgede birçok absorpsiyon geçişine izin vermesi sayesinde yarı iletken özelliklerinin artırılması amaçlanmıştır. Bu nedenle, bu çalışmada optik özelliklerin artırılması için en umut verici metal katkılarından biri olan ZnO nanopartiküllerine molce %10 oranında Gd katkılanması uygulanmıştır. Aynı zamanda, sentezlenen Gd/ZnO nanoparçacıkların yapısal, optik, fiziksel, kimyasal ve morfolojik özelliklerinin karakterize edilmesi ve katkılamamanın etkisinin detaylı olarak incelenmesi hedeflenmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1 Materyal

Gd/ZnO hazırlamak için prekürsör olarak çinko klorür ($ZnCl_2$) ve katkı maddesi kaynağı olarak gadolinyum nitrat heksahidrat [$Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$] kullanıldı. Etil alkol ve deiyonize su çözücü olarak kullanıldı. Sitrik asit monohidrat [$HOC(COOH)(CH_2COOH)_2 \cdot H_2O$] asit katalizörü (% ≥ 98) olarak kullanıldı. Kimyasallar Sigma Aldrich'ten tedarik edilmiş olup, analitik olarak % < 99.9 yüksek saflık derecelerine sahiptir.

2.2 Metot

%10 Gd konsantrasyonuna sahip Gd/ZnO nanoparçacıkları, geleneksel sol-jel yöntemi kullanılarak sentezlendi. Sentez çözeltilerinin hazırlanması için uygun miktarda yüksek saflıkta (%99.999 Sigma-Aldrich) çinko klorür ($ZnCl_2$) ve gadolinyum (III) nitrat heksahidrat ($Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$) kullanıldı. Hacimce %10 mol Gd katkısı için 100 mL $ZnCl_2$ ve 10 mL $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ çözeltileri hazırlandı. Gd çözeltisi Zn çözeltisine damla damla eklenmiş olup, reaksiyon sıcaklığı yavaş yavaş artırıldı. Daha sonra bu karışıma 100 mL sitrik asit çözeltisi damla damla eklenerek karıştırılmaya devam edildi (pH=8-11

aralığında). Son karışımın sıcaklığı yaklaşık 80 °C'ye sabitlendi. Elde edilen çözelti karışımının jelleşmesi sağlandıktan sonra etüvde 100 °C'de 20 saat kurutuldu. Kurutulan jeller 600 °C'de 2 saat kalsine edildi. Mükemmel bir homojenlik elde etmek için, elde edilen Gd/ZnO tozu agat havanda öğütüldü. Elde edilen Gd/ZnO nanoparçacıklar aşağıdaki tekniklerle karakterize edildi.

2.3 Karakterizasyon teknikleri

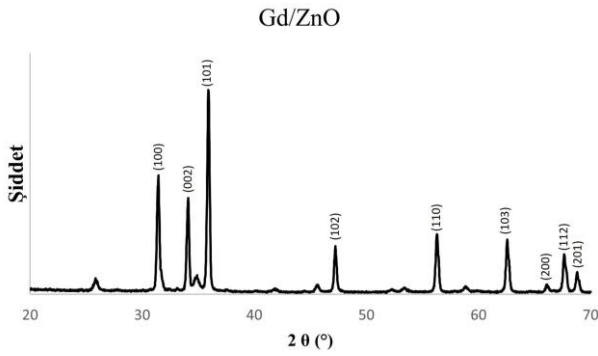
Gd/ZnO nanoparçacıkların kristalografik yapıları, Cu $K\alpha$ 'nın ($\lambda=1.5406 \text{ \AA}$) foton enerjisi kullanılarak XRD (APD 2000 Pro XRD) yöntemiyle incelenildi. Sentezlenen örneğin morfolojik ve elementel özelliklerinin belirlenmesi için SEM/EDX (Hitachi SU5000) analizi yapıldı. Hazırlanan örneğin optik bant aralığını araştırmak için UV-görünür absorpsiyon spektroskopisi (Perkin Elmer UV Visible Spectrometer) kullanıldı. Elde edilen örneğin parçacık boyutunun belirlenmesi için parçacık boyutu ölçümü yapıldı. Saf ZnO örneğine ait karakterizasyon çalışmaları bir önceki çalışmada verilmiş olup, sonuçlar literatürle karşılaştırılmıştır (Aydın Ünal vd. 2024).

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Yapısal özellikler

Şekil 1, 20–70° kırınım açısı aralığında Gd/ZnO nanoparçacığına ait x-ışını kırınım modelini göstermektedir. Keskin ve yoğun tepe noktaları, sentezlenen örneğin yüksek kristallik gösterdiğinin güçlü bir göstergesidir (Supin vd. 2023). %10 Gd/ZnO örneğinin belirgin kırınım zirveleri, literatürle uyumlu olarak (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112) ve (201) düzlemleriyle ilişkili olan sırasıyla 31.61°, 34.28°, 36.17°, 47.39°, 56.37°, 62.68°, 66.09°, 67.93° ve 69.17°'de gözlemlendi (Devi ve Velu 2016, Ibupoto vd. 2013). Gd/ZnO nanoparçacıklarının XRD desenlerinde Gd_2O_3 ile ilişkili kırınım zirveleri tespit edilerek, 26.52°, 34.31° ve 47.01°'de bazı ek küçük tepe noktaları gözlemlendi. Bir kristalit fazını temsil eden bu ikincil tepe noktaları, daha önceki çalışmalarla tutarlı olan Gd_2O_3 olarak tanımlanmıştır (Aydın Ünal vd. 2024, Devi ve Velu 2016, Selvaraj vd. 2019). Bu gözlem, ZnO örneğinin kristal yapısında Gd^{3+} iyonlarının Zn bölgelerini çoğunlukla ikame ettiğine işaret etmektedir. Bu aynı zamanda gadolinyum miktarının çözünürlük limitlerinden daha fazla olduğunu da göstermektedir (Carofiglio vd. 2020). Bir önceki çalışmada gösterilen katkısız ZnO nanoparçacığına kıyasla Gd/ZnO nanoparçacıkları daha düşük açılara doğru kaymıştır (Aydın Ünal vd. 2024, Obeid vd. 2019). Bunun

nedeni iyonik Gd^{3+} katyonunun yarı çapının (0.93 \AA) Zn^{2+} katyonunun yarı çapından (0.74 \AA) daha büyük olmasıdır. Pik kayması, Zn^{2+} iyonlarının kristalografik konumlarının, ZnO ana kafesindeki Gd^{3+} iyonları ve kafeste artan gerginlik ile başarılı bir şekilde işgal edildiğini göstermektedir (Obeid 2019, Mazhdi vd. 2018). Diğer deyişle, piklerin pozisyonlarındaki hafif kaymalar aynı zamanda, sıkışmış veya genişlemiş örgü düzlemlerine sahip tanelerin bulunduğunu gösterir (Kurtaran 2021). Gd^{3+} katyonunun ZnO ana kristal kafesine dahil edilmesi kafes parametrelerinin artmasına, kristalit boyutunun azalmasına, XRD tepe noktalarında hafif bir kaymaya yol açabilmektedir. Gd/ZnO nanoparçacıklarla ilişkili modellerin analizi, literatürle uyumlu olup, standart kırınım pikleri, kristal yapısının heksagonal wurtzite yapısında olduğunu ortaya koymaktadır (Devi ve Velu 2016).



Şekil 1. Gd/ZnO örneğine ait XRD grafiği

ZnO tozlarının yapısal özellikleri hakkında ayrıntılı bilgi elde etmek için tozların X-ışını kırınım deseni verileri kullanılarak tozların tane boyutları, dislokasyon yoğunlukları ve mikrogerinim değerleri hesaplanmıştır. XRD yöntemi ile incelenen Gd/ZnO örneğinin kristal boyutu, aşağıdaki Denklem (1)'de verilen Debye-Scherrer eşitliği yardımıyla belirlenmiştir. Bu bağıntıda geçen; β x-ışını kırınımı sonucunda elde edilen pikin yarı yükseklikteki genişliği, L kristalit boyutu, λ uygulanan x-ışınlarının dalga boyu, θ düzlemin gözlemlendiği Bragg açısı, K ise sabit ($K=0.94$) bir değerdir (Goel vd. 2017).

$$L = \frac{\lambda K}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Denklem (1) sonucunda Gd/ZnO örneğinin ortalama kristalit boyutu 24.03654 nm olarak hesaplanmıştır. Gd iyonlarının eklenmesi oksijen boşluklarının oluşmasından dolayı kristalit boyutlarında azalmaya neden olmaktadır, bu da kafes parametrelerini azaltmakta ve güçlü çekme gerilimine neden olmaktadır (Dakhel ve El-Hilo 2010,

Aggarwal vd. 2016). Ayrıca, Gd katkı maddesinin dahil edilmesi, ZnO parçacıkları arasındaki topaklanma olayını engellemekte ve dolayısıyla ortalama kristalit boyutunun azalmasını sağlamaktadır (Aggarwal vd. 2019). Aggarwal vd. (2016) saf ZnO ve Gd katkılı ZnO üzerine yaptıkları çalışmada; saf ZnO parçacığının kristalit boyutunu 30.60 nm olarak bulurken, Gd katkı konsantrasyonunun artmasıyla kristalit boyutunun azaldığını tespit etmişlerdir (Aggarwal vd. 2016). Mazhdi ve Tafresh (2020) katkısız ZnO ve Gd katkılı ZnO çalışmalarında, Debye-Scherrer denklemini kullanarak tozların ortalama kristalit boyutunu $26.56\text{--}30.36 \text{ nm}$ aralığında hesaplanmıştır. Sonuçlar, nanopartiküllerin boyutunun %2 konsantrasyonuna kadar Gd katkısıyla arttığını ve daha sonra azaldığını göstermiştir (Mazhi ve Tafresh 2020).

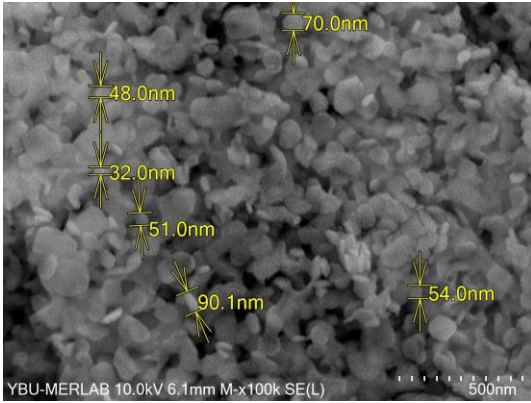
$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} \quad (2)$$

Denklem (2)'den mikrogerinim (ε) (Salih vd. 2017) değeri 3.38×10^{-3} olarak hesaplanmıştır.

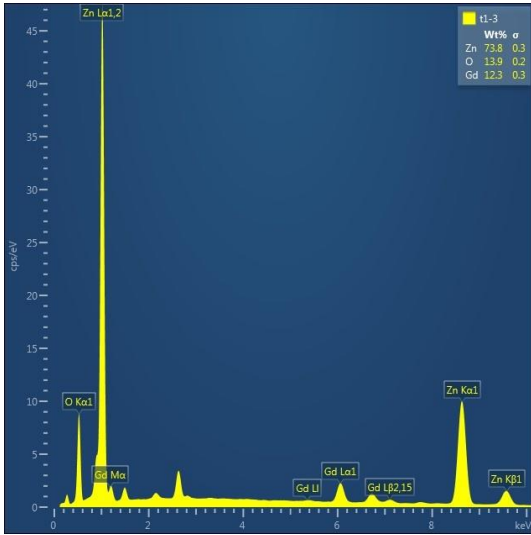
$$\delta = \frac{1}{L^2} \quad (3)$$

Kristalin birim hacimdeki dislokasyon çizgilerinin uzunluğunu temsil eden dislokasyon yoğunluğu (δ) değerine bakılarak kristalleşme seviyeleri hakkında bilgi elde edilebilir. Kristal yapıdaki dislokasyon, malzemenin morfolojik özelliklerini, parçacıkların oluşumunu ve parçacık boyutunu etkilediği için dislokasyon yoğunluğu (δ), Williamson Smallman ilişkisi kullanılarak hesaplandı (Dongol vd. 2015). Denklem 3'te verilen formül ile dislokasyon yoğunluğu (δ) $2.1 \times 10^{-3} \text{ nm}^{-2}$ olarak hesaplanmıştır. Küçük dislokasyon yoğunluğu değeri kristalleşme seviyesinin iyi olduğunu gösterir. Ayrıca kristaldeki piklerin pozisyonlarındaki kaymalar kristal yapıdaki deformasyonun bir göstergesidir (Gençyılmaz vd. 2012). Manikandan vd. (2018) sol-jel yöntemine göre ZnO nanopartikülleri sentezlemiştir. X-ışını kırınım çalışmaları, ZnO nanopartiküllerinin wurtzite altıgen yapıya sahip olduğunu göstermiştir. Çalışmada kristalit boyutu 21.84 nm , dislokasyon yoğunluğu $2.0964 \times 10^{-3} \text{ (nm)}^{-2}$ ve mikrogerinim 0.951×10^{-3} olarak hesaplanmıştır (Manikandan vd. 2018). Satyavathi vd. (2017) yaptıkları çalışmada saf ZnO kristal boyutunun 21.76 nm , gerinimi 63.65×10^{-4} ve dislokasyon yoğunluğunu 2.11×10^{15} bulmuştur (Satyavathi vd. 2017). Muthu Kumaran ve Gopalakrishnan (2012) saf ZnO parçacığının ortalama kristalit boyutunu 21.97 nm ve mikrogerinimi 0.741×10^{-3} elde etmişlerdir (Muthu Kumaran ve Gopalakrishnan

2012). Bu çalışma hesaplanan kristalit boyutu, dislokasyon yoğunluğu ve mikrogerinim değerlerinin literatürle uyumlu olduğu görülmüştür.



(a)



(b)

Şekil 2. Gd/ZnO nanoparçacıkların (a) SEM yüzey morfolojisi, (b) EDX analizi

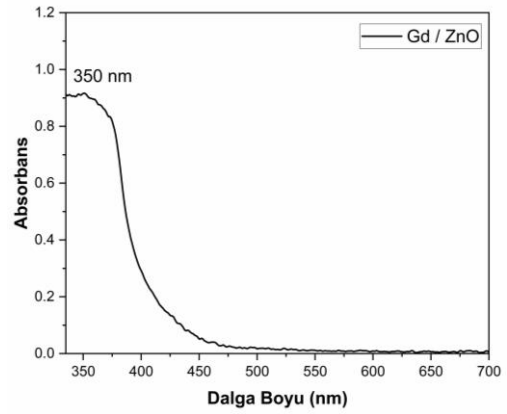
3.2 Morfolojik ve kimyasal özellikler

Sentezlenen nanoparçacıkların yüzey morfolojisi SEM analiziyle elde edildi. Şekil 2(a) Gd/ZnO nanoparçacıkların SEM görüntüsünü göstermektedir. Katkısız ZnO ile karşılaştırıldığında Gd³⁺ katkılamanın ZnO nanoyapılarının boyutunu azalttığı açıkça görülmektedir (Aydın Ünal vd. 2023). Bu da XRD analizini doğrulamaktadır. Görüntüde numunenin neredeyse tamamının nanoyapıda olduğu, parçacıkların genel olarak küre şekline benzer olduğu görülmektedir. Isik ve Gasanly (2019), Gd-katkı konsantrasyonu arttıkça nanopartiküllerin küresel yapılarının kaybolduğunu belirtmiştir. Zn_{1-x}Gd_xO'daki Gd katkı konsantrasyonunun fazla artması yüzeyde topaklaşmaya neden olmuştur. Şekil 2(b)'deki EDX spektrumu, Gd katkılı ZnO nanoyapılarının bileşimini temsil eder ve tüm temel

elementlerin, iyi tanımlanmış stokiyometrik oranlarına uygun olduğunu gösterir. Gd iyonlarının varlığı, sentezlenen nanopartiküllerin saflığını doğrular. EDX analizinde Gd varlığı sentezin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir.

3.3 Optik bant özellikleri

UV-görünür bölge spektroskopisi, malzemelerin bant aralığını tahmin etmek için kullanılan güçlü bir araçtır. Sol-jel yöntemiyle sentezlenen %10 Gd/ZnO nanoparçacığının optik özellikleri, 200-700 nm dalga boyu aralığında bir UV-Vis spektrofotometresi kullanılarak belirlenmiştir. Molce %10 katkılı Gd/ZnO nanoparçacığının absorpsiyon spektrumu Şekil 3'te verilmiştir. Gd/ZnO örneğinin absorpsiyon zirvesi 350 nm civarında güçlü bir absorpsiyon meydana geldiğini göstermiştir (Agarwal vd. 2019, Obeid vd. 2019).



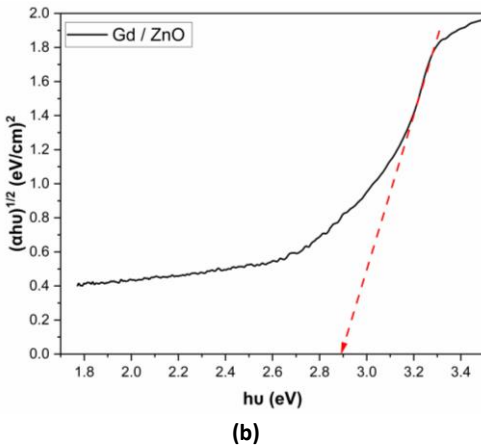
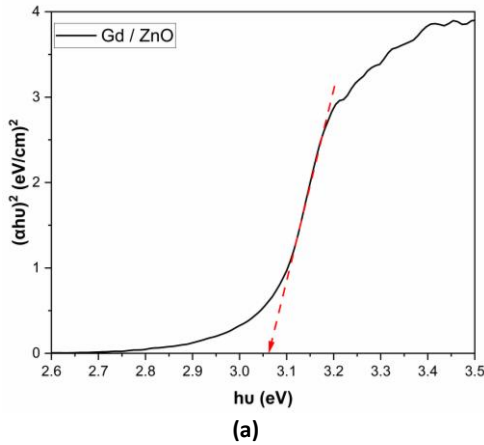
Şekil 3. Gd/ZnO nano tozlarına ait absorpsiyon spektrumu

Sentezlenen Gd/ZnO nanoparçacıklarına ait spektrumlar Kubelka-Munk fonksiyonu ile Tauc Plot'larına dönüştürülerek bant aralıkları aşağıdaki denklemle (4) hesaplanmıştır;

$$(ahv)^n = A(hv - E_g) \quad (4)$$

Burada, a absorpsiyon katsayısı, E_g optik bant aralığı, A bir sabit, h Planck sabiti, v titreşim frekansdır. Tauc Plot grafiklerinin doğrusal kısmının ekstrapolasyonu, bileşiklerin doğrudan ve dolaylı bant aralıklarını verir. İndirekt olarak izin verilen geçiş için $n = 1/2$, direkt izin verilen geçiş için $n = 2$ 'dir. (Obeid vd. 2019, Unal vd. 2020). UV-Vis absorpsiyon değerinden Tauc Plot ile hesaplanan (a) direkt ve (b) indirekt optik bant aralığı $(ahv)^2$ 'ye karşı E_g grafiği Şekil 4(a-b)'de gösterilmektedir. Eğrinin lineer kısmının ekstrapole edilmesi sonucunda optik bant genişliği (E_g)'nin, direkt izinli soğurma için 3.06 eV, indirekt izinli soğurma için 2.89 eV olarak hesaplanmıştır. Gd katkılı ZnO örneği literatürdeki

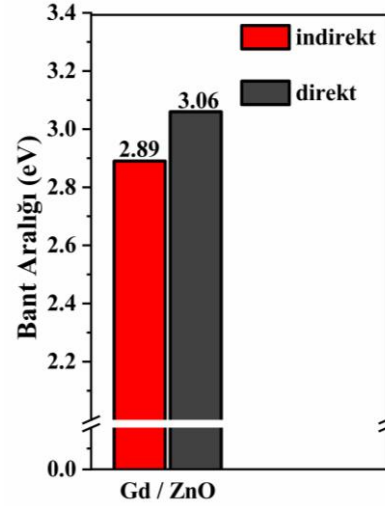
katkısız ZnO (3.14 eV) ile karşılaştırıldığında daha düşük bant aralığı değerine sahiptir (Katiyar vd. 2018). Bu durum Gd^{3+} iyonu ilavesi ile bant aralığının azaldığını göstermektedir. Bu da iletim bandının alt kısmında donör seviyesi oluşturur ve aynı zamanda elektriksel iletkenliğe de katkıda bulunur. Gd katkısı ile ZnO parçacığının azaltılmış bant aralığı, katkısız ZnO bant aralığı enerji seviyesi arasında sığ (orta) enerji seviyesinin oluşmasına bağlanmaktadır (Aggarwal vd. 2016). Gd katkılı ZnO parçacığının absorpsiyon zirvesinin kırmızıya kayması, kristal sistemin kusur yapısındaki değişikliklere veya ZnO parçacığının kristal sisteminde oluşturulan oksijen boşluklarına bağlanır (Selvaraj vd. 2019). Bir başka çalışmada kırmızıya kaymanın, Gd eklenmesiyle bant aralığı yapısına yeni enerji seviyelerinin eklenmesinin neden olduğu bildirilmiştir (Bharathi vd. 2020). Nanoyapılı malzemelerin direkt bant aralığı enerjisi genellikle kristalit boyutuyla birlikte artar (Selvaraj vd. 2019). Bu durum XRD sonuçlarında gözlenen Gd katkısının kristallenmedeki iyileşme ile uyumlu olduğunu gösterir.



Şekil 4. Gd/ZnO nanoparçacıklarına ait (a) direkt ve (b) indirekt için bant aralığını tahmin etmek için Tauc Plotları

Şekil 5'te direkt ve indirekt bant aralıkları bir arada verilmiştir. Gd/ZnO örneği, katkısız ZnO nanoparçacığına göre daha düşük bant aralığı değerine sahiptir (Katiyar vd.

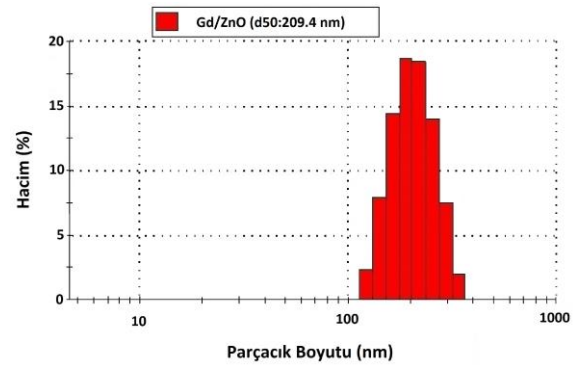
2018). Bu durumda Gd elementinin çinko oksidi sadece yüzeyde değil aynı zamanda ZnO kafesinde de katkıldığı söylenebilir. Sonuç olarak, ZnO örneğine %10 Gd konsantrasyonun ilavesi optik bant aralığını değiştirmiştir. UV çalışmalarından, Gd katkılı ZnO tozunun, saf ZnO tozuna kıyasla fotokatalitik aktivite sırasında daha fazla miktarda foton enerjisi topladığı bildirilmiştir (Selvaraj vd. 2019).



Şekil 5. Sentezlenen Gd/ZnO örneğine ait direkt ve indirekt optik bant aralıkları

3.4 Fiziksel özellikler

Şekil 6. Gd/ZnO örneğine ait parçacık boyutu dağılım analizini göstermektedir. Analiz sonuçları ortalama parçacık boyutlarının 209 nm civarında olduğunu göstermektedir. Parçacık boyutlarının SEM analizi ile uyumlu olduğu görülmektedir. Bazı boyutların daha büyük çıkması tozların topaklaşmasına atfedilebilir (Isik ve Gasanly 2019).



Şekil 6. Gd/ZnO örneği ne ait parçacık boyut dağılımı

4. Sonuçlar

Bu çalışmanın amacı Gd/ZnO tozlarının sol-jel yöntemiyle nanoboyutta sentezlenmesi, Gd katkısının yapısal, kimyasal/morfolojik, fiziksel ve optik özellikler üzerindeki

etkisini detaylı olarak incelemek ve yarıiletken teknolojisinde, özellikle de güneş pili uygulamalarında kullanılabilirliğini araştırmaktır. Sentezlenen Gd/ZnO nanoparçacıkların elektronik, yapısal ve optik özelliklerini araştırmak için çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılmıştır. Sol-jel yöntemiyle sentezlenen Gd/ZnO nanoparçacıklarının kristal özellikleri XRD aracılığıyla incelenmiştir. XRD yapısı Gd^{3+} katyonunun ZnO kafesine başarılı bir şekilde dahil edildiğini ve hekzagonal wurtzite yapısını doğruladığını göstermiştir. Ayrıca hekzagonal wurtzite yapısıyla ilişkili aynı kırınım zirvelerini sergilemekle birlikte kırınım piklerinin daha düşük açılara kaydığı görülmüştür. Pik yerlerindeki bu kayma, Gd^{3+} iyonlarının ZnO kristal örgüsü içine girdiğinin önemli bir göstergesidir. XRD analizi yoluyla malzemelerin mikrogerinim, kristalite boyutu ve dislokasyon yoğunluğu değerleri hesaplanmıştır. Buna göre Gd/ZnO nanoparçacığının 24.0654 nm kristalit boyutu elde edilirken, ortalama tane boyutu 209 nm, dislokasyon yoğunluğu $2.1 \times 10^{-3} \text{ nm}^{-2}$ ve mikro gerinim değeri 3.38×10^{-3} olarak elde edilmiştir. Hesaplamalar Gd/ZnO tozlarının kristalit boyutunun nano ölçekte olduğunu gösterdi. Sentezlenen Gd/ZnO örneğinin küresel benzeri yapılar olarak görünen morfolojilerini ortaya çıkarmak için SEM görüntüleri kullanılmıştır. Çinko okside Gd katkısı, bant aralığında değişiklikler meydana getirmiştir. UV absorpsiyon spektrumu bulguları, Gd/ZnO örneğindeki bant aralığının direkt ve indirekt olarak sırasıyla 3.06 eV ve 2.89 eV olduğu Tauc Plot'a göre hesaplanmıştır. Verilerden hesaplanan optik bant aralığı, bir önceki çalışmada verilen katkısız ZnO nanoparçacıkları için 3.14 eV olup, Gd/ZnO nanoparçacıklar için daha düşük bulunmuştur (Aydın Ünal vd. 2024). Bant aralığındaki bu azalma kırmızıya kaymaya doğru yöneldiğini göstermektedir. Bu kırmızıya kayma, Gd katkısıyla ZnO parçacığının bant aralığı içerisine yeni elektronik seviyelerin girdiğini gösterir ve dolayısıyla bant aralığını azaltır, elektriksel iletkenliği artırır. Ayrıca, oksijen boşlukları gibi çeşitli kusur türlerine de atfedilebilir (Poornaprakash vd. 2017, Gora vd. 2022). Bu sonuçlara göre, üretilen Gd/ZnO nanoparçacıkların yarıiletken teknolojisinde nanomalzeme olarak özellikle de güneş pillerinde kullanım alanı bulabileceği sonucuna varılmıştır.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazar tüm etik standartlara uyduklarını beyan eder.

Yazarlık Katkı Beyanı

Yazar: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak
Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarın bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edeceği hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

Teşekkür

Yazar, analiz desteği için Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne, Prof. Dr. Süleyman Özçelik ve Dr. Murat Ünal'a teşekkür eder.

5. Kaynaklar

- Aggarwal, N., Kaur, K., Vasisth, A., Verma, N.K., 2018. Synthesis and characterization of Gd-doped ZnO nanorods. *In AIP Conference Proceedings, AIP Publishing*, 2050, 1. <https://doi.org/10.1063/1.5083602>
- Aggarwal, N., Kaur, K., Vasishth, A., Verma, N.K., 2016. Structural, optical and magnetic properties of Gadolinium-doped ZnO nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **27**, 13006-13011. <https://doi.org/10.1007/s10854-016-5440-2>
- Agarwal, S., Jangir, L.K., Rathore, K.S., Kumar, M., Awasthi, K., 2019. Morphology-dependent structural and optical properties of ZnO nanostructures. *Applied Physics A*, **125**, 1-7. <https://doi.org/10.1007/s00339-019-2852-x>
- Aydın Ünal, F., Ünal, M., Ataşer, T., Özçelik, S., 2024. Synthesis, characterization, photocatalytic application of Gd/K co-doped ZnO. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, **21**, 349-357. <https://doi.org/10.1111/ijac.14517>
- Bahadur, H., Srivastava, A.K., Haranath, D., Chander, H., Basu, A., Samanta, S.B., Chandra, S., 2007. Nanostructured ZnO films by sol-gel process. *Indian Journal of Pure & Applied Physics*, **45**, 395-399.
- Baxter, J.B., Aydil, E.S., 2006. Dye-sensitized solarcells based on semiconductor morphologies with ZnO nanowires. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **90**, 607-622. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2005.05.010>
- Ben Chobba, M., Messaoud, M., Weththimuni, M.L., Bouaziz, J., Licchelli, M., De Leo, F., Urzi, C., 2019. Preparation and characterization of photocatalytic Gd-doped TiO₂ nanoparticles for water treatment. *Environmental Science and Pollution Research*, **26**, 32734-32745. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-04680-7>

- Bharathi, P., Mohan, M.K., Shalini, V., Harish, S., Navaneethan, M., Archana, J., Hayakawa, Y., 2020. Growth and influence of Gd doping on ZnO nanostructures for enhanced optical, structural properties and gas sensing applications. *Applied Surface Science*, **499**, 143857. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.143857>
- Carofiglio, M., Barui, S., Cauda, V., Laurenti, M., 2020. Doped zinc oxide nanoparticles: synthesis, characterization and potential use in nanomedicine. *Applied Sciences*, **10**, 5194. <https://doi.org/10.3390/app10155194>
- Chougale, A., Prasad, B., Salunkhe, S., Shinde, D., Kadam, V., Jagtap, C., 2023. Zinc oxide films deposited using the ultrasonic-assisted successive ionic layer adsorption and reaction method for dye sensitized solar cell applications. *ES Energy & Environment*, **21**, 943. <https://dx.doi.org/10.30919/ese943>
- Dakhel, A. A., El-Hilo, M., 2010. Ferromagnetic nanocrystalline Gd-doped ZnO powder synthesized by coprecipitation. *Journal of Applied Physics*, **107**, 123905. <https://doi.org/10.1063/1.3448026>
- Devi, P.G., Velu, A.S., 2016. Synthesis, structural and optical properties of pure ZnO and Co doped ZnO nanoparticles prepared by the co-precipitation method. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, **10**, 233-240. <https://doi.org/10.1007/s40094-016-0221-0>
- Dongol, M., El-Denglawey, A., Abd El Sadek, M.S., Yahia, I.S., 2015. Thermal annealing effect on the structural and the optical properties of Nano CdTe films. *Optik*, **126**, 1352-1357. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2015.04.048>
- Esakki, E.S., Vivek, P., Sundar, S.M., 2023. Influence on the efficiency of dye-sensitized solar cell using Cd doped ZnO via solvothermal method. *Inorganic Chemistry Communications*, **147**, 110213. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2022.110213>
- Gartner, M., Stroescu, H., Mitrea, D., Nicolescu, M., 2023. Various applications of ZnO thin films obtained by chemical routes in the last decade. *Molecules*, **28**, 4674. <https://doi.org/10.3390/molecules28124674>
- Gençyılmaz, O., Karakaya, S., Ferhunde, A.T.A.Y., Akyüz, İ., 2012. Co katkılı ZnO ince filmlerinin üretimi ve karakterizasyonu. *Balikesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **14**, 15-24.
- Geng, Y., Xie, Z.Y., Yang, W., Xu, S.S., Sun, Q.Q., Ding, S.J., Zhang, D.W., 2013. Structural, optical, and electrical properties of Hf-doped ZnO films deposited by atomic layer deposition. *Surface and Coatings Technology*, **232**, 41-45. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.04.050>
- Goel, S., Sinha, N., Yadav, H., Godara, S., Joseph, A. J., Kumar, B., 2017. Ferroelectric Gd-doped ZnO nanostructures: enhanced dielectric, ferroelectric and piezoelectric properties. *Materials Chemistry and Physics*, **202**, 56-64. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.08.067>
- Goktas, A., Modanlı, S., Tumbul, A., Kilic, A., 2022. Facile synthesis and characterization of ZnO, ZnO: Co, and ZnO/ZnO: Co nano rod-like homojunction thin films: Role of crystallite/grain size and microstrain in photocatalytic performance. *Journal of Alloys and Compounds*, **893**, 162334. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162334>
- Goktas, S. And Goktas, A., 2021. A comparative study on recent progress in efficient ZnO based nanocomposite and heterojunction photocatalysts: A review. *Journal of Alloys and Compounds*, **863**, 158734. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.158734>
- Gora, M.K., Kumar, A., Choudhary, B.L., Dolia, S.N., Kumar, S., Singhal, R.K., 2023. Electronic, structural and optical properties of Gd-doped ZnO powder synthesized by solid-state reaction method. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, **58**, 53-64. <https://doi.org/10.3329/bjsir.v58i1.63634>
- Gora, M.K., Kumar, A., Kumar, S., Maheshwari, P.K., Patidar, D., Dolia, S.N., Singhal, R.K., 2022. Electronic, optical and magnetic properties of Cu-doped ZnO, a possible system for eco-friendly and energy-efficient spintronic applications. *Environmental Science and Pollution Research*, **30**, 98632-98646. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-22767-6>
- Guetni, I., Belaiche, M., Ahmani Ferdi, C., Elansary, M., Bsoul, I., 2020. New investigation of nanosized co-doped Gd-Sm anatase TiO₂ structural, magnetic, optical, and first-principles study. *Applied Physics A*, **126**, 1-16. <https://doi.org/10.1007/s00339-020-03919-2>

- Ibupoto, Z.H., Khun, K., Eriksson, M., AlSalhi, M., Atif, M., Ansari, A., Willander, M., 2013. Hydrothermal growth of vertically aligned ZnO nanorods using a biocomposite seed layer of ZnO nanoparticles. *Materials*, **6**, 3584-3597.
<https://doi.org/10.3390/ma6083584>
- Isik, M. and Gasanly, N.M., 2019. Gd-doped ZnO nanoparticles: synthesis, structural and thermoluminescence properties. *Journal of Luminescence*, **207**, 220-225.
<https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2018.11.022>
- Kalam, A., Al-Sehemi, A. G., Ashrafuzzaman, M., Allami, S. A. S., Sharif, A. M., Yadav, P., Du, G., 2023. Synthesis of gadolinium doped ZnO nanomaterials using the modified-solvothermal method and studied the effect of gadolinium on the structural, morphological, and optical properties. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, **33**, 3076–3086.
<https://doi.org/10.1007/s10904-023-02745-2>
- Kant, N., and Singh, P., 2022. Review of next generation photovoltaic solar cell technology and comparative materialistic development. *Materials Today: Proceedings*, **56**, 3460-3470.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.116>
- Katiyar, A., Kumar, N., Srivastava, A., 2018. Optical properties of ZnO nanoparticles synthesized by co-precipitation method using LiOH. *Materials Today: Proceedings*, **5**, 9144-9147.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.10.034>
- Kayani, Z. N., Sahar, M., Riaz, S., Naseem, S., Saddiqe, Z., 2020. Enhanced magnetic, antibacterial and optical properties of Sm doped ZnO thin films: role of Sm doping. *Optical Materials*, **108**, 110457.
<https://doi.org/10.1016/j.optmat.2020.110457>
- Kim, K. H., Utashiro, K., Jin, Z., Abe, Y., Kawamura, M., 2013. Dye-sensitized solar cells with sol-gel solution processed Ga-doped ZnO passivation layer. *International Journal of Electrochemical Science*, **8**, 5183-5190.
[https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)14672-4](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)14672-4)
- Kurtaran, S., (2021). Kimyasal püskürtme tekniği ile üretilen PbS ince filmin karakterizasyonu. *Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, **8**, 770-777.
- Ma, X. and Wang, Z., 2012. The optical properties of rare earth Gd doped ZnO nanocrystals, *Materials Science in Semiconductor Processing*. **15**, 227-231.
<https://doi.org/10.1016/j.mssp.2011.05.013>
- Manikandan, A., Manikandan, E., Meenatchi, B., Vadivel, S., Jaganathan, S.K., Ladchumananandasivam, R., Aanand, J. S., 2017. Rare earth element (REE) lanthanum doped zinc oxide (La: ZnO) nanomaterials: synthesis structural optical and antibacterial studies. *Journal of Alloys and Compounds*, **723**, 1155-1161.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.336>
- Manikandan, B., Endo, T., Kaneko, S., Murali, K.R., John, R., (2018). Properties of sol gel synthesized ZnO nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **29**, 9474-9485.
<https://doi.org/10.1007/s10854-018-8981-8>
- Mavazzan, A., Kamble, R.R., Mendhe, A., Sankapal, B.R., Bayannavar, P.K., Madar, S.F., Nadoni, V.B., 2023. Synthesis of phenothiazine dyes featuring coumarin unit and CdS NWs as photoanodes for efficient dye-sensitized solar cells. *Physica B: Condensed Matter*, **668**, 415253.
<https://doi.org/10.1016/j.physb.2023.415253>
- Mazhdi, M., Tafreshi, M.J., 2018. The effects of gadolinium doping on the structural, morphological, optical, and photoluminescence properties of zinc oxide nanoparticles prepared by co-precipitation method. *Applied Physics A*, **124**, 1-8.
<https://doi.org/10.1007/s00339-018-2291-0>
- Mazhdi, M., Tafreshi, M.J., 2020. The investigation of scintillation properties of gadolinium doped zinc oxide nanoparticles for nuclear radiation detection. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **959**, 163604.
<https://doi.org/10.1016/j.nima.2020.163604>
- Muthu Kumaran, S., Gopalakrishnan, R., 2012. Structural, optical and photoluminescence properties of Zn_{1-x}Ce_xO (x = 0, 0.05 and 0.1) nanoparticles by sol-gel method annealed under Ar atmosphere, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **62**, 193–200.
<https://doi.org/10.1007/s10971-012-2708-8>
- Obeid, M.M., Jappor, H.R., Al-Marzoki, K., Al-Hydary, I.A., Edrees, S.J., Shukur, M.M., 2019. Unraveling the effect of Gd doping on the structural, optical, and magnetic properties of ZnO based diluted magnetic semiconductor nanorods. *RSC Advances*, **9**, 33207-33221.
<https://doi.org/10.1039/C9RA04750F>

- Poornaprakash, B., Chalapathi, U., Babu, S., Park, S.H., 2017. Structural, morphological, optical, and magnetic properties of Gd-doped and (Gd, Mn) co-doped ZnO nanoparticles. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, **93**, 111-115.
<https://doi.org/10.1016/j.physe.2017.06.007>
- Salih, A.T., Najim, A. A., Muhi, M.A., Gbashi, K.R., 2017. Single-material multilayer ZnS as anti-reflective coating for solar cell applications. *Optics Communications*, **388**, 84-89.
<https://doi.org/10.1016/j.optcom.2016.12.035>
- Satyavathi, K., Rao, M.S., Nagabhaskararao, Y., Cole, S., 2017. Synthesis, characterization of undoped and doped Zn₃(PO₄)₂ ZnO nanopowders by sol-gel method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **28**, 12226-12238.
<https://doi.org/10.1007/s10854-017-7038-8>
- Selvaraj, S., Mohan, M.K., Navaneethan, M., Ponnusamy, S., Muthamizhchelvan, C., 2019. Synthesis and photocatalytic activity of Gd doped ZnO nanoparticles for enhanced degradation of methylene blue under visible light. *Materials Science in Semiconductor Processing*, **103**, 104622.
<https://doi.org/10.1016/j.msssp.2019.104622>
- Shaat, S., Zayed, H., Musleh, H., Shurrab, N., Issa, A., Asad, J., Al Dahoudi, N., 2017. Inexpensive organic dyes-sensitized zinc oxide nanoparticles photoanode for solar cells devices. *Journal of Photonics for Energy*, **7**, 025504-025504.
<https://doi.org/10.1117/1.JPE.7.025504>
- Shabbir, A., Khan, Z.S., Pervaiz, H., Haseeb, H.M., 2023. Rare-earth ion-doped zinc oxide as a viable photoanode material for dye-sensitized solar cells: optoelectrical and wettability aspects. *Engineering Proceedings*, **46**, 19.
<https://doi.org/10.3390/engproc2023046019>
- Sharma, D.K., Shukla, S., Sharma, K.K., and Kumar, V., 2022. A review on ZnO: Fundamental properties and applications. *Materials Today: Proceedings*, **49**, 3028-3035.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.238>
- Solak, E.K., Irmak, E., 2023. Advances in organic photovoltaic cells: a comprehensive review of materials, technologies, and performance. *RSC Advances*, **13**, 12244-12269.
<https://doi.org/10.1039/D3RA01454A>
- Supin, K.K., PM, P.N., Vasundhara, M., 2023. Enhanced photocatalytic activity in ZnO nanoparticles developed using novel *Lepidagathis ananthapuramensis* leaf extract. *RSC Advances*, **13**, 1497-1515.
<https://doi.org/10.1039/D2RA06967A>
- Toma, M., Selyshchev, O., Havryliuk, Y., Pop, A., Zahn, D.R., 2022. Optical and structural characteristics of rare earth-doped ZnO nanocrystals prepared in colloidal solution. *Photochem*, **2**, 515-527.
<https://doi.org/10.3390/photochem2030036>
- Tyona, M.D., Osujia, R.U., Ezema, F.I., 2013. A review of zinc oxide photoanode films for dye-sensitized solar cells based on zinc oxide nanostructures. *Advances in Nano Research*, **1**, 43.
<https://doi.org/10.12989/anr.2013.1.1.043>
- Unal, F.A., Ok, S., Unal, M., Topal, S., Cellat, K., Şen, F., 2020. Synthesis, characterization, and application of transition metals (Ni, Zr, and Fe) doped TiO₂ photoelectrodes for dye-sensitized solar cells. *Journal of Molecular Liquids*, **299**, 112177.
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.112177>
- Yathisha, R.O., Arthoba Nayaka, Y., Manjunatha, P., Purushothama, H.T., Vinay, M.M., Basavarajappa, K. V., 2019. Study on the effect of Zn²⁺ doping on optical and electrical properties of CuO nanoparticles, *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, **108**, 257-268.
<https://doi.org/10.1016/j.physe.2018.12.021>
- Zhao, Z., Morel, D.L. and Ferekides, C.S., 2002. Electrical and optical properties of thin-doped CdO films deposited by atmospheric metalorganic chemical vapour deposition, *Thin Solid Films*, **413**, 203-211.
[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(02\)00344-9](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(02)00344-9)

Polipropilen/Haşhaş Sapı (Papaver Somniferum) Polimer Kompozitinin Fiziksel Özelliklerine MAPP'nin Etkisi

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 26.10.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Effect of MAPP on the Physical Properties of Polypropylene/Poppy Stalks (Papaver Somniferum) Polymer Composite

Münir TAŞDEMİR^{1*}, Gizem KARADİREK²

¹ Marmara Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, İstanbul, Türkiye

² Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, İstanbul, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Bu çalışmada; NAFILlean-PF2 555 (%20 kenevir katkı PP) ticari ismi ile üretilen polipropilene (PP), %20 oranında haşhaş sapları (HH) katılarak bir polimer kompoziti üretilmiştir. Polipropilen ve haşhaş sapları arasındaki arayüzey yapışmasını sağlamak için uyumlaştırıcı olarak maleik anhidrit aşıllı polipropilen (MAPP), %5-10 ve 15 oranlarında katılarak çift vidalı ekstruderde karıştırılmış ve granül haline getirilmiştir. Ekstrüzyon makinesinde elde edilen granüller kurutulmuş ve enjeksiyon makinesinde standartlara uygun olacak şekilde test numuneleri basılmıştır. Elde edilen polimer kompozitinin fiziksel özelliklerinin belirlenmesi için yoğunluk, erime akış indeksi, nem emme miktarı, vicat yumuşama sıcaklığı ve ısı çarpılma sıcaklığı (HDT) testleri yapılmıştır. Ayrıca kenevir ve haşhaş saplarının matris içerisindeki dağılımları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile belirlenmiştir. Analizler sonucunda %20 kenevir katkı PP (NAFILlean-PF2 555) içerisinde haşhaş ve MAPP ilavesiyle; yoğunluk, erime akış indeksi, nem emme miktarı, vicat yumuşama sıcaklığı ve ısı çarpılma sıcaklığı değerlerinin nasıl değiştiği belirlenmiştir. SEM inceleme sonucu kenevir ve haşhaş partiküllerinin homojen olarak dağıldığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polipropilen; Kenevir; Haşhaş sapı; Fiziksel özellikler; Kompozit malzeme.

Abstract

In this study; A polymer composite was produced by adding 20% poppy stalks to the polypropylene (PP) produced under the trade name NAFILlean-PF2 555 (20% hemp added PP). To ensure the adhesion of polypropylene and poppy stalks, maleic anhydride grafted polypropylene (MAPP) was added as a compatibility agent at the rates of 5-10 and 15%, mixed in a twin-screw extruder and turned into granules. The granules obtained in the extrusion machine were dried and test samples were molded in the injection molding machine in accordance with the standards. Density, melt flow index, moisture absorption amount, vicat softening temperature and thermal distortion temperature (HDT) tests were carried out to determine the physical properties of the obtained polymer composite. In addition, the distribution of hemp and poppy stalks in the matrix was determined by scanning electron microscopy (SEM). As a result of the analysis, with the addition of poppy and MAPP in 20% hemp-containing PP (NAFILlean-PF2 555); It was determined how the density, melt flow index, moisture absorption amount, vicat softening temperature and thermal distortion temperature values changed. As a result of SEM examination, it was determined that hemp and poppy particles were distributed homogeneously

Keywords: Polypropylene; Hemp; Poppy Stalk; Physically properties; Composite material

1. Giriş

Son yıllarda çevreyi koruma bilincinin artması ile plastik malzemelerde doğal elyaf kullanımı yaygınlaşmıştır. Bilim insanları ve mühendisler otomotiv sektöründe kullanılan doğal elyaf katkı polimer kompozit malzemeden üretilen parçalar üzerine yoğun bir şekilde çalışmaktadır. Selülozik bazlı bu doğal elyafların polimere katılma nedenleri arasında; ses absorpsiyonu, yenilenebilir kaynak olması ve çevre dostu olması sayılabilir. Bunlara ek olarak hafif olmaları nedeniyle yakıt verimliliği sağlaması da önem arz etmektedir (Samuel vd. 2012). Birden fazla maddenin bir araya getirilmesiyle elde edilen malzemeye kompozit

malzeme denir. Bunlar karışık ve çok farklı özelliklere sahiptirler. Kompozit malzemeleri oluşturan maddeler birbiri içerisinde çözünmeyen ve yeni bir bileşik oluşturmayan malzemelerdir. Sentetik elyaflar yenilenebilir olmayan ve pahalı elyaflardır. Bu nedenle takviye olarak doğal liflerin kullanılması kompozit malzemenin maliyetini düşüreceğinden tercih sebebidir. Fakat bu elyafların matris ile uyumunu sağlamak için yüzey işlemi gerekmektedir (Mathur vd. 2021). Keten, pamuk, kenevir ve ahşap türü doğal lignoselülozik lifler yenilenebilir, tamamen veya kısmen geri dönüştürülebilir ve biyolojik olarak parçalanabilir yapıdadır (Gümüş vd. 2019, Alam vd. 2009, Aslan vd. 2022).

Haşhaş (papaver somniferum) L., Rhoeadales grubunun Papaveraceae ailesindedir. Bu aile de Papaver cinsi içerisinde yer almaktadır. Latince Papaver gelincik anlamına gelmektedir. Somniferum ise rüya görmek anlamına gelmektedir. Haşhaş; tarlalarda, kırlarda kendiliğinden yetişen gelincikle akrabadır (İnt. Kyn 1). Haşhaş çeşitli yetiştirme tekniklerine göre boyları 30-180 cm arası olabilmektedir. Haşhaş bitkisinin tüsüz sap kısmı ve dalları vardır. Bu düz saplar gri-yeşil bir mumsu tabakayla kaplıdır. Literatür incelemelerinde bazı selülozik bazlı elyaflar ile yapılan birtakım çalışmalara baktığımızda; Tholiya ve Deshmukh (Tholiya ve Deshmukh 2021) yapmış oldukları bir çalışmada kenevir katkılı polimerlerde kullanılan endüstriyel kenevirin oranı, kenevire uygulanan kimyasal işlem veya nem içeriğinin düşürülmesi polimer kompozitinin mekanik özellikleri üzerinde olumlu etki yaptığını rapor etmişlerdir. Bhoopathi ve arkadaşları (Bhoopathi vd. 2014) yapmış oldukları bir çalışmada epoksi reçinesi içerisine el yatırma yöntemi ile cam, muz ve kenevir elyaf ilave edip bir polimer kompoziti üretmişlerdir. Yapmış oldukları testler sonucunda kompozitin çekme mukavemeti, eğilme mukavemeti ve darbe mukavemeti değerlerinde artış tespit etmişlerdir. Andrzejewski ve arkadaşlarının (Andrzejewski vd. 2019) yapmış oldukları bir çalışmada ise polipropilen içerisine karabuğday kabuğu ve odun tozu katarak bir polimer kompoziti üretmişlerdir. Polimer kompozitindeki karabuğday kabuğu ve odun tozu oranının artışıyla modül değerinin yükseldiği fakat uzama miktarı ve darbe değerlerinin ise azaldığını tespit etmişlerdir. Keskin ve arkadaşlarının (Keskin vd. 2015) yapmış oldukları bir çalışmada üre formaldehit reçinesi içerisine haşhaş sapı ve çam ağacı tozu ekleyerek ahşap bazlı yonga levhalar üretmişler ve çeşitli özelliklerini incelemişlerdir. Testler sonucunda üre formaldehit içerisine haşhaş sapı ve çam ağacı tozu ilavesiyle oksijen indeks değerinin düştüğünü ve modül değerinin yükseldiğini tespit etmişlerdir. Gümüş ve arkadaşlarının (Gümüş vd. 2022) yapmış oldukları bir çalışmada HDPE içerisine enginar yaprağı tozu katarak bir polimer kompoziti elde etmişler ve bu kompozitin dinamik mekanik, morfolojik ve ısıl özelliklerini incelemişlerdir.

Bu çalışmada; NAFILean-PF2 555 (%20 kenevir katkılı PP) ticari ismi ile üretilen polipropilene Afyonkarahisar/Sinanpaşa ilçesinden toplanılan haşhaş sapları (HH) %20 oranında katılmıştır. Bu bölgede devlet denetimi ile üretilen haşhaşlar toplandıktan sonra sap kısımları atık olarak kalmaktadır. Doğal bir malzeme olan bu sap kısımlarının işlenerek polimerlerde takviye malzemesi olarak kullanılabilirliğinin araştırılması bu çalışmanın temel nedenleri arasındadır. Bu çalışmada

kullanılan NAFILean-PF2 555 ticari isimli PP'nin içerisinde yapısı gereği %20 oranında kenevir vardır. Bu çalışmada %20 haşhaş sapları eklenerek selüloz bazlı ürün oranı toplamda %40'a çıkarılmıştır. Yani polimer hammadde kullanımı %40 oranında düşürülmüştür. Ekonomik olarak bu seviyenin önemi büyüktür. Uyumlaştırıcı olarak kullanılan MAPP ise % 5-10 ve 15 oranlarında katılarak çift vidalı ekstruderde karıştırılmış ve granül halinde üretilmiştir. Yapılan literatür araştırmaları sonucunda uyumlaştırıcı olarak MAPP kullanımı arayüzeyde daha iyi yapışmanın olduğunu göstermiştir. Elde edilen polimer kompozitinin yoğunluk, erime akış indeksi, nem emme miktarı, ısıl çarpılma sıcaklığı ve vicat yumuşama sıcaklığı değerlerine haşhaş saplarının ve MAPP'nin etkisi incelenmiştir. Bunların dışında SEM analizi yapılarak haşhaş ve kenevir partiküllerinin dağılımları belirlenmiştir.

2. Materyal ve Metot / Materials and Methods

2.1 Kullanılan Malzemeler

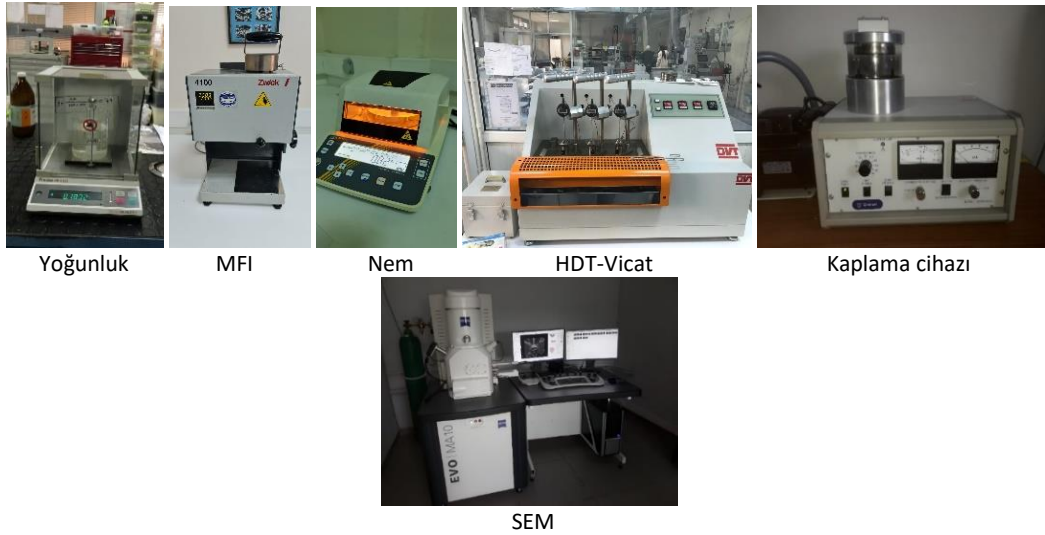
PP içerisine farklı oranlarda katılan haşhaş ve MAPP ile beş farklı grup üretilmiştir. Çizelge 2.1' de bu kompozitin oranları verilmiştir. Bu çalışmada kullanılan PP Automotive Performance Materials (Dijon/Fransa) firmasının NAFILean-PF2 555 (%20 kenevir katkılı) ticari koduyla ürettiği ürünü kullanılmıştır. PP'nin MFI değeri (190°C/5 kg) 11,6 gr 10-1 dk'dır. Yoğunluğu 0,98 g/cm³, elastiklik modül değeri 2650 MPa, Izod darbe mukavemeti değeri ise 7,5 kJ/m² ve ısıl çarpılma sıcaklığı (HDT) değeri 72 oC'dir. Haşhaş partiküllerinin polipropilen matrise yapışmasını sağlamak amacıyla katılan maleik anhidrit aşılı polipropilenin ticari ismi Bondyram 1001 CN'dir. Bu ürün Polyram Plastic Industries LTD şirketinden temin edilmiştir. Maleik anhidrit oranı %1'dir. Yoğunluğu 0,90 g/cm³, MFI değeri 100 gr 10-1 dak (190 oC-2,16 kg) ve erime sıcaklığı ise 160 oC'dir. Haşhaş sapları Afyonkarahisar Sinanpaşa ilçesinden temin edilmiştir. Haşhaş tozlarının partikül büyüklükleri 1mm-38µ aralığındadır.

2.2 Numunelerin Hazırlanması

Haşhaş sapları önce Şekil 1'de verilen markasız öğütücüde öğütülmüştür. Daha sonra Akyol marka öğütücüde ince olarak öğütülmüştür. Polipropilen, haşhaş sapı ve MAPP elektro.mag M1071P tipi kurutma fırınında 105°C' de 24 saat boyunca kurutulmuştur. Bir sonraki aşamada tüm ürünler V-Tipi karıştırıcıda (Devotrans marka) onbeş dakika süresince karıştırılmıştır. Eriyik karışımları çift vidalı ekstruderde gerçekleştirilmiştir. Ekstrüzyonda basınç 40-55 bar arasındadır. Devir 70 dev/dk olarak alınmış ve sıcaklıklar ise 180-210oC arasındadır.

Çizelge 2.1 PP/HH/MAPP polimer kompozitinin karışım oranları (ağırlıkça)

Grup	PP(%) (%20 hemp)	Haşhaş (papaver somniferum) sapı (%)	MAPP (%)
1	100	-	-
2	80	20	-
3	75	20	5
4	70	20	10
5	65	20	15



Ekstrüzyon işleminden sonra numuneler 24 saat boyunca 105 oC' de kurutma fırınında kurutulmuştur. Daha sonra test numuneleri enjeksiyon makinesinde basılmıştır. Enjeksiyon sıcaklığı 180-210oC, enjeksiyon basıncı 750 bar ve vida hızı 40 dev/dk'dır. Aşağıda Şekil 1'de haşhaş sapsarlarının öğütme aşamaları ve Şekil 2'de ise PP/HH/MAPP polimer kompozitinin numune kalıplama aşamaları verilmiştir.

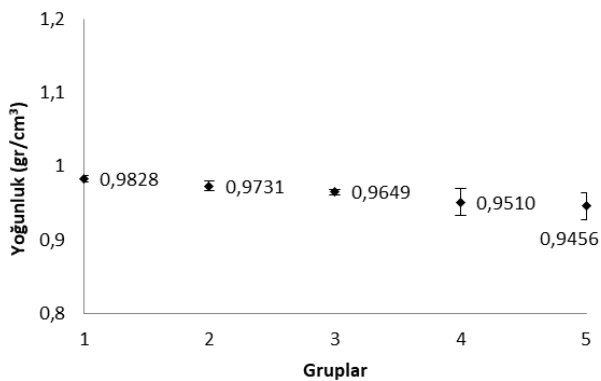
2.3 Test yöntemleri

Yoğunluk testi ISO 2781 test standardına göre üç adet numunenin ortalaması alınarak yapılmıştır. Isı altında davranışları belirlemek için HDT ve Vicat testleri sırayla ISO 75 (120°C ısıtma hızı) ve ISO 306 standartlarına göre Devotrans marka test cihazında üç adet numunenin ortalaması alınarak yapılmıştır. Erime akış indeksi testleri

Zwick marka test cihazında ISO 1133 standardına göre yapılmıştır. Nem ölçümleri ASTM D 6980 standardında göre yapılmış olup üç adet numune ortalaması verilmiştir. SEM fotoğrafları darbe testi numunelerinin kırık yüzeylerinden çekilmiştir. SEM numunelerinin yüzeyleri Quorum sc 7620 marka kaplama cihazında altın/paladyum alaşımı ile kaplanmıştır. 180 sn kaplama süresi ve 20 mA elektrik akımı uygulanmıştır. Numunelerden SEM fotoğrafları 10 kV altında Zeiss EVO MA 10 marka cihaz ile çekilmiştir. Bu çalışmada kullanılan test cihazları Şekil 3'de verilmiştir.

3. Bulgular

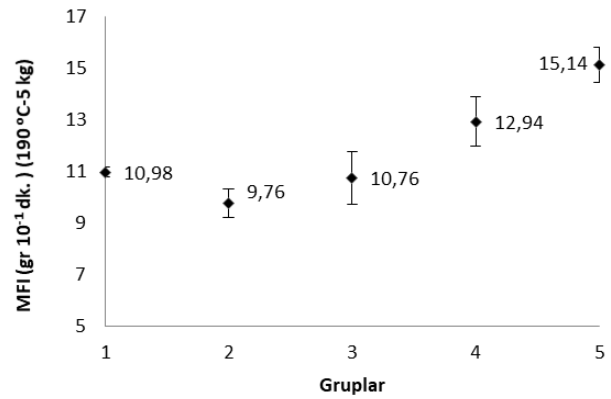
%20 kenevir katkılı Polipropilen içerisinde haşhaş sapı ve maleik anhidrid aşıllı polipropilen ilavesi ile oluşturulan polimer kompozitine uygulanan yoğunluk testi sonucu elde edilen değerler Şekil 4'de verilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi polipropilenin yoğunluk değeri 0,9828 g/cm³tür. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ilavesi ile bu değer 0,9731 g/cm³e düştüğü görülmektedir. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ve %5 MAPP ilavesinde değerin 0,9649 g/cm³e düştüğü ve %10 MAPP ilavesinde ise 0,9510 g/cm³e düştüğü görülmektedir. %15 MAPP ilavesinde ise değer bir miktar daha düşerek 0,9456 g/cm³ değerine gelmiştir. Bu sonuçlar neticesinde kompozit içerisine haşhaş sapının ilavesi ve MAPP oranının artmasıyla yoğunluk değerinin düştüğü tespit edilmiştir. MAPP'nin ve haşhaş sapının yoğunluk değerlerinin polipropilenden düşük olması bu sonucu ortaya çıkarmıştır.



Şekil 4. PP/HH/MAPP polimer kompozitinin yoğunluk değerleri

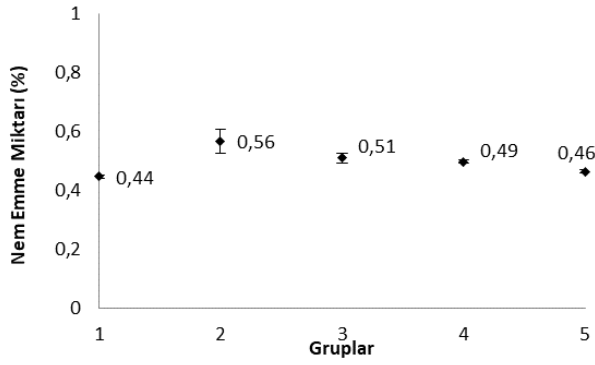
Erime akış indeksi değerleri, molekül ağırlığı ile doğrudan ilişkilidir. MFI değerlerine göre plastiğin ne kadar sürede işleneceği belirlenmektedir. Düşük MFI değerine sahip numuneler zor aktıkları için kalıbı daha zor doldurmaktadırlar (Taşdemir ve Şen 2022). Şekil 5'de PP/HH/MAPP polimer kompozitinin erime akış indeksi (MFI) değerleri verilmiştir. Bu test 190 °C ve 5 kg yük

altında yapılmıştır. Şekilden de anlaşıldığı gibi polipropilenin MFI değerinin 10,98 gr 10⁻¹ dk. olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ilavesi ile bu değer 9,76 gr 10⁻¹ dk.'ya düştüğü görülmektedir. Matris içerisinde zor akan yani akışkan olmayan haşhaş ilavesi bu düşüşü sağlamıştır. Korkmaz ve arkadaşları (Korkmaz vd. 2018), Aka ve arkadaşları (Aka vd. 2019), Sırtıkara ve arkadaşları (Sırtıkara vd. 2019), Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş vd. 2019) yapmış oldukları çalışmalarda da benzer sonuçları bulmuşlardır. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ve %5 MAPP ilavesinde değerin bir miktar artarak 10,76 gr 10⁻¹ dk.'ya çıktığı görülmektedir. % 10 MAPP ilavesinde ise MFI değeri 12,94 gr 10⁻¹ dk.'ya ve %15 MAPP ilavesinde de 15,14 gr 10⁻¹ dk.'ya çıktığı anlaşılmaktadır. Bu sonuçlar neticesinde kompozit içerisindeki MAPP oranının artmasıyla MFI değerinin arttığı tespit edilmiştir. MAPP'nin MFI değerinin polipropilenden yüksek olması bu sonucu ortaya çıkarmıştır.



Şekil 5. PP/HH/MAPP polimer kompozitinin erime akış indeksi değerleri

Şekil 6'da PP/HH/MAPP polimer kompozitinin nem emme değerleri verilmiştir. Şekilde polipropilenin nem emme değerinin %0,44 olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %20 oranında haşhaş sapı ilavesi ile bu değer %0,56'ya çıkmıştır. Selülozik bazlı haşhaşın polar karakterde olması daha çok nem çekmesini sağlamaktadır. Banat (Banat 2019) yapmış olduğu bir çalışmada HDPE içerisine kattıkları zeytin çekirdeği tozlarının miktarının artmasıyla su emme değerinin yükseldiğini belirlemiştir. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ve %5 MAPP ilavesinde değerin bir miktar düşerek % 0,51'e indiği görülmektedir. %10 MAPP ilavesinde ise nem emme değeri %0,49'a ve % 15 MAPP ilavesinde de %0,46'ya düştüğü anlaşılmaktadır. Bu sonuçlar neticesinde kompozit içerisine selüloz bazlı ve nem çekme özelliği biraz fazla olan haşhaş ilavesiyle nem değerinde yükselme olmuş buna karşılık haşhaşa nazaran daha az nem çekme özelliğine sahip MAPP oranının artmasıyla nem emme değerinin düştüğü tespit edilmiştir.

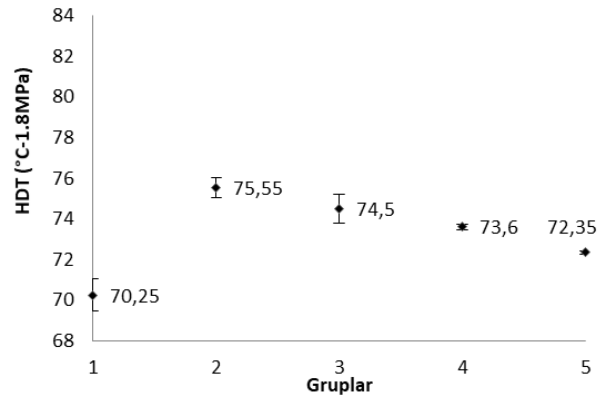


Şekil 6. PP/HH/MAPP polimer kompozitinin erime akış indeksi değerleri

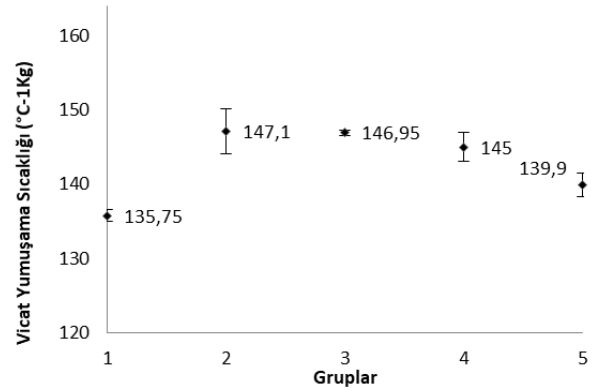
HDT değeri özellikle otomotiv sektöründe kullanılan plastikler için önem arz etmektedir. Sıcaklık arttığında plastik malzemede oluşan deformasyon problemlere sebebiyet vermektedir. HDT değeri malzemenin türüne, kristalizasyon oranına, ilave edilen takviye veya dolgu malzemelerinin türüne ve oranına çok bağlıdır (Kusumaningrum vd. 2018). Bunların dışında fiberin boyu ve çapı da HDT değeri için önemlidir (Morreale vd. 2008). Şekil 7'de PP/HH/MAPP polimer kompozitinin ısı çarpılma sıcaklığı (HDT) değerleri verilmiştir. Şekilde polipropilenin HDT değerinin 70,25 °C olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %20 oranında haşhaş sapı ilavesi ile bu değer 75,55 °C çıkmıştır. HH ilavesiyle malzeme sertleştiğinden HDT değerinde artış olmuştur. Kompozitin içerisine yumuşak bir polimer olan MAPP ilavesi ile sertlik bir miktar azaldığından HDT değerlerinde düşüş tespit edilmiştir. Korkmaz ve arkadaşları (Korkmaz vd. 2018), Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş vd. 2019), Sirtıkara ve arkadaşları (Sirtıkara vd. 2019), ve Taşdemir ve Kaştan (Taşdemir ve Kaştan 2021) çalışmalarında ısı çarpılma sıcaklığı değerinin kompozite katılan selülozik katkı ile arttığını belirlemişlerdir. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ve %5 MAPP ilavesinde değer bir miktar düşerek 74,50 °C'ye indiği görülmektedir. %10 MAPP ilavesinde ise ısı çarpılma sıcaklığı değeri 73,60 °C ve %15 MAPP ilavesinde de 72,35 °C'ye düştüğü anlaşılmaktadır. Bu sonuçlar neticesinde kompozit içerisine selüloz bazlı haşhaş ilavesiyle HDT değerinde yükselme olmuş buna karşılık elastomer karakterde ve nispeten yumuşak bir malzeme olan MAPP oranının artmasıyla HDT değerinin düştüğü tespit edilmiştir. Huda ve arkadaşları (Huda vd. 2008) yapmış oldukları bir çalışmada PLA içerisine kattıkları %40 oranındaki Kenaf liflerinin HDT değerini iki kat artırdığını bunun sebebinin ise kristalizasyon sürecinde oluşan spherulitlerden kaynaklandığını rapor etmişlerdir.

Şekil 8'de PP/HH/MAPP polimer kompozitinin Vicat yumuşama sıcaklığı değerleri verilmiştir. Şekilde polipropilenin Vicat değerinin 135,75 °C olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %20 oranında haşhaş sapı ilavesi ile bu değer 147,1 °C çıkmıştır. HH ilavesiyle

kompozit sertleştiğinden vicat yumuşama değeri artmıştır. Kompozit içerisine %20 haşhaş sapı ve %5 MAPP ilavesinde değer bir miktar düşerek 146,95 °C'ye indiği görülmektedir. %10 MAPP ilavesinde ise Vicat yumuşama sıcaklığı değeri 145 °C ve %15 MAPP ilavesinde de 139,9 °C'ye düştüğü anlaşılmaktadır. Bu sonuçlar neticesinde kompozit içerisine selüloz bazlı haşhaş ilavesiyle Vicat yumuşama sıcaklığı değerinde yükselme olmuş buna karşılık MAPP oranının artmasıyla Vicat değerinin düştüğü tespit edilmiştir. Kompozitin içerisine yumuşak bir polimer olan MAPP ilavesi ile sertlik azaldığından Vicat yumuşama sıcaklığı değerlerinde düşüş tespit edilmiştir.

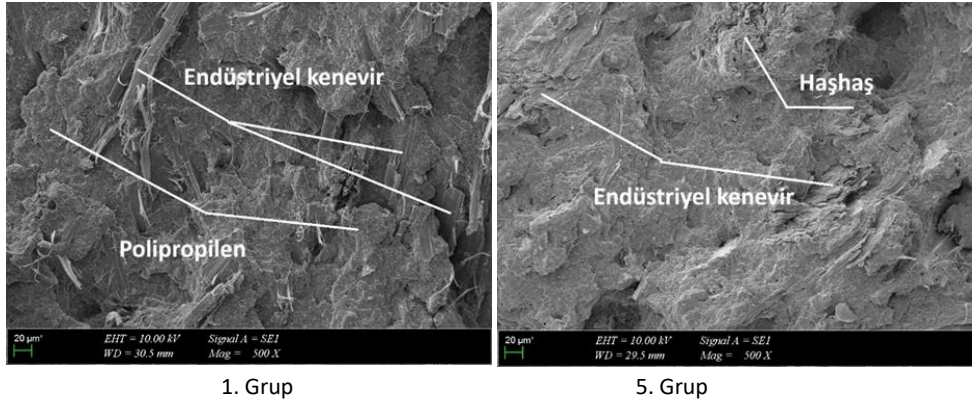


Şekil 7. PP/HH/MAPP polimer kompozitinin ısı çarpılma sıcaklığı değerleri



Şekil 8. PP/HH/MAPP polimer kompozitinin vicat yumuşama sıcaklığı değerleri

PP/HH/MAPP polimer kompozitinin mikroyapı fotoğrafları Şekil 9'da görülmektedir. SEM fotoğraflarında PP matrisi, kenevir ve haşhaş partikülleri net olarak gözükmemektedir. Polipropilen matris içerisnde kenevir ve haşhaş homojen olarak dağılmış ve topaklaşmaya uğramadığı görülmektedir. Hem haşhaş hem de kenevir lifleri, polipropilen matrisi içerisine iyi tutunduğu, yerlerinden çıkmadığı yani MAPP'nin ilavesi ile ara yüzeyde yapışmanın olduğu anlaşılmaktadır. Zhang ve arkadaşlarının (Zhang vd. 2011) yapmış oldukları çalışmada Polipropilen ile selüloz arasındaki arayüzey yapışması MAPP ve metil akrilik asit glisidil ester aşılı polipropilen kullanarak sağlamışlardır.



Şekil 9. PP/HH/MAPP polimer kompozitinin mikroyapı fotoğrafları

4. Sonuçlar ve Tartışma / Conclusions

Ekolojik ve ekonomik büyüme açısından tarımsal atıkların polimerlerde dolgu olarak değerlendirilmesi çok büyük önem arz etmektedir. Otomotiv, inşaat ve ambalaj gibi birçok sektörde kullanılmakta olan polimer kompozitlerinin geliştirilmesi bu çalışmanın ana amacını oluşturmuştur. Bu çalışmada ticari olarak üretilen %20 kenevir katkılı polipropilen içerisine atık olan haşhaş bitkisinin sapları öğütülerek katılmıştır. Polipropilen ve haşhaş partikülleri arasındaki uyumluluğu sağlamak için de kompozitin içerisine değişik oranlarda MAPP eklenmiştir. Elde edilen polimer kompozitinin yoğunluk, erime akış indeksi, nem emme miktarı, ısı çarpılma sıcaklığı ve vicat yumuşama sıcaklığı değerleri belirlenmiştir. Bunlara ek olarak mikroyapı görüntüleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; PP/HH/MAPP polimer kompozitinde sadece %20 oranında haşhaş ilavesiyle yoğunluk ve erime akış indeksi değerlerinde düştüğü buna karşılık nem emme miktarı, ısı çarpılma sıcaklığı ve vicat yumuşama sıcaklığı değerleri ise arttığı tespit edilmiştir.

Kompozitin içerisine MAPP ilavesiyle yukarıda bahsedilen değerlerde bazı değişimler gözlemlenmiştir. Örneğin kompozitteki MAPP oranının %5 ve 15 oranında artmasıyla yoğunluk, nem emme miktarı, ısı çarpılma sıcaklığı ve vicat yumuşama sıcaklığı değerlerinde düşme buna karşılık erime akış indeksi değerinde bir artış tespit edilmiştir. Bu değişimler MAPP'nin elastomerik yapısından kaynaklanmaktadır. SEM fotoğraflarından da anlaşıldığı gibi kenevir ve haşhaş partikülleri matris içerisinde homojen olarak dağılmışlardır. MAPP kullanımı ara yüzeyde yapışmanın artmasını sağlamıştır. Haşhaş saplarının ilavesi ile %20 daha az polimer kullanımı sağlanmış olup ölçülen değerlerde ciddi bir düşüş tespit edilmemiştir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazar Katkı Beyanı

Münir Taşdemir: Malzeme temini, literatür araştırması, deneylerin yapılması ve makale yazımı

Gizem Karadirek: Malzeme temini, literatür araştırması, deneylerin yapılması ve makale yazımı

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

5. Kaynaklar / References

- Alam, M.M., Ahmed, T., Haaque, M.M., Gafur, M.A., and Kabir, A.H., 2009. Mechanical properties of natural fiber containing polymer composites, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, **48(1)**, 110-113. <https://doi.org/10.1155/2022/1458547>
- Aka, A., Tekerek, A.Y., Güler, G., and Taşdemir, M., 2019. High density polyethylene/uncarbonized and carbonized waste corn husk polymer composites: physical and wear behaviors. 35th International conference of the polymer processing society, İzmir/Türkiye.
- Andrzejewski, J., Barczewski, M., and Szostak, M., 2019. Injection molding of highly filled polypropylene-based biocomposites. Buckwheat husk and wood flour filler: A comparison of agricultural and wood industry waste utilization, *Polymers*, **11(11)**, 1881. <https://doi.org/10.3390/polym11111881>
- Aslan, Y., Albrechtsen, Y., and Taşdemir, M., 2022. The Effect of foaming on mechanical and morphological properties of polypropylene, *Bitlis Eren University Journal of Science*, **11(3)**, 784-790. <https://doi.org/10.17798/bitlisfen.1097813>

- Banat, R., 2019. Olive pomace flour as potential organic filler in composite materials: A brief review. *American Journal of Polymer Science*, **9** (1), 10-15.
<https://doi.org/10.5923/j.ajps.20190901.02>
- Bhoopathi, R., Ramesh, M., and Deepa, C., 2014. Fabrication and property evaluation of banana hemp-glass fiber reinforced composites, *Procedia Eng.*, **97**, 2032–2041.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.12.446>
- Gümüş, B.E., Yağcı, Ö., Erdogan, C.D., and Taşdemir, M., 2019. Dynamical mechanical properties of polypropylene composites filled with olive pit particles, *Journal of Testing and Evaluation*, **47**(4).
<https://doi.org/10.1520/JTE20180198>
- Gümüş, B.E., Yağcı, Ö., and Taşdemir, M., 2022. High-density polyethylene/artichoke leaf powder polymer composites: dynamic mechanical, morphological and thermal properties, *Iranian Polymer Journal*, **31**, 787-797.
<https://doi.org/10.1007/s13726-022-01031-1>
- Huda, M.S., Drzal, L.T., Mohanty, A.K., and Misra, M., 2008. Effect of fiber surface treatments on the properties of laminated biocomposites from PLA and kenaf fiber, *Composites Science and Technology*, **68**, 424-432.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.06.022>
- Keskin, H., Küçüktüvek, M., and Guru, M., 2015. The potential of poppy (papaver somniferum linnaeus) husk for manufacturing wood-based particleboards, *Construction and Building Materials*, **95**, 224-231.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.160>
- Korkmaz, B., Özhan, A., Peksanlı, A., Tepeyurt, G.N., and Taşdemir, M., 2018. Investigation on physical and mechanical properties of high density polyethylene/artichoke leaf powder polymer composites. International conference on physical chemistry and functional materials, Fırat University, Elazığ-Türkiye, 136-140.
- Kusumaningrum, W.B., and Munuwar, S.S. 2018. Heat deflection temperature (HDT) of polypropylene composite reinforced cellulose microfibrils of oil palm empty fruit bunch and frond, *Wood Research Journal*, **9**(1), 8-14.
<https://doi.org/10.51850/wrj.2018.9.1.8-14>
- Mathur, N.M., Bairwa, K.N., and Raj Kumar, R., 2021. A literature review on composite material and scope of sugar cane bagasse. *Int. Journal of Industrial Engineering Research Development*, **5**(4), 125–133.
- Morreale, M., Scaffaro, R., Maio, A., and La Mantia, F.P., 2008. Effect of adding wood flour to the physical properties of biodegradable polymer, *Composites Part A*, **39**, 503-513.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.12.002>
- Samuel, O.D., Agbo, S., and Adekanye, T.A., 2012. Assessing mechanical properties of natural fibre reinforced composites for engineering applications. *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, **11**(8), 780–784.
- Sırtıkara, M., Teke, Z., Şahin, K.A., and Taşdemir, M., 2019. Investigation of the effects of carbonized and uncarbonized orange peel powder on the physical properties of polypropylene. The international conference on materials science, mechanical and automotive engineering and technology, Nevşehir/Türkiye.
- Taşdemir, M., and Kaştan, A., 2021. Zeytin çekirdeği tozu ilave edilmiş polipropilen kompozitinin aşınma ve fiziksel özellikleri, *BEÜ Fen Bilimleri Dergisi*, **10**(2) 568-576.
<https://doi.org/10.17798/bitlisfen.876152>
- Taşdemir, M., and Şen, E.G., 2022. Atık cam elyaf oranının polipropilen/üzüm sapı-çeltik polimer kompozitinin fiziksel özelliklerine etkisinin incelenmesi, *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **12**(2), 890-898.
<https://doi.org/10.21597/jist.1042733>
- Tholiya, P., Deshmukh, S.P., 2021. Property evaluation of hemp-bagasse fiber composite-A review, *International Journal of Engineering Applied Sciences and Technology*, **6**(1), 376-382.
<https://doi.org/10.33564/IJEAST.2021.v06i01.058>
- Ulutaş, E., Taşdemir, M., and Koçak, E.D., 2019. Investigation of physical properties of recycled polypropylene/rice husk polymer composites. The international conference on materials science, mechanical and automotive engineering and technology, Nevşehir/Türkiye.
- Zhang, X., Shen, J., Yang, H., Lin, Z., and Tan, S., 2011. Mechanical properties, morphology, thermal performance, crystallization behavior, and kinetics of PP/microcrystal cellulose composites compatibilized by two different compatibilizers, *J. Thermoplastic Compos. Mater.* **24**(6), 735-753.
<https://doi.org/10.1177/0892705711403527>

İnternet kaynakları

1-<https://arastirma.tarimorman.gov.tr>, (24.10.2023)



Ultrasonik Dalgaların Yüksek Kül-Kükürt İçerikli Kömürün Flotasyonunda Kullanılabilirliği

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 24.10.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Utilization of Ultrasonic Waves in the Flotation of Coal with High Ash-Sulfur Content

Ercan ŞAHİNOĞLU *

Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Trabzon

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Kömür en önemli fosil yakıtlardan biri olarak kabul edilmektedir. Ancak, kömürün temizlenmeden kullanılması ciddi çevre sorunlarına neden olabilmektedir. Bu nedenle kömürlerin kullanılmadan önce temizlenmesi gerekmektedir. Toz boyutlu (-0,5 mm) kömürlerin temizlenmesinde kullanılan yöntemlerden bir tanesi flotasyondur. Flotasyon yönteminde tanelerin yüzey özellikleri farklılığından yararlanır. Kömür flotasyonunun etkinliğinin artırılması için birçok çalışma yapılmaktadır. Ultrasonik dalgaların flotasyonda kullanımı da bu çalışmalardan bir tanesidir. Oksitli kömürlerin yüzeylerinin temizlenmesi, kil minerallerinin kömürlerin yüzeyinden uzaklaştırılması, kömür yüzeyine adsorbe olmuş minerallerin kömürden ayrılması flotasyon işleminin başarılı bir şekilde yapılması için çok önemli olan faktörlerdendir. Ultrasonun kaviteasyon etkisi sayesinde pek çok bilim alanında malzemelerin yüzeylerini temizleme amacıyla kullanıldığı bilinmektedir. Ultrasonik kaviteasyon tarafından üretilen mekanik etkiler, kömür partiküllerinin hidrofobik yüzeyini eski haline getirmek için kömür yüzeyinden kil ve oksit tabakasını kaldırarak flotasyon seçiciliğinde bir artışa neden olur. Dolayısıyla ultrasonik dalgalar kömürün flotasyonunda, flotasyon işleminden önce kömürlerin yüzeylerini temizleyip kömürleri daha fazla hidrofobik yapmak amacıyla kullanılabilir. Bu çalışmada, yüksek kül-kükürt içerikli kömürün kimyasal reaktif kullanılmadan sadece ultrasonik dalgalar kullanılarak flotasyon yöntemiyle yüzebilirliği araştırılmıştır. Müzret kömürü farklı ultrason sürelerinde (0,5; 1; 2; 3 ve 4 dak.) ultrasonik işleme tabi tutulup flotasyon deneyleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen temiz kömürlerin yanabilir verim, kül giderimi ve verim indeksleri bulunmuştur. Maksimum yanabilir verim 4 dakika ultrason süresinde %60,49 olarak elde edilmiştir. Kül giderimi değerleri ve verim indeksi değerleri sırasıyla %77,98-79,84 ve %29,27-38,47 arasında değişmektedir. Bununla birlikte kömürün piritik kükürt içeriğinin de önemli ölçüde azaltıldığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler Kömür; Flotasyon; Ultrasonik dalgalar; Yanabilir verim

Abstract

Coal is recognized as one of the most important fossil fuels. However, the use of coal without cleaning can cause serious environmental problems. For this reason, coal must be cleaned before use. Flotation is one of the methods used to clean fine-sized (-0.5 mm) coals. The flotation method utilizes the difference in surface properties of the grains. Many studies have been carried out to increase the efficiency of coal flotation. The use of ultrasonic waves in flotation is one of these studies. Cleaning the surfaces of oxidized coals, removing clay minerals from the surface of coals, and separating minerals adsorbed on the coal surface from the coal are very important factors for the successful flotation process. It is known that ultrasound is used to clean the surfaces of materials in many scientific fields thanks to its cavitation effect. The mechanical effects produced by ultrasonic cavitation cause an increase in flotation selectivity by removing the clay and oxide layer from the coal surface to restore the hydrophobic surface of coal particles. Therefore, ultrasonic waves can be used in coal flotation to clean the surface of the coals before the flotation process to make the coals more hydrophobic. In this study, the floatability of coal with high ash-sulfur content was investigated by flotation method using only ultrasonic waves without using chemical reagents. Müzret coal was subjected to ultrasonic treatment at different ultrasonic times (0.5; 1; 2; 3 and 4 minutes) and flotation experiments were carried out. The combustible recovery, ash rejection and efficiency index of the clean coals obtained were found. The maximum combustible recovery was 60.49% at 4 minutes of ultrasonic treatment. Ash rejection values and efficiency index values vary between 77.98-79.84% and 29.27-38.47%, respectively. In addition, it was determined that the pyritic sulfur content of the coal was significantly reduced.

Keywords Coal; Flotation; Ultrasonic waves; Combustible recovery

1. Giriş

Kömür, dünya üzerinde yaygın olarak dağılmış ve bol miktarda bulunan en önemli enerji kaynaklarından biridir (Wang vd. 2023). Fakat, kömürün özellikle enerji ve ısınma

amaçlı kullanımında istenilen özelliklerde kömürlerin kullanılmaması önemli hava ve çevre kirliliğine neden olabilmektedir. Bundan dolayı kömürün kullanılmadan önce istenilen özellikleri taşıması için temizlenmesi

gerekmektedir. Dünya genelinde kömürün yaygın olarak bulunması ve kömürün üretim teknolojisinin gelişmesine bağlı olarak kömür üretimi yapılırken 0,5 mm tane boyutu altında oluşan toz kömür miktarı artış göstermektedir. Bu boyuttaki kömürlerin atılmadan ekonomiye kazandırılması çok önemlidir. Oluşan toz boyutlu kömürlerin kazılmasında kullanılan çeşitli yöntemler vardır. Bu yöntemlerden en fazla kullanılanı flotasyondur (Şahinoğlu 2012). Kömürün flotasyonu, kömürün fiziksel-kimyasal özellikleri, ekipman tipi ve işletme faktörleri gibi birçok faktörden etkilenmektedir. Bu faktörlerin değiştirilmesi, yanabilir verim, kül giderimi ve verim indeksi açısından kömür flotasyonunun performansını olumlu yönde etkileyebilir. Flotasyonu zor olan kömürlerin flotasyon performansını iyileştirmek için fiziksel, kimyasal ve fiziko-kimyasal yöntemler kullanılabilir. Ayrıca, bu yöntemlerle birlikte ultrasonik dalgaların kömür flotasyonunda kullanılması kömürün flotasyon başarısını arttırabilir (Mao vd. 2019). Ultrasonik dalgalar insanın duyabilme sınırının üzerindeki frekanslarda yayılan ses dalgalarıdır. Farklı alanlarda kullanılabilen ultrasonun güç yoğunluğu farklı olabilmektedir. Ultrason sıvı içerisinde kavitasyon olarak adlandırılan bir etki meydana getirmektedir.

Ultrasonik dalgalar kavitasyon etkisi sayesinde, pek çok bilim alanında kullanılabilir. Bu alanlardan bir tanesi de cevher/kömür hazırlamadır. Son yıllarda ultrason teknolojisi kömür flotasyonunu geliştirmek için yaygın olarak çalışılmaya başlanmıştır. Ultrasonik dalgalar, kavitasyon olayı sayesinde kömür temizleme işlemlerinde kullanılabilir (Şahinoğlu 2018). Ultrasonik dalgaların kullanılması ile kömür tanelerinin yüzeyinin temizlenmesinin yanında reaktiflerin emülsifikasyonu da sağlanabilir (Wang vd. 2020). Kang vd. (2007) yaptıkları çalışmalarında ultrasonik şartlandırmanın kömür flotasyonunda kül ve kükürt giderme performansına etkisini araştırmışlardır. Ultrasonik şartlandırmanın kömür taneleri üzerinde kırıcı bir etkiye sahip olduğunu, kömürden pirit ve diğer gang minerallerinin ayrılmasını sağladığını bulmuşlardır. Araştırmacılar, flotasyon deneyleri öncesi toz boyutlu kömürü ultrason işlemine tabi tutmanın flotasyonda kül ve kükürt uzaklaştırma işlemini iyileştirdiğini belirlemişlerdir. Özkan (2012) yaptığı çalışmada taş kömürü şamlarının flotasyonunda ultrasonik dalga kullanımının etkisini araştırmıştır. Ultrasonik dalga kullanımının yanabilir verimi arttığını belirlemiştir. Xu vd. (2017) çalışmalarında oksitlenmiş kömürün flotasyonunda oksitlenmiş tabakanın ultrasonik kavitasyon ile etkili bir şekilde uzaklaştırıldığını böylelikle de konsantre veriminin arttığını rapor etmişlerdir. Jin vd.

(2021) kömür flotasyonunda ultrasonik dalga kullanımının yanabilir verimi arttırdığını bulmuşlardır.

Kömür hidrofobik bir maddedir, yani kimyasal maddeler kullanılmadan doğal olarak yüzebilme özelliğine sahiptir. Özdemir vd. (2013) yaptıkları çalışmalarında kimyasal reaktif kullanmadan (kollektör ve köpürtücü) sadece tuzlu su ortamında taş kömürü tanelerinin yüzdürülmesinin mümkün olduğunu bulmuşlardır. Ancak bu doğal yüzebilirlik kömür türlerine ve kömür yüzey özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Kömür oksitlendikçe ve kül oranı arttıkça doğal yüzebilirliği azalır. Bu bağlamda, ultrasonik dalgaların kullanılarak oksitli kömür tanelerinin yüzeylerinin temizlenmesi, kömür tanelerinin yüzeyindeki kilseli yapıdaki malzemelerin yüzeyden uzaklaştırılması kömürün flotasyonu için önemli faktörlerdendir. Dolayısıyla ultrasonik dalgalar flotasyonda, proses öncesi kömür tanelerinin yüzeylerinin temizlenmesi amacıyla kullanılabilir. Bu çalışmada, yüksek kül ve kükürt içeren kömürün flotasyon yöntemi ile temizlenebilirliği araştırılmıştır. Araştırmada ultrasonik dalgalar kullanılarak kömür tanelerinin yüzeyleri temizlenmiş olup, hiçbir kimyasal reaktif kullanılmadan flotasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada elde edilen sonuçlar taramalı elektron mikroskop (SEM), X-ışını difraktometresi (XRD) ve parlak kesit incelemeleriyle desteklenmiştir.

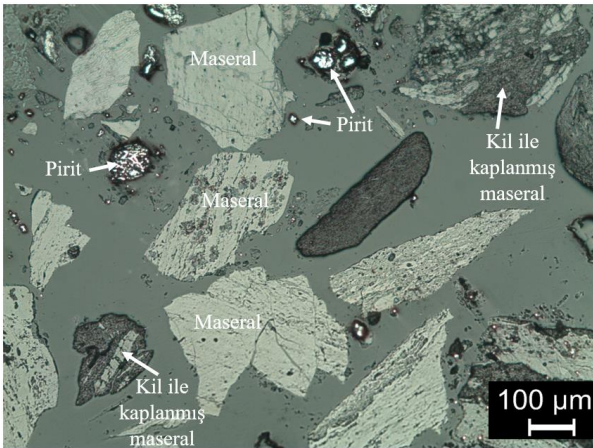
2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada Müzret (Artvin-Yusufeli) kömürü kullanılmıştır. Müzret bölgesinde yeraltı işletme yöntemiyle çıkarılan kömür stoklanmakta, daha sonra değerlendirilmek üzere başka bir ile sevkiyatı yapılmaktadır. Çalışmaya konu olan kömürün alındığı işletmede ağır ortam vb. diğer yöntemlerle bir zenginleştirme yapılmamaktadır. Müzret bölgesinden alınan kömür örneğinin kırılma yapısı nedeniyle üretimi esnasında oluşan toz boyutlu (-0,5 mm) kömür içeriği oldukça fazladır. Bölgeden laboratuvara getirilen kömürün miktarı kömür hazırlama yöntemlerine uygun olarak azaltılmıştır. 0,5'lik elek kullanılarak kömür içerisindeki toz boyutlu kısmı ayrılmıştır. Deneylerde kullanılan kömürlerinde tüm ocağı temsil etmesi açısından +0,5 üstündeki kömürlerde kontrollü olarak -0,5 mm'nin altına indirilmiştir. Boyut küçültme işlemi kırıcı ve değirmen kullanılarak yapılmıştır. Malzemedan alınan temsili kömür örnekleri halkalı öğütücüde öğütülüp, kömürün kimyasal ve mineralojik analizleri yapılmıştır. Çizelge 1'de kömürün analiz değerleri verilmiştir. Mineralojik analizler için, XRD ve SEM cihazları

kullanılmıştır. XRD analizi sonucunda, kömürle birlikte kil minerallerinin (kaolinit, montmorillonit, illit), sülfür mineralinin (pirit), karbonat mineralinin (kalsit), sülfat mineralinin (jips) ve silikat mineralinin (kuvars) bulunduğu belirlenmiştir. Kömür örneğinin parlak kesit incelemesinden (Şekil 1), kömür maserallerinin farklı şekil ve boyutlarda olduğu, bununla birlikte farklı boyutta piritlerinde bulunduğu belirlenmiştir. Bazı maserallerin kil mineralleriyle kaplandığı da görülmüştür. Kömürün tane boyutu dağılımı Çizelge 2’de gösterilmiştir. Numunenin toz boyutlu kömür içeriğinin fazla olması ve bu toz boyutlu kömürlerin kazanılması amaçlandığından dolayı herhangi bir serbestleşme çalışması yapılmadan flotasyon yöntemiyle kömürün zenginleştirilmesi yapılmıştır.

Çizelge 1. Kömürün analiz değerleri.

Bileşenler	Havada Kuru	Kuru
Nem (%)	2,25	–
Kül (%)	34,85	35,65
Uçucu Madde (%)	10,73	10,98
Sabit Karbon (%)	52,17	53,37
Sülfat Kükürt (%)	0,99	1,01
Piritik Kükürt (%)	5,44	5,57
Organik Kükürt (%)	1,3	1,33
Toplam Kükürt (%)	7,73	7,91
Kalorifik Değer (kcal/kg) (Üst Isı Değeri)	4970	5084



Şekil 1. Kömürün parlak kesiti.

Çizelge 2. Kömür tane boyutu dağılımı.

Kömür tane boyutu (mm)	Ağırlık (%)
-0,5+0,3	22,16
-0,3+0,212	17,54
-0,212+0,15	14,11
-0,15+0,106	10,10
-0,106+0,053	15,93
-0,053	20,16

Deneyler Denver marka flotasyon makinasında 0,5 L’lik flotasyon hücresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Flotasyon deneylerinde kömür tane boyutu -0,5 mm, karıştırma hızı 1200 devir/dak., katı oranı %10, örnek miktarı 50 g olarak belirlenmiştir. Deneylerde hiçbir flotasyon kimyasalı kullanılmamıştır. Flotasyon deneyine geçilmeden önce flotasyonu yapılacak kömür ultrasonik cihazla (Cole-Parmer, 750 watt güç ve 20 kHz frekans) işleme tabi tutulmuştur (Şekil 2). Bu işlem 450 ml suya 50 gr kömür koyulup 72,8 watt/cm² gücünde farklı sürelerde (0,5; 1; 2; 3; 4 dakika) gerçekleştirilmiştir. Daha sonra kömür-su karışımı flotasyon hücresinde 3 dakika karıştırılmış ve ortama hava verilerek 2 dakika köpük alınmıştır. Hava debisi 4 L/dak. olarak seçilmiştir. Deneylerde saf su kullanılmış olup doğal pH’da deneyler yapılmıştır. Flotasyon işlemi sonrası elde edilen konsantre vakumlu filtrede katı-sıvı ayırımı işlemine tabi tutulup, etüvde 105 °C’de kurutulmuş ve tartılmıştır. Halkalı öğütücüde öğütüldükten sonra kül ve kükürt analizine tabi tutulmuştur.



Şekil 2. Deneylerde kullanılan ultrasonik cihaz.

Deneyler sonucunda elde edilen konsantrelerin yanabilir verimi (YV, %), kül giderimi (KG, %) ve verim indeksi (Vİ, %) değerleri aşağıdaki formüller kullanılarak hesaplanmıştır (Şahinoglu 2012).

$$YV (\%) = \left[\frac{C(100-c)}{F(100-f)} \right] \times 100 \quad (1)$$

$$KG (\%) = \left[1 - \frac{C}{F} \frac{c}{f} \right] \times 100 \quad (2)$$

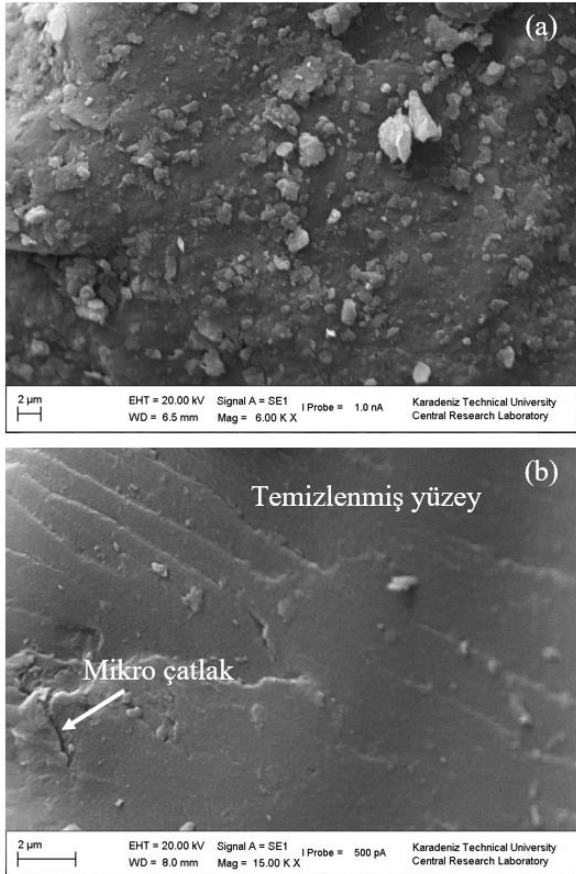
$$Vİ (\%) = [YV (\%) + KG (\%) - 100] \quad (3)$$

Burada, C, konsantrenin ağırlığı (g), c, konsantrenin kül içeriği (%); F, beslemenin ağırlığı (g); f, beslemenin kül içeriği (%)’dir.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Ultrasonik Kaviteasyonun Kömürün Yüzey Özelliklerine Etkisi

Ultrasonik kaviteasyonun kömür tanelerinin yüzeylerinde yapmış olduğu etkiyi anlamak için ultrasonik dalgalarla işleme tabi tutulmamış ve işleme tabi tutulmuş tanelerinin SEM görüntüleri çekilerek ultrasonik kaviteasyonun kömür taneleri yüzeylerinde yapmış olduğu etki araştırılmıştır (Şekil 3).



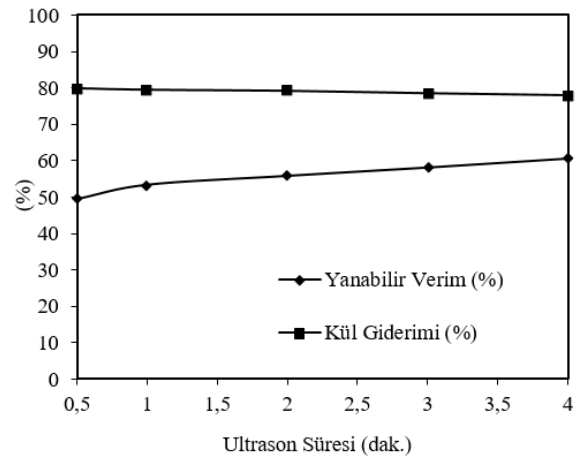
Şekil 3. Kömür tanelerinin SEM görüntüleri: (a) ultrasonik işleme tabi tutulmamış kömür tanesi yüzeyi, (b) ultrasonik işleme tabi tutulmuş kömür tanesi yüzeyi (72,8 watt/cm² güç, ultrason süresi 4 dak., kömür tane boyutu: -0,5 mm).

SEM görüntüleri incelendiğinde, ultrasonik dalgalarla işlem görmemiş kömür tanesi yüzeyinde mikro boyutta pek çok flotasyon işlemi verimini düşürebilecek malzemelerin olduğu gözlemlenmiştir. Bununla birlikte ultrasonik dalgalarla işlem görmüş kömür tanesi yüzeyinin kaviteasyon kabarcıkları sayesinde temizlenmiş olduğu, yüzeyde mikro çatlakların oluştuğu belirlenmiştir. Kömür tanelerinin yüzeyinin temizlenmesi yeni taze yüzeyler oluşması anlamına gelmektedir. Ultrasonik kaviteasyon etkisiyle kömür tanelerinin hidrofobikliğinin artması flotasyon verimi için çok önemli olan parametrelerden bir tanesidir.

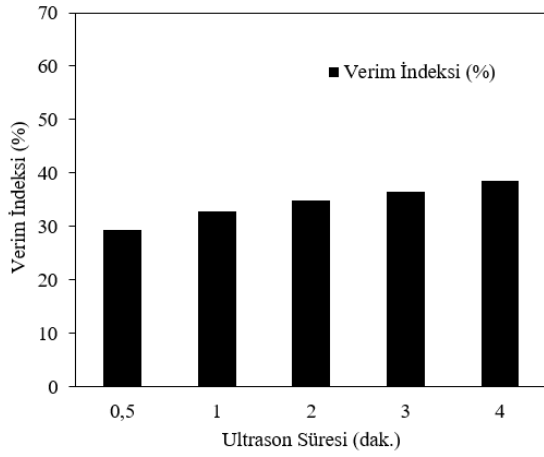
3.2. Ultrasonik Dalgaların Kömürün Flotasyonunda Kullanılması

Şekil 4'de farklı ultrason sürelerinde elde edilen flotasyon deneyi sonuçları görülmektedir. En yüksek yanabilir verim ve kül giderimi değerleri sırasıyla %60,49 ve %79,84'dir. Yanabilir verim değerleri %49,43-60,49 kül giderimi değerleri ise %77,98-79,84 arasında değişmektedir. Kömür tanelerinin ultrasona maruz kalma süresi arttıkça yanabilir verim artmıştır. Ultrason süresi 4 dakika olduğunda yanabilir verim değeri maksimum olmuştur. Bunun nedeni ultrasonik dalga kullanımı ile kaviteasyon etkisi ile kömür tanelerinin yüzeyinin temizlendiği, daha hidrofobik yüzeylerin oluştuğu, bu durumda flotasyondaki verimliliği arttırdığı söylenebilir. Beslemenin yapılan parlak kesitinden bazı maserallerin kil mineralleriyle kaplı olduğu belirlenmişti. Kil mineralleriyle kaplı maserallerin ultrasonik kaviteasyonla flotasyon işleminden önce temizlenmesi flotasyon yönteminin başarısını artırma da çok önemli rol oynamaktadır. Deneyler sonucunda elde edilen kül giderimi değerleri incelendiğinde kül giderimi değerlerinin nispeten birbirine yakın olduğu görülmüştür.

Şekil 5'de farklı ultrason sürelerinde elde edilen verim indeksi değerleri görülmektedir. Verim indeksi değerleri %29,27-38,47 arasında değişmektedir. Maksimum verim indeksi değeri %38,47'dir. Kömür tanelerinin ultrasona maruz kalma süresi arttıkça verim indeksinin arttığı 4 dakika ultrason süresinde maksimum olduğu görülmektedir. Verim indeksi değeri, yanabilir verim ile kül giderimi değerini birlikte değerlendiren bir sonuç olduğundan bu sonuç ne kadar fazla ise zenginleştirme/temizleme işleminin daha başarılı olduğu söylenebilir.



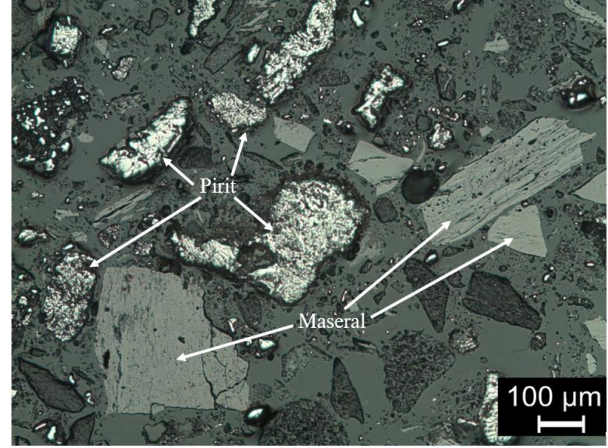
Şekil 4. Farklı ultrason sürelerinde elde edilen yanabilir verim ve kül giderimi değerlerinin karşılaştırılması (Ultrason dalga gücü 72,8 watt/cm²).



Şekil 5. Farklı ultrason sürelerinde elde edilen verim indeksi değerlerinin karşılaştırılması (Ultrason dalga gücü 72,8 watt/cm²).

Flotasyon deneyinden elde edilen atığın parlak kesitinden (Ultrason süresi 4 dak.) pirit minerallerinin çoğunlukla atığa gittiği görülmektedir. Atıktaki piritlerin farklı boyutlarda piritler olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte atığa gang mineralleriyle birlikte iri boyutlu ve küçük boyutlu kömür maserallerinin de gittiği gözlemlenmiştir (Şekil 6). Verim indeksi değeri en yüksek olan ultrason süresinin 4 dakika olduğu flotasyon deneyinden elde edilen konsantrinin piritik kükürt içeriğinin %1,85 olduğu bulunmuştur. Beslemenin piritik kükürt içeriği %5,57'den %1,85'e düşürülmüştür. Beslemenin kül içeriği ise %35,65'den %16,78'e düşürülmüştür. Ultrason ile koşullandırmanın kömür parçacıkları üzerinde kırıcı bir etkiye sahip olmasından dolayı pirit ve diğer gang minerallerinin kömürden ayrılmasını sağlayarak daha temiz konsantrilerin elde edilmesini sağlamıştır. Kil ile kaplanmış maserallerin ultrasonik dalgalarla temizlenmesi maseral yüzeylerini daha hidrofobik hale getirmektedir. Daha hidrofobik hale gelen kömür tanelerinin de flotasyon yöntemiyle kazanılması yanabilir verimi arttırmaktadır. Ultrason süresinin belli bir süreye kadar daha artırılması sonuçları daha da iyileştirebilir. Bununla birlikte ultrasonik işlemin kömür tanelerini kırma etkisi de göz önüne alındığında çok fazla süre ultrasonik işleme maruz kalacak kömür tanelerinin çok daha fazla kırılıp 53 mikron altında bulunan tane miktarını artırabilecektir. 53 mikron altındaki tanelerin kazanılmasında flotasyon işleminin başarısının azalması işlemi olumsuz yönde etkileyebilir. Diğer taraftan fazla ultrason kullanımı kömürün oksitlenmesine neden olabilir (Mao vd. 2019). Xu vd. (2017) çalışmalarında, ultrasonik ön işlem süresinin oksitlenmiş kömür flotasyonu üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Kömür yüzeyindeki oksitlenmiş tabaka, ultrasonik işlem süresi 10 dakikaya kadar olduğunda ultrasonik kaviteasyonun etkisiyle etkili

bir şekilde uzaklaştırıldığını ve konsantre veriminde artışa neden olduğunu belirlemişlerdir. Bununla birlikte, uzun süreli ultrasonik ön işlemin kömür tanelerinin yüzeylerini tekrar oksitlediğini ve de konsantre verimini azalttığını bulmuşlardır.



Şekil 6. Atığın parlak kesit görüntüsü.

Yukarıdaki sonuçlardan görüleceği üzere Müzret kömürünün hiçbir flotasyon kimyasalı (toplayıcı, bastırıcı ve köpürtücü) kullanılmadan, ultrasonik dalgaların kullanıldığı flotasyon deneyleriyle yüzdürülebileceği görülmüştür. Bu sonuç Özdemir vd. (2013)'nin çalışmasının sonuçları ile uyumludur.

Bununla birlikte daha yüksek yanabilir verim ve kül giderimi elde edebilmek için farklı şartlarda, farklı parametrelerin denenerek flotasyon deneylerinin yapılması daha başarılı sonuçları ortaya çıkarta bilecektir.

4. Sonuç

Bu çalışmada, yüksek kül-kükürt içerikli Müzret kömürünün, ultrason dalgalarının kaviteasyon etkisi kullanılarak hiçbir flotasyon reaktifi kullanılmadan flotasyon yöntemiyle yüzebilirliği araştırılmıştır.

Ultrasonik dalgaların kaviteasyon etkisi sayesinde kömür tanelerinin yüzeylerini temizleyerek yeni yüzeyler oluşturduğu, böylelikle de daha fazla hidrofobik hale gelen kömür tanelerinin flotasyonda toplayıcı ve köpürtücü kullanmadan yüzdürülebildiği görülmüştür.

Farklı ultrason sürelerinin kullanıldığı flotasyon deneylerinde 4 dakika ultrason süresinde maksimum yanabilir verim ve verim indeksi değerleri sırasıyla %60,49 ve %38,47 olarak elde edilmiştir.

Beslemenin kül içeriği %35,65'den %16,78'e, piritik kükürt içeriği ise %5,57'den %1,85'e indirilmiştir.

Etik Standartlar Bildirgesi

Tüm etik standartlara uyduğumu beyan ederim.

Çıkar Çatışması Beyanı

Bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edeceğim hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

5. Kaynaklar

Jin, L., Wang, W., Tu, Y., Zhang, K. and Lv, Z., 2021. Effect of ultrasonic standing waves on flotation bubbles. *Ultrasonics Sonochemistry*, **73**: 105459.

<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105459>

Kang, W., Xun, H. and Chen, J., 2007. Study of enhanced fine coal de-sulphurization and de-ashing by ultrasonic flotation, *Journal of China University of Mining & Technology*, **17(3)**: 358-362.

[https://doi.org/10.1016/S1006-1266\(07\)60105-9](https://doi.org/10.1016/S1006-1266(07)60105-9)

Mao, Y., Xia, W., Peng, Y. and Xie, G., 2019. Ultrasonic-assisted flotation of fine coal: a review. *Fuel Processing Technology*, **195**:106150.

<https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2019.106150>

Özdemir, O. Çinku, K. Uslu, T. Kılıç, E. ve Çelik, M.S., 2013. Taşkömürü ve linyit kömürlerinin tuzlu su içerisinde flotasyon davranışları, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **13**, 015801,1-14.

<https://doi.org/10.5578/fmbd.5218>

Özkan, Ş.G., 2012. Effects of simultaneous ultrasonic treatment on flotation of hard coal slimes, *Fuel*, **93**: 576-580.

<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.10.032>

Şahinoğlu, E., 2012. Kömürün yağ aglomerasyonu yöntemi ile temizlenmesinde bitkisel atık yağların ve ses ötesi dalgaların kullanılabilirliği. Doktora Tezi, *Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon*, 135.

Şahinoğlu, E., 2018. Ses ötesi dalgaların farklı tane boyutlarındaki kömürün flotasyonunda kullanılması, *Türkiye 21. Uluslararası Kömür Kongresi*, 11-13 Nisan, Zonguldak, Türkiye, 305-316.

Xu, M., Xing, Y., Gui, X., Cao, Y., Wang, D. and Wang, L., 2017. Effect of ultrasonic pretreatment on oxidized coal flotation. *Energy Fuels*, **12 (31)**: 14367-14373.

<https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.7b02115>

Wang, L., Tian, C., Yang, W., Wang, H., Wu, S., Ni, S. and Pan., 2023. Effects of ultrasonic and surfactant

coupling treatment on the wettability of coal. *Powder Technology*, **427**:118767.

<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2023.118767>

Wang, W., Liu, D., Tu, Y., Jin, L. and Wang, H., 2020. Enrichment of residual carbon in entrained-flow gasification coal fine slag by ultrasonic flotation. *Fuel*, **278**:118195.

<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118195>

Kardan Mili Çatallı Flanş Parçasının Topoloji Optimizasyon Yöntemiyle Hafifletilmesi

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 03.08.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Lightweightening of Cardan Shaft Yoke Flange with Topology Optimization Method

Melih HATUN^{1,2*} , Selda AKGÜN KAYRAL¹ , Murat ÖZBAKIŞ² 

¹ Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimler Enstitüsü, Makine ve İmalat Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, Türkiye

² Tirsan Kardan A.Ş., Manisa, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Öz

Kardan mili ya da diğer adıyla kardan shaftı, motor tarafından üretilen torku sabit veya değişken açısız pozisyonlarda diferansiyelle iletme görevini üstlenir. Kısaca, kardan mili taşıtı harekete geçirmek adına motorda üretilen torku, vites veya transfer kutusu gibi diğer aktarma organlarından olarak diferansiyelle iletme için kullanılan bir güç aktarma organıdır. Kardan milinin açısız hareketi mafsal grubu tarafından sağlanmaktadır. Mafsal grubunun bir alt bileşeni olan çatallı flanş bu esnada gerilmelere maruz kalmaktadır. Bu çalışmada halihazırda üretimi gerçekleştirilen mevcut çatallı flanş için; bilgisayar destekli tasarım (CAD) programlarından CATIA V5 ortamında yeniden tasarım çalışması gerçekleştirilmiş, yoğunluk metodu kullanılarak Altair Inspire mühendislik yazılımı ile topoloji optimizasyonu uygulanmıştır. Topoloji optimizasyonu sonrasında, programın işaret ettiği alanlardan ve ek olarak bilgi birikimine dayalı birkaç alandan malzeme çıkarılmıştır. Böylece, son seviye optimize edilmiş çatallı flanş ortaya koyulmuştur. Optimizasyon sonucunda, mevcut çatallı flanşa kıyasla optimize edilmiş yeni çatallı flanşın ağırlığı %19 azaltılmıştır. Ortaya koyulan optimize edilmiş çatallı flanş, sonlu elemanlar analizi (FEA) yazılımlarından biri olan Altair HyperWorks kullanılarak lineer statik analiz ile sanal olarak test edilmiştir. Sonrasında üretilen komple kardan mili prototipleri ürün/proses doğrulama testlerine tabi tutulmuştur. Ürün/proses doğrulama testleri sırasında çatallı flanş üzerinde gerinim ölçer yardımıyla gerinim verileri toplanmıştır. Elde edilen veriler ilgili asal gerilim dönüşüm formüllerinden faydalanılarak gerilim değerlerine çevrilmiş ve lineer statik analiz sonucunda elde edilen gerilim değerleri ile ölçülen gerilim değerleri karşılaştırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Kardan mili; Çatallı flanş; Topoloji optimizasyonu; CAD; FEA.

1. Giriş/Introduction

Kardan milleri, taşıtı harekete geçirmek için motorda üretilen torku, vites veya transfer kutusu yardımıyla diferansiyelle ileten güç aktarma organıdır (Seherr-Thoss vd. 2006). Kardan milinin temel fonksiyonları tork iletimi, devir (hareket) iletimi, Arka süspansiyondan kaynaklanan açısız değişikliklerin kompanzasyonu ve Arka

Abstract

Drive shaft, also known as cardan shaft, undertakes the task of transmitting the torque, which is produced by the engine, to the differential in fixed or variable angular positions. In sum, the cardan shaft is a power transmission element used to transmit the torque produced in the engine to the differential by taking it from other transmission elements such as gearbox or transfer box to move the vehicle. Angular movement of the cardan shaft is provided by the joint group. The flange yoke, which is a subcomponent of the joint group, is subjected to stresses during this time. In this study, a redesign work was carried out in the CATIA V5 environment, which is one of the computer-aided design (CAD) programs, for the existing flange yoke, and topology optimization was applied with the Altair Inspire engineering software by using the density method. After topology optimization, material was removed from the areas indicated by the software and additionally from a few areas based on know-how. And so, the final optimized flange yoke was created. As a result of the optimization, the weight of the new optimized flange yoke was reduced by 19% compared to the existing flange yoke. The optimized flange yoke was tested virtually with linear static analysis by using Altair HyperWorks, which is one of the finite element analysis (FEA) software. The complete cardan shaft prototypes produced subsequently were subjected to product/process validation tests. During product/process validation tests, strain data was collected using strain gauges on the flange yoke. The obtained data were converted into stress values by using the relevant principal stress conversion formulas, and the stress values from linear static analysis were compared with the measured stress values.

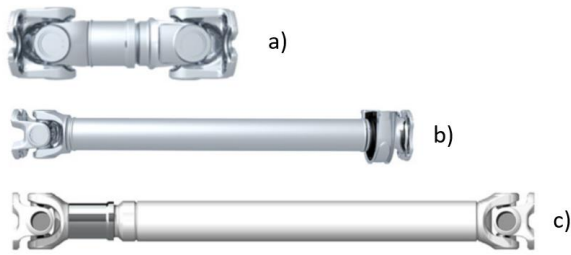
Keywords: Cardan shaft; Flange yoke; Topology optimization; CAD; FEA.

süspansiyondan kaynaklanan boy değişikliklerinin kompanzasyonu olarak dört ana maddede sıralanabilir (SAE 1991). Kardan millerinin aracın teknik özellikleri, araç altı yerleşimi ve müşteri beklentilerine göre birçok farklı uygulamaları bulunmaktadır. Şekil 1 ve Şekil 2'den görüleceği üzere ağır ticari araç gruplarında tek parçalı kardan mili çeşitleri olan kısa kardan mili, ön kardan mili,

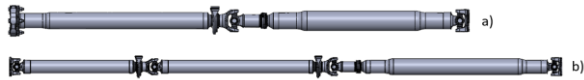
arka kardan mili kullanılırken hafif ticari araç gruplarında ise iki parçalı, üç parçalı veya çok parçalı kardan milleri kullanılmaktadır (SAE 1991).

Kardan mili açısall hareketi sağlamak amacıyla aracın yapısına göre iki veya daha fazla mafsall grubundan oluşmaktadır. Bu çalışmada ele alınacak birim parça mafsall grubunun bir parçası olan çatallı flanştır. Çatallı flanş diferansiyel bağlantısı ve ağır ticari araç grubu kardan mili çeşitlerinden ön ile arka kardan milini birleştirmek için kullanılırken, aracın yapısına göre şanzıman bağlantısında bu yapı farklılık göstermektedir.

Son yıllarda birim parçalar üzerinde hafifletme, ortaklaştırma üzerine çalışmalar yapılmaktadır. Özellikle otomotiv sektöründe yakıt tüketimi ve emisyon oranlarını azaltmak için en etkili çözümlerden biri taşıtl ağırlığını azaltmaktır. Bu çalışmada kardan mili birim parçası olan çatallı flanşın hafifletilmesi topoloji optimizasyonu ile gerçekleştirilmiştir.

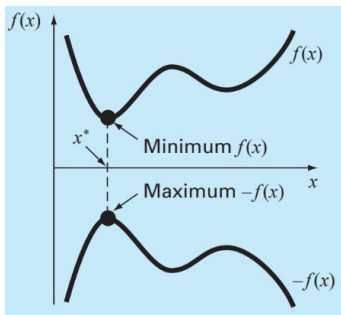


Şekil 1. Ağır ticari araç (ATA) kardan mili çeşitleri
a) Kısa kardan mili b) Ön kardan mili c) Arka kardan mili



Şekil 2. Hafif ticari araç (HTA) kardan mili çeşitleri
a) İki parçalı kardan mili b) Üç parçalı kardan mili

Optimizasyon matematikte bir fonksiyonun en büyük (maksimum) veya en küçük (minimum) değerini bulma sürecidir. Matematiksel optimizasyon genellikle belirli kısıtlar altında hedef fonksiyonunu optimize etmeyi amaçlar. "x*" noktası f(x) fonksiyonunun en küçük noktası -f(x) ise fonksiyonun en büyük noktasıdır (Şekil 3).



Şekil 3. f(x) ve -f(x) fonksiyonları (Chapra and Canale 2010)

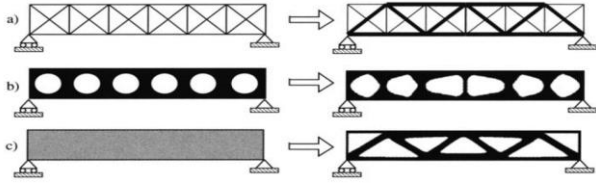
Bir optimizasyon probleminin matematiksel olarak formüle edilebilmesi için üç ana unsuru içermelidir. Bu üç ana unsur amaç fonksiyonunun belirlenmesi, değişkenlerin ve kısıtların tanımlanması şeklinde açıklanabilir (Chapra and Canale 2010).

Amaç Fonksiyonunun Belirlenmesi; optimizasyonun temel amacı bir amaç fonksiyonunu (f(x)) minimize veya maksimize etmektir. Örneğin; mühendislik probleminde maliyetin minimum veya kârın maksimum olması kriter olarak alınabilir.

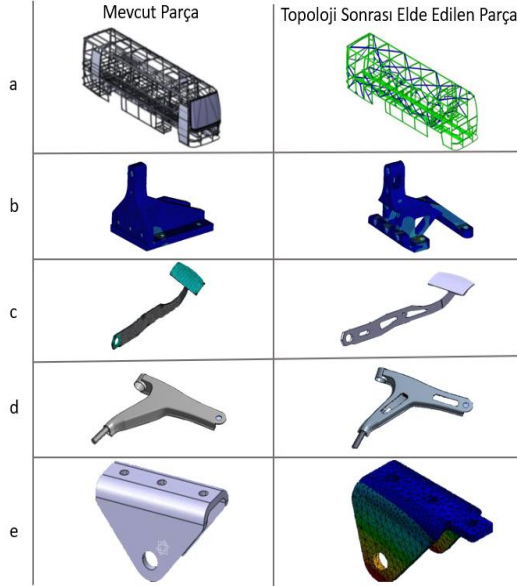
Değişkenlerin Tanımlanması; optimizasyon probleminde, amaç fonksiyonunun bağlı olduğu değişkenler (x) belirlenmelidir. Bu değişkenler amaç fonksiyonunun değerini etkileyen ve optimize edilmek istenen parametreleri temsil eder. Bu değişkenlerin değerlerini değiştirerek, amaç fonksiyonunun optimize edilmesi sağlanır.

Kısıtların Tanımlanması; optimizasyon probleminde, değişkenlerin bazı sınırlamalara tabi olacağı kısıtlar bulunabilir. Bu kısıtlar optimize edilmek istenen sistemin/parçanın gerçek dünyadaki kısıtlarını veya gereksinimlerini temsil eder. Uygun bir tasarım için uyulması gereken kurallar, kısıtlar vardır. Örnek olarak, uluslararası standartlarda belirlenen bağlantı formları ve ölçüleri gösterilebilir.

Yapısal optimizasyon yöntemi son yıllarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Yapısal optimizasyon yöntemi Şekil 4'te görüleceği üzere boyut optimizasyonu, şekil optimizasyonu ve topoloji optimizasyonu olarak üçe ayrılmaktadır. Boyut optimizasyonu, boyutsal ölçülerde değişikliğe gidilerek yapılan optimizasyon türüdür. Şekil optimizasyonu ise, dış boyutları sabit tutularak delik yapısının veya sayılarının optimize edilmesi olarak adlandırılabilir. Topoloji optimizasyonunda ise optimizasyon yapılacak olan parçanın dış boyutlarında herhangi bir değişiklik yapılmadan istenilen oranda parçanın hacminin azaltılması olarak adlandırılmaktadır. Yani kısaca topoloji optimizasyonu parçaların uygun bölgelerinden parçanın rijitliğini mümkün olan yüksek yapının elde edilmesine olanak sağlayacak şekilde malzeme çıkarılmasıdır (Bendsoe and Sigmund 2004). Topoloji optimizasyonunda malzemelerin dağılımını belirlemek için iki farklı metot mevcuttur. Bu metotlardan biri homojenleştirme metodu olup Bendsoe ve Kikuchi tarafından geliştirilmiştir (Bendsoe and Kikuchi 1988). Malzemelerin dağılımını belirleyen diğer bir metot ise yoğunluk metodu olup Yang ve Chuang tarafından geliştirilmiştir (Yang and Chuang 1994).



Şekil 4. Yapısal Optimizasyona ait 3 kategori
a) Boyut optimizasyonu b) Şekil optimizasyonu
c) Topoloji Optimizasyonu (Bendsoe and Sigmund 2004).



Şekil 5. Topoloji optimizasyon örnekleri a-) Karamert 2022 b-) Ma'arof 2022 c-) Sudin 2014 d-) Dhore 2019 e-) Kalantre 2018

Literatür incelendiğinde yapısal optimizasyon tekniği ile gerçekleştirilen optimizasyon çalışmalarında daha çok kardan milinden bağımsız farklı komponentlerde çalışmaların olduğu görülmüştür. Bu çalışmalar kısaca şöyle özetlenebilir.

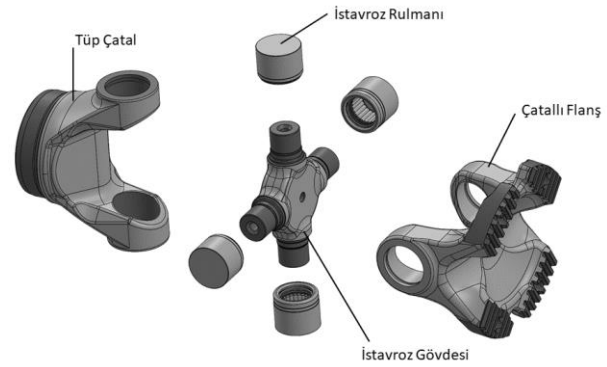
Yapısal optimizasyon tekniğiyle birlikte Şekil 5'te görüleceği üzere Karamert ve Demir (2022) otobüs gövde yapısında boyut optimizasyonu, Ma'arof vd. (2022) gemi motoruna ait brakette topoloji optimizasyonu, Sudin vd. (2014) araç fren pedalında şekil optimizasyonu, Dhore ve Thorat (2019) araç alt salıncak kolunda topoloji optimizasyonu, Kalantre vd. (2018) araç ön yaprak yay braketinde şekil optimizasyonu gerçekleştirmişlerdir.

Kardan mili kapsamında yapılan literatür araştırmalarında ise kısıtlı sayıda kardan mili ve ilişkili parçalarında optimizasyon çalışmaları yapıldığı ve bu çalışmaların daha çok malzeme ve geometrik değişimler olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmalarda yapılan optimizasyonlar iteratif şekilde gerçekleştirilmiş olup kısaca aşağıdaki gibi özetlenebilir.

Peddineni vd. (2012), Maheta ve Patel (2010), More ve Swami (2018), Rompicharla ve Rambabu (2012) çelik

kardan mili yerine kompozit kardan milinin kullanılmasıyla ilgili çalışmalar yaptıkları ve kompozit kardan mili kullanılması sonucunda kardan mili ağırlıklarını azalttıkları görülmektedir.

Ivanovic vd. (2014) kardan milinin birim parçalarından çatallı flanş, istavroz ve tüp çatal için sonlu elemanlar analizi gerçekleştirmişlerdir. Analiz sonuçları kapsamında kritik bölgelerdeki gerilmeler için boyut optimizasyon yöntemi kullanılarak gerilme değerlerinde düşüş sağlandığı görülmüş ve son seviye tasarımlar dondurularak çalışmalarını tamamlamışlardır.



Şekil 6. Sabit mafsals grubu

Yapılan literatür araştırmalarında, topoloji optimizasyonunun kardan mili ve birim parçalarında bağımsız olarak genellikle farklı komponentlerde yapıldığı tespit edilmiştir. Ayrıca kardan mili ve birim parçalarında ise yapılan optimizasyon çalışmaları kapsamında daha çok malzeme ve geometrik değişimlerin, topoloji programı kullanılmadan iteratif şekilde yapıldığı görülmektedir. Yapılan bu çalışmada literatür araştırmalarından farklı olarak kardan mili birim parçası olan çatallı flanşta yoğunluk metodu referans alınarak Altair Inspire yazılım programı ile topoloji optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Topoloji optimizasyonu ile hafifletilecek olan alanlar belirlenmiş ve belirlenen bu alanlar ile bilgi ve birikime dayalı birkaç alandan daha malzeme çıkarılarak CATIA V5 ortamında yeni bir çatallı flanş tasarımı gerçekleştirilmiştir. Optimize edilmiş çatallı flanş ile mevcut çatallı flanşın karşılaştırmalı analizleri Altair HyperWorks sonlu elemanlar analiz programında gerçekleştirilmiştir. Karşılaştırmalı analizlerin tamamlanması sonrasında optimize edilmiş nihai ürünün yer aldığı kardan milinin prototip üretimi gerçekleştirilerek statik torsiyon ile torsiyonel yorulma testlerine tabi tutulmuştur. Ürün, proses doğrulama testleri sırasında çatallı flanş üzerinden gerinim ölçer yardımıyla gerinim verisi toplanmış ve elde edilen veriler, ilgili asal gerilim dönüşüm formüllerinden faydalanarak gerilim değerlerine çevrilmiş ve lineer statik analiz

sonucunda elde edilen gerilim değerleri ile ölçülen gerilim değerleri karşılaştırılmıştır.

2. Materyal ve Metot / Materials and Methods

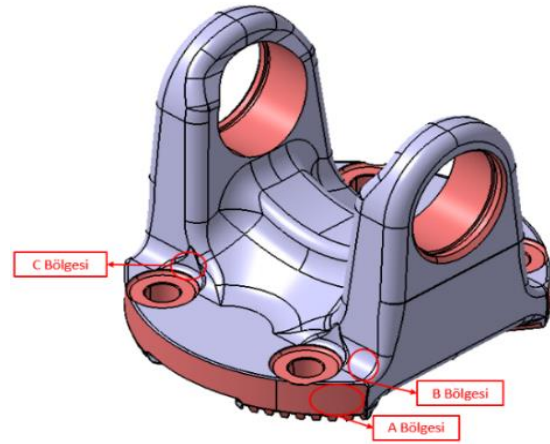
Çatallı flanş sıcak dövme yöntemiyle C45E çeliğinden üretilmiştir. Doğru malzeme verilerini kullanmak için; Özbakiş vd. (2022) daha önceden yaptığı çalışmalar doğrultusunda testler ile doğruluğu ispatlanmış malzeme özellikleri referans alınmıştır (Çizelge 1, Çizelge 2).

Kardan milinde yer alan ve Şekil 6'da belirtilen sabit mafsal grubunun bir parçası olan mevcut çatallı flanşın topoloji optimizasyonu Altair Inspire programında gerçekleştirilerek geometride çıkarılacak alanlar belirlenmiştir. Topoloji optimizasyonundan elde edilen verilere ek birkaç alandan daha malzeme çıkarılarak hafifletilmiş çatallı flanş modeli CATIA V5 programında tasarlanmıştır. Tasarlanan çatallı flanş Altair HyperWorks sonlu elemanlar analiz programında lineer statik analiz gerçekleştirilerek kritik bölgelerdeki gerilmeler incelenmiştir. Mevcut çatallı flanşa ait 3D model ve kritik kesit Şekil 7'de gösterilmiştir. Son olarak hafifletilmiş çatallı flanşın yer aldığı komple kardan mili prototip üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen hafifletilmiş kardan mili statik torsiyon testi ve torsiyonel yorulma testlerine tabi tutulmuştur. Testlere tabi tutulan hafifletilmiş çatallı flanşın yer aldığı kardan mili üzerinden statik torsiyon testleri sırasında gerilim ölçer yardımıyla gerilim verisi toplanmıştır. Elde edilen veriler üzerinden eş değer gerilme (Von Mises akma kriteri), asal şekil değiştirme 1 ve asal şekil değiştirme 2 ölçümleri doğrultusunda elastisite modülü 208.000 MPa, poisson oranı 0,3 kabul edilerek çatallı flanş üzerindeki gerilmeler hesaplanmıştır. Hesaplanan bu gerilmeler ile hafifletilmiş çatallı flanş sonlu elemanlar analizinden elde edilen gerilme değerleri karşılaştırılmıştır. Çatallı flanşa ait kritik bölgeler Şekil 7'de gösterilmiştir.

2.1 Topoloji Optimizasyonu

Bu çalışmada yapısal optimizasyon yöntemi olarak son yıllarda yaygın olarak kullanılmaya başlanan topoloji optimizasyon tekniği kullanılmıştır. Topoloji optimizasyonundaki amaç, kardan milinde bulunan

mafsal grubunun en önemli parçalardan biri olan çatallı flanşın dış boyutlarında değişiklik yapmadan geometride çıkarılacak alanları belirleyerek parçayı hafifletmektir. Bu doğrultuda mevcut çatallı flanşa ait nihai ürün hazırlanmış ve Altair Inspire programında topoloji optimizasyonu yapılması için hazır hale getirilmiştir. İlk öncelikle çatallı flanş modeli üzerindeki bağlantı deliklerinden "sabitleme" komutu ile serbestlik olmayacak şekilde çatallı flanş sabitlenmiştir. Daha sonra istavroz rulmanının çalıştığı çatallı flanş kulak iç yüzeylerine Z ekseninde olacak şekilde elastik limit akma tork değeri olan 14.000 Nm tork tanımlanmıştır. Son olarak "simetrik kontrol" komutu ile simetri düzlemleri tanımlanmış ve optimize edilmiş şeklin simetrik olması sağlanarak topoloji optimizasyonu için ön hazırlıklar tamamlanmıştır. Ön hazırlıkları tamamlanan çatallı flanşın Şekil 8'de verilen sınır şartları kapsamında, amaç fonksiyonu olarak maksimum rijitlik, kısıtlayıcı olarak ise 3 farklı hacim azalması üzerine denemeler gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen bu denemeler doğrultusunda çatallı flanşın yapısı ve Şekil 9 üzerinde gösterilen kısaca XS (X Serration) olarak anılan X formundaki dişleri korumak adına %30 hacim azalması üzerine topoloji optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Topoloji optimizasyonu gerçekleştirilen çatallı flanşın sınır şartları ve 3 farklı hacim azalması ile boşaltma yapılan alanlar Şekil 8'de ifade edilmiştir.



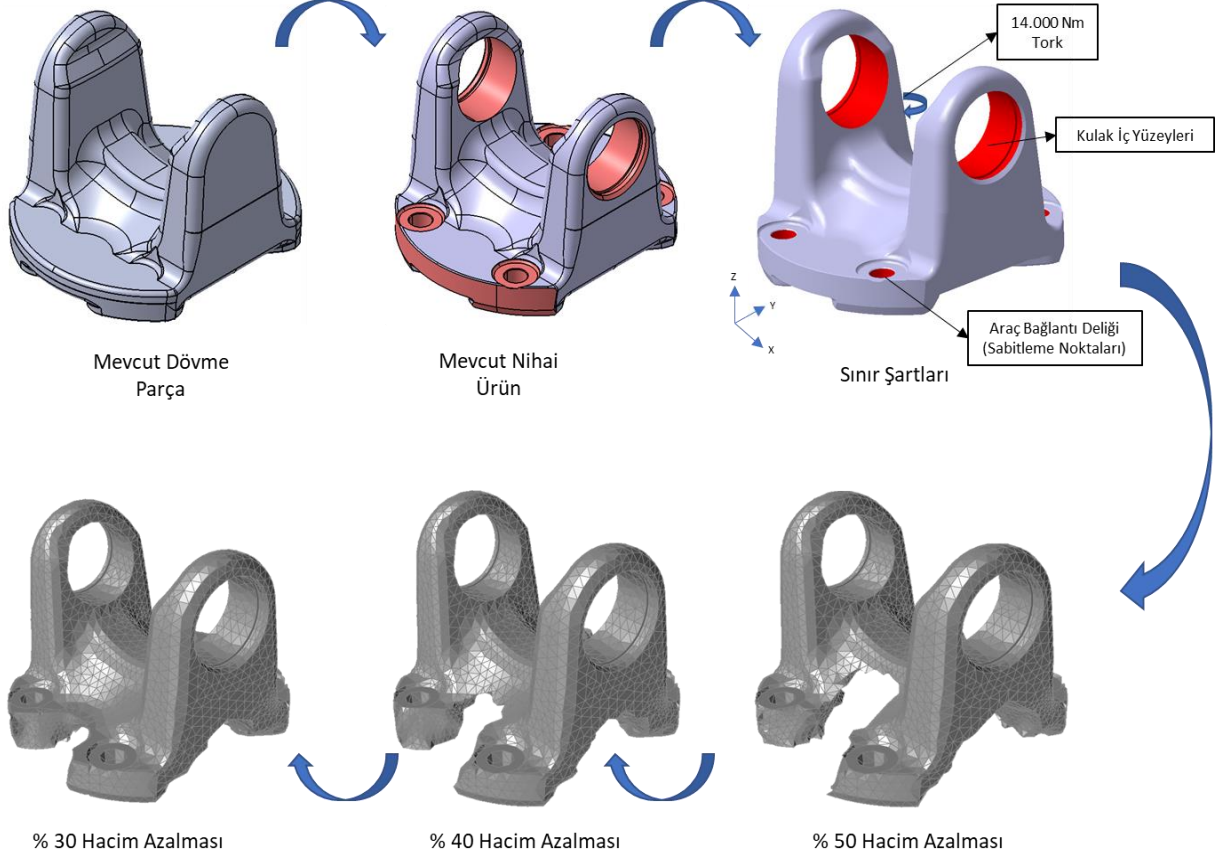
Şekil 7. Çatallı flanşa ait mevcut model ve gerilme açısından kritik bölgeler

Çizelge 1. C45E malzemesine ait alaşım elementlerinin oranları ve sertlik değeri (Özbakiş vd. 2022)

	Karbon	Krom	Aluminyum	Molibden	Silisyum	Mangan	Fosfor	Kükürt	Bakır	Kalay	Nikel	
Alaşım Elementleri / Oranları	% C	% Cr	% Al	% Mo	% Si	% Mn	% P	% S	% Cu	% Sn	% Ni	Sertlik (HB)
C45E	0,46	0,12	0,021	0,02	0,26	0,73	0,01	0,019	0,21	0,012	0,09	217

Çizelge 2. C45E malzemesinin mekanik özellikleri (Özbaşı vd. 2022)

Malzeme	Akma Mukavemeti [MPa]	Çekme Mukavemeti [MPa]	Yorulma Mukavemeti [MPa]	Elastisite Modülü [MPa]	Yüzde Uzama [%]
C45E	431	795	400	208.000	18%



Şekil 8 Optimizasyon aşamaları

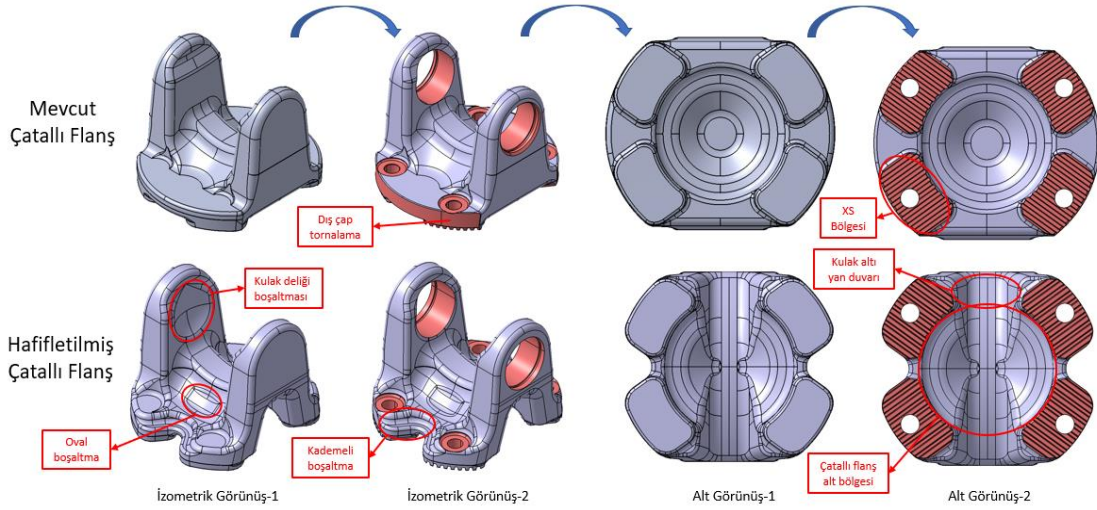
2.2 CAD Tasarım

Mevcut çatallı flanşa ait görüntüler ve topoloji optimizasyonu sonrasında mevcut çatallı flanştan çıkarılacak olan alanlar Şekil 8'de belirtilmişti. Topoloji optimizasyonun çıktısı olarak boşaltılacak olan bu alanlar dikkate alınarak bilgisayar destekli tasarım programı CATIA V5'te yeni çatallı flanşa ait dövme model oluşturulmuştur. Dövme model oluşturulurken topoloji optimizasyonunun işaret ettiği çatallı flanş alt bölgesi ve kulak altlarında mevcuda göre bir miktar boşaltma yapılmıştır. Model oluşturulurken topoloji optimizasyonundan elde edilen verilere ek olarak bilgi ve birikime dayalı birkaç alandan daha malzeme çıkarılmıştır. Bunların başında Şekil 9'da gösterilen kulak bölgesinde kulak deliği çapında bir miktar boşaltma yapılmıştır. Diğer

bir hafifletmek için çıkarılan alan ise çatallı flanşın karşılık parçasının mafsalsal açısı kadar açı yaptığındaki bölgede oval bir boşaltma yapılmıştır. Son olarak mevcut çatallı flanş dövme parçasından nihai ürün işlenirken dış çap tornalama yapılmaktadır. Yeni yapılan hafifletilmiş çatallı flanşta dış çap tornalama iptal edilerek çapta 5 mm'lik bir avantaj sağlanmış ve dövme model oluşturulmuştur. Hafifletilmiş dövme model üzerine kulak deliği, segman kanalı, bağlantı delik detayları ve XS boşaltmaları (ISO 12667) standardına uygun şekilde açılarak nihai ürün sonlu elemanlar analizine hazır hale getirilmiştir. Bu tasarım ile birlikte hafifletilmiş çatallı flanş talaş miktarı, mevcut çatallı flanş talaş miktarına göre %14,38 oranında azalmıştır. Mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanş ağırlıkları ile talaş miktarları Çizelge 3'te ifade edilmiştir.

Çizelge 3. Mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanş ağırlıkları ile talaş miktarları

	Dövme Ağırlığı [kg]	Nihai Ürün Ağırlığı [kg]	Talaş Miktarı [kg]
Mevcut Parça	7,56	6,10	1,46
Hafifletilmiş Parça	6,15	4,90	1,25
Ağırlık Farkı	1,41	1,20	0,21
Ağırlık Yüzde Farkı [%]	% 18,65	% 19,67	% 14,38

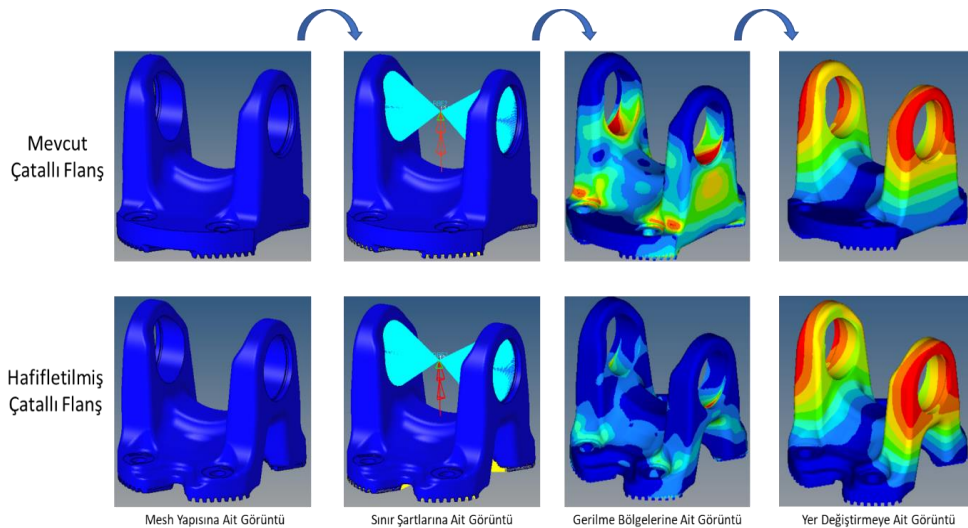


Şekil 9. Mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanşa ait tasarım görüntüleri

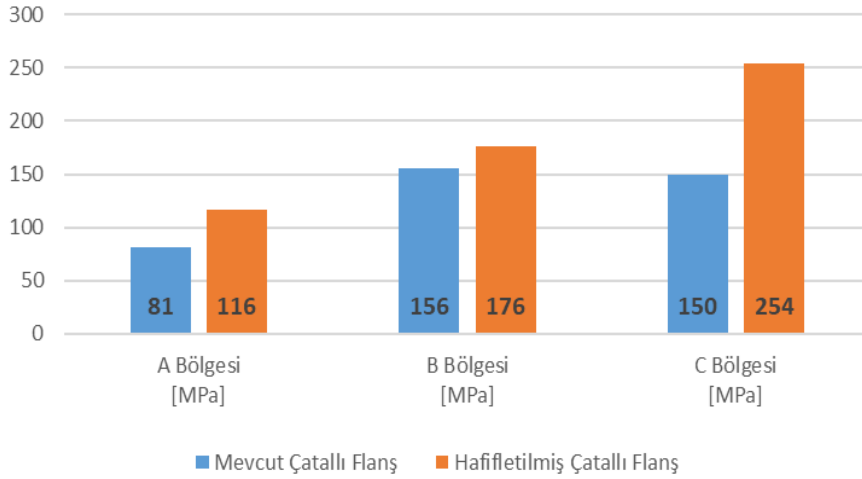
2.3 Sonlu Elemanlar Analizi

Bilgisayar destekli tasarım programı CATIA V5'te tasarlanan mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanş Altair HyperWorks'te sonlu elemanlar analizine tabi tutulmuştur. İlk öncelikle düzgün sorunsuz bir ağ yapısı oluşturmak adına model üzerinde geometrik düzenlemeler yapılarak yüklerin tanımlanacağı ağ yapısı oluşturulmuştur. Ağ yapısı oluşturulurken Kahyalar ve Şen'in (2020) daha önceden yaptığı çalışmalar doğrultusunda testler ile doğruluğu ispatlanmış olan eleman boyutunda R-trias ve 3D tetra elemanlarından yararlanılmıştır. Oluşturulan bu ağ yapısı Tirsan Kardan firması tarafından referans gösterilen yayına konu olan üründe değil, tüm ürünlerde çok uzun yıllardır oluşturduğu bilgi birikimi ve test veri tabanı ile doğrulanmıştır. Ağ yapısı oluşturulduktan sonra XS bağlantı yüzeylerinden rijit elemanlar ile birbirine bağlanarak rijit elemanların orta noktasına sabitleme elemanları atanmış ve sınır koşulları belirlenmiştir. Daha sonra istavroz rulmanının hareket ettiği çatallı flanş kulak

iç yüzeyleri rijit elemanlar ile birbirine bağlanarak orta noktasına 14.000 Nm tork tanımlanmıştır. Tork tanımlanmasından sonra elastisite modülü 208.000 MPa ve poisson oranı 0,3 olarak tanımlanmış ve analize ait ön hazırlıklar tamamlanmıştır. Ön hazırlığı tamamlanan ve analiz için hazır olan mevcut çatallı flanş ile hafifletilmiş çatallı flanşa ait sonlu elemanlar analiz görüntüleri Şekil 10'da belirtilmiştir. Çatallı flanş alt bölgesinde sarı renk ile belirtilen rijit elemanlar modelin sabitlenmesi için, kulak deliklerinde turkuaz renk ile belirtilen rijit elemanlar ise tork tanımlamak için kullanılmıştır. Yapılan analizler doğrultusunda Şekil 7'de belirtilen A, B, C kritik bölgeleri dikkate alınarak mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanşlarda görülen gerilme değerleri Şekil 11'de belirtilmiştir. Mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanş için yapılan analiz yapısal olarak lineer statik koşulda gerçekleştirilmiş olup, mevcut çatallı flanş 1.308.273 adet eleman ve 275.673 adet düğümden oluşmaktadır. Hafifletilmiş çatallı flanş ise 1.251.360 adet eleman ve 264.821 adet düğümden oluşmaktadır.



Şekil 10. Mevcut ve hafifletilmiş çatallı flanşa ait sonlu elemanlar analiz görüntüleri



Şekil 11. Sonlu elemanlar analiz sonuçlarının karşılaştırması

3. Bulgular / Results and Discussions

Topoloji optimizasyonu ile hafifletilmiş çatallı flanş sıcak dövme yöntemiyle üretilmiş olup parça üretim bölümümüzde tasarımı yapılan nihai ürüne göre parçalar işlenmiştir. İşlenen hafifletilmiş çatallı flanşın kullanıldığı kardan millerinin üretimleri montaj bölümümüzce gerçekleştirilerek test edilmek üzere hazır hale getirilmiştir. Üretilen kardan milleri statik torsiyon ve torsiyonel yorulma testlerine tabi tutulmuştur. Yapılan statik torsiyon testleri doğrultusunda elastik limit akma tork değeri 14.000 Nm olmasına rağmen yapılan testlerde elastik limit tork değeri ortalama 23.000 Nm olarak görülmüş ve ortalama 32.750 Nm tork değerlerinde kardan mili sabit mafsalsız gövdesinden kırılmıştır. Torsiyonel yorulma testlerinde ise fonksiyonel limit torkunun belli bir yüzdesinde uygulanan tork, 1 Hz yükleme frekansı ve saha tecrübelerine istinaden 300.000 çevrim doğrultusunda teste tabi tutulmuş olup ortalama 734.000 çevrim değerlerinde testler durdurulmuştur. Durdurulan testlerde kullanılan kardan mili ve birim parçalarında herhangi bir kırılma görülmemiştir.

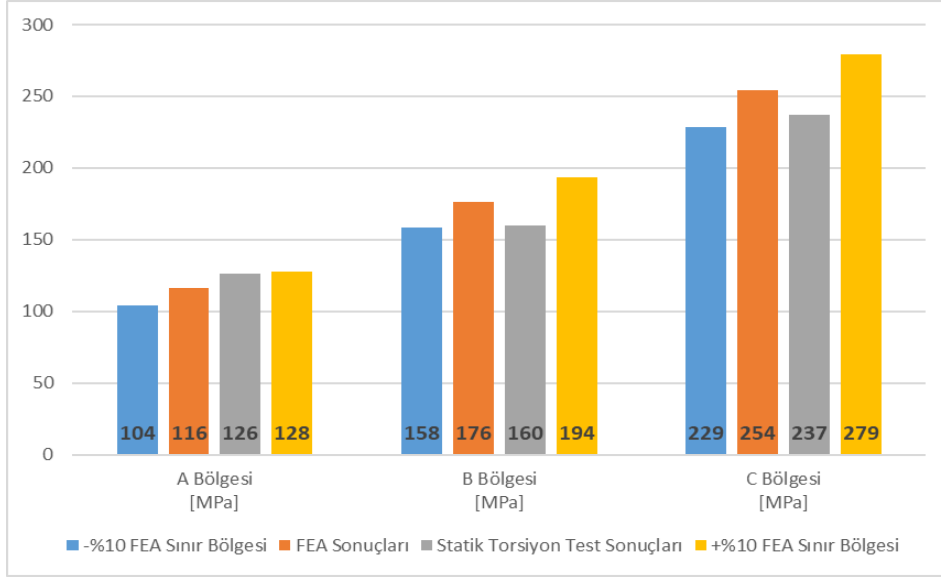
Testler sırasında gerinim ölçer yardımıyla Şekil 14'te belirtilen bölgeler üzerinden gerinim verisi toplamak için bir grup ön hazırlık yapılmıştır. Yapılan bu ön hazırlıklar için öncelikle birim parça olan topoloji optimizasyonu ile hafifletilmiş çatallı flanşta veri toplanacak olan kritik bölgeler belirlenmiştir. Belirlenen bu bölgelere 80-150-320'lik zımpara yapılmıştır. Zımpara yapılan bu bölgelere ait yüzeyler alkol ve yağ çözücü ile temizlenmiş ve temizlenen yüzeye TML (Tokyo Measuring Instruments Laboratory Co) firmasına ait yapıştırıcı ile rozetler enstrümanete edilerek 5-10 dakika arasında baskı uygulanmıştır. Uygulanan baskı sonrasında kâğıt bantlar yardımıyla etrafı çevrelenerek bantlanmıştır. Kâğıt bantların üzerine terminaller yerleştirilerek lehimleme yöntemi ile çeyrek köprü bağlantısı yapılmıştır. Yapılan bu

bağlantılar ohm metre yardımı ile kontrolleri gerçekleştirilmiş ve birbirine temas etmemesi için sıvı conta ile kaplanarak ön hazırlık işlemi tamamlanmıştır.

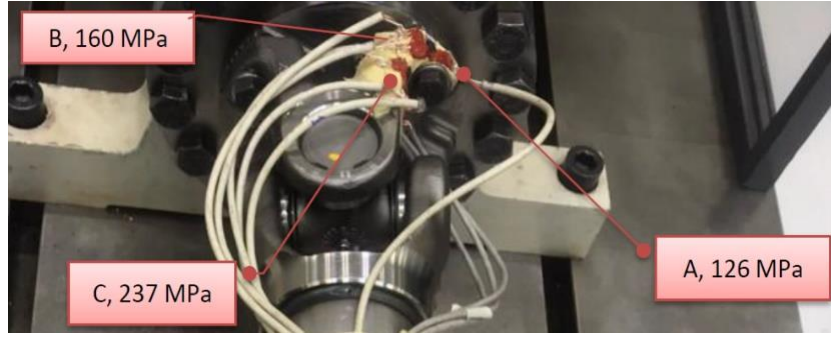
Kardan milleri veri toplama çalışmasında test cihazına bağlandıktan sonra LMS köprü kalibrasyonu yapılmıştır. Hafifletilmiş çatallı flanşın belirlenen bölgelerinden ilgili tork seviyelerinde 9 farklı kanal kullanarak 3 adet gerinim ölçer ile tek seferde veri toplama gerçekleştirilmiştir. Elde edilen veriler üzerinden eş değer gerilme (Von Mises akma kriteri), asal şekil değiştirme 1 ve asal şekil değiştirme 2 ölçümleri doğrultusunda elastisite modülü 208.000 MPa, poisson oranı 0,3 kabul edilerek çatallı flanş üzerindeki gerilmeler hesaplanmıştır. Veri toplama çalışmasına ait görüntü Şekil 13'te belirtilmiş olup çatallı flanşa ait kritik bölgelerde sonlu elemanlar analiz sonuçları ile çatallı flanş üzerinden alınan veriler doğrultusunda hesaplanan gerilme değerleri Şekil 12'de karşılaştırılmıştır. Sonlu elemanlar analiz sonuçları ile yapılan testler arasındaki fark Kasaba vd. (2019) daha önceden yaptığı çalışmalar doğrultusunda testler ile doğruluğu ispatlanmış olan \pm %10 skalası referans alınmış olup bu çalışmadaki fark ortalama %7-9 arasında olduğu görülmüştür.

4. Sonuçlar ve Tartışma / Conclusions

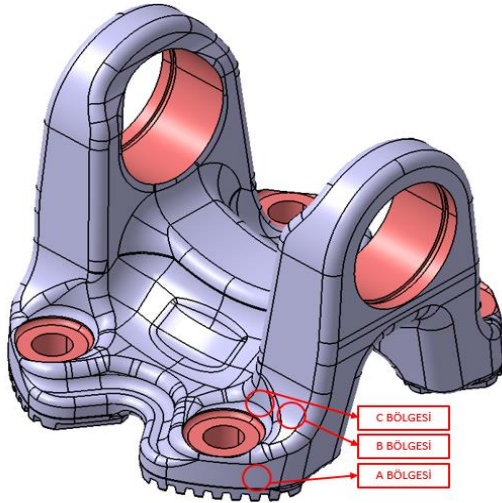
Otomotiv ve havacılık gibi birçok üretim alanında; iyileştirme, malzeme tasarrufu, zaman ve maliyet verimliliği için ürünlerin optimizasyonu büyük önem taşımaktadır. Araçların yakıt tüketimi ve emisyon oranlarını azaltmak için en etkili çözümlerden biri taşıt ağırlığını azaltmaktır. Bu çalışmada taşıtlarda kullanılan kardan milinin birim parçası olan çatallı flanş için topoloji optimizasyon tekniği kullanılarak mevcut çatallı flanş optimize edilmiş ve hafifletilmiş çatallı flanş tasarımı gerçekleştirilmiştir.



Şekil 12. Sonlu elemanlar analizi ve statik torsiyon testi sonuçlarının karşılaştırılması



Şekil 13. Veri toplama çalışmasına ait görüntü



Şekil 14. Hafifletilmiş çatallı flanşta gerilim verisi toplama bölgeleri

Tasarımı gerçekleştirilen hafifletilmiş çatallı flanş ve mevcut çatallı flanş sonlu elemanlar analizine tabi tutulmuştur. Tasarımı ve analizleri gerçekleştirilen hafifletilmiş çatallı flanş ağırlığı, mevcut çatallı flanş ağırlığına göre %19 oranında düşürülmüştür. Hafifletilmiş çatallı flanşın yer aldığı komple kardan mili prototipleri

ürün/proses doğrulama testlerine tabi tutulmuştur. Ürün/proses doğrulama testleri kapsamında statik torsiyon testlerinde elastik limit akma tork değeri 14.000 Nm olmasına rağmen yapılan testlerde, elastik limit akma tork değeri ortalama 23.000 Nm görülmüştür.

Aynı şekilde torsiyonel yorulma testlerinde de saha tecrübelerine istinaden 300.000 çevrim olmasına rağmen yapılan testlerde, ortalama 734.000 çevrim değerlerinde testler durdurulmuştur. Testlerde kullanılan kardan mili ve birim parçalarında herhangi bir kırılma görülmemiştir.

Ayrıca ürün/proses doğrulama testleri sırasında çatallı flanş üzerinde gerinim ölçer yardımıyla gerinim verileri toplanmıştır. Elde edilen veriler ilgili asal gerilim dönüşüm formüllerinden faydalanılarak gerilim değerlerine çevrilmiş ve lineer statik analiz sonucunda elde edilen gerilim değerleri ile ölçülen gerilim değerleri karşılaştırılmıştır.

Karşılaştırılan bu değerler testler ile doğruluğu ispatlanmış olan \pm %10 skalası referans alınmış olup bu çalışmadaki fark ortalama %7 - %9 arasında olduğu görülmüştür.

Sonuç olarak çatallı flanş için gerçekleştirilen bu çalışmada, elbette üretim yöntemi ve çatallı flanş geometrisindeki kısıtlar dikkate alınmıştır. Örneğin, sıcak dövme yönteminde kesit kalınlığının belirli bir sınır değer altına düşmemesi, kesit değişikliklerinde ürünün lif yönlenmesinin de dikkate alınması gibi üretim kısıtları yanında, çatallı flanşın tork taşıma kapasitesini belirleyen kulak deliği çapı, gerekli mafsalsal açısını sağlayan eksen yüksekliği ve uluslararası standartlar ile belirlenmiş bağlantı bölgesi ölçü ve geometrisinde değişiklik yapılması mümkün olmamaktadır.

Etik Standartlar Bildirgesi/ Declaration of Ethical Standards

Yazarlar tüm etik standartlara uyduklarını beyan ederler.

Yazarlık Katkı Beyanı/ Credit Authorship Contribution Statement

Yazar 1: Kaynaklar, Araştırma, Deney, Yazma – orijinal taslak
Görselleştirme, Yazma – orijinal taslak

Yazar 2: Biçimsel analiz, Doğrulama, Metodoloji, Görselleştirme,
Yazma/inceleme ve düzenleme

Yazar 3: Araştırma, Fikir Sahibi, Deney tasarımı, Görselleştirme,
Yazma/inceleme ve düzenleme

Çıkar Çatışması Beyanı/Declaration of Competing Interest

Yazarların bu makalenin içeriğiyle ilgili olarak beyan edecekleri hiçbir çıkar çatışması yoktur.

Verilerin Kullanılabilirliği/ Data Availability

Bu çalışma sırasında oluşturulan veya analiz edilen tüm veriler, yayınlanan bu makaleye dahil edilmiştir.

Teşekkür / Acknowledgement

Çalışmaya vermiş oldukları destek nedeni ile Tirsan Kardan Ar-Ge Merkezi ekibi ve yöneticilerine teşekkür ederiz.

5. Kaynaklar / References

Bendsoe M.P., Kikuchi N., 1988. Generating optimal topologies in structural design using a homogenization method. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* **71**, 197-224.
[https://doi.org/10.1016/0045-7825\(88\)90086-2](https://doi.org/10.1016/0045-7825(88)90086-2)

Bendsoe M.P., Sigmund O., 2004. *Topology Optimization Theory, Methods and Applications*. Springer, 2.

Chapra S.C., Canale R.P., 2010. *Numerical Methods for Engineers*. McGraw-Hill, 347.

Dhore R., Thorat M.L., 2019. Experimental analysis and topology optimization of lower suspension arm of car. *International Research Journal of Engineering and Technology*. **6(3)**, 7605-7609.

Ivanovic L., Josifovic D., Ilic A., Stojanovic B., Zivkovic K., 2014. Optimization of cardan joint design from load

capacity aspect. *International Congress Motor Vehicles & Motors.*, 396-404.

International Standard ISO 12667., 1993. *Commercial Vehicle and Buses – Cross Tooth Propeller Shaft Flanges, Type T*. International Organization for Standardization.

Kahyalar M.C., Şen O., 2020. Kardan mili istavroz gövdesinde dayanıklılığın artırılması ve yapısal analiz ile doğrulanması. *Manisa Celal Bayar Üniversitesi III. Ulusal Üniversite Sanayi İşbirliği, Ar-Ge ve İnovasyon Kongresi*. Manisa, Türkiye, 154-160.

Kalantre V., Munde K.H., Pawar A., 2018. Topology optimization of front leaf spring mounting bracket. *International Journal of Scientific Development and Research*, **3(7)**, 12-19.

Karamert S., Demir A., 2022. Ticari otobüs gövde yapısında topoloji optimizasyonu çalışması., 2022. *International Journal of Advances in Engineering and Pure Sciences*, **34(2)**, 229-234.
<https://doi.org/10.7240/jeps.988228>

Kasaba M., Tarakçı S., Işık E., Akkaş O., 2019. A correlation study of an fea method developed for heavy duty driveshaft applications. *The Eurasia Proceedings of Science, Technology, Engineering & Mathematics.*, **7**, 315-320.

Ma'arof M.I.N., Husain H., 2022. Topology optimization of an engine mounting bracket. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering.*, **12(7)**,156-161.
https://doi.org/10.46338/ijetae0722_17

Maheta V.V., Patel A.B., 2010. Design analysis and optimization in automobile drive shaft. *International Journal for Innovative Research in Science & Technology.*, **1(12)**, 432-439.

More S.D., Swami M.C., 2018. Design and optimization of composite propeller shaft. *Journal of Mechanical and Civil Engineering.*, **15(2)**, 83-89.

Özbakış, M., Yeni, E.C., Kahyalar, M.C., 2022. Investigation of the similarity between physical tests and fatigue simulation of flange yoke made of C45 E material used in cardan shafts. *Materialwiss. Werkstofftech.*, **53**, 1-12.
<https://doi.org/10.1002/mawe.202000257>

Peddineni V.P.P., Sessaiah T., Babu T.V., 2012. Optimal design and analysis of polymer composite automobile

propeller shaft. International Journal of Mathematical Education in Science and Technology., **6(2)**, 117-128.

Rompicharla R.P.K., Rambabu K., 2012. Design and optimization of drive shaft with composite materials. International Journal of Modern Engineering Research., **2(5)**, 3422-3428

SAE Driveshaft Committee., 1991. Universal Joint and Driveshaft Design Manual. Advance in Engineering Series, United States of America, 7, 15 s.

Seherr-Thoss, H.Chr., Schmelz, F., Aucktor, E., 2006. Universal Joints and Drive Shafts. Springer, 366.

Sudin M.N., Tahir M.M., 2014. Topology optimization in automotive brake pedal redesign. International Journal of Engineering and Technology., **6(1)**, 398-402.

Yang, R.J., Chuang, C.H., 1994. Optimal topology design using linear programming. Computer & Structures **52.**, 265-275.
[https://doi.org/10.1016/0045-7949\(94\)90279-8](https://doi.org/10.1016/0045-7949(94)90279-8)

Effect of Mold Materials Used During Hot Embossing on Feature Fidelity for Microfabrication in Cyclic Olefin Polymer (COP) Substrate

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 23.08.2023

Kabul/Accepted: 07.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

Sıcak Kabartma Sırasında Kullanılan Kalıp Malzemelerinin Döngüsel Olefin Polimer (COP) Altahta Mikrofabrikasyonda Yapıların Doğruluğuna Etkisi

Ahmet Can ERTEN* 

¹İstanbul Teknik Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Fakültesi, Elektronik ve Haberleşme Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

During the transition from research to market, the fabrication of microfluidic devices in thermoplastic substrates is inevitable. For short production runs of several hundred products, hot embossing is the typical method before moving on to a typically more expensive injection molding process for higher production volumes. In this work, we investigated the effect of mold material used during hot embossing on feature fidelity for microfabrication in cyclic olefin polymer (COP) substrate. Specifically, we designed a simple flow-focusing microfluidic device and fabricated three different molds using silicon wafer by deep reactive ion etching (DRIE), aluminum filled high temperature epoxy by soft lithography and aluminum by CNC milling. We performed hot embossing experiments with 2mm thick COP substrates and these three different molds using automatic bench top Carver hot press. Finally, we characterized the hot embossed substrates by optical and scanning electron microscopy. Fabrication results demonstrate that the mold material plays a big role in feature fidelity. Among the mold materials used, silicon substrate performed the worst based on defects after demolding. Epoxy and aluminum molds were similar in terms of microfabricated feature defects in the substrate which could be mostly attributed to their coefficient of thermal expansion (CTE). A mold material with a CTE closer to the thermoplastic will result in much better feature fidelity.

Keywords Hot Embossing; Cyclic Olefin Polymer; COP; Mold; Thermoplastic.

Öz

Araştırmadan pazara geçiş sırasında, termoplastik yüzeylerde mikroakışkan cihazların imalatı kaçınılmazdır. Daha yüksek üretim hacimleri için tipik olarak kullanılan pahalı enjeksiyon kalıplama işlemine geçmeden önce birkaç yüz ürün gibi küçük hacimli üretim süreçleri için, sıcak kabartma tipik yöntemdir. Bu çalışmada, sıcak kabartma sırasında kullanılan kalıp malzemelerinin döngüsel olefin polimer (COP) substratta mikrofabrikasyonda üretim sonuçları üzerindeki etkisini araştırdık. Spesifik olarak, basit bir akış odaklamalı mikroakışkan cihazı tasarladık ve bu tasarımı kullanarak silisyum, alüminyum dolgulu epoksi ve alüminyum altaşlar kullanarak üç farklı kalıp ürettik. Bu üç farklı kalıp malzemesini COP substrat ile otomatik tezgâh üstü Carver sıcak preste kullanarak sıcak kabartma deneyleri yaptık. Son olarak, sıcak kabartmalı alt tabakaları optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskop ile karakterize ettik. Üretim sonuçları, kalıp malzemesinin üretim sonuçları üzerinde büyük bir rol oynadığını göstermektedir. Kullanılan kalıp malzemeleri arasında silisyum altaş, kalıptan çıkarma sonrasındaki kusurlara göre en kötü performansı göstermiştir. Epoksi ve alüminyum kalıplar, çoğunlukla termal genleşme katsayılarına (CTE) atfedilebilen alt tabakadaki mikro fabrikasyon özellik kusurları açısından benzerdi. Termoplastiğe daha yakın bir CTE'ye sahip bir kalıp malzemesi, çok daha iyi özellik doğruluğu ile sonuçlanacaktır.

Anahtar Kelimeler Sıcak Kabartma; Döngüsel Olefin Polimer; COP; Kalıp; Termoplastik.

1. Introduction

Microfluidics has found many applications in diverse fields such as biology, chemistry, and material science (Liu and Jiang 2017; Sackmann et. al. 2014). With the introduction of soft lithography and the use of polydimethylsiloxane (PDMS) as a material, the popularity of microfluidics has increased thanks to the convenience of rapid prototyping in a lab environment without the need for expensive equipment (Duffy et al. 1998; Xia and

Whitesides 1998). However, very few of those successfully demonstrated proof-of-concept laboratory prototypes ever made it into a successful commercial product (Blow 2009). One of the main reasons behind this low transferability of the prototypes into commercial products is the same reason that reduced the barrier to the development of microfluidic systems: PDMS. PDMS enabled fast and cheap prototyping of microfluidic systems but when eventually a successful prototype was

demonstrated in PDMS, it needed to be manufactured in thermoplastics such as polymethyl methacrylate (PMMA), polycarbonate (PC), and polystyrene (PS) compatible with established cost-effective high-throughput manufacturing methods (Volpatti and Yetisen 2014).

Thermoplastics are a type of polymer that can be reshaped when heated near the glass transition temperature (T_g) of the material. They have several advantages including low material cost, availability of a range of material properties tailored for specific needs besides amenability for mass manufacturing (Becker and Locascio 2002). Besides many commonly used thermoplastics in microfluidics such as PMMA, PC and PS, cyclic olefin polymer (COP)'s high optical transparency, optical clarity, as well as low autofluorescence, and strong chemical resistance with low water absorption, make it an attractive material for microfluidic applications (Alrifaiy *et al.* 2012; Nunes *et al.* 2010).

Injection molding and hot embossing emerge as two popular high-throughput manufacturing methods for creating the desired channels in thermoplastics (Becker and Gärtner 2008; Fiorini and Chiu 2005; Rodrigues *et al.* 2015). Injection molding produces parts by injecting molten material into a mold. It is reproducible and low cost in high volume production cases. On the other hand, hot embossing - a process that involves pressing a patterned mold into a polymer sheet to create micro- or nano-scale features - is less expensive to set up for low to medium volume production making it practical choice for research labs (Berthier *et al.* 2012).

The success of the hot embossing process depends on the optimization of many parameters such as mold design and its material, thermoplastic and its T_g , compression force, embossing and demolding temperature and their durations (Cheng *et al.* 2014; Çoğun *et al.* 2017; Kourmpetis *et al.* 2019; Li *et al.* 2008; Sun *et al.* 2009). Typically, the mold material is one of the critical components of the hot embossing process that determines the quality and characteristics of the embossed structures obtained. For example, silicon molds patterned through deep reactive ion etching (DRIE) or KOH wet etching are common for their favorable surface finish and accuracy (Esch *et al.* 2003). Metal molds fabricated through electroplating and CNC machining are also preferred for their durability. Recently, high strength epoxy resin-based molds have been used for their more practical and low-cost fabrication (Koerner *et al.* 2005; Konstantinou *et al.* 2016). Besides these common mold

materials, non-conventional mold materials such as PDMS and PMMA were also explored (Goral *et al.* 2011; Khan Malek *et al.* 2007; Liu *et al.* 2013; Liu *et al.* 2014). However, few studies have performed a direct comparison of these popular molds in terms of embossed feature accuracy (Jena *et al.* 2012; Konstantinou *et al.* 2016).

In this study, we designed a simple flow-focusing fluidic channel (Zhu and Wang 2017). We used hot embossing technique for replicating this design to COP material with three different mold materials i.e., silicon, aluminum and epoxy. We chose silicon molds for their familiarity to the microfluidics community and their potential for in-house development. We chose aluminum molds for their ease in bench-top milling systems and the short turn-around time required for their machining. Finally, we chose aluminum filled epoxy resin molds for the similarity of their fabrication process to the soft lithography process. Using a bench top hot press, we used the same hot embossing process with these different molds on pre-cut COP sheets. We investigated the role of mold materials on feature fidelity through assessment of embossed parts by optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM).

2. Materials and Methods

2.1 Materials

Sylgard 184 base and curing agent were obtained from Dow Corning Corporation. PT4925A aluminum filled high-temperature epoxy resin and PT4925-B1 hardener were obtained from PTM&W Industries. COP substrates (Zeonor 1060R with glass transition temperature T_g of 100 °C) were obtained in 2mm thick sheets from Zeon Corporation. 4 inch 500 μm thick single side polished silicon wafers with $\langle 100 \rangle$ crystal orientations were obtained from University Wafer Corporation.

2.2 Fabrication of silicon mold

Initially, the schematics of a simple flow-focusing fluidic channel design with a minimum channel width of 100 μm and two alignment marks in the shape of plus signs (+) were drawn using CAD software and a high-resolution transparency mask was produced using a 4x2 array of this design. The schematic of the fluidic channels with 1.8mm inlets and approximately 25mm by 10mm bounding box is shown in Figure 1a. After a 10 μm thick positive resist layer was spin-coated onto a 4-inch single-side polished silicon wafer, the photoresist was patterned using photolithography process. The silicon mold was manufactured using a DRIE process with the resist acting as the etch mask to create features with approximately 40

μm height. Finally, once the features were defined in the silicon substrate, the remaining photoresist was removed using solvents and the wafer was diced to get about 30mm by 15mm molds.

2.3 Fabrication of epoxy mold

The epoxy mold was prepared similarly to the soft lithography process. First, PDMS was prepared by mixing Sylgard 184 base: curing agent at a ratio of 10:1. After degassing the PDMS mixture, it was poured over the silicon mold produced through DRIE etching and cured in oven at 65 °C for 3 hours. Next, the PDMS replica was used as the master for aluminum filled high-temperature epoxy resin PT4925 (PTM&W Industries, Santa Fe Springs, CA). PT4925 epoxy was prepared by mixing PT4925-A and PT4925-B1 at a ratio of 100:10 and cured at room temperature for 24 hours. After demolding from the PDMS mold, epoxy was post-cured for 4 hours at 65 °C followed by 4 hours at 120 °C and finally 4 hours at 175 °C in an oven. Finally, the mold was let to cool down to room temperature gradually.

2.4 Fabrication of aluminum mold

First, the schematics of the fluidic channels were converted into G-code using CAM software. Next, a small aluminum block was secured to the part holder of a 3-axis benchtop CNC mill and surfaced using a 1mm diameter flat end mill. Finally, a 100 μm diameter flat end mill was used for machining the aluminum mold.

2.5 Hot Embossing and Characterization

Hot embossing experiments were performed using an automatic benchtop hot press (Carver Auto 3889) with a clamping force capacity up to 15 tons. It was fitted with a 6-inch x 6-inch square heated platens and cooling was achieved by air and chiller water cooled platens.

First, the mold was placed on the bottom platen followed by carefully stacking the polymer substrate (25mm x 10mm x 2mm rectangular piece) on top of the mold. The mold and substrate were heated up to the polymer molding temperature. Specifically, the bottom platen and top platen were heated up to 110 °C (10°C above Tg) and 90 °C (10°C below Tg) respectively. The top and bottom plates were heated up to different temperatures to avoid excessive deformation in the 2mm thick COP substrate (Lee *et al.* 2010). When the constant molding temperature was reached, the top and bottom platens were moved towards each other until the pre-set maximum embossing force of 1 ton was achieved. Once

the pre-set maximum embossing force was achieved, it was held at that value for a holding time of 3 minutes while the temperature was kept constant. After the holding time was complete, the demolding step started with the cooling of the bottom platen to 80 °C (20°C below Tg) and top platen left at 90 °C (10°C below Tg) while the embossing force was maintained. When the demolding temperature of the polymer was reached, the platens were moved to their initial position. Finally, the embossed thermoplastic part was demolded manually. After demolding, the manufactured parts and molds were investigated first using optical microscopy. A surface profilometry was used to obtain feature depths for the embossed COP parts as well. Next, the COP parts were diced into smaller pieces revealing fluidic channel cross-sections and their scanning electron microscopy (SEM) images were taken.

3. Results and Discussion

The mold had a significant influence on the accuracy of the embossed structures. The photographs of silicon, epoxy and aluminum molds showing the flow-focusing design are shown in Figure 1b, c and d respectively. The milling marks can be seen for the aluminum mold.

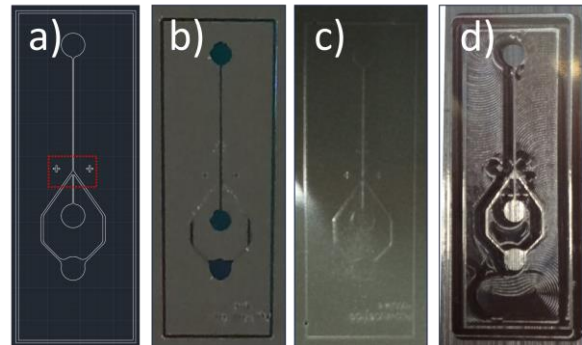


Figure 1. a) Schematic drawing of the mold (dashed red rectangle shows the flow focusing region with plus sign shaped alignment marks) b) Silicon mold c) Epoxy mold d) Aluminum mold

In Figure 2a, a COP part embossed with the silicon mold is shown. The surface profilometry results of the COP part are shown in Figure 2b and 2c. In Figure 2b, between points 1 and 2 (corresponding to approximately edges of the central fluidic inlet), the measured distance is around 1.75mm which is close to the designed diameter of 1.8mm. In Figure 2c, between points 3 and 4 (corresponding to the edges of the chip bounding box), the measured distance is around 0.15mm which is close to the designed distance of 0.2mm. For Figure 2b and 2c, the embossed depth is around 37-38 μm which is in line with the silicon mold feature heights.

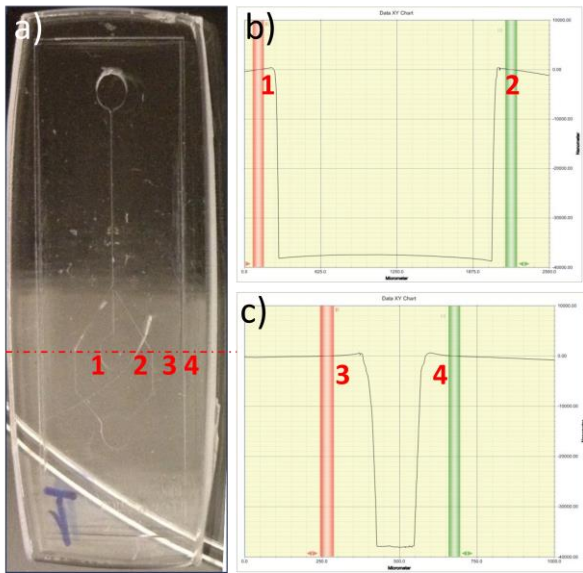


Figure 2. Surface profilometry results for the COP part hot embossed with the silicon mold. a) Photograph of the COP part hot embossed with the silicon mold (The section for which the surface profilometry was performed is shown with red line). b) The surface profilometry results for the section between points 1 and 2. c) The surface profilometry results for the section between points 3 and 4.

The close-up views of the flow-focusing regions (marked within the red dashed square in Figure 1a) with alignment marks for all three molds are shown in Figure 3a-c on the left. Among all three molds, the silicon mold shown in Figure 3a had the best surface finish in line with the reports in the literature. The epoxy mold shown in Figure 3b had the second-best surface finish with minor roughness due to the aluminum particles in the resin. Also, the epoxy mold had some minor defects around the alignment marks that happened during the demolding from the PDMS replica. The aluminum mold had the worst surface finish among the three molds with the milling marks visible as shown in Figure 3c. Moreover, the plus sign shaped alignment marks and the flow-focusing region had rounded corners due to the diameter of the end mill. The corresponding hot embossed COP substrates are shown in Figure 3a-c on the right. Here it can be seen that there are some defects visible as shadows in the optical microscopy images of the hot embossed parts which are not present on the molds themselves. The close-up views of the flow focusing region taken by SEM are shown in Figure 4. For the COP part embossed with silicon mold, local bulges around the left edge of the left channel and the right edge of the right channel are visible as shown in Figure 4a. These bulges were visible in Figure 3a as shadows. For the COP parts embossed with epoxy and aluminum mold, these bulges are not visible as shown in Figure 4b and 4c respectively.

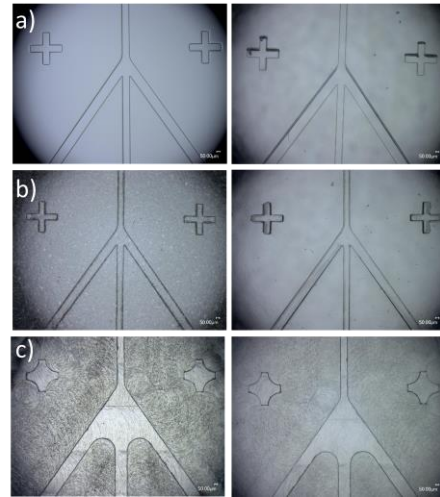


Figure 3. Close-up optical microscopy images of silicon, epoxy, aluminum molds, and corresponding hot embossed COP substrates. a) Silicon mold on the left and COP substrate on the right b) Epoxy mold on the left and COP substrate on the right c) Aluminum mold on the left and COP substrate on the right. (The scale bars at the bottom right corners correspond to 50 μm .)

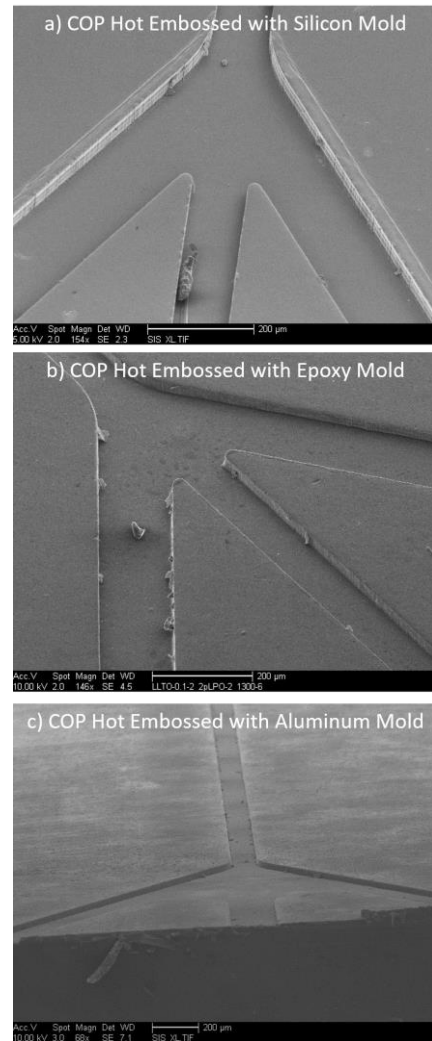


Figure 4. Close-up SEM images of hot embossed COP substrates. a) COP substrate hot embossed with the silicon mold b) COP substrate hot embossed with the epoxy mold c) COP substrate hot embossed with the aluminum mold. (The scale bars at the bottom correspond to 200 μm .)

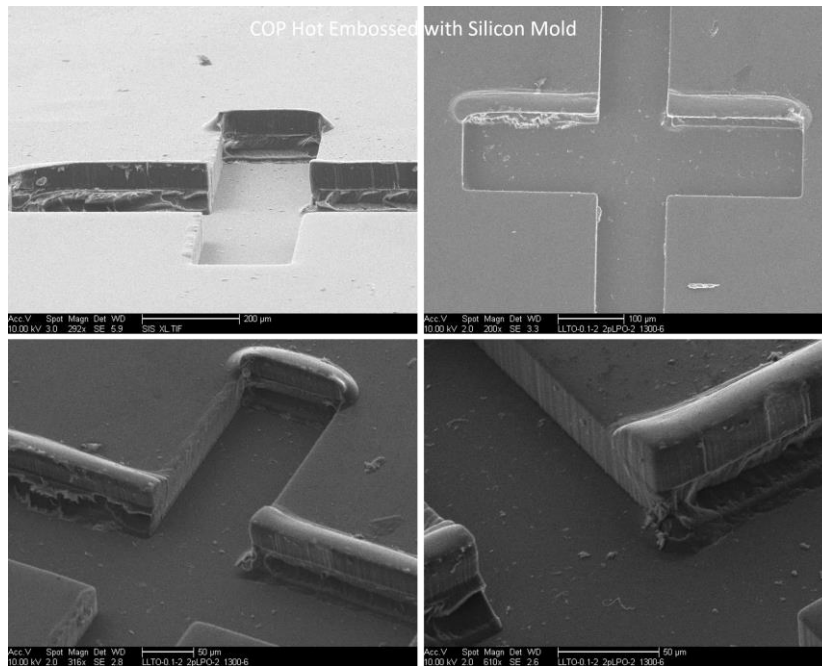


Figure 5. Close-up views of plus sign shaped alignment marks for COP part hot embossed with the silicon mold at different magnifications and from different perspectives.

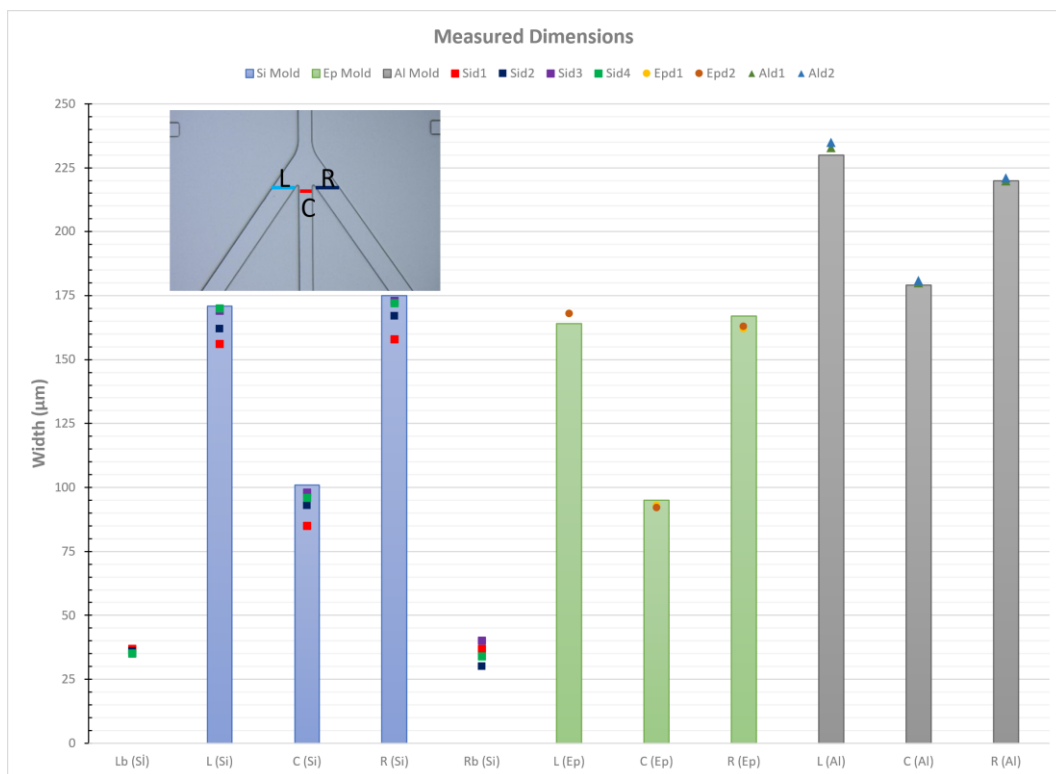


Figure 6. Measured dimensions of the silicon, epoxy and aluminum molds and hot embossed COP parts. The inset on the left shows the location of the measured regions. Lb and Rb represent the bulge widths on the left and right sides respectively. Mold dimensions are shown as columns.

The localization of the bulges only on the left edge of the left channel and the right edge of the right channel indicates the directionality of the defects. This directionality is more evident in Figure 5 in the plus sign shaped alignment marks of the COP part embossed with the silicon mold. In Figure 5, the plus sign shaped alignment mark images taken by SEM from different

perspectives and magnifications are shown. The heights of the bulges are around 20 μm according to the SEM images.

In Figure 6, the measured dimensions of the silicon, epoxy and aluminum molds and hot embossed COP parts are plotted. The inset on the left shows the location of the measured regions. The region around the flow focusing

section where 3 channels merge was chosen due to the presence of bulges. The width of the left channel (L), central channel (C) and the right channel (R) as well as the bulges on the left channel (Lb) and the right channel (Rb) were measured. The measured dimensions for silicon, epoxy and aluminum molds were shown as columns. Silicon mold had dimensions closest to the schematic drawing with central channel width of around 101 μm (100 μm in schematics). The epoxy mold had a measured central width of around 95 μm and the difference between the original design and the measured dimension could be attributed mainly to the epoxy mold being made from PDMS replica. The aluminum mold had a measured central channel width of 179 μm. For all 4 COP parts hot embossed using silicon mold had bulges both on the left and the right side with an average bulge width of around 35 μm in the x direction and around 48 μm in the y direction. There were no significant bulges around the central channel. The COP parts hot embossed with epoxy and aluminum mold didn't have any significant bulges within the measured regions. The depth of the parts hot embossed with silicon, epoxy and aluminum parts were all measured to be around 30 μm. Bulges with a height of around 10 to 20 μm were present for the parts hot embossed with the silicon mold.

This directionality of the bulges can be attributed to the thermal expansion and contraction of mold and thermoplastic. As the temperature of the mold and the thermoplastic are raised, they expand in all directions symmetric to the center of the part according to the equation given in (1) where ΔL is the change in length, L₀ is the original length, ΔT is the temperature change and α is the linear coefficient of thermal expansion (CTE).

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \Delta T \quad (1)$$

The CTE of some common mold materials and thermoplastics used in hot embossing are given in Table 1.

At the molding temperature, the mold is embossed into the thermoplastic part and after a certain embossing time, the system is cooled down to a temperature below the T_g and then manually demolded. During this cooling stage, the thermoplastic and the silicon mold try to contract proportionally with their CTE according to the formula given by (1) in all directions. However, the CTE of COP (70 μm/m °C) is much larger than the CTE of the mold material silicon (2.5 μm/m °C). Therefore, the COP tries to contract much more than silicon mold. While doing so, with the silicon mold still embossed into the COP part,

COP pushes the silicon mold toward the center of the part. During this movement, the rigid silicon deforms the still relatively soft COP substrate forming bulges in the direction of its movement.

Table 1. Coefficient of linear thermal expansion (CTE) for some common mold materials and thermoplastics used in hot embossing process.

	Material	Coefficient of Thermal Expansion (m/m °C)
Mold	Silicon	2.5 x 10 ⁻⁶ Haynes (2014)
	Epoxy (PT4925A/B1)	56 x 10 ⁻⁶ [1]
	Aluminum	23 x 10 ⁻⁶ Haynes (2014)
	Stainless Steel	10-17 x 10 ⁻⁶ [2]
Thermoplastic	COP (Zeonor 1060R)	70 x 10 ⁻⁶ [3]
	PMMA	70 x 10 ⁻⁶ Haynes (2014)
	PC	68 x 10 ⁻⁶ Haynes (2014)

The bulges are not present in COP parts embossed with epoxy and aluminum molds. This could be attributed mainly to the CTE of aluminum (23 μm/m °C) and epoxy mold (56 μm/m °C) being very similar to the CTE of COP (70 μm/m °C). Another factor contributing to the presence of bulge defects in silicon mold is the relative ease of the mold movement with the COP substrate during the thermal contraction. The diced silicon mold is much thinner and therefore lighter than both the epoxy and the aluminum mold, aluminum mold being the thickest.

In order to avoid bulge defects, it is critical to choose a mold material with CTE close to the substrate material. In our case, both epoxy and aluminum molds were much better than the silicon mold. However, the aluminum mold has milling marks and it may be difficult to get sharp corners as was the case for our mold due to the radius of the milling bit. The epoxy mold was much better at replicating the flow focusing design, but the mold surface is still not as smooth as the silicon mold. Both aluminum and epoxy molds were more robust in terms of durability compared to the brittle silicon mold, aluminum being the best even though the dicing of the silicon mold into smaller parts helped with the durability of the mold, with less molds getting shattered during the demolding.

4. Conclusion

We have demonstrated that the mold material plays a critical role in the successful transfer of features on mold

via hot embossing on the desired substrate. Among the mold materials used, silicon substrate performed the worst based on defects after demolding. Epoxy and aluminum molds were similar in terms of microfabricated feature defects in the COP substrate which could be mostly attributed to their coefficient of thermal expansion (CTE). It was previously shown that the majority of defects in the hot embossing process can be reduced by optimizing the conditions for demolding. Here we validate the same conclusion with a study of different mold materials. In order to improve feature fidelity, it is critical to choose a mold material with CTE close to the substrate material.

Declaration of Ethical Standards

The authors declare that they comply with all ethical standards

Credit Authorship Contribution Statement

Author: Resources, Conceptualization, Investigation, Methodology, Data curation, Writing – original draft, Visualization

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data Availability

All data generated or analyzed during this study are included in this published article.

Acknowledgement

The author wishes to thank Dr. Bernd Fruhberger, Dr. Xuekun Lu and Nano3 Cleanroom Facility for their support.

5. References

- Alrifai, A., Lindahl, O. A. and Ramser, K., 2012. Polymer-based microfluidic devices for pharmacy, biology and tissue engineering. *Polymers*, **4**, 3.
<https://doi.org/10.3390/polym4031349>
- Becker, H. and Gärtner, C., 2008. Polymer microfabrication technologies for microfluidic systems. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **390**, 1.
<https://doi.org/10.1007/s00216-007-1692-2>
- Becker, H. and Locascio, L. E., 2002. Polymer microfluidic devices. *Talanta*, **56**, 2.
[https://doi.org/10.1016/S0039-9140\(01\)00594-X](https://doi.org/10.1016/S0039-9140(01)00594-X)
- Berthier, E., Young, E. W. K. and Beebe, D., 2012. Engineers are from PDMS-land, biologists are from polystyrenia. *Lab on a Chip*, **12**, 7.
<https://doi.org/10.1039/C2LC20982A>
- Blow, N., 2009. Microfluidics: The great divide. *Nature Methods*, **6**, 9.
<https://doi.org/10.1038/nmeth0909-683>
- Cheng, G., Sahli, M., Gelin, J. C. and Barriere, T., 2014. Process parameter effects on dimensional accuracy of a hot embossing process for polymer-based microfluidic device manufacturing. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **75**, 1–4.
<https://doi.org/10.1007/s00170-014-6135-6>
- Çoğun, F., Yıldırım, E. and Sahir Arikan, M. A., 2017. Investigation on replication of microfluidic channels by hot embossing. *Materials and Manufacturing Processes*, **32**, 16.
<https://doi.org/10.1080/10426914.2017.1317795>
- Duffy, D. C., McDonald, J. C., Schueller, O. J. A. and Whitesides, G. M., 1998. Rapid prototyping of microfluidic systems in poly(dimethylsiloxane). *Analytical Chemistry*, **70**, 23.
<https://doi.org/10.1021/ac980656z>
- Esch, M. B., Kapur, S., Irizarry, G. and Genova, V., 2003. Influence of master fabrication techniques on the characteristics of embossed microfluidic channels. *Lab on a Chip*, **3**, 2.
<https://doi.org/10.1039/B300730H>
- Fiorini, G. S. and Chiu, D. T., 2005. Disposable microfluidic devices: Fabrication, function, and application. *BioTechniques*, **38**, 3.
<https://doi.org/10.2144/05383RV02>
- Goral, V. N., Hsieh, Y. C., Petzold, O. N., Faris, R. A. and Yuen, P. K., 2011. Hot embossing of plastic microfluidic devices using poly(dimethylsiloxane) molds. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **21**, 1.
<https://doi.org/10.1088/0960-1317/21/1/017002>
- Haynes, W. M., 2014. CRC handbook of chemistry and physics. CRC Press.
- Jena, R. K., Yue, C. Y., Lam, Y. C., Tang, P. S. and Gupta, A., 2012. Comparison of different molds (epoxy, polymer and silicon) for microfabrication by hot embossing technique. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, **163**, 1.
<https://doi.org/10.1016/j.snb.2012.01.043>
- Khan Malek, C., Coudeville, J. R., Jeannot, J. C. and Duffait, R., 2007. Revisiting micro hot-embossing with moulds in non-conventional materials. *Microsystem Technologies*, **13**, 5–6.
<https://doi.org/10.1007/s00542-006-0184-1>

- Koerner, T., Brown, L., Xie, R. and Oleschuk, R. D., 2005. Epoxy resins as stamps for hot embossing of microstructures and microfluidic channels. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, **107**, 2. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2004.11.035>
- Konstantinou, D., Shirazi, A., Sadri, A. and Young, E. W. K., 2016. Combined hot embossing and milling for medium volume production of thermoplastic microfluidic devices. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, **234**. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.04.147>
- Kourmpetis, I., Kastania, A. S., Ellinas, K., Tsougeni, K., Baca, M., De Malsche, W. and Gogolides, E., 2019. Gradient-temperature hot-embossing for dense micropillar array fabrication on thick cyclo-olefin polymeric plates: An example of a microfluidic chromatography column fabrication. *Micro and Nano Engineering*, **5**. <https://doi.org/10.1016/j.mne.2019.100042>
- Lee, C. S., Kang, C. G. and Youn, S. W., 2010. Effect of forming conditions on linear patterning of polymer materials by hot embossing process. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, **11**, 1. <https://doi.org/10.1007/s12541-010-0015-2>
- Li, J. M., Liu, C. and Peng, J., 2008. Effect of hot embossing process parameters on polymer flow and microchannel accuracy produced without vacuum. *Journal of Materials Processing Technology*, **207**, 1–3. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.12.062>
- Liu, J., Jin, X., Sun, T., Xu, Z., Liu, C., Wang, J., Chen, L. and Wang, L., 2013. Hot embossing of polymer nanochannels using PMMA moulds. *Microsystem Technologies*, **19**, 4. <https://doi.org/10.1007/s00542-012-1674-y>
- Liu, Y. and Jiang, X., 2017. Why microfluidics? Merits and trends in chemical synthesis. *Lab on a Chip*, **17**, 23. <https://doi.org/10.1039/C7LC00627F>
- Liu, Y., Zhang, P., Deng, Y., Hao, P., Fan, J., Chi, M. and Wu, Y., 2014. Polymeric microlens array fabricated with PDMS mold-based hot embossing. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **24**, 9. <https://doi.org/10.1088/0960-1317/24/9/095028>
- Nunes, P. S., Ohlsson, P. D., Ordeig, O. and Kutter, J. P., 2010. Cyclic olefin polymers: Emerging materials for lab-on-a-chip applications. *Microfluidics and Nanofluidics*, **9**, 2–3. <https://doi.org/10.1007/s10404-010-0605-4>
- Rodrigues, R. O., Lima, R., Gomes, H. T. and Silva, A. M. T., 2015. Polymer microfluidic devices: An overview of fabrication methods. *U.Porto Journal of Engineering*, **1**, 1. https://doi.org/10.24840/2183-6493_001.001_0007
- Sackmann, E. K., Fulton, A. L. and Beebe, D. J., 2014. The present and future role of microfluidics in biomedical research. *Nature*, **507**, 7491. <https://doi.org/10.1038/nature13118>
- Sun, H. L., Liu, C., Li, M. M., Liang, J. S. and Chen, H. H., 2009. Study on replication of densely patterned, high-depth channels on a polymer substrate using hot embossing techniques. In *Materials Science Forum*. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.628-629.411>
- Volpatti, L. R. and Yetisen, A. K., 2014. Commercialization of microfluidic devices. *Trends in Biotechnology*, **32**, 7. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2014.04.010>
- Xia, Y. and Whitesides, G. M., 1998. SOFT LITHOGRAPHY. *Annual Review of Materials Science*, **28**, 1, 153–84. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.28.1.153>
- Zhu, P. and Wang, L., 2017. Passive and active droplet generation with microfluidics: a review. *Lab on a Chip*, **17**, 1. <https://doi.org/10.1039/C6LC01018K>

Internet References

- 1-<https://www.ptm-w.com/technical-library/product-bulletins/Epoxy%20Tooling%20Materials%20Bulletins/PT4925%20Bulletin%2005Jul11.pdf>, (02.01.2024)
- 2-https://www.engineeringtoolbox.com/linear-expansion-coefficients-d_95.html,(02.01.2024)
- 3-http://www.lookpolymers.com/polymer_Zeon-Chemicals-Zeonor-1060R-Cyclo-Olefin-Polymer.php, (02.01.2024)

Synchronization of a 4D Hyperchaotic System with Active Disturbance Rejection Control and Its Optimization via Particle Swarm Algorithm

*Makale Bilgisi / Article Info

Alındı/Received: 22.10.2023

Kabul/Accepted: 10.03.2024

Yayımlandı/Published: 29.04.2024

4D Hiperkaotik Sistemin Aktif Bozucu Reddetme Kontrolü ile Senkronizasyonu ve Parçacık Sürü Algoritması ile Optimizasyonu

Erdem ILTEN* 

Balikesir University, Faculty of Engineering, Department of Electrical-Electronics Engineering, Balikesir, Türkiye

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

Abstract

In this paper, a synchronization study is proposed by using a 4D hyperchaotic system model to be used in secure data transfer applications. Active Disturbance Rejection Control (ADRC) method is used for synchronization process. To prove the success of ADRC method, it is compared with Proportional-Integral-Derivative (PID) control method. The coefficients of both control methods are optimized with Particle Swarm Optimization (PSO) algorithm. Synchronization system is modelled and tested in Matlab/Simulink environment. ADRC and PID methods are tested in simulation environment for the cases without disturbance and under disturbance. It can be seen from the test results that the ADRC method managed to keep the system synchronous without being affected by any disturbances. On the other hand, it is clearly seen that the PID method cannot maintain the synchronization of system under disturbance effects.

Anahtar Kelimeler: Chaotic system; Synchronization; ADRC; PID; PSO

Öz

Bu çalışmada, güvenli veri aktarım uygulamalarında kullanılmak üzere 4 boyutlu hiperkaotik sistem modeli kullanılarak bir senkronizasyon çalışması önerilmektedir. Senkronizasyon işlemi için Aktif Bozucu Reddetme Kontrolü (Active Disturbance Rejection Control (ADRC)) yöntemi kullanılmaktadır. ADRC yönteminin başarısının kanıtlanması için Oransal-İntegral-Türev (Proportional-Integral-Derivative (PID)) kontrol yöntemiyle karşılaştırması yapılmıştır. Her iki kontrol yönteminin katsayıları Parçacık Sürü Optimizasyonu (Particle Swarm Optimization (PSO)) algoritması ile optimize edilmiştir. Senkronizasyon sistemi Matlab/Simulink ortamında modellenip test edilmiştir. ADRC ve PID yöntemleri, bozucunun olmadığı ve bozucunun olduğu durumlar için simülasyon ortamında test edilmektedir. ADRC yönteminin, sistemi herhangi bir bozulmadan etkilenmeden senkron tutmayı başardığı test sonuçlarında görülmektedir. Öte yandan PID yönteminin, bozucu etkiler altında sistemin senkronizasyonunu sağlayamadığı açıkça görülmektedir.

Keywords: Kaotik sistem; Senkronizasyon; ADRC; PID; PSO

1. Introduction

Chaotic systems are a fascinating and intricate class of dynamical systems that exhibit a remarkable degree of complexity and unpredictability. These systems are characterized by their sensitivity to initial conditions, meaning that even tiny variations in the starting conditions can lead to vastly different outcomes over time. The behavior of chaotic systems often appears random, yet it is governed by deterministic mathematical equations, making them a captivating subject of study in fields ranging from physics and mathematics to biology (Güven, 2022) economics (Guegan, 2009). Chaotic systems have the intriguing property of being both deterministic and unpredictable, challenging our traditional notions of causality and determinism. They are often described as "butterfly effect" systems, where a small perturbation, akin to the flap of a butterfly's wings,

can set off a chain reaction of events with profound and unforeseeable consequences. The study of chaos theory, pioneered by mathematicians and scientists in the latter half of the 20th century, has provided valuable insights into understanding and modeling these systems (Oestreicher, 2022).

Controlling chaotic systems is a formidable and intellectually stimulating endeavor that lies at the intersection of mathematics (Azar and Vaidyanathan, 2015), physics (Fradkov, 2007), engineering (Fradkov and Evans, 2005), and a wide array of other scientific disciplines. Chaos, characterized by its inherent unpredictability and sensitivity to initial conditions, might seem inherently uncontrollable. However, the pursuit of understanding and harnessing chaos has given rise to a captivating field known as "chaos control." In the realm of chaotic systems, chaos control represents a pursuit of

order amidst apparent disorder. It involves the deliberate manipulation of system parameters or external inputs to steer a chaotic system's behavior toward desired states or trajectories (Boccaletti *et al.*, 2000). This endeavor is driven by the recognition that chaos can sometimes hinder rather than facilitate efficient functioning, whether in electronic circuits, biological systems, or financial markets. The study of chaos control is not only an intellectual challenge but also holds immense practical importance. It finds applications in various domains, from stabilizing the motion of spacecraft and controlling the chaos in heart rhythms to optimizing the performance of complex industrial processes (Schöll and Schuster, 2008). A 4D chaotic system represents a fascinating and highly intricate class of dynamical systems that exhibit extreme sensitivity to initial conditions and an exceptionally complex behavior in four dimensions. These systems are an extension of chaotic systems, which are characterized by unpredictability and irregularity in their trajectories.

Hyperchaotic systems, including 4D variants, take chaos to a whole new level by demonstrating multiple positive Lyapunov exponents, which indicates a more profound level of unpredictability and complexity. Unlike simple chaotic systems, which may exhibit chaotic behavior in three dimensions, 4D hyperchaotic systems add an additional dimension to the mix, making them exceptionally challenging to understand and analyze. The dynamics of these systems are often described by a set of nonlinear differential equations that involve various parameters and nonlinear terms. The study and exploration of 4D hyperchaotic systems have applications in a wide range of fields, including physics, engineering, cryptography, and chaos-based communication systems. These systems have been of particular interest due to their potential for secure communications and their role in generating pseudo-random sequences for encryption purposes. Iskakova *et al.* proposed a 4D hyperchaotic model (Iskakova *et al.*, 2023). They analyzed the model for integer order and fractional order structures. Matignon stability criteria is used to show the stability of the fractional order system. To prove the success of the proposed system, they implemented a Field Programmable Analog Arrays (FPAA) application. Gong *et al.* presented a 4D chaotic system with coexisting hidden chaotic attractors (Gong *et al.*, 2020).

In this study, they proposed a linear state feedback controller for Sprott C chaotic system. The novel chaotic system's dynamic properties have been comprehensively examined, including investigations into phase portraits,

bifurcation diagrams, Lyapunov exponents, and Poincaré maps. An analog circuit is designed and implemented to verify the proposed 4D chaotic system. Qi and Chen proposed a new 4D chaotic system (Qi and Chen, 2006). The proposed system displays two coexisting double-wing chaotic attractors. Various circuits have been designed to realize the proposed system. Simulation and experimental results are compared. 4D chaotic systems are difficult to control (i.e. synchronization) because they have more states than other systems.

Synchronization of chaotic systems is a captivating phenomenon that has intrigued researchers and engineers alike for decades (Pecora and Carroll, 2015). It represents a fascinating interplay between chaos theory and control theory, offering profound insights into the behavior of complex dynamical systems. The concept of synchronization offers a means to bring order to chaos. Gokyildirim *et al.* presented a study about secure communication application (Gokyildirim *et al.*, 2023). They proposed a five-term 3D chaotic system for crypting the transferred data. To show the performance of the proposed model, microcontroller-based implementation is realized. Experimental results show the success of the model. Assali presented a study about predefined-time synchronization for chaotic systems (Assali, 2021). He proposed a control method for synchronization of different dimensioned two chaotic systems. Additionally, the adaptive control method against parameter uncertainties is also used in this study. The success of the proposed method is proven by simulation results. Zaqueros-Martinez *et al.* presented a study about fuzzy synchronization of chaotic systems with hidden attractors (Zaqueros-Martinez *et al.*, 2023). They examined the viability of employing fuzzy control to synchronize chaotic systems featuring hidden attractors. To achieve this, they utilized a specific numerical integration method designed to leverage the oscillatory nature of chaotic systems. A three-dimensional Chua chaotic system is used in this study. The fuzzy controller is used to achieve synchronization between master-slave chaotic systems. When the results are examined, the effect of the proposed system is clearly seen on chaotic systems with hidden attractors. Mirzaei *et al.* proposed a sliding mode controller for synchronization of chaotic systems with unmodeled dynamics and disturbance (Mirzaei *et al.*, 2023). They used a fixed time sliding mode controller. In this study, the fixed time synchronization problem of the nonlinear memristor chaotic system is also examined. The proposed method is tested for synchronization between the master and slave memristor chaotic systems in

simulation. The numerical simulations serve to validate and substantiate the robustness of the theoretical results. The main control methods frequently used in the literature are PID control (Johnson and Moradi, 2005), fractional order PID control (Demirtas *et al.*, 2019; Ilten, 2022a), sliding mode control (Ilten and Demirtas, 2019), fuzzy logic control (Ilten and Demirtas, 2023) and neural network control (Gökçe, 2023; Sarangapani, 2018). When the synchronization studies in the literature are examined, there is a lack of Active Disturbance Rejection Control (ADRC) application. ADRC is a cutting-edge control strategy that has gained significant attention and popularity in the field of control systems engineering (Feng and Guo, 2017; Huang and Xue, 2014). It represents a paradigm shift in the way control systems are designed and implemented, offering a robust and versatile approach to handling complex and dynamic processes in a wide range of applications. ADRC stands out for its ability to effectively reject disturbances and uncertainties in real-time, making it a powerful tool for achieving precise and stable control in challenging and unpredictable environments (Fareh *et al.*, 2021). Zheng *et al.* presented ADRC based load frequency control study (Zheng *et al.*, 2021). They proposed chaotic fractional-order beetle swarm optimization (CFBSO) algorithm. To show effectiveness, the proposed method (CFBSO-based ADRC) is compared with Proportional-Integral-Derivative (PID) and linear ADRC. The results show the proposed method has smaller undershoot and shorter settling time than the others. Optimization has a very important place in controller design and must be implemented. Optimization is a fundamental concept that permeates virtually every aspect of our lives, from the way we make decisions in our daily routines to the complex systems that drive modern technology and industry. At its core, optimization is the art and science of finding the best possible solution from a set of available options, considering various constraints and objectives. It serves as a powerful tool for improving efficiency, making informed choices, and achieving superior outcomes across a wide range of disciplines (Chong *et al.*, 2023). The ubiquity of optimization can be seen in fields as diverse as mathematics, engineering, economics, biology, and computer science, among many others. In essence, it's about optimizing the use of limited resources, whether they are time, money, materials, or energy, to achieve specific goals. Optimization problems can vary widely in complexity, from simple linear programming tasks to intricate nonlinear, multi-objective, or combinatorial challenges, each demanding specialized techniques and approaches. Genetic algorithm (Wibowo and Jeong,

2013), particle swarm optimization (Çaşka and Uysal, 2021; Ilten, 2022b), response surface methodology (Ilten, 2021) etc. are frequently used optimization methods in literature. Particle Swarm Optimization (PSO) is a powerful and versatile optimization technique inspired by the collective behavior of birds and fish in nature. Introduced in the mid-1990s by James Kennedy and Russell Eberhart, PSO has since gained popularity in various fields, including engineering, computer science, finance, and many others. This bio-inspired algorithm is designed to solve complex optimization problems by simulating the social interaction and movement of a group of particles within a multidimensional search space (Kennedy and Eberhart, 1995). PSO's underlying concept draws parallels with the cooperative behavior observed in flocks of birds or schools of fish, where individuals adjust their positions based on their own experiences and the experiences of their peers to find the best solution collectively. In PSO, each potential solution, referred to as a "particle," explores the search space while being guided by its historical best position and the global best position found by the swarm. This dynamic interplay between exploration and exploitation allows PSO to efficiently locate optimal or near-optimal solutions in a wide range of problem domains (Poli *et al.*, 2007).

In this study, ADRC based synchronization is applied for a 4D hyperchaotic system. PSO is used in optimization process of the controller coefficients. The performance of ADRC is tested under disturbances in simulation. The organization of the paper is given as follows. In section 2, a 4D hyperchaotic system equations are defined and phase portraits are presented. Synchronization process of chaotic systems and optimization of controllers are presented. In section 3, simulation results are illustrated. Finally, the discussion and conclusion are given in section 5.

2. Materials and Methods

2.1 4D hyperchaotic system

The equations of 4D hyperchaotic system is used in this study is given as follows (Iskakova *et al.*, 2023):

$$\begin{aligned}\dot{x}(t) &= a \cdot y(t) \cdot z(t) \\ \dot{y}(t) &= b \cdot x(t) - x(t) \cdot z(t) - c \cdot x(t) \\ \dot{z}(t) &= d \cdot x(t) \cdot y(t) - x(t) \cdot \omega(t) \\ \dot{\omega}(t) &= x(t) - e \cdot \omega(t) + y(t)\end{aligned}\tag{1}$$

The primary and the secondary system equations can be defined as below according to Eq. (1).

$$\begin{aligned}
 \dot{x}_1(t) &= a \cdot y_1(t) \cdot z_1(t) \\
 \dot{y}_1(t) &= b \cdot x_1(t) - x_1(t) \cdot z_1(t) - c \cdot x_1(t) \\
 \dot{z}_1(t) &= d \cdot x_1(t) \cdot y_1(t) - x_1(t) \cdot \omega_1(t) \\
 \dot{\omega}_1(t) &= x_1(t) - e \cdot \omega_1(t) + y_1(t)
 \end{aligned}
 \tag{2}$$

$$\begin{aligned}
 \dot{x}_2(t) &= a \cdot y_2(t) \cdot z_2(t) \\
 \dot{y}_2(t) &= b \cdot x_2(t) - x_2(t) \cdot z_2(t) - c \cdot x_2(t) \\
 \dot{z}_2(t) &= d \cdot x_2(t) \cdot y_2(t) - x_2(t) \cdot \omega_2(t) \\
 \dot{\omega}_2(t) &= x_2(t) - e \cdot \omega_2(t) + y_2(t)
 \end{aligned}
 \tag{3}$$

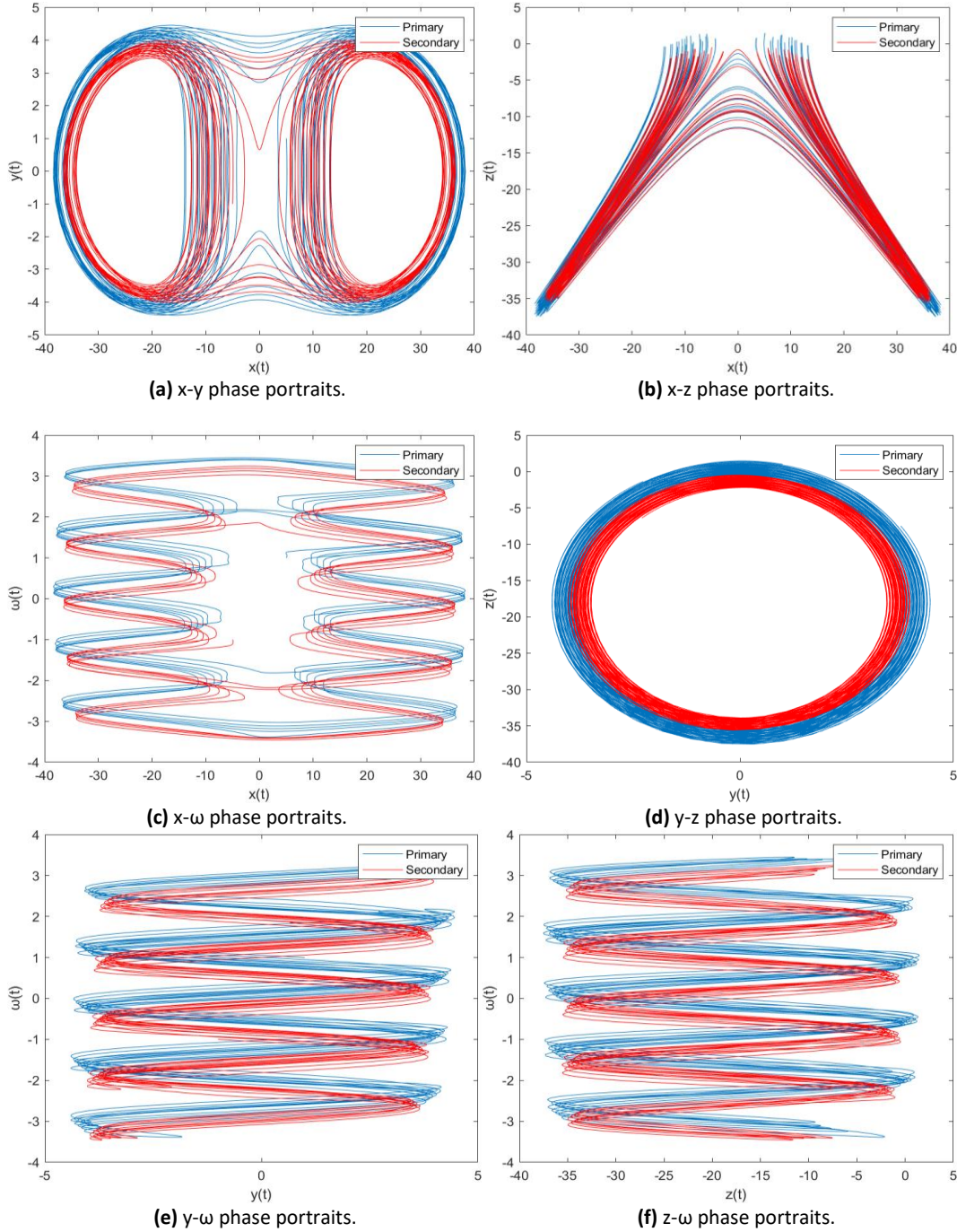


Figure 1. Phase portraits of different state variables.

where the parameters are $a=20$, $b=2$, $c=20$, $d=20$ and $e=0.2$. Initial values for primary system is chosen as $x_1=5$, $y_1=1$, $z_1=1$ and $\omega_1=1$. For secondary system the initial conditions are set to $x_2=-5$, $y_2=-1$, $z_2=-1$ and $\omega_2=-1$. According to these parameters, the phase portraits are drawn as given in Figure 1. When the initial conditions are

different, the two systems exhibit different behavior, as can be seen in the figures.

2.2 Synchronization

In applications such as secure data transfer, synchronization of the receiver (secondary) system to the

transmitter (primary) system is of vital importance. In order to achieve this, the calculation of the error values between the secondary system and the primary system must be minimized by means of a controller.

In synchronization process of the secondary system, error functions (error system) are determined as follows from Eq. (2) and (3).

$$\begin{aligned}
 \dot{e}_x(t) &= a \cdot y_1(t) \cdot z_1(t) - [a \cdot y_2(t) \cdot z_2(t)] \\
 e_y(t) &= b \cdot x_1(t) - x_1(t) \cdot z_1(t) - c \cdot x_1(t) \\
 &\quad - [b \cdot x_2(t) - x_2(t) \cdot z_2(t) - c \cdot x_2(t)] \\
 e_z(t) &= d \cdot x_1(t) \cdot y_1(t) - x_1(t) \cdot \omega_1(t) \\
 &\quad - [d \cdot x_2(t) \cdot y_2(t) - x_2(t) \cdot \omega_2(t)] \\
 e_\omega(t) &= x_1(t) - e \cdot \omega_1(t) + y_1(t) \\
 &\quad - [x_2(t) - e \cdot \omega_2(t) + y_2(t)]
 \end{aligned} \quad (4)$$

where $e_x(t) = x_1(t) - x_2(t)$, $e_y(t) = y_1(t) - y_2(t)$, $e_z(t) = z_1(t) - z_2(t)$, $e_\omega(t) = \omega_1(t) - \omega_2(t)$.

The secondary system is controlled to synchronize to the primary system. Secondary system model equation with controller signals $u_x(t)$, $u_y(t)$, $u_z(t)$ and $u_\omega(t)$ are given in the following equations.

$$\begin{aligned}
 \dot{x}_2(t) &= a \cdot y_2(t) \cdot z_2(t) + u_x(t) \\
 \dot{y}_2(t) &= b \cdot x_2(t) - x_2(t) \cdot z_2(t) - c \cdot x_2(t) + u_y(t) \\
 \dot{z}_2(t) &= d \cdot x_2(t) \cdot y_2(t) - x_2(t) \cdot \omega_2(t) + u_z(t) \\
 \dot{\omega}_2(t) &= x_2(t) - e \cdot \omega_2(t) + y_2(t) + u_\omega(t)
 \end{aligned} \quad (5)$$

The synchronization process block diagram of the system is presented in Figure 2. This model is prepared in the Matlab/Simulink (MathWorks, 2023) environment.

In Figure 2, synchronizer (PID or ADRC) is used to minimize the errors between primary and secondary systems. Synchronizer can be activated via switch. Also, disturbance can be added to system via another switch to test the performance of the synchronizer.

2.3 PID control

PID is well-known method in the literature (Johnson and Moradi, 2005). It is used in this study to compare the performance of proposed method which is given in detailed in the next section. PID controller equation is presented in Eq. (6).

$$u(t) = K_p \cdot e(t) + K_I \cdot \int_0^t e(t) dt + K_d \cdot \frac{d}{dt} e(t) \quad (6)$$

where $e(t)$ is the error function. K_p , K_I and K_D are proportional, integral and derivative controller coefficients, respectively.

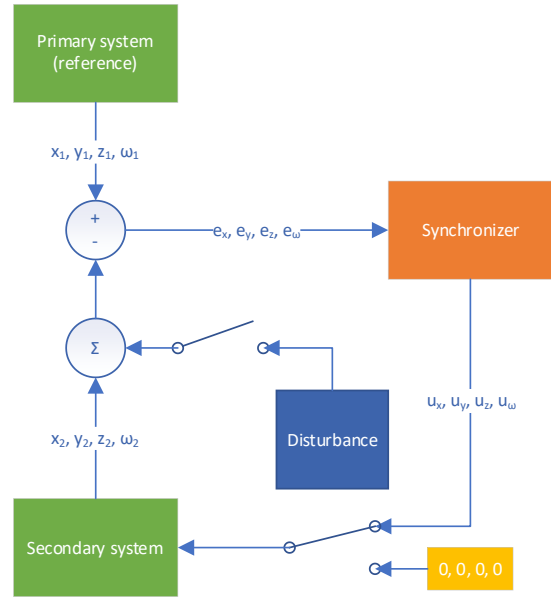


Figure 2. Block diagram of the system.

2.4 Active disturbance rejection control

Linear continuous-time error-based Active Disturbance Rejection Controller (ADRC) is used in this study (Lakomy *et al.*, 2021). The system can be described as follows:

$$\begin{aligned}
 \dot{e}(t) &= A_n e(t) + b_n [\hat{b}(\hat{e}, t) u(t) + d(e, \hat{e}, u, t)], \\
 y(t) &= c_n^T e(t) - \omega(t)
 \end{aligned} \quad (7)$$

The extended state $z = [e^T \quad d]^T \in \mathbb{R}^{n+1}$ can be defined according to Eq. (7) as below.

$$\begin{aligned}
 \dot{z}(t) &= A_{n+1} z(t) + b_{n+1} \hat{d}(z, \hat{z}, u, t) + d_{n+1} \hat{b}(\hat{e}, t) u(t), \\
 y(t) &= c_{n+1}^T z(t) - \omega(t)
 \end{aligned} \quad (8)$$

where \hat{b} is the estimate of input gain. The observation error $\tilde{z}(t) = z(t) - \hat{z}(t)$ and the closed-loop control error $e(t)$ can be defined as below.

$$\begin{aligned}
 \dot{\tilde{z}}(t) &= (A_{n+1} - l_{n+1} c_{n+1}^T) \tilde{z}(t) + b_{n+1} \hat{d}(t) - l_{n+1} w(t), \\
 \dot{e}(t) &= (A_n - b_n k_n) e(t) + [k_n \quad 1] \tilde{z}(t).
 \end{aligned} \quad (9)$$

In Eq. (9), $l_{n+1} = [l_1, l_2, \dots, l_{n+1}]^T \in \mathbb{R}^{n+1}$ can be described with a single parameter ω_o ($\omega_o > 0$) as below.

$$l_i = \frac{(n+1)!}{i!(n+1-i)!} \omega_o^2 \text{ for } i \{1, \dots, n+1\} \quad (10)$$

In Eq. (9), $k_n = [k_1 k_2, \dots, k_n] \in \mathbb{R}^{1 \times n}$ can be write with a single parameter ω_c ($\omega_c > 0$) as in Eq. (9).

$$k_i = \frac{n!}{i!(n-i)!} \omega_c^2 \text{ for } i \in \{1, \dots, n\} \quad (11)$$

In Eq (10) and (11), ω_o is the observer bandwidth and ω_c is the controller bandwidth.

2.5 Optimization of the controllers

PSO algorithm is used for optimization of the controller coefficients. The optimization process is presented in Figure 3. Minimization of integral time absolute error (ITAE) has been taken into account as the performance criteria of the optimization process. ITAE is calculated with summing of four error functions $e_x(t)$, $e_y(t)$, $e_z(t)$ and $e_\omega(t)$. This equation is given below.

$$ITAE = \int_0^t |e_x(t) + e_y(t) + e_z(t) + e_\omega(t)| dt \quad (12)$$

The limits of controller coefficients for PID and ADRC are defined as Eq. (13) and (14). These limit values are determined as a result of preliminary studies.

$$PID \begin{cases} 0.1 \leq K_p \leq 100 \\ 0.0001 \leq K_I \leq 10 \\ 0.0001 \leq K_D \leq 10 \end{cases} \quad (13)$$

$$ADRC \begin{cases} 0.8 \leq \hat{b} \leq 1.2 \\ 1 \leq \omega_o \leq 150 \\ 1 \leq \omega_c \leq 20 \end{cases} \quad (14)$$

At the end of optimization process, ITAE values are obtained for PID and ADRC are 32.9720 and 53.9200, respectively. These values are measured in the absence of disturbance and for initial conditions. Although PID looks better when looking at these values, it is explained in Section 4 that ADRC is much better when the performances under disturbance are examined. The optimum values of parameters obtained via PSO for PID and ADRC are given in Table 1.

3. Results

PID and ADRC controllers are compared without disturbance (Test-1) and with disturbance (Test-2) conditions. In Test-1, the system is started with uncontrolled until 5th second.

Table 1. Optimum controller coefficients.

Method	Coefficient	Value
PID	K_p	97.7096
	K_I	0.0068
	K_D	1.3128
ADRC	\hat{b}	0.8495
	ω_o	138.0050
	ω_c	19.9958

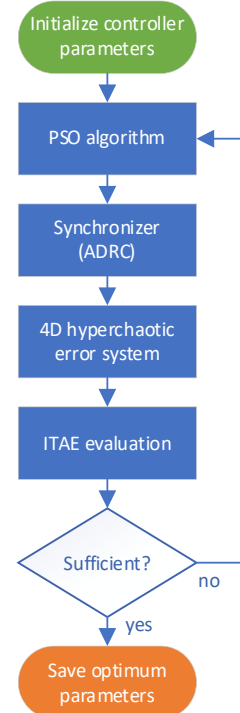


Figure 3. Optimization process.

Then controller is activated. Test-1 runs for 7 seconds. PID and ADRC results are compared for each function (x , y , z , and ω) and illustrated in Figure 4 to Figure 7. When Figure 4, 5, 6 and 7 are examined PID shows better results than ADRC such as low overshoot and shorter settling time. It should be noted that there was no disturbance in Test-1. The real performance of ADRC will be seen in Test-2. In Figure 4, settling times are measured are 5.142 s and 5.286 s for PID and ADRC, respectively. In Figure 5, these values are observed as 5.091 s and 5.154 s. The settling times are 5.162 s and 5.396 s in Figure 6 for PID and ADRC. Finally, in Figure 7, these values are obtained as 5.092 s and 5.389 s. In Test-2, the system is started with no disturbance and uncontrolled. Starting from the 5th second, the controller is activated. Disturbances (d_x , d_y , d_z and d_ω) are enter the system separately for each state (x , y , z , and ω). d_x , d_y , d_z and d_ω are added between 8-9 s, 11-12 s, 14-15 s and 17-18 s, respectively. Test-2 runs for 20 seconds. PID and ADRC results are compared for each function (x , y , z , and ω) and illustrated in Figure 8 to Figure 11.

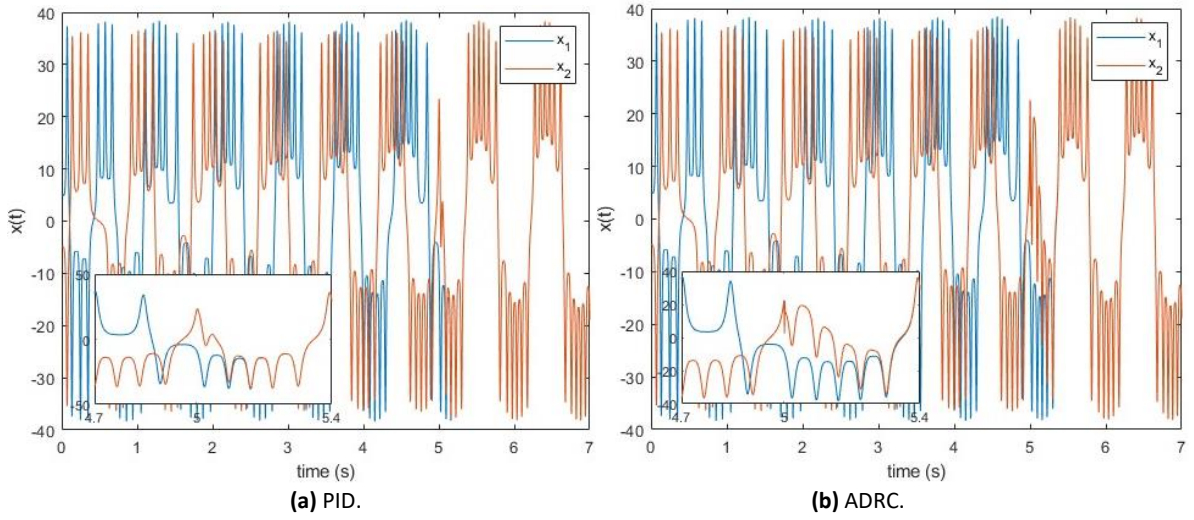


Figure 4. Synchronization of $x(t)$ function with PID (a) and ADRC (b).

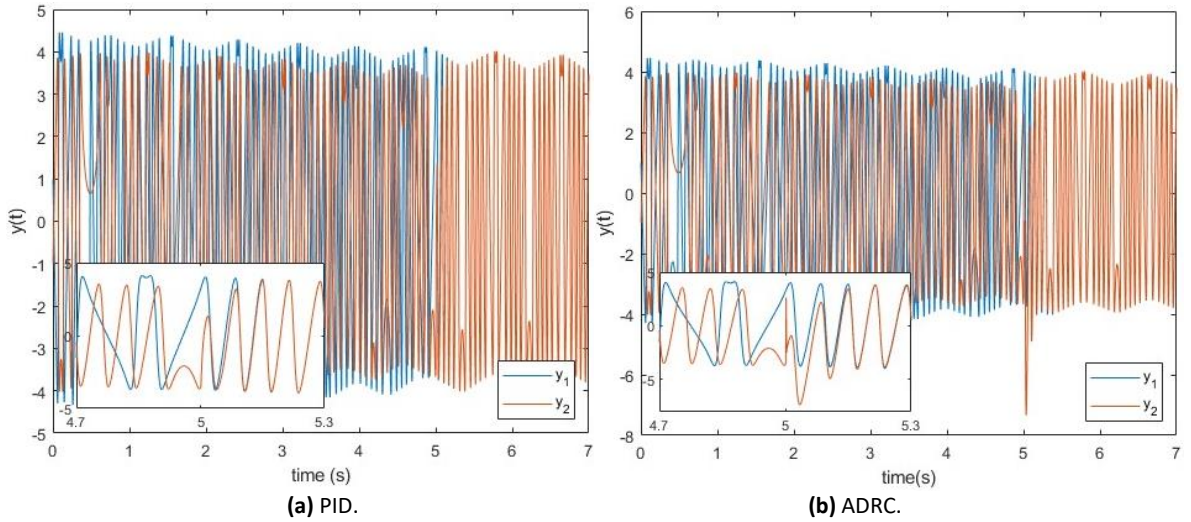


Figure 5. Synchronization of $y(t)$ function with PID (a) and ADRC (b).

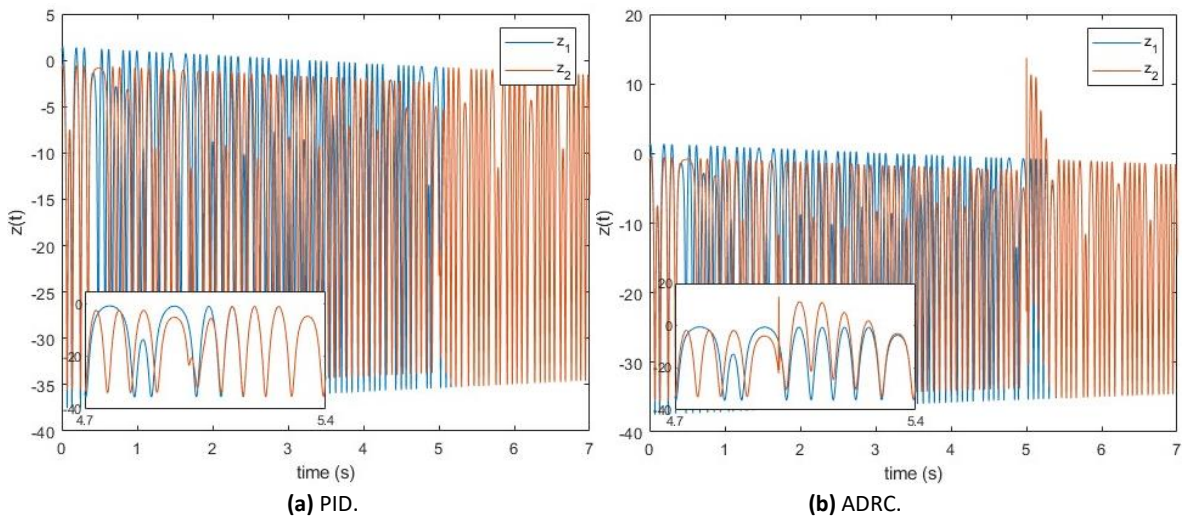


Figure 6. Synchronization of $z(t)$ function with PID (a) and ADRC (b).

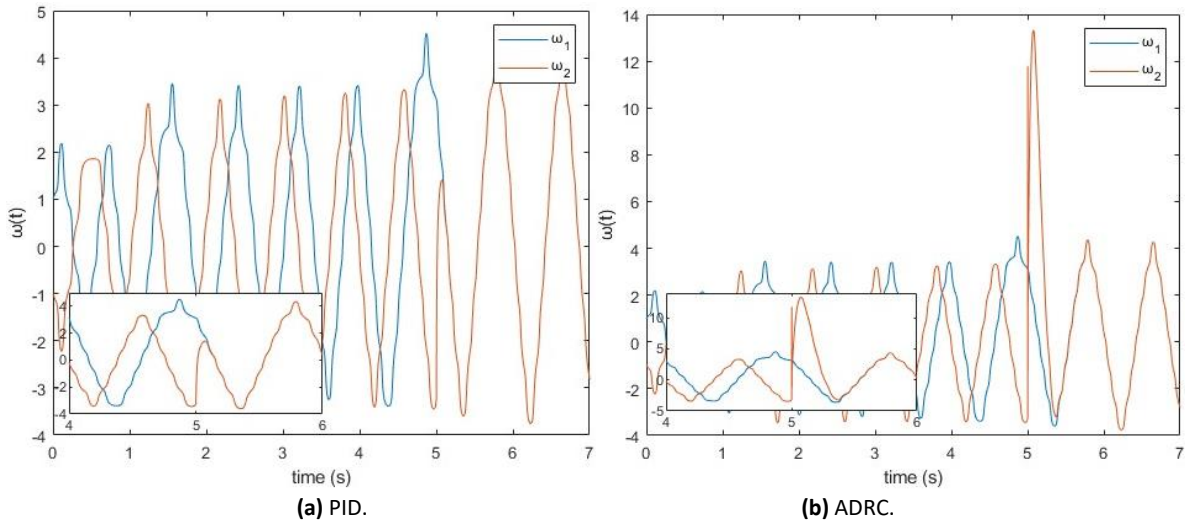


Figure 7. Synchronization of $\omega(t)$ function with PID (a) and ADRC (b).

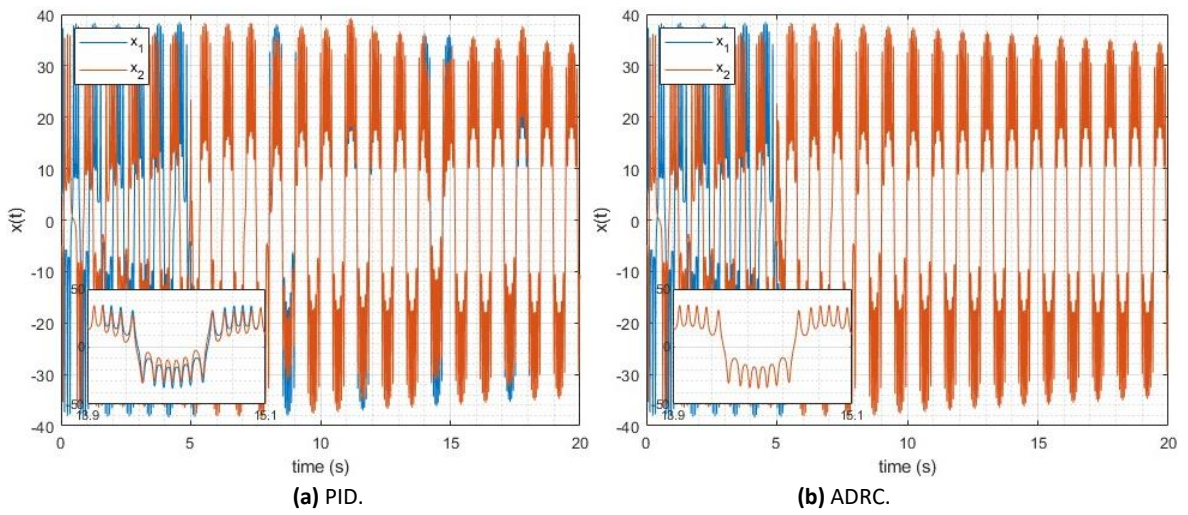


Figure 8. Synchronization of $x(t)$ function with PID (a) and ADRC (b) under disturbance.

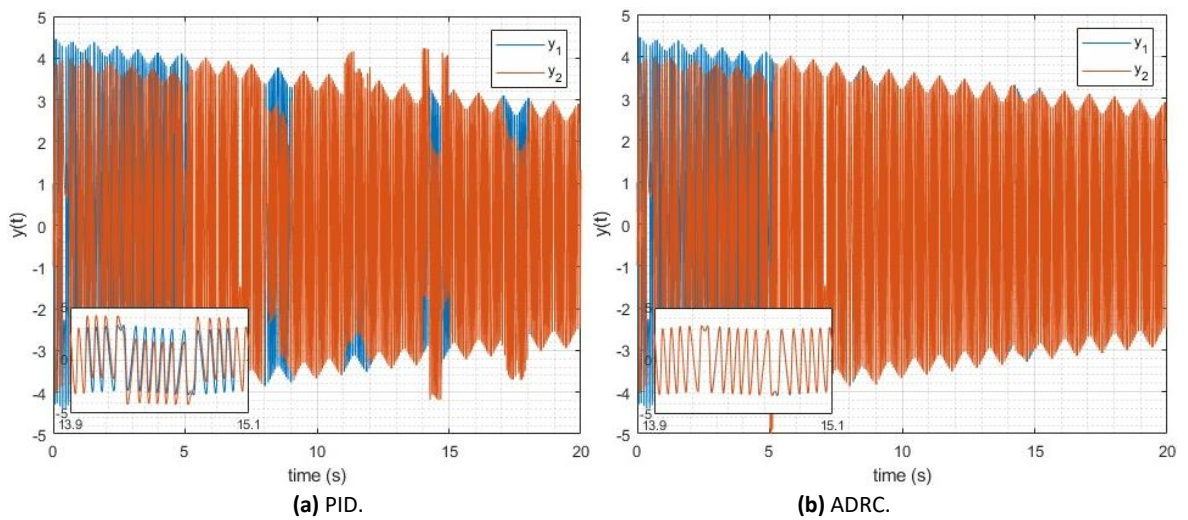


Figure 9. Synchronization of $y(t)$ function with PID (a) and ADRC (b) under disturbance.

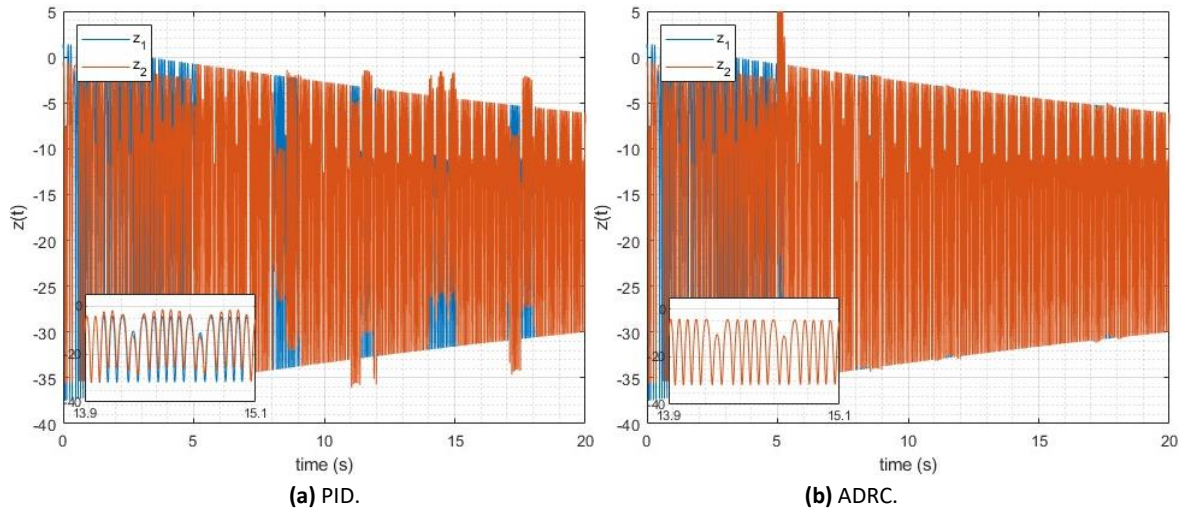


Figure 10. Synchronization of $z(t)$ function with PID (a) and ADRC (b) under disturbance.

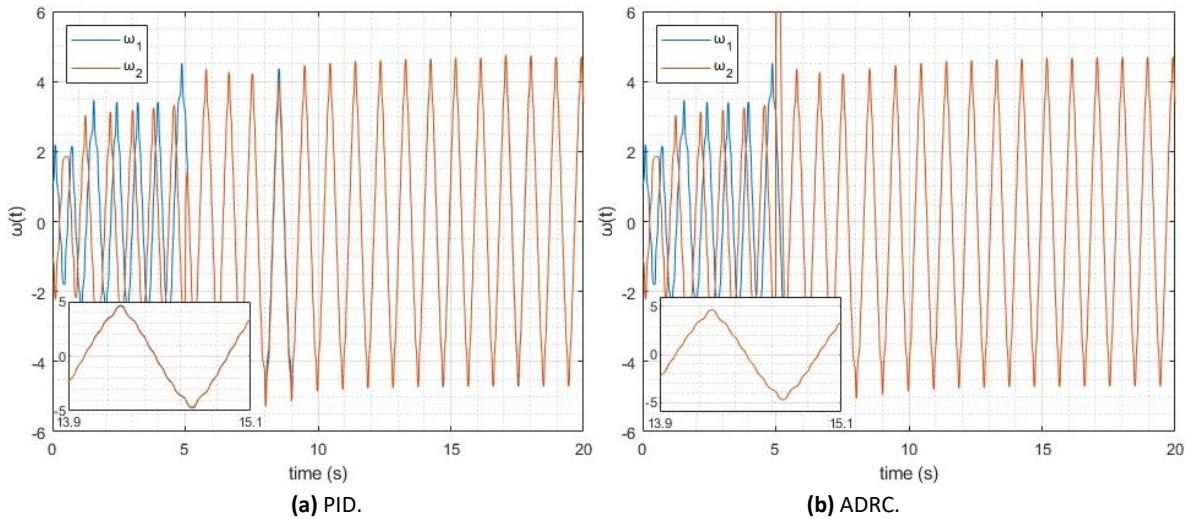


Figure 11. Synchronization of $\omega(t)$ function with PID (a) and ADRC (b) under disturbance.

When Figure 8, 9, 10 and 11 are examined, it is clearly seen that ADRC is not affected from any disturbances. On contrary to this, large deviations are observed in PID. PID is directly affected by disturbances and cannot maintain the synchronization of system. The only case where PID is not affected by disturbances is synchronization of the $\omega(t)$ function. This situation is clearly seen when the zoomed-in sections in Figures 8, 9, 10 and 11 are examined. As a result of all these investigations, it is seen that the synchronization is maintained perfectly with the ADRC method.

4. Discussion and Conclusion

Synchronization of a 4D hyperchaotic system is studied in this paper. ADRC method is proposed as synchronizer unit and compared with PID controller for prove the success. Both controller coefficients are optimized by using PSO algorithm. Synchronization system is modelled

and tested in Matlab/Simulink environment. Optimum controllers are compared on this model under no-disturbance and under disturbance tests, separately. In no-disturbance test, PID performs better for start-up process of synchronization. In other cases, especially under disturbance effects, ADRC performs much better. PID is directly affected by any disturbances and cannot maintain the synchronization. On the contrary to this, ADRC almost no affected any disturbances and maintains the synchronization perfectly. According to these results, it has been proven that the ADRC method is quite successful in synchronization of chaotic systems. When compared to synchronization studies in the literature, it is seen that ADRC exhibits similar performance to methods such as fuzzy (Zaqueros-Martinez *et al.*, 2023), sliding-mode (Mirzaei *et al.*, 2023), feedback controller (Gokylidirim *et al.*, 2023). Unlike these studies in the literature, the proposed method is also examined under disturbance effects, in this study.

Declaration of Ethical Standards

The author declares that he complies with all ethical standards.

Credit Authorship Contribution Statement

Author: Conceptualization, Methodology, Software, Validation, Formal analysis, Investigation, Resources, Data curation, Writing – original draft, Writing – review and editing, Visualization

Declaration of Competing Interest

The author has no conflict of interest to declare regarding the content of this article.

Data Availability

All data generated or analyzed during this study are included in this published article.

Acknowledgments

The authors would like to thank the anonymous reviewers for their valuable comments. This work was funded by Balikesir University under research grant BAP-2023/179.

5. References

- Assali, E.A., 2021. Predefined-time synchronization of chaotic systems with different dimensions and applications, *Chaos, Solitons & Fractals*, **147**, 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.chaos.2021.110988>
- Azar, A.T., Vaidyanathan, S., 2015. *Chaos Modeling and Control Systems Design*, Springer, **581**, 3-17. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-13132-0>
- Boccaletti, S., Grebogi, C., Lai, Y.-C., Mancini, H., Maza, D., 2000. The control of chaos: theory and applications, *Physics Reports*, **329(3)**, 103–197. [https://doi.org/10.1016/S0370-1573\(99\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S0370-1573(99)00096-4)
- Çaşka, S., Uysal, A., 2021. İHA Yardımcı İnış Sisteminin Meta-Sezgisel Optimizasyon Yöntemleri ile Kontrolü, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **21(5)**, 1223–1230. <https://doi.org/10.35414/akufemubid.888652>
- Chong, E.K.P., Lu, W.-S., Žak, S.H., 2023. *An Introduction to Optimization*, John Wiley & Sons, 1-5.
- Demirtas, M., Ilten, E., Calgan, H., 2019. Pareto-Based Multi-objective Optimization for Fractional Order PIλ Speed Control of Induction Motor by Using Elman Neural Network, *Arabian Journal for Science and Engineering*, **44(3)**, 2165–2175. <https://doi.org/10.1007/s13369-018-3364-2>
- Fareh, R., Khadraoui, S., Abdallah, M.Y., Baziyad, M., Bettayeb, M., 2021. Active disturbance rejection control for robotic systems: A review, *Mechatronics*, **80**, 1-13. <https://doi.org/10.1016/j.mechatronics.2021.102671>
- Feng, H., Guo, B.-Z., 2017. Active disturbance rejection control: Old and new results, *Annual Reviews in Control*, **44**, 238–248. <https://doi.org/10.1016/j.arcontrol.2017.05.003>
- Fradkov, A., 2007. *Cybernetical Physics: From Control of Chaos to Quantum Control*, Springer, 2-4.
- Fradkov, A.L., Evans, R.J., 2005. Control of chaos: Methods and applications in engineering, *Annual Reviews in Control*, **29(1)**, 33–56. <https://doi.org/10.1016/j.arcontrol.2005.01.001>
- Gökçe, C.O., 2023. Intelligent Quadcopter Control Using Artificial Neural Networks, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **23(1)**, 138–142. <https://doi.org/10.35414/akufemubid.1229424>
- Gokyildirim, A., Kocamaz, U.E., Uyaroglu, Y., Calgan, H., 2023. A novel five-term 3D chaotic system with cubic nonlinearity and its microcontroller-based secure communication implementation, *AEU-International Journal of Electronics and Communications*, **160**, 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.aeue.2022.154497>
- Gong, L., Wu, R., Zhou, N., 2020. A new 4D chaotic system with coexisting hidden chaotic attractors, *International Journal of Bifurcation and Chaos*, **30(10)**, 1-14. <https://doi.org/10.1142/S0218127420501424>
- Guegan, D., 2009. Chaos in economics and finance, *Annual Reviews in Control*, **33(1)**, 89–93. <https://doi.org/10.1016/j.arcontrol.2009.01.002>
- Güven, K., 2022. Conformable Kesirli Mertebeden COVID-19 Modelinin Reel Veriye Bağlı Kaotik Davranışları ve Kaos Kontrolü, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **22(6)**, 1299–1306. <https://doi.org/10.35414/akufemubid.1125850>
- Huang, Y., Xue, W., 2014. Active disturbance rejection control: Methodology and theoretical analysis, *ISA Transactions*, **53(4)**, 963–976. <https://doi.org/10.1016/j.isatra.2014.03.003>
- Ilten, E., 2022a. Conformable fractional order controller design and optimization for sensorless control of induction motor, *COMPEL-The International Journal for Computation and Mathematics in Electrical and Electronic Engineering*, **41(5)**, 1528–1541. <https://doi.org/10.1108/COMPEL-09-2021-0334>
- Ilten, E., 2022b. Conformable Fractional Order Controller Design and Implementation for Per-Phase Voltage Regulation of Three-Phase SEIG Under Unbalanced Load, *Electric Power Components and Systems*, **50(11–12)**, 636–648.

<https://doi.org/10.1080/15325008.2022.2139433>

<https://doi.org/10.1063/1.4917383>

- Ilten, E., 2021. Conformable Fractional Order PI Controller Design and Optimization for Permanent Magnet Synchronous Motor Speed Tracking System, *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, **9(3)**, 130–144.
<https://doi.org/10.29130/dubited.756999>
- Ilten, E., Demirtas, M., 2019. Fractional order super-twisting sliding mode observer for sensorless control of induction motor, *COMPEL-The International Journal for Computation and Mathematics in Electrical and Electronic Engineering*, **38(2)**, 878–892.
<https://doi.org/10.1108/COMPEL-08-2018-0306>
- Ilten, E., Demirtas, M., 2023. Fuzzy Logic Position Control of DC Motor with Raspberry Pi and Real-Time Monitoring on Simulink External Mode, *1st Bilisel International World Science and Research Congress*, **1**, 189–195.
- Iskakova, K., Alam, M.M., Ahmad, S., Saifullah, S., Akgül, A., Yılmaz, G., 2023. Dynamical study of a novel 4D hyperchaotic system: An integer and fractional order analysis, *Mathematics and Computers in Simulation*, **208**, 219–245.
<https://doi.org/10.1016/j.matcom.2023.01.024>
- Johnson, M.A., Moradi, M.H., 2005. PID Control, Springer, 29-46.
<https://doi.org/10.1007/1-84628-148-2>
- Kennedy, J., Eberhart, R., 1995. Particle swarm optimization, *Proceedings of ICNN'95-International Conference on Neural Networks*, **4**, 1942–1948.
<https://doi.org/10.1109/ICNN.1995.488968>
- Lakomy, K., Giernacki, W., Michalski, J., Madonski, R., 2021. Active disturbance rejection control (adrc) toolbox for matlab/simulink, *ArXiv*, 8-10.
<https://doi.org/10.48550/arXiv.2112.01614>
- Mirzaei, M.J., Aslmostafa, E., Asadollahi, M., Padar, N., 2023. Fast fixed-time sliding mode control for synchronization of chaotic systems with unmodeled dynamics and disturbance; applied to memristor-based oscillator, *Journal of Vibration and Control*, **29(9–10)**, 2129–2143.
<https://doi.org/10.1177/10775463221075116>
- Oestreicher, C., 2022. A history of chaos theory, *Dialogues in Clinical Neuroscience*, **9(3)**, 279-289.
<https://doi.org/10.31887/DCNS.2007.9.3/coestreicher>
- Pecora, L.M., Carroll, T.L., 2015. Synchronization of chaotic systems, *Chaos: An Interdisciplinary Journal of Nonlinear Science*, **25(9)**, 1-12.
- Poli, R., Kennedy, J., Blackwell, T., 2007. Particle swarm optimization: An overview, *Swarm Intelligence*, Springer, **1**, 33–57.
<https://doi.org/10.1007/s11721-007-0002-0>
- Qi, G., Chen, G., 2006. Analysis and circuit implementation of a new 4D chaotic system, *Physics Letters A*, **352(4–5)**, 386–397.
<https://doi.org/10.1016/j.physleta.2005.12.030>
- Sarangapani, J., 2018. Neural Network Control of Nonlinear Discrete-Time Systems, CRC press, 145-168.
- Schöll, E., Schuster, H.G., 2008. Handbook of Chaos Control, Wiley Online Library, 3-28.
<https://doi.org/10.1002/9783527622313>
- Wibowo, W.K., Jeong, S., 2013. Genetic algorithm tuned PI controller on PMSM simplified vector control, *Journal of Central South University*, **20(11)**, 3042–3048.
<https://doi.org/10.1007/s11771-013-1827-x>
- Zaqueros-Martinez, J., Rodriguez-Gomez, G., Tlelo-Cuautle, E., Orihuela-Espina, F., 2023. Fuzzy Synchronization of Chaotic Systems with Hidden Attractors, *Entropy*, **25(3)**, 1-23.
<https://doi.org/10.3390/e25030495>
- Zheng, Y., Huang, Z., Tao, J., Sun, H., Sun, Q., Sun, M., Dehmer, M., Chen, Z., 2021. A novel chaotic fractional-order beetle swarm optimization algorithm and its application for load-frequency active disturbance rejection control, *IEEE Transactions on Circuits and Systems II: Express Briefs*, **69(3)**, 1267–1271.
<https://doi.org/10.1109/TCSII.2021.3100853>

Internet References

- MathWorks, 2023. MATLAB documentation, The MathWorks. <https://www.mathworks.com/help/> (20.12.2023)