

Cilt / Volume: 12, Sayı / Issue: 2

Haziran / June, 2022

ISSN 2146-0574

E-ISSN 2536-4618

FBED / JIST

Uluslararası Hakemli Dergi / International Peer Reviewed Journal

**IĞDIR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ
ENSTİTÜSÜ DERGİSİ**

**JOURNAL OF THE INSTITUTE
OF SCIENCE AND
TECHNOLOGY**



FBED / JIST

IĞDIR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ
ENSTİTÜSÜ DERGİSİ

Journal of the Institute
of Science and Technology

<http://dergipark.gov.tr/jist>



Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

Kısaltılmış Başlık: Iğdır Üniv. Fen Bil. Enst. Der.

Journal of the Institute of Science and Technology

Abbreviated Title: J. Inst. Sci. and Tech.

Uluslararası Hakemli Dergi / International Peer Reviewed Journal

Basılı ISSN: 2146-0574

Elektronik ISSN: 2536-4618

Veri Tabanı / Indexed by

TR Dizin, EBSCO, ROAD, Open Access Library (oalib), COSMOS IF, Sobiad, Google Scholar, Türkiye Atıf Dizini, International Institute of Organized Researches, Sindex, CrossRef, Eurasian Scientific Journal Index, CiteFactor, International Scientific Indexing, CAB Abstract

Sahibi / Owner

Doç. Dr. Ahmet TAN / Assoc. Dr. Ahmet TAN

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü / Graduate Education Institute Director

Baş Editör / Editor in Chief

Doç. Dr. Fikret TÜRKAN / Assoc. Prof. Dr. Fikret TÜRKAN

Yardımcı Editörler / Associate Editors

Prof. Dr. Bilal KESKİN / Prof. Dr. Bilal KESKİN

Doç. Dr. Adem KOÇYİĞİT / Assoc. Prof. Dr. Adem KOÇYİĞİT

Doç. Dr. Ersin GÜLSOY / Assoc. Prof. Dr. Ersin GÜLSOY

Dr. Öğr. Üyesi Ümit YILDIKO / Assist. Prof. Dr. Ümit YILDIKO

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Harbi ÇALIMLI / Assist. Prof. Dr. Mehmet Harbi ÇALIMLI

Dr. Öğr. Üyesi Sevtap TIRINK / Assist. Prof. Dr. Sevtap TIRINK

Danışma Kurulu/ Advisory Board

Prof. Dr. Selahattin ÇELEBİ, *Fizik*, University of Ottawa, Canada

Prof. Dr. Kağan KÖKTEN / *Field Crop*, Bingol University, Agricultural, Bingol, Turkey

Prof. Dr. Abdulmecit TÜRÜT/ *Physics*, İstanbul Medeniyet University, İstanbul, Turkey

Prof. Dr. Muhammad SARWAR, *Animal Science*, University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan

Prof. Dr. Vaqif ABBASOV, *Chemistry*, Neft Kimya Prosesleri Institutu, Azərbaycan

Prof. Dr. Şükrü BEYDEMİR, *Biochemistry*, Anadolu University, Eskişehir, Turkey

Prof. Dr. Özkan AKSAKAL, *Botanical*, Ataturk University, Erzurum, Turkey

Prof. Dr. Salih DOĞAN, *Zoology*, Erzincan Binali Yıldırım University, Erzincan, Turkey

Doç. Dr. Üyesi Mehmet POLAT, *Horticulture*, Isparta University, Isparta, Turkey

Dr. Snezana ANDJELKOVIC, *Forage Crops*, Institute Za Krmno Bilje, Krusevac, Republic of Serbia

Dr. Öğr. Üyesi Asim FARAZ, *Zootehni*, Bahauddin Zakariya University Multan, Pakistan

Yayın ve Mizanpaj Editörleri / Editorial Reviews and Layouts

Öğr. Gör. Dr. Adem AKDAĞ

Öğr. Gör. Dr. Ayşe KARACALI TUNÇ

Öğr. Gör. Rabia ACEMİOĞLU

Arş. Gör. Ramazan TOSUN

Tasarım / Design

Dr. Öğr. Üyesi Sevtap TIRINK

Web link: <https://dergipark.org.tr/tr/pub/jist>

Mail address: fbed@igdir.edu.tr

ULUSAL EDITÖRLER KURULU
NATIONAL EDITORIAL BOARD

Prof. Dr. Ferhad MURADOĞLU, Horticulture Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, Türkiye	Prof. Dr. İbrahim DEMİRTAŞ, Chemistry İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Doç. Dr. Beyhan KİBAR, Horticulture Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, Türkiye	Prof. Dr. İlhami GÜLÇİN, Chemistry Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye
Doç. Dr. Ersin GÜLSOY, Horticulture İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Prof. Dr. Fatma Zerrin SALTAN, Chemistry Anadolu Üniversitesi, Eskişehir, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Mete YAĞANOĞLU, Computer Engineering Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Prof. Dr. Ercan BURSAL, Chemistry Muş Alparslan Üniversitesi, Muş, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Gültekin IŞIK, Computer Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Prof. Alime ÇITAK, Chemistry Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Ferhat BOZKURT, Computer Engineering Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Doç. Dr. Fikret TÜRKAN, Chemistry İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
İshak PACAL, Computer Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Doç. Dr. Mesut IŞIK, Chemistry Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Bilecik, Türkiye
Prof. Dr. Ahmet ULUDAĞ, Plant Protection Düzce Üniversitesi, Düzce, Türkiye	Doç. Dr. Haydar KILIÇ, Chemistry Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye
Doç. Dr. Celalettin GÖZÜAÇIK, Plant Protection İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Doç. Dr. Adnan ÇETİN, Chemistry Muş Alparslan Üniversitesi, Muş, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Tuba GENÇ KESİMCİ, Plant Protection İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Doç. Dr. Cüneyt ÇAĞLAYAN, Chemistry Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Ramazan GÜRBÜZ, Plant Protection İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Gülşah SAYDAN KANBEROĞLU, Chemistry Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye
Prof. Dr. Ümit İNCEKARA, Biology Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Ümit YILDIKO, Chemistry Kafkas Üniversitesi, Kars, Türkiye
Prof. Dr. Hasan AKAN, Biology Harran Üniversitesi, Şanlıurfa, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Harbi ÇALIMLI, Chemistry İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Doç. Dr. Tülin GÜVEN GÖKMEN, Biology Çukurova Üniversitesi, Adana, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Servet AŞKIN, Chemistry İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Doç. Dr. Medeni AYKUT, Biology Dicle Üniversitesi, Diyarbakır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Salih AĞIRTAŞ, Chemistry Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye
Doç. Dr. Erhan ZEYTUN, Biology Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi, Erzincan, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Uğur GÜLLER, Chemistry İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Emel DIRAZ YILDIRIM, Biology Kahramanmaraş Sütçü İmam Üni. K.Maraş, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Mustafa KAZANCIOĞLU, Chemistry Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Kilis, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Ahmet POLAT, Biology Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Velid UNSAL, Chemistry Mardin Artuklu Üniversitesi, Mardin, Türkiye
Doç. Dr. Hakan KİBAR, Biosystem Engineering Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Adem RÜZGAR, Chemistry Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye
Doç. Dr. Sefa ALTIKAT, Biosystem Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Zeynep Şilan TURHAN, Chemistry İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Prof. Dr. Bahtiyar ÖZTÜRK, Environmental Engineering Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun, Türkiye	Doç. Dr. Selçuk EKİCİ, Mechanical Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Prof. Dr. Alper NUHOĞLU, Environmental Engineering Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Doç. Dr. Mahir UZUN, Mechanical Engineering İnönü Üniversitesi, Malatya, Türkiye
Doç. Dr. Hülya ÖZKOÇ, Environmental Engineering Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Mustafa HAMAMCI, Mechanical Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Züleyha BİNGÜL, Environmental Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Arslan KAPTAN, Mechanical Engineering Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Sinan KUL, Environmental Engineering Bayburt Üniversitesi, Bayburt, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Muhammet Raci AYDIN, Mechanical Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Sevtap TIRINK, Environmental Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Prof. Dr. Serpil HALICI, Mathematics İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Doç. Dr. Adem KOÇYIĞIT, Electrical Electronic Eng. İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Doç. Dr. Aynur ŞAHİN, Mathematics Sakarya Üniversitesi, Sakarya, Türkiye
Doç. Dr. Kenan ÇİÇEK, Electrical Electronic Eng. İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Lokman BİLEN, Mathematics İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Agah Oktay ERTAY, Electrical Electronic Eng. Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi, Erzincan, Türkiye	Dr. Mehmet KURU, Materials and Metallurgical Engineering Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Seda TÜRK, Industrial Engineering İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Doç. Dr. Muhammed Yasin ÇODUR, Civil Engineering Erzurum Teknik Üniversitesi, Erzurum, Türkiye
Prof. Dr. Mehmet GÜLCAN, Chemistry Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye	Doç. Dr. Rıza POLAT, Civil Engineering Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye

Dr. Öğr. Üyesi Muhammed Alperen ÖZDEMİR, Civil Engineering Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye	Prof. Dr. Mehmet Hakkı ALMA, Forestry Engineering Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Prof. Dr. Ahmet ADIGÜZEL, Molecular Biology and Genetic Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Prof. Dr. Murat ZENGİN, Landscape Architecture Pamukkale Üniversitesi, Denizli, Türkiye
Doç. Dr. Can Ali AĞCA, Molecular Biology and Genetic Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye	Prof. Dr. Mehmet Akif IRMAK, Landscape Architecture Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Kaan HÜRKAN, Molecular Biology and Genetic Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Meryem Bihter BİNGÜL BULUT, Landscape Architecture Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, Türkiye
Doç. Dr. İkrım ORAK, Physics Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye	Doç. Dr. İlknur MERİÇ TURGUT, Fisheries Ankara Üniversitesi, Ankara, Türkiye
Doç. Dr. Ferdi AKMAN, Physics Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye	Doç. Dr. Yakup Erdal ERTÜRK, Agricultural Economy Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Doç. Dr. İkrım ORAK, Physics Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye	Doç. Dr. Bengü EVEREST, Agricultural Economy Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Çanakkale, Türkiye
Doç. Dr. Abdülkerim KARABULUT, Physics Erzurum Teknik Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Tuba ALBAYRAK, Agricultural Economy Bozok Üniversitesi, Yozgat, Türkiye
Doç. Dr. Harun GÜNEY, Physics Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Prof. Dr. Bilal KESKİN, Field Crops Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Osman AĞAR, Physics Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Karaman, Türkiye	Doç. Dr. Süleyman TEMEL, Field Crops Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Prof. Dr. İhsan Güngör ŞAT, Food Engineering Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Doç. Dr. Tamer ERYİĞİT, Field Crops Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye
Prof. Dr. Ahmet ERDOĞAN, Food Engineering Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye	Doç. Dr. Adem GÜNEŞ, Soil Science and Plant Nutrition Erciyes Üniversitesi, Kayseri, Türkiye
Doç. Dr. Gülçin YILDIZ, Food Engineering Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Serdar SARI, Soil Science and Plant Nutrition Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Doç. Dr. Gökçen YILDIZ, Food Engineering Bursa Teknik Üniversitesi, Bursa, Türkiye	Doç. Dr. İsa YILMAZ, Animal Science Muş Alparslan Üniversitesi, Muş, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Yasemin ÇELEBİ SEZER, Food Engineering Uşak Üniversitesi, Uşak, Türkiye	Doç. Dr. Ali İhsan ATALAY, Animal Science Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Mubin KOYUNCU, Food Engineering Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye	Dr. Öğr. Üyesi Aycan Mutlu YAĞANOĞLU, Animal Science Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye
Dr. Öğr. Üyesi Hacer AKPOLAT, Food Engineering Bayburt Üniversitesi, Bayburt, Türkiye	Dr. Cem TIRINK, Animal Science Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye
Öğr. Gör. Dr. Menekşe BULUT, Food Engineering Iğdır Üniversitesi, Iğdır, Türkiye	

ULUSLARARASI EDİTÖRLER KURULU
INTERNATIONAL EDITORIAL BOARD

Prof. Dr. Muhammad HANIF, <i>Mathematic</i> Lahore Üniversitesi, Lahore, Pakistan	Prof. Dr. Tan YANWEN, <i>Economics</i> South China Agricultural University, Guangzhou, China
Prof. Dr. Çetin Kaya Koç, <i>Computer Engineering</i> University of California, Santa Barbara	Prof. Dr. Zafar IQBAL, <i>Veterinary Science</i> University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan
Prof. Dr. Muhammad SARWAR KHAN, <i>Agri. Biotechnology</i> University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan	Assist. Prof. Dr. Christina BENEKI, <i>Dep. of Bus. Admin.</i> Tech. Educ. Inst. of Ionian Islands, Cephalonia, Greece
Prof. Dr. Abdul WAHID, <i>Department of Botany</i> University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan	Dr. Reza ABDİ, <i>Physics</i> University of Bonab, İran
Prof. Dr. Khalid JAVED, <i>Dep. of Livestock Prod.</i> University of Vet. & Animal Sciences, Lahore, Pakistan	Dr. Asim FARAZ, <i>Zootečni,</i> Bahauddin Zakariya University Multan, Pakistan
Prof. Dr. Guang Jie ZHAO, <i>Forestry,</i> Beijing Forestry University, China	Dr. Snezana ANDJELKOVIC, <i>Forage Crops</i> Institute for Forage Crops(IFC), Krusevac, Republic of Serbia
Prof. Dr. Vaqif ABBASOV, <i>Chemistry,</i> Neft Kimya Prosesleri Institutu, Azerbaijan	Dr. Abdul WAHEED, <i>Animal Science</i> Bahauddin Zakariya University, Multan, Pakistan
Prof. Dr. Afsun SUJAYEV, <i>Chemistry,</i> Institute of Additive Chemistry of the ANAS, Azerbaijan	Dr. Ferhat ABBAS, <i>Vet- Animal Science, CASVAB</i> University of Balochistan, Balochistan, Pakistan
Prof. Dr. Emanuele BOSELLI, <i>Food Science and Technology</i> Free University of Bozen, Bolzano, Italy	Dr. Naveen KUMAR, <i>Horticulture</i> University of Florida, Florida, USA
Prof. Dr. Lenka KOURIMSKA, <i>Food and Nutrition,</i> Czech Uni. of Life Sciences Prague, Suchdol, Czech Republic	

DİL EDITÖRLERİ LANGUAGE CONSULTANTS	İSTATİSTİK EDITÖRLERİ STATISTICS CONSULTANTS
Dr. Öğr. Üyesi Didem ERDEL, İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Doç. Dr. Samet Hasan ABACI, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun, Türkiye
Öğr. Gör. Talha YILDIZ, İğdır Üniversitesi, İğdır, Türkiye	Dr. Cem TIRINK, Animal Science İğdır Üniversitesi İğdır, Türkiye

İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi (FBED)
YAYIN İLKELERİ

1. FBED, Uluslararası hakemli bir dergi olup yılda dört kez yayınlanır. Dergimiz herhangi bir ücret talep etmemektedir. Makalelerin tümüne açık erişimle ulaşılabilir ve tam metin olarak indirilebilir.
2. Dergiye gönderilebilecek makale konuları Bahçe bitkileri, Bilgisayar mühendisliği, Bitki koruma, Biyoloji, Biyosistem mühendisliği, Çevre mühendisliği, Elektrik elektronik mühendisliği, Endüstri mühendisliği, Fizik, Gıda mühendisliği, İnşaat mühendisliği, Kimya, Makina mühendisliği, Matematik, Moleküler biyoloji ve genetik, Orman mühendisliği, Peyzaj mimarlığı, Su ürünleri, Tarım ekonomisi, Tarla bitkileri, Toprak bilimi ve bitki besleme ve Zootečni'dir. Dergide orijinal araştırma makalesi, derleme, teknik not yayımlanabilir.
3. Tüm yazılar iki profesyonel hakem tarafından değerlendirilir, Editör ve Yayın Kurulu tarafından incelenir.
4. FBED Türkçe ve İngilizce dillerinde yazılmış orijinal araştırma makalesi, teknik not ve derleme (toplam yayınların %20) yayınlamaktadır.
5. Yayınlanması istenilen eserlerin herhangi bir yerde yayınlanmamış veya yayınlanmak üzere herhangi bir dergiye gönderilmemiş olması zorunludur.
6. Dergiye yayınlanmak üzere gönderilen eserlerle birlikte Telif Hakkı Devir Sözleşmesi de tüm yazarlarca (farklı adreslerde bulunan yazarlar forma ait tüm bilgileri doldurarak ayrıca imzalamak suretiyle gönderebilirler) imzalanarak gönderilmelidir.
7. Eserlerin tüm sorumluluğu yazarlarına aittir.
8. Aynı sayıda ilk isim olarak bir yazarın en çok iki makalesi basılır.
9. Eserler bilim etiği ilkelerine uygun olarak hazırlanmalı, gerekliyse Etik Kurul Raporu'nun bir kopyası eklenmelidir.
10. Herhangi bir sorunuz için lütfen fbed@igdir.edu.tr adresine başvurun.

Journal of the Institute of Science and Technology (JIST)
PUBLISHING POLICIES

1. JIST is International Peer Reviewed Journal and published four times a year. Our journal does not charge any fees. All of the articles are accessible by open access and can be downloaded in full text.
2. The articles that can be sent to the journal are Horticulture, Computer engineering, Plant protection, Biology, Biosystem engineering, Environment engineering, Electrical-electronic engineering, Industrial engineering, Physics, Food engineering, Civil engineering, Chemistry, Mechanical engineering, Mathematics, Molecular biology and genetic, Forestry engineering, Landscape architecture, Fisheries, Agricultural economy, Field crops, soil science and plant nutrition and animal science.
3. All the manuscripts submitted to our journal are peer reviewed by two professional referees, Editor in Chief, and Editorial Board.
4. JIST intends to publish original research papers, technical notes, and reviews (20% of total papers) written in Turkish and English languages.
5. Manuscripts and communications are accepted on the understanding that these have not been published nor are being considered for publication elsewhere.
6. All the authors should submit their manuscript with transfer form of copyright for potential publication. The transfer form of Copyright should be signed by all authors.
7. All the authors will be responsible contextually for contents of their manuscripts.
8. Only two manuscripts of each author as first author can be published in same issue of JIST.
9. Manuscripts should be prepared in accordance with scientific ethic rules. When required, ethical committee reports with the related documents should be submitted to JIST.
10. Please contact for any question to fbed@igdir.edu.tr

İÇİNDEKİLER / CONTENTS

Bahçe Bitkileri/ Horticulture

Araştırma Makalesi / Research Article

Impact of Modified Atmosphere Packaging and Controlled Atmosphere Applications on 'Seval F1' Tomato Fruit Quality and Marketability

Tuba DİLMAÇÜNAL, Berna ÇELİK, Özcan DEMİRHAN

527

Araştırma Makalesi / Research Article

Effect of IBA, Brassinosteroid, and Bacterial Applications on Rooting of Some Rosehip (*Rosa canina* L.) Genotypes by Hardwood Cuttings

Muazzez ÇELİKER, Aysen KOÇ

539

Bitki Koruma / Plant Protection

Araştırma Makalesi / Research Article

Bakla Bitkilerinde Kök Çürüklüğüne Neden Olan *Rhizoctonia* Türlerinin Anastomosis Grupları ve Patojeniteleri
Anastomosis Groups and Pathogenicity of *Rhizoctonia* Species Causing Root Rot on Faba Bean Plants

Tuba GENÇ KESİMCİ, Cafer EKEN, Erkol DEMİRCİ

550

Biyoloji / Biology

Araştırma Makalesi / Research Article

Endemik *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger (Lamiaceae)' in Uçucu Yağ Bileşenleri ve Kemotaksonomik Bir Yaklaşım
Essential Oil Components of Endemic *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger (Lamiaceae) and A Chemotaxonomic Approach

Ebru YÜCE BABACAN

563

Araştırma Makalesi / Research Article

New Chromosomal Data of *Dianthus* Section *Leiopetali* (Caryophyllaceae, Sileneae)

Halil Erhan EROĞLU, Esra MARTIN, Ergin HAMZAOĞLU, Murat KOÇ, Fatma Nagehan YAVAŞ, Havva BOZKURT, Esra TANHAŞ

571

Araştırma Makalesi / Research Article

Murgul Bakır Madeni Sahasından Etkilenen Sucul Entomofauna (Coleoptera) Dağılımının Araştırılması ve Artvin'deki Yeni Faunistik Kayıtlar

Investigation of the Distribution of Aquatic Entomofauna (Coleoptera) Affected by Murgul Copper Mine Area, with New Faunistic Records in Artvin

Zeynep AYDOĞAN, Ümit İNCEKARA, Turgay ŞIŞMAN, Mustafa C. DARILMAZ, Özkan AKSAKAL

578

Araştırma Makalesi / Research Article

Siklofosamid Kaynaklı Toksikite Üzerine *Salvia virgata* Jacq'nin Hematoprotektif ve Antioksidan Etkilerinin Araştırılması

An Investigation into Hematoprotective and Antioxidant Effects of *Salvia virgata* Jacq. Upon Cyclophosphamide-Induced Toxicity

İlknur Kulcanay ŞAHİN

589

Araştırma Makalesi / Research Article

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması

Investigation of the Protective Effects of Clove (*Syzygium aromaticum* L.) Extract against Oxidative Damage Caused by Carbon Tetrachloride (CCl₄) in *Saccharomyces cerevisiae* by Glutathione, Malondialdehyde and Total Protein Levels

Seda BEYAZ

597

Araştırma Makalesi / Research Article

Traditional Plants Used for Medicinal Purposes in Güroymak (Bitlis/Turkey) District

Ümit DEMİR, İbrahim DEMİR

609

Araştırma Makalesi / Research Article

Bal Arılarının Sindirim Kanalında Bulunan Probiyotik Kökenli *Bifidobacterium* sp.'nin Enzimatik ve Bibliyometrik Analizi

Enzymatic and Bibliometric Analysis of *Bifidobacterium* sp. of Probiotic Origin in The Based Digestive Tract of Honey Bees

Halit YÜCEL, Kübra EKİNCİ, Altug KARAMAN, Fadime YAZDIÇ, BÜLENT KAR

622

Araştırma Makalesi / Research Article

Koz Dağları'ndan (Genç -Bingöl) B8 Karesi için Yeni Floristik Kayıtlar ve *Lythrum volgense* ile İlgili Değerlendirmeler

New Floristic Records for Square B8 from Koz Mountains (Genç -Bingöl) and Evaluations of *Lythrum volgense*

Abdurrahim ÇETİN, Lütfi BEHÇET

633

Araştırma Makalesi / Research Article

Yerel Zeytin Çeşitlerindeki Pomolojik Değişimlerin Farklı Hasat Zamanlarında Belirlenmesi
Determination of Pomological Changes in Local Olive Varieties at Different Harvest Times
Nesrin GÜLCEMAL, Sercan ÖNDER, Muhammet TONGUÇ

645

Çevre Mühendisliği / Environmental Engineering

Araştırma Makalesi / Research Article

Çevresel Büyük Risk Maden Atıksularının Kimyasal Çöktürme Yöntemi ile Arıtım Örneği
Major Environmental Risk: An Example of Treatment of Mining Wastewater by Chemical Precipitation Method
Alper Erdem YILMAZ, Okan Tarık KOMESLİ, Şenba KOMESLİ, Savaş ÇALIK

654

Araştırma Makalesi / Research Article

Şehir içi Akaryakıt İstasyonları Gürültü Kaynakları ve Kontrolü
Noise Sources and Control of Urban Fuel Stations
Müberra Nur HATİPOĞLU, Beril SALMAN AKIN

663

Elektrik Elektronik Mühendisliği / Electrical Electronic Engineering

Araştırma Makalesi / Research Article

Ku Band Uygulamalar İçin Geniş Açılı, Basit Dizayn Hibrit Metayüzey Polarizasyon Dönüştürücü
Wide-Angle, Low Profile Hybrid Metasurface Polarization Converter for Ku Band Application
Gökhan ÖZTÜRK, Fatih TUTAR, Mustafa BULUT

680

Araştırma Makalesi / Research Article

The Short Channel and Quantum Confinement Effects on Transfer Characteristics of Si NW MOSFET Depending on the Gate Length and Temperature
İbrahim GENÇ, Semran İPEK

692

Araştırma Makalesi / Research Article

Tekstil Fabrikalarında Öz Tüketim Modeli Güneş Enerjisi Santralinde Enerji Kalitesi Analizi
Energy Quality Analysis in Self Consumption Model Solar Power Plant in Textile Factories
Furkan DİNÇER, Fatih KARADAĞ

704

Araştırma Makalesi / Research Article

Hardware Design of Low Cost Myoelectric Controlled Prosthetic Hand For Engineering Laboratory
Mehmet Serdar ÇELİK, Cengiz TEPE, İlyas EMİNOĞLU

715

Fizik / Physics

Araştırma Makalesi / Research Article

4 Boyutlu Fermiyonik Modelde Kaosun Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi Yöntemiyle İncelenmesi
Investigation of Chaos in 4D Fermionic Model by the Generalized Alignment Index Method
Mine AK

726

Araştırma Makalesi / Research Article

Kepler Kataloğundan Seçilen Üç W UMa Tipi Değeri Çift Yıldızın (KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917) Işık Eğrisi Analizleri
Photometric Analysis of Three W UMa Type Contact Binaries (KIC3732732, KIC3936357 and KIC10802917) from The Kepler Catalogue
Muhittin ŞAHAN

735

Araştırma Makalesi / Research Article

Ti/ p-GaN Schottky Diyotunun Elektriksel Parametrelerinin İncelenmesi
Investigation of Electrical Parameters of Ti/ p-GaN Schottky Diode
Hatice ASIL UĞURLU

752

Gıda Mühendisliği / Food Engineering

Araştırma Makalesi / Research Article

Determination of Antioxidant Activities of Rosehip Marmalade Added Kefir During Its Storage Process
Burcunur DEMİR, Mustafa GÜRSES

761

Araştırma Makalesi / Research Article

Bazı Bitkilerden Elde Edilen Liyofilize İnfüzyonlarda Demleme Süresi Faktörünün Antioksidan Özellikler ve Ağır Metal Kompozisyonu Üzerine Etkisi
Effect of Brewing Time Factor on Antioxidant Properties and Heavy Metal Composition in Lyophilized Infusions Obtained from Some Plants
Elif Feyza TOPDAŞ

769

Araştırma Makalesi / Research Article

Espresso İçeren Kahve İçeceklerinin Antioksidan Kapasite, Toplam Fenolik Bileşen ve *In-vitro* Biyoerişilebilirliğinin Karşılaştırılması
Comparison of Antioxidant Capacity, Total Phenolic Content and *In-vitro* Bioaccessibility of Espresso Based Coffee Beverages
Elif YILDIZ

791

İnşaat Mühendisliği / Civil Engineering

Araştırma Makalesi / Research Article

Effect of Calcite on Fresh and Hardened Properties of Expanded Perlite Blended Cement Mortars
Mustafa ENSARİOĞLU, Serhat DEMİRHAN

806

Araştırma Makalesi / Research Article

Investigation of Structural Behavior of Piles in Liquefiable Cohesionless Soils
Ercan Egemen BAŞAR, İlyas Devran ÇELİK, Soner UZUNDURUKAN, Münire FINDIK

820

Araştırma Makalesi / Research Article

Kaya Tuzu Ortamının Enjeksiyon Sıvısı Serbest Basınç Mukavemeti Üzerindeki Etkilerinin Araştırılması
The Investigation of Effects of Rock Salt Stratum on Grout Unconfined Compressive Strength
Ahmet Şahin ZAIMOĞLU, Elif AYIK KILIÇ, Fatih ARTUK

833

Araştırma Makalesi / Research Article

Farklı İklim Değişikliği Senaryoları için Doğu Karadeniz Bölgesindeki Meteorolojik Kuraklıkların Eğilim Analizi
Trend Analysis of Meteorological Droughts for Different Climate Change Scenarios in Eastern Black Sea Region
Sinan NACAR, Murat ŞAN, Murat KANKAL, Umut OKKAN

843

Kimya / Chemistry

Araştırma Makalesi / Research Article

Farklı Bölgelerde Yetiştirilen Bazı Patlıcan Türlerinde Amino Asit Miktarlarının Araştırılması
Amino Acid Contents of Some Eggplant Species Grown in Different Region
Zulaiha Gidado MUKHTAR, Dursun ÖZER, Fikret KARATAŞ, Sinan SAYDAM

857

Araştırma Makalesi / Research Article

Floresans Enerji Transferi Üzerine Grafen Oksitin Kuençleştirici Etkisinin İncelenmesi
Investigation of the Quenching Effect of Graphene Oxide on Fluorescence Energy Transfer
Burecu Meryem BEŞER

870

Araştırma Makalesi / Research Article

Bazı Fenolik Bileşiklerin Glutatyon S-Transferaz Enzim İnhibitörleri Olarak Değerlendirilmesi
Evaluation of Some Phenolic Compounds as Inhibitors of Glutathione S-Transferase Enzyme
Muhammet Serhat ÖZASLAN

882

Araştırma Makalesi / Research Article

Atık Cam Elyaf Oranının Polipropilen/Üzüm Sapı-Çeltik Polimer Kompozitinin Fiziksel Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi
Investigation of the Effect of Waste Glass Fiber Ratio on the Physical Properties of Polypropylene/Grape Stalk-Rice Husk Polymer Composite
Münir TAŞDEMİR, Elif Gülcan ŞEN

890

Araştırma Makalesi / Research Article

Synthesis and Characterization of Novel Hybrid Sulfonamide Molecules with Benzothiazole Scaffold
Erbay KALAY

899

Araştırma Makalesi / Research Article

Tri-*tert*-bütülanilin Temelinde Yeni Sterik Engelli Salisilaldiminlerin Cu(II) Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu
The Synthesis and Characterization of Cu(II) Complexes of New Sterically Hindered Salicylaldehydes Based on Tri-*tert*-butylaniline
Emine AYTAR, Sümeyya HARTAVİ, Veli Tarık KASUMOV

908

Araştırma Makalesi / Research Article

Synthesis, Characterization, ADMET prediction, and Molecular Docking Studies of Novel Coumarin Sulfonate Derivatives
Adem KORKMAZ

918

Araştırma Makalesi / Research Article

Yıkama Metodu Kullanılarak Saflaştırılan Amoksisilin Trihidratın Taguchi Yöntemi ile Optimizasyonu
Optimization of Amoxicillin Trihydrate Purified Using Washing Method by Taguchi Method
Mustafa ERGİN

933

Araştırma Makalesi / Research Article

Suda Çözünebilir Grafen/Boyar Madde Kompozitlerinin Spektroskopik Özelliklerinin İncelenmesi
Investigation of Spectroscopic Properties of Water-Soluble Graphene / Dye Composites
Gökhan Güven BATIR, Mustafa ARIK

946

Araştırma Makalesi / Research Article

Yeni Seçici Fosfoinositid 3-Kinaz Gama İnhibitörlerin *In Silico* Yaklaşımlarla Belirlenmesi
Determination of Novel Selective Phosphoinositide 3-Kinase Gamma Inhibitors by *In Silico* Approaches
Deryanur KILIÇ

957

Makina Mühendisliği / Mechanical Engineering

Araştırma Makalesi / Research Article

AZ63 Magnezyum Alaşımının Sürtünme Kaynağı ile Birleştirilebilirliğinin Araştırılması
Investigation of the Friction Welding Weldability of AZ63 Magnesium Alloy
Anıl İMAK

967

Araştırma Makalesi / Research Article

Grafen-Si₃N₄ Takviyeli Hidroksiapatit Nanokompozitlerin Mekanik ve Yapısal Özellikleri
Mechanical and Structural Properties of Graphene-Si₃N₄ Reinforced Hydroxyapatite Nanocomposites
Mustafa ÖZEN, Ruken DAŞ, Abuzer AÇIKGÖZ, Bülent AKTAŞ, Gökhan DEMİRCAN, Levent Nazım HANÇER,
Mehmet Vehbi BALAK

978

Araştırma Makalesi / Research Article

Sikloid, Episkloid, Evolvent, 45⁰ Eğri Yüzeylerin Yapıştırılması Ve Mekanik Özelliklerinin Sonlu Elemanlar Yöntemi İle Araştırılması
Bonding of Cycloid, Epicycloid, Involute, 45⁰ Curved Surfaces and Investigation of Mechanical Properties by Finite Element Method
Mahir UZUN, Bahar AKÇADAĞ

990

Matematik / Mathematics

Araştırma Makalesi / Research Article

Dual Uzayda N-Bishop Çatısına Göre Smarandache Eğrileri ve Karşılık Geldiği Regle Yüzeyleri
The Smarandache Curves and Corresponding to Ruled Surfaces Due to N-Bishop Frame In Dual Space
Hatice KUŞAK SAMANCI, Veysi CENGİZ

1003

Araştırma Makalesi / Research Article

Construction of Pure Metrics on Almost Complex Metallic Manifolds
Sibel TURANLI

1017

Araştırma Makalesi / Research Article

Nonstandard Discretization and Stability Analysis of a Novel Type of Malaria-Ross Model
Mehmet KOCABIYIK

1023

Moleküler Biyoloji ve Genetik / Molecular Biology and Genetic

Araştırma Makalesi / Research Article

In Vitro Hepatik Oksidatif Hasarda Karvakrolün Etkinliğinin Araştırılması
Investigation of the Efficacy of Carvacrol in *In Vitro* Hepatic Oxidative Damage
Meryem Nur ATABAY DİNGİL, Mehmet Mustafa İŞGÖR

1034

Araştırma Makalesi / Research Article

Zygaenidae (Lepidoptera) familyasında DNA izolasyonu ve PCR optimizasyonu üzerine araştırmalar
Investigations on DNA isolation and PCR optimization in Zygaenidae (Lepidoptera) family
Başak ULAŞLI, Feza CAN

1045

Derleme Makalesi / Review Article

Sirtuin1-3 Deasetilazlar: Biyolojik Fonksiyonları ve Kanserde Terapötik Potansiyelleri
Sirtuin 1-3 Deacetylases: Biological Functions and Therapeutic Potential in Cancer
Selma YILDIRIM, Ramazan DEMİREL, Meryem İÇEN, Özkan ÖZDEN

1055

Tarım Ekonomisi / Agricultural Economy

Araştırma Makalesi / Research Article

Üniversite Öğrencilerinin Girişimcilikle İlgili Görüşleri: Ondokuz Mayıs Üniversitesi Örneği, Samsun
University Students' Perspectives on Entrepreneurship: A Case Study of Ondokuz Mayıs University, Samsun
Gamze AYDIN ERYILMAZ, Osman KILIÇ, Ceylan SEBİK GÜNDÜZ

1070

Araştırma Makalesi / Research Article

Iğdır İlinde Manda Üreticilerinin Üretim Özelliklerinin Belirlenmesi

Determination of Production Characteristics of Buffalo Producers in Iğdır Province

Köksal KARADAŞ, Ömer ÖZGER, Kasım ŞAHİN

1080

Tarla Bitkileri / Field Crops

Araştırma Makalesi / Research Article

Akar ve Burakbey Yemlik Arpa Çeşitlerinin Ekim Sıklığının Araştırılması

An Investigation on Sowing Rates for Feeding Barley Varieties of Akar and Burakbey

Murat BALABAN, Recep KODAŞ, Esra AKÇELİK, H.İbrahim, Fırat KON, Musa KARAÇAM,

Safure GÜLER, Seda KÜLEN

1091

Araştırma Makalesi / Research Article

Tıbbi Adaçayı (*Salvia officinalis* L.)'nda Bor Toksisitesi ve Rizobakteri (PGPR) Uygulamalarının Fide Gelişimi ve Fizyolojik Özellikleri Üzerine Etkileri

The Effects of Boron Toxicity and Bacteria (PGPR) Applications on Growth Development and Physiological Properties in Medicinal Sage (*Salvia officinalis* L.)

Muhammed Said YOLCİ, Rüveyde TUNÇTÜRK, Murat TUNÇTÜRK

1102

Araştırma Makalesi / Research Article

Biberiye (*Rosmarinus officinalis* L.) Uçucu Yağ Kalite Parametrelerinin Hasat Zamanı ve Lokasyona Göre Değişimi

Quality Parameters Variation of Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) Essential Oil with Respect to Harvesting Time and Location

Orçun ÇINAR, Haluk TOKGÖZ, Muharrem GÖLÜKCÜ, Fatma UYSAL BAYAR

1114

Araştırma Makalesi / Research Article

Kuraklık Stresi Altında Yetiştirilen Bakla (*Vicia Faba* L.) Bitkisinde Rizobakteri ve Alg Uygulamalarının Bitki Gelişimi Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi

Investigation of the Effects of Rhizobacteria and Algae Applications on Plant Growth in Broad Bean (*Vicia faba* L.) Plant Grown under Drought Stress

Mustafa ÇIRKA, Rüveyde TUNÇTÜRK, Haluk KULAZ, Murat TUNÇTÜRK, Tamer ERYİĞİT, İshak BARAN

1124

Toprak Bilimi ve Bitki Besleme / Soil Science and Plant Nutrition

Araştırma Makalesi / Research Article

Soil Enzyme Activities Affecting by Different Tillage Systems and Cover Crops Following Corn Cultivation

Erhan ERDEL

1134

Zootekni / Animal Science

Araştırma Makalesi / Research Article

Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin Nispi Yem Değerleri, *In Vitro* Gaz Üretimi, Organik Madde Sindirim Derecesi ve Metabolik Enerji İçeriklerinin Belirlenmesi

Determination of Relative Feed Value, *In Vitro* Gas Production, Organic Matter Digestibility and Metabolic Energy Content of Some Legume Forages

Özer KURT, Adem KAMALAK, Ayşe Nida KURT

1143

Araştırma Makalesi / Research Article

Ayçiçek Hasılımı Farklı Oranlarda Şeker Pancarı Bitkisi ile Silolamanın Silaj Kalitesi, In-Vitro Sindirilebilirlikleri ve Enerji İçeriğine Etkisi

The Effects of Making Silage at Different Ratios of Sunflower and Sugar Beet on Silage Quality, In-Vitro Digestibility and Energy Content

Serhat YILDIZ, Suphi DENİZ, Fatma ÖZKAN, Selçuk ALTAÇLI

1154

Araştırma Makalesi / Research Article

Ankara İli Elmadağ ve Yenimahalle İlçelerinde Sığır Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi

Structural Analysis of Cattle Breeding in Yenimahalle and Elmadağ Counties of Ankara Province

Ali KAYGISIZ, İsa YILMAZ, Necati ŞANVER, Salih Taner SERİM

1163

Araştırma Makalesi / Research Article

Türkiye'de Güreş Devesi Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi

Structural Analysis of Wrestling Camel Breeding in Turkey

İsa YILMAZ, Onur ŞAHİN, Orhan YILMAZ

1177

Derleme Makalesi / Review Article

TR22 Güney Marmara Bölgesinde Büyükbaş ve Küçükbaş Hayvancılığın Durumu, Kaba Yem Üretimi, Yeterliliği ve Hayvan Beslemedeki Önemi

The status of Bovine and Ovine Breeding in the TR22 South Marmara Region, Roughage Production, Adequacy and Importance of Roughage in Animal Nutrition

Kasım ÖZEK

1187

Düzeltilme Notu

Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi'nin 2021 yılı 11. Cilt 2. Sayısında yer alan " Mut Z, Erbaş Köse Ö D, Akay H, Sezer İ, 2021. Orta ve Batı Karadeniz Bölgesinden Toplanan Yerel Yulaf Genotiplerinin Bazı Özelliklerinin Değerlendirilmesi. 11(2): 1582-1594. DOI:10.21597/jist.858573" referanslı makalede sorumlu yazar tarafından çalışmaya ilişkin Bilimsel Araştırma Projesi yayın desteği teşekkür metninde ki proje numarası "TOVAG 107O208" yazar tarafından sehven girilmiştir. Proje numarası TOVAG 107O802 şeklinde düzeltilmiştir.

To Cite: Dilmaçunal T, Çelik B, Demirhan Ö, 2022. Impact of modified atmosphere packaging and controlled atmosphere applications on 'Seval F1' tomato fruit quality and marketability. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 527-538.

Impact of Modified Atmosphere Packaging and Controlled Atmosphere Applications on 'Seval F1' Tomato Fruit Quality and Marketability

Tuba DİLMAÇÜNAL^{1*}, Berna ÇELİK¹, Özcan DEMİRHAN²

ABSTRACT: This study was carried out at the Postharvest Physiology Laboratory of the Department of Horticulture of Isparta University of Applied Sciences with the 'Seval F1' table tomato variety. Tomato fruits are stored in normal atmospheric storage (NA), modified atmosphere packages (MAPs) (MAP1 and MAP2) and in controlled atmosphere (CA) cabinets (5% O₂+5% CO₂) at 12±1°C temperature and 90% ± 5 relative humidity (RH) conditions. After removing the fruits from cold storage at each analysis period they were kept at room conditions for 2 days for shelf life evaluation. Weight loss, peel color, fruit firmness, soluble solids content, pH, titratable acidity, respiration rate (RR), ethylene production (EP), MAPs' gas composition and sensorial analyzes were carried out for fruits taken randomly from cold storage and subsequent 2 days in shelf life conditions. According to the mean values, CA and MAPs maintained fruit firmness better than NA. The lowest RR (11.3 mLCO₂ kg⁻¹ h⁻¹) was recorded in NA followed by MAP1 (13.2 mLCO₂ kg⁻¹ h⁻¹). EP values of NA and CA were closer to each other's and lower than those of the others (2.7 and 2.8 µL.kg⁻¹h⁻¹, respectively). CA had the highest taste-aroma value at 25+2 days of storage, followed by MAP1 and NA. The highest O₂ (18.98 %) and the lowest CO₂ (2.90 %) values were recorded in MAP1. In conclusion, CA and MAP1 storage conditions successfully extended the postharvest life of 'Seval F1' tomato fruits and maintained their marketable quality for 25+2 days.

Keywords: Cold storage, controlled atmosphere, modified atmosphere packaging, postharvest, shelf life, quality

¹ Tuba DİLMAÇÜNAL ([Orcid ID: 0000-0003-1557-240X](https://orcid.org/0000-0003-1557-240X)), Berna ÇELİK ([Orcid ID: 0000-0001-8620-6031](https://orcid.org/0000-0001-8620-6031)), Isparta University of Applied Sciences, Faculty of Agriculture, Department of Horticulture, Isparta, Türkiye

² Özcan DEMİRHAN ([Orcid ID: 0000-0001-9411-7653](https://orcid.org/0000-0001-9411-7653)) Doctor Tarsa Agriculture and Trade. A.Ş., Organized Industrial Zone 2nd Section 22nd Street No:10 Döşemealtı Antalya, Türkiye

*Corresponding Author: Tuba DİLMAÇÜNAL, e-mail: tubadilmacunal@isparta.edu.tr

This study is derived from Berna ÇELİK and Özcan DEMİRHAN's Undergraduate Thesis, which was supported by the TÜBİTAK Scientific Student Research Projects Unit with the "TÜBİTAK 2209-A" project code.

INTRODUCTION

The tomato (*Solanum lycopersicum* L.) is a fresh vegetable in great demand worldwide (Black-Solis et al., 2019). Tomato is one of the most consumed vegetables worldwide, with a global production of 180.766.329 t ranked by China (62.764.671 t), India (19.007.000 t), and Türkiye (12.841.990 t) respectively (FAOSTAT, 2021). Organic acids, β -carotene, vitamins C and E, secondary metabolites, nutrients and mineral content of tomato make it essential for human health and prevent the formation and neutralizing various forms of free radicals by the antioxidative property (Dyshlyuk et al., 2020). The rate of oxidative stress-related diseases including atherosclerosis and cardiovascular disease decreases by regular consumption of tomatoes (Choi et al., 2015).

The fruit of tomato is known as a climacteric fruit and continues to ripen after harvest (Panjai et al., 2017). The rapid acceleration of alterations associated with ripening limits tomato fruit's postharvest life. One of the most crucial subject for the fresh tomato industry is the managing tomato fruit ripening (Candir et al., 2017). The broken cold chain, unsuitable storage conditions, and packaging materials are responsible for the production deterioration by increasing physiological activities. Other metabolic processes results the increase in postharvest losses (Choi et al., 2015).

Implementing the suitable storage conditions for the tomatoes harvested in red stages has high importance because of their high sensitivity to deterioration decreasing consumer acceptance and increasing economic loss (Cozmuta et al., 2016). The storage at low temperature maintains freshness and extends the shelf life due to reduced respiration and thermal decomposition. However, the chilling injury may develop under the storage conditions below 12.5°C temperature and this results poor quality fruits (Ali et al., 2010). The fruit quality is influenced negatively under the storage conditions below 10°C more than 2 weeks or 6-8 days at 5°C (Gonzalez et al., 2015). Chilling injury symptoms occur under low temperature conditions and this is a reversible response of products to low temperature with a cascade of secondary effects defined as chilling injury (CI) (Affandi et al., 2020). CI symptoms in tomatoes could be unbalanced ripening, extreme softening, surface pitting, increase in fungal decay, loss of flavor and color (Affandi et al., 2020) and browning of seeds (Candir et al., 2017). Consumer acceptance is decreased and the economic loss increases because of those injurious changes (Affandi et al., 2020).

The public tends to question current practices still in use due to the risk of carcinogenic by-products, residues and environmental damage (Ahmed et al., 2013). The controlled atmosphere (CA) storage (Fagundes et al., 2015) and modified atmosphere packaging (MAP) are the techniques used to prolong the postharvest life of vegetables and fruits by suppressing respiratory activity (Kyriacou and Rouphael, 2018; Ozturk and Ozer, 2019). The inner package CO₂ and O₂ levels are changed by passive or active way to suppress the respiration and ethylene production, slowing down the ripening related changes and prolonging the shelf life (Fagundes et al., 2015). The excellent barrier properties, low cost, and ease of production of polymeric packaging materials make it widely used to maintain the quality and safety of foods in the food industry (Guo et al., 2020).

As consumers in developed economies have been conditioned to a bounty of fruits and vegetables from across the globe and seasons, emphasis on shelf-life characteristics has been an inevitable necessity for furnishing this supply and demand cycle (Kyriacou and Rouphael, 2018). The postharvest diseases, senescence and transpiration confine the storage life of fresh tomatoes (Aguiló-Aguayo et al., 2013). Appearance is one of the most crucial quality attributes because the product's acceptance or rejection is determined by this criterion (Pathmanaban et al., 2019). Furthermore the organoleptic quality is an important attribute to determine the marketable quality and is composed of the combination of aroma,

taste and texture (Oms-Oliu et al., 2011). Aroma ascribes to the smell of the products, whereas flavor comprises both taste and aroma (Pathmanaban et al., 2019). Flavor heavily relies on the balance between free amino acids, organic acids, volatile compounds and sugars. The senses of mouth feel, odor, and taste are essential in its perception (Oms-Oliu et al., 2011). Commercially, tomatoes are harvested different maturity stages, depending on the proximity between production and market place (Thole et al., 2020). Liu (2014) suggested $10-13 \pm 1^\circ\text{C}$ temperature and 90-95% relative humidity for the storage conditions of tomatoes.

Studies on the storage conditions and shelf life of the 'Seval F1' tomato variety are very limited. This study aimed to determine the effects of different modified atmosphere packages and controlled atmosphere conditions on the quality and shelf life of 'Seval F1' tomato variety.

MATERIALS AND METHODS

This study was carried out at Postharvest Physiology Laboratory of the Department of Horticulture of Isparta University of Applied Sciences with 'Seval F1' tomato variety in 2014. Tomatoes harvested at early hour in the morning on December 9 at the mature pink stage, placed in cardboard boxes and transported immediately to the laboratory by a covered pickup truck at 7°C atmospheric temperature. The fruits were grown in a greenhouse located in the Kumluca district of Antalya province. 'Seval F1' tomato variety's average fruit diameter is 65.16 mm, average fruit length is 52.15 mm, and fruit weight is between 180-200 g and has a flattened-round slightly sliced fruit shape. Although the planting of this tomato variety varies according to the region, it is carried out between 20 August and 20 September in the autumn season on the Mediterranean coastline where greenhouse cultivation is carried out (Anonymous, 2021). Fruits with a stem, healthy and without any defect were selected for the research. Tomato fruits are stored in normal atmospheric storage ($20.9\% \text{O}_2 + 0.03\% \text{CO}_2$), imported polyethylene (MAP1) and local polyethylene (MAP2) modified atmosphere packages and in controlled atmosphere (CA) insulated cabinets with a composition of $5\% \text{O}_2 + 5\% \text{CO}_2$ at $12 \pm 1^\circ\text{C}$ temperature and $90 \pm 5\%$ relative humidity conditions. After removing the fruits from cold storage at each analysis period they were kept at room conditions (20°C temperature and 65-70% relative humidity) for 2 days for shelf life evaluation.

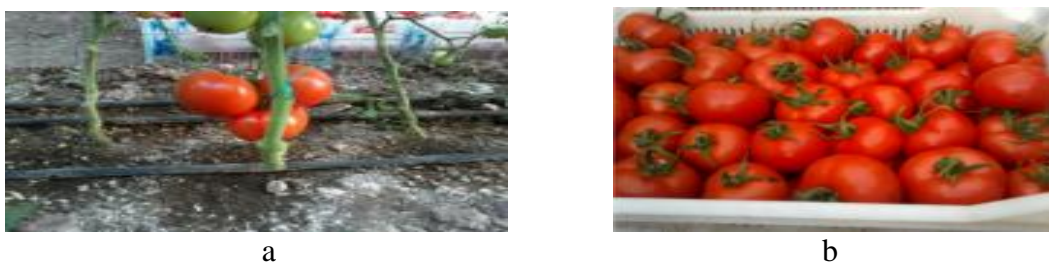


Figure 1. View of tomato cv. 'Seval F1' fruits on the plant (a) and after the harvest (b)

All analyzes mentioned below were carried out at 5-day intervals at cold storage period and the end of 2 days storage in room conditions.

Weight loss: At the beginning of the experiment, 15 fruits were labeled separately for each storage condition (NA, CA, MAP) and for each analysis period, and the measurements were made in these samples. In addition, the weights of the fruits were taken at the beginning and end of the shelf life analysis, and the changes during the shelf life were recorded. The obtained data were calculated with the following formula and evaluated as %:

$$\text{Weight loss (\%)} = (\text{Initial weight} - \text{Last weight}) / (\text{Initial weight}) \times 100 \quad (1)$$

Peel color: Fruit peel color measurements were made using a Minolta CR-400 model color measuring device according to the CIE L* a* b* scale under the label where the fruit numbering is done in the equatorial region. Before the measurements, the device was calibrated.

Fruit firmness: Measurements were made using the Lloyd Instruments LF Plus texture device and the Nexygen package program installed on a computer to which it was connected. At the beginning of the experiment and in each analysis period, measurements were made on fruits removed from cold storage and at the end of their shelf life. 15 fruits, 5 fruits in each replication, were used and measurements were made from both sides of the fruit but not mutually. A 5.1 mm diameter cylindrical tip descending at a constant speed of 100 mm/min with a 50 N Loadcell was used. The maximum force obtained was used as the fruit firmness value in Newton (N).

Respiration rate and ethylene production: Fruits were weighed 1 kg into 4 L completely gas-tight jars and kept at room temperature (20°C) for 4 hours. Respiration rate and ethylene production were measured simultaneously in a single gas sample from each jar. Measurements in S/SL inlet split mode, using a fused silica capillary column (GS-GASPRO, 30 m x 0.32 mm ID) in a 1 mL gas sample with a gas sampling valve, a thermal conductivity detector (TCD) for respiratory rate measurement, a flame ionization detector for ethylene production amount (FID), Agilent brand GC-6890N model gas chromatography and Chemstation A.09.03 [1417] package program loaded on a computer to which it is connected. The carrier gas flow is 1.7mL/min in constant flow mode. The temperatures of the furnace, TCD and FID detectors are 40°C (isothermal), 250°C and 250°C, respectively. Gas flows for high purity hydrogen (H₂) and dry air used as carrier gas in FID are 30 and 300 mL/min, respectively. High purity helium (He) (makeup) and Reference flow rates used as carrier gas in TCD are 7.0 and 20 mL/min, respectively. Respiration rate and ethylene production of fruits were evaluated according to the following formulas (Dilmaçunal, 2009):

$$\text{Respiration rate (mLCO}_2\text{.kg}^{-1}\text{h}^{-1}) = \text{CO}_{2(\text{produced})}^* + \text{CO}_{2(\text{absorbed})}^{**} \cdot \text{h}^{-1***} \cdot \text{fruit weight}^{-1} \quad (2)$$

$$\text{Ethylene (}\mu\text{L.kg}^{-1}\text{.h}^{-1}) = \text{C}_2\text{H}_4 \times (\text{Volume}_{\text{jar}} - \text{Volume}_{\text{fruit}}) \times (\text{h} \times \text{fruit weight} \times 1000)^{-1} \quad (3)$$

*CO_{2(produced)}: (Volume_{jar} - Volume_{fruit}) x ((CO_{2measured} - CO_{2air}) x 100⁻¹)

CO_{2(absorbed)}: (k^{*} x CO_{2produced}) x (Volume_{fruit} x 0.9^{****})^{***}h: Waiting time in jar (hours)

***k= 0.878 mLCO₂ mL_{water}⁻¹: Solubility in water of 100 percent of CO₂ at 20°C

****0.9 = Water content in fruit (according to % dry matter)

Titrateable acidity and pH: For titrateable acidity and pH measurements, 5 fruit pulps from each replication were made. From the juice obtained, 10 mL of two parallel fruit juices were prepared for analysis with a micropipette for each repetition. The pH value was measured by dipping the Hanna Instruments HI 9321 microprocessor model digital pH meter probe into the prepared fruit juice, and 0.1 N NaOH was titrated until the reading value reached 8.1. The amount of titrateable acidity was calculated in terms of citric acid over the spent base, according to the formula below (Karaçalı, 2009):

$$\text{Citric acid (\%)} = ((\text{S} \times \text{N} \times \text{F} \times \text{E}) \times \text{C}^{-1}) \times 100 \quad (4)$$

(S: amount of sodium hydroxide used (mL); N: normality of sodium hydroxide used; F: factor of sodium hydroxide used; C: amount of sample taken (mL); E: equivalent value of the corresponding acid (0.064 g for citric acid))

Soluble solid content: 5 fruits from each replication were made into pulp by squeezing in a juicer. The amount of SSC in the obtained fruit juice was determined as % (Brix°) using Atago Pocket PAL-1 digital refractometer.

Sensorial evaluations: In each analysis period, the fruits removed from the cold storage room were evaluated by the panelists in terms of visual quality (1-4:unmarketable, 5:marketable, 6-8:good, 9:excellent), taste and aroma (1:very poor, 2:poor, 3:moderate, 4:good, 5:excellent), calyx desiccation (1:healthy, 2:very little, 3:little, 4:moderate, 5:severe) and rupture (1:very difficult, 2:difficult, 3:moderate, 4:easy, 5:very easy).

Atmosphere composition in modified atmosphere bags: The gas compositions in the bags were made with the Systec Instrument Gaspac brand infrared gas analyzer in the bags taken out of the warehouse at each analysis period and at the end of the shelf life. The needle tip of the device was inserted into the bag and gas sample was taken from the bags. Obtained results are given as %.

TUKEY TEST was applied in multiple comparison methods to determine the differences between group means.

RESULTS AND DISCUSSION

The visual quality of the tomatoes decreased in all storage conditions and temperatures and the decrease was more dramatically in fruits stored in MAP2 than those of the others (Table 1). All the samples remained their marketable quality till 25+2 days of storage except for MAP2. The samples stored in MAP2 lost their quality after the 15th day of storage. The taste-aroma values decreased in all conditions with an extended storage period. CA fruits had the highest value at 25+2 days of storage, followed by MAP1 and NA. Tomatoes stored in MAP2 lost their edibility after the 15+2 days of storage. Calyx desiccation increased during the storage period and was higher at the shelf life than cold storage in all conditions. After 15 days of storage, calyx rupture increased with the increase in calyx desiccation (Table 1). Ayomide et al. (2019) reported that unpacked tomatoes could be stored with higher sensorial quality throughout 13 days in cold conditions, compared to 5 days for room conditions. Nunes et al. (1996) reported that storing of pink 'Buffalo' tomatoes at 4% O₂ + 2% CO₂ and 12°C extended their shelf life. Ayomide et al. (2019) indicated that perforated polyethylene bags extended the storage life for 20 days compared to 13 days at ambient. Our findings are in agreement with previous studies. It is stated that the characteristics of packaging materials required to be appraised to determine their eligibility for an individual cultivar of tomato (Mekonnen, 2017).

Table 1. Sensorial attributes of tomato cultivar 'Seval F1' in four storage conditions during cold storage and shelf life

S. C.	Storage Duration (days)												
	Visual quality (1-9 scale)												
	0	5	5+2	10	10+2	15	15+2	20	20+2	25	25+2	30	
NA	9.0 ^{Aa*}	9.0 ^{Aa}	9.0 ^{Aa}	8.0 ^{Aa}	7.8 ^{ABab}	6.8 ^{Ba}	6.3 ^{BCa}	6.7 ^{Ba}	5.7 ^{Ca}	5.5 ^{Ca}	5.7 ^{Ca}	4.5 ^{Ca}	
CA	9.0 ^{Aa}	9.0 ^{Aa}	8.8 ^{Aa}	7.2 ^{Ba}	8.8 ^{Aa}	4.9 ^{Cb}	6.2 ^{Ba}	4.8 ^{Cab}	6.0 ^{Ba}	5.0 ^{Cb}	5.0 ^{Ba}	2.0 ^{Db}	
P1	9.0 ^{Aa}	9.0 ^{Aa}	9.0 ^{Aa}	7.0 ^{Ba}	6.5 ^{Bab}	5.7 ^{Bab}	5.8 ^{Ba}	5.6 ^{Ba}	5.8 ^{Ba}	5.6 ^{Ba}	5.8 ^{Ba}	5.3 ^{Ba}	
P2	9.0 ^{Aa}	9.0 ^{Aa}	9.0 ^{Aa}	7.3 ^{Aa}	6.0 ^{Bb}	5.0 ^{Bb}	3.0 ^{Cb}	2.0 ^{Cb}	1.0 ^{Db}	1.0 ^{Cc}	1.0 ^{Db}	1.0 ^{Cc}	
Taste and aroma (1-5 scale)													
NA	5.0 ^{Aa}	4.7 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	4.5 ^{ABc}	4.8 ^{Aa}	4.3 ^{ABa}	4.2 ^{Ba}	3.7 ^{Ba}	3.0 ^{Cb}	2.3 ^{Ca}	
CA	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Ab}	4.7 ^{Aab}	4.2 ^{Ba}	4.0 ^{Aa}	4.3 ^{Ba}	4.0 ^{Aa}	2.8 ^{Ca}	
P1	5.0 ^{Aa}	4.7 ^{ABa}	5.0 ^{Aa}	4.7 ^{ABa}	4.5 ^{Bb}	5.0 ^{Aa}	3.8 ^{Cb}	3.7 ^{BCa}	3.8 ^{Ca}	3.7 ^{BCa}	3.5 ^{Cab}	2.8 ^{Ca}	
P2	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	4.2 ^{Ab}	3.0 ^{Bd}	2.7 ^{Bc}	2.3 ^{BCb}	2.0 ^{BCb}	1.7 ^{Cb}	1.3 ^{Cc}	1.3 ^{Cb}	
Calyx desiccation of fruits (1-5 scale)													
NA	1.0 ^{Ca}	1.0 ^{Cb}	2.7 ^{Ba}	2.7 ^{Ba}	3.7 ^{ABa}	2.7 ^{Bab}	4.0 ^{Aab}	3.7 ^{Ab}	4.0 ^{Ab}	3.8 ^{Ab}	4.2 ^{Aab}	4.0 ^{Aab}	
CA	1.0 ^{Ca}	1.3 ^{BCab}	2.3 ^{Ba}	1.3 ^{BCa}	3.3 ^{ABa}	2.3 ^{ABb}	3.7 ^{Ab}	3.2 ^{Ab}	3.8 ^{Abc}	3.3 ^{Ab}	4.5 ^{Aa}	3.5 ^{Ab}	
P1	1.0 ^{Ca}	2.0 ^{BCa}	2.3 ^{Aa}	2.7 ^{ABCa}	3.2 ^{Aa}	3.5 ^{ABab}	3.3 ^{Ab}	3.8 ^{ABb}	3.3 ^{Ac}	3.8 ^{ABb}	3.3 ^{Ab}	4.0 ^{Aab}	
P2	1.0 ^{Da}	1.0 ^{Db}	2.2 ^{Ca}	2.2 ^{Ca}	3.3 ^{Ba}	4.2 ^{Ba}	4.7 ^{Aa}	4.8 ^{Aa}	4.8 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	
Calyx rupture of fruits (1-5 scale)													
NA	1.0 ^{Ca}	1.0 ^{Ca}	1.3 ^{Ca}	1.5 ^{Cab}	1.7 ^{BCa}	2.5 ^{Ba}	2.7 ^{Bb}	2.8 ^{Bab}	2.7 ^{Bb}	3.0 ^{Bb}	4.0 ^{Ab}	4.5 ^{Aa}	
CA	1.0 ^{Ca}	1.0 ^{Ca}	1.0 ^{Ba}	1.0 ^{Cb}	1.7 ^{Ba}	2.5 ^{Ba}	3.0 ^{Ab}	3.0 ^{Bab}	3.2 ^{Aab}	3.3 ^{Bab}	3.0 ^{Ac}	4.8 ^{Aa}	
P1	1.0 ^{Da}	1.0 ^{Da}	1.3 ^{Ba}	2.0 ^{CDa}	2.0 ^{Ba}	2.3 ^{BCa}	2.8 ^{ABb}	2.7 ^{BCb}	3.0 ^{ABb}	3.2 ^{Bb}	4.7 ^{Aa}	4.8 ^{Aa}	
P2	1.0 ^{Ea}	1.0 ^{Ea}	1.0 ^{Ca}	2.0 ^{Da}	2.0 ^{Ca}	3.3 ^{Ca}	3.7 ^{Ba}	3.8 ^{BCa}	4.0 ^{ABa}	4.2 ^{Ba}	5.0 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}	

*: Means followed by different letter in the same column are significantly different from each other at P<0.05 S.C.: Storage conditions, NA: Normal atmosphere, CA: Controlled atmosphere, P1: MAP1, P2: MAP2

Similar to Akbudak et al. (2007) and D'Aquino et al. (2016) CO₂ concentrations gradually increased while O₂ partial pressure decreased with increasing storage period in MAP1 and MAP2 packages. Modified atmosphere packages' inner O₂ concentration was lower while CO₂ was higher in MAP2 than MAP1 throughout the storage. The lowest O₂ (13.80%) and the highest CO₂ (4.57%) values were recorded in MAP2 (Table 2). It is thought that the reason for the low O₂ and high CO₂ values were the lower permeability of MAP2 than MAP1.

Table 2. Modified atmosphere packages' inner oxygen (O₂) and carbon dioxide (CO₂) values

MAPs	MAPs' G.C.	Storage Duration (days)						
		0	5	10	15	20	25	30
P 1	O ₂ (%)	20.9 ^{Aa*}	19.83 ^{ABCa}	19.87 ^{ABCa}	20.02 ^{ABa}	19.42 ^{BCa}	18.82 ^{Ca}	18.98 ^{BCa}
P 2	O ₂ (%)	20.9 ^{Aa}	15.03 ^{Bb}	15.00 ^{Bb}	13.38 ^{Bb}	12.97 ^{Cb}	13.27 ^{Bb}	13.80 ^{Bb}
P 1	CO ₂ (%)	0.40 ^{Ba}	2.73 ^{Aa}	2.27 ^{Ab}	2.30 ^{Ab}	2.28 ^{Bb}	3.12 ^{Ab}	2.90 ^{Ab}
P 2	CO ₂ (%)	0.40 ^{Da}	3.05 ^{B^Ca}	2.98 ^{Ca}	3.53 ^{BCa}	3.60 ^{BCa}	3.97 ^{ABa}	4.57 ^{Aa}

*: Means followed by different letter in the same column are significantly different from each other at P<0.05 MAPs: Modified atmosphere packages, P1: MAP1, P2: MAP2, MAPs' G.C.: Modified atmosphere packages' gas composition

Although recent information on the crucial limits of water loss is not enough, generally wilting and shriveling and loss of quality begins with 5-10 % of water loss compared to initial weight in most vegetables. It makes them unmarketable (Lufu et al., 2020). Similar with Şen et al. (2004) weight loss of tomatoes increased with the extended storage period. In this study the storage condition with the highest weight loss was the normal atmosphere, while MAP2 limited weight loss in the best way, followed by CA and MAP1 at cold storage. The tomatoes reached 5.7 % at the 20th day of storage in NA while the samples stored in CA (5.3 %) and P1 (5.8 %) exceeded 5% on the 30th day of the storage. Low values were recorded in shelf life evaluation for all four conditions (Table 3). The respiration and transpiration levels of fruits increase with the combination of high temperature and low humidity conditions resulting in higher water loss (Lufu et al., 2020). The CA and MAPs are more controlled conditions in terms of humidity than NA. That is why higher water loss occurred in NA than in the other conditions. Abd Allah et al. (2011) reported 3.34 % weight loss in light pink tomatoes stored in cardboard boxes at the end of the 10th days at 12°C. Affandi et al. (2020) indicated that extended cold storage causes an increase in weight loss at the subsequent shelf-life evaluation. Our results are in accordance with the literature.

Soluble solid content (SSC) of the tomatoes were close to each other and a decrease was observed at the end of the storage compared to initial values. According to the mean values (data were not given) the highest SSC was recorded in NA (3.6 %), MAP1 (3.6 %) and CA (3.6 %). The lowest was in MAP2 (3.5 %) (P<0.05). Şen et al. (2004), Cheema et al. (2014), D'Aquino et al. (2016), Pagno et al. (2017), Bruijn et al. (2020) reported a decrease in the SSC of the tomatoes during the postharvest storage at respectively, 5±1 and 20±1°C, 15°C, 20°C, 20°C, 20°C. Abd Allah et al. (2011) reported 4.85 % SSC at the end of the 10th day at 12°C + 5 days at 20°C storage.

Titrateable acidity (TA) of tomato fruits decreased at the end of the storage compared to initial values in both of two storage temperature and all conditions. Similar to Taye et al. (2017), there was no significant difference (P<0.05) in TA of fruits of cv. 'Seval F1' among storage conditions, although the acidity values of the fruits decreased with increasing storage period. Also Hernández-Yépez et al. (2013), Pagno et al. (2017) and Zhang et al. (2019) reported a decrease in TA of the tomatoes. Bruijn et al. (2020) reported that TA and soluble solids content are vital quality parameters for tomatoes showing a similar behavior with a significant decrease during the second half of postharvest storage.

The maximum desirable pH level is 4.4 for safety, and the optimum target pH should be 4.25 to maintain food safety (Tekka, 2013). The pH of the tomatoes fluctuated during the storage period and

samples stored in NA, CA and MAP1 were recorded as 4.4 while MAP2 (4.7) was above the limit values. So, it can be said that MAP2 was not successful as the other storage conditions to protect the safety of the fruits.

The firmness and weight loss of fruits are the physical parameters generally evaluated during storage period because of their important impact on the appearance of tomatoes (Cozmuta et al., 2016). Similar to Şen et al. (2004) the firmness values of tomatoes decreased with increasing storage period in all storage conditions. Similar to Majidi et al. (2014) CA and MAPs maintained fruit firmness better than NA according to the mean values (data were not given) and the highest value recorded in MAP2 (2.59 N), followed by MAP1 (2.45 N), CA (2.28 N) and NA (2.05 N) (Table 3).

Ripening is a very organized process attached to ethylene's behavior (Steelheart et al., 2019). Therefore, most tomato postharvest storage technologies are focused on managing the action of ethylene and respiration (Fagundes et al., 2015). In all conditions and storage temperatures ethylene production (EP) showed fluctuations throughout the storage. Generally EP was lower at cold storage than shelf life in all storage conditions. The highest EP was recorded in MAP2 ($7.1 \mu\text{L}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$) followed by MAP1 ($4.4 \mu\text{L}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$) on the 30th day of storage. It is thought that high relative humidity created a suitable environment for decay development and deteriorated fruits caused an increase in ethylene production of samples stored in MAP1 and MAP2. Ahmad et al. (2006) declared that diseases increase by high RH. According to Nunes (2008), when the vegetables and fruits are exposed to high humidity and temperature levels it may cause an increase in fungal decay. Likewise, the rate of deteriorated fruits was higher in MAP1 and MAP2 than in the others (data were not given). Delaying the loss of cellular integrity, which enhances fungi's ability to grow, will be possible by maintaining ethylene concentration as low as possible, which will extend the postharvest life of products (Pristijono et al., 2018).

In all conditions and storage temperatures respiration rate (RR) showed fluctuations throughout the storage. Generally RR was lower at low temperature than shelf life in all storage conditions. Similar to EP, the highest RR was recorded in MAP2 ($21.0 \text{ mLCO}_2\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$) on the 30th day of storage. A high level of ethylene production is thought to promote an increase in respiratory rate. Likewise Rees et al. (2011) reported that ethylene co-ordinates the expression of genes in climacteric fruit responsible for increasing the rate of respiration.

Color, especially for tomatoes, is essential for consumer acceptability and quality (Ali et al, 2010). Similar to Ali et al. (2010) the lightness decreased in all storage conditions and temperatures compared to initial values. Considering that fruits generally lose their marketable quality after 25+2 days (Table 3), it is seen that the brightness (L^*) is best preserved in MAP1, followed by CA, MAP2 and NA at 25+2 days. The highest chroma (C^*) value (28.9) was recorded in MAP1, followed by MAP2 (27.7), NA (27.5) and CA (26.2) while the highest saturation (h°) was recorded in CA (50.3), followed by MAP2 (48.4), NA (47.8) and MAP1 (47.2). According to data, the vividness of the tomato fruits stored in MAP1 at low temperature was better than those of the others. On the other hand, the fruits' color stored in CA is more saturated than MAP2, NA and MAP1. MAP1 was found the fruits' color stored in CA is the brightness and vividness of the tomatoes (data were not given). Similar to Belović et al. (2015), red tone (a^*) values were >20 , while hue angle (h°) values were in the range 40–50° for all storage conditions at 25+2 days of storage, indicating that they were ripe and ready for consumption.

Impact of Modified Atmosphere Packaging and Controlled Atmosphere Applications on 'Seval F1' Tomato Fruit Quality and Marketability

Table 3. Physical and chemical quality attributes of tomato cultivar 'Seval F1' in four storage conditions during cold storage and shelf life

S. C.	Storage Duration (days)											
	0	5	5+2	10	10+2	15	15+2	20	20+2	25	25+2	30
Weight loss (%)												
NA	-	1.6 ^{Ea*}	1.1 ^B	3.1 ^{DEa}	1.0 ^{Dc}	4.6 ^{CDa}	1.0 ^{Cbc}	5.7 ^{BCa}	0.9 ^{Ec}	7.1 ^{ABa}	1.8 ^{Ab}	8.5 ^{Aa}
CA	-	1.1 ^{Aa}	1.1 ^B	1.8 ^{Ab}	1.1 ^{Bc}	2.7 ^{Ab}	1.2 ^{Bb}	3.2 ^{Ab}	1.1 ^{Bbc}	3.8 ^{Ab}	1.8 ^{Ab}	5.3 ^{Aa}
P1	-	1.0 ^{Da}	2.1 ^A	2.0 ^{Ca}	1.3 ^{Cb}	2.5 ^{Cab}	1.0 ^{Ec}	3.7 ^{Bab}	1.2 ^{Db}	4.2 ^{Bab}	1.8 ^{Bb}	5.8 ^{Aa}
P2	-	0.1 ^{Fb}	1.2 ^E	0.2 ^{Eb}	1.7 ^{Da}	0.3 ^{Db}	2.0 ^{Ca}	0.5 ^{Cb}	2.0 ^{Aa}	0.6 ^{Bb}	2.0 ^{Ba}	0.7 ^{Ab}
Soluble solid content (%)												
NA	3.8 ^{Aa*}	3.5 ^{Ba}	3.6 ^A	3.7 ^{ABa}	3.5 ^{ABa}	3.4 ^{Bb}	3.7 ^{Aa}	3.6 ^{ABa}	3.3 ^{Ba}	3.6 ^{ABab}	3.5 ^{ABa}	3.6 ^{ABa}
CA	3.8 ^{Aa}	3.6 ^{Aa}	3.7 ^A	3.7 ^{Aa}	3.5 ^{Aa}	3.4 ^{Ab}	3.7 ^{Aa}	3.6 ^{Aa}	3.5 ^{Aa}	3.8 ^{Aa}	3.5 ^{Aa}	3.6 ^{Aa}
P1	3.8 ^{Aa}	3.5 ^{ABa}	3.7 ^A	3.4 ^{Ba}	3.5 ^{Ba}	3.6 ^{ABa}	3.8 ^{Aa}	3.6 ^{ABa}	3.6 ^{ABa}	3.7 ^{ABa}	3.4 ^{Ba}	3.4 ^{Ba}
P2	3.8 ^{Aa}	3.4 ^{Ba}	3.4 ^B	3.6 ^{ABa}	3.7 ^{ABa}	3.5 ^{Bab}	3.8 ^{Aa}	3.6 ^{ABa}	3.5 ^{ABa}	3.4 ^{Bb}	3.3 ^{Ba}	3.5 ^{ABa}
Titratable acidity (%)												
NA	0.4 ^{Aa*}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^A	0.4 ^{Aa}	0.3 ^{Aa}	0.4 ^{Aa}	0.5 ^{Aa}	0.4 ^{Aa}	0.3 ^{Aa}	0.3 ^{Aa}	0.3 ^{Ab}	0.4 ^{Aa}
CA	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^A	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{Bab}	0.3 ^{Aa}
P1	0.4 ^{Aa}	0.3 ^{Ba}	0.4 ^A	0.3 ^{Ba}	0.3 ^{Aa}	0.3 ^{Ba}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.3 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{AB}
P2	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.4 ^A	0.4 ^{ABa}	0.4 ^{Aa}	0.3 ^{ABa}	0.4 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.3 ^{Aa}	0.4 ^{ABa}	0.3 ^{Ab}	0.3 ^{Ba}
pH												
NA	4.7 ^{Ca*}	4.8 ^{Bb}	3.5 ^A	4.3 ^{Fb}	3.5 ^{Aa}	5.1 ^{Aa}	3.7 ^{Aa}	4.9 ^{Ba}	3.3 ^{Aa}	4.4 ^{Eb}	3.4 ^{Ab}	4.5 ^{Da}
CA	4.7 ^{Ca}	4.9 ^{Bab}	3.7 ^A	4.4 ^{Eab}	3.6 ^{Aa}	5.1 ^{Aa}	3.7 ^{Aa}	4.8 ^{Ba}	3.5 ^{Aa}	4.4 ^{Eb}	3.5 ^{Ab}	4.6 ^{Da}
P1	4.7 ^{Ca}	4.9 ^{Bab}	3.7 ^A	4.4 ^{Ea}	3.5 ^{Ba}	5.1 ^{Aa}	3.8 ^{Aa}	4.8 ^{Ba}	3.6 ^{ABa}	4.4 ^{Eb}	3.4 ^{Bb}	4.6 ^{Da}
P2	4.7 ^{Aa}	4.9 ^{Aa}	3.4 ^C	4.4 ^{Aa}	3.7 ^{BCa}	5.1 ^{Aa}	3.8 ^{Ba}	4.8 ^{Aa}	3.5 ^{BCa}	4.7 ^{Aa}	4.7 ^{Aa}	5.0 ^{Aa}
Firmness (N)												
NA	3.8 ^{Aa*}	2.4 ^{Ba}	2.0 ^A	2.0 ^{BCb}	2.0 ^{Aa}	2.0 ^{BCa}	2.4 ^{Aa}	1.7 ^{BCa}	2.0 ^{Aa}	1.8 ^{BCa}	1.2 ^{Bb}	1.3 ^{Ca}
CA	3.8 ^{Aa}	2.3 ^{BCa}	3.0 ^A	2.8 ^{ABab}	2.5 ^{ABa}	2.6 ^{ABa}	1.9 ^{ABa}	1.6 ^{BCa}	2.5 ^{Aa}	1.8 ^{BCa}	1.4 ^{Bb}	1.2 ^{Ca}
P1	3.8 ^{Aa}	3.2 ^{Aa}	2.8 ^A	2.9 ^{Ab}	2.9 ^{Aa}	1.7 ^{Ba}	3.1 ^{Aa}	1.5 ^{Ba}	3.0 ^{Aa}	1.7 ^{Ba}	1.5 ^{Bb}	1.6 ^{Ba}
P2	3.8 ^{Aa}	2.6 ^{BCa}	2.4 ^A	3.2 ^{ABa}	3.0 ^{Aa}	2.4 ^{BCDa}	3.2 ^{Aa}	1.8 ^{CDa}	2.7 ^{Aa}	1.7 ^{CDa}	2.8 ^{Aa}	1.4 ^{Da}
Ethylene production ($\mu\text{L.kg}^{-1}\text{h}^{-1}$)												
NA	3.5 ^{Aa*}	3.0 ^{ABa}	1.7 ^B	2.1 ^{Bbc}	1.9 ^{BCd}	2.3 ^{ABc}	2.4 ^{Bb}	2.5 ^{ABb}	1.3 ^{Cd}	2.4 ^{ABd}	3.7 ^{Ac}	2.7 ^{ABc}
CA	3.5 ^{ABa}	1.2 ^{Cb}	1.5 ^C	3.3 ^{Bab}	8.3 ^{Bb}	4.7 ^{Ab}	8.6 ^{Ba}	3.2 ^{Bb}	8.5 ^{Bc}	3.5 ^{ABc}	10.8 ^{Aa}	2.8 ^{Bc}
P1	3.5 ^{BCa}	2.8 ^{Ca}	1.9 ^C	1.7 ^{Dc}	3.9 ^{Bc}	1.7 ^{Dc}	1.4 ^{Cc}	2.8 ^{CDb}	9.5 ^{Ab}	5.3 ^{Ab}	4.3 ^{Bc}	4.4 ^{ABb}
P2	3.5 ^{Da}	3.1 ^{Da}	1.4 ^D	3.8 ^{Da}	10.4 ^{Ba}	8.8 ^{Ba}	8.4 ^{Ca}	13.1 ^{Aa}	20.0 ^{Aa}	7.9 ^{BCa}	9.3 ^{Cb}	7.1 ^{Ca}
Respiration rate ($\text{mLCO}_2\text{kg}^{-1}\text{h}^{-1}$)												
NA	5.0 ^{Da*}	10.3 ^{ABCa}	9.9 ^A	8.8 ^{Ca}	9.7 ^{Ab}	9.8 ^{BCb}	10.2 ^{Ac}	9.5 ^{BCc}	9.2 ^{Ac}	12.0 ^{Ab}	10.8 ^{Ac}	11.3 ^A
CA	5.0 ^{Ea}	8.9 ^{Db}	9.4 ^C	6.2 ^{Ec}	11.5 ^{Cb}	10.6 ^{Cb}	14.4 ^{Bb}	11.1 ^{Cb}	15.1 ^{Bb}	14.9 ^{Bab}	21.1 ^{Aa}	17.6 ^{Ab}
P1	5.0 ^{BCa}	11.4 ^{Ca}	12.0	6.8 ^{Dbc}	10.6 ^{Cb}	10.3 ^{Db}	10.6 ^{Cc}	13.2 ^{CDa}	14.6 ^{Ab}	13.2 ^{Ab}	11.7 ^{Bc}	13.2 ^A
P2	5.0 ^{Da}	10.6 ^{CDa}	9.6 ^D	8.0 ^{CDab}	15.3 ^{Ca}	14.7 ^{BCa}	23.4 ^{Aa}	12.3 ^{CDa}	19.6 ^{Ba}	22.8 ^{Aa}	17.2 ^{BC}	21.0 ^{Aa}
L*												
NA	40.9 ^{Aa*}	40.7 ^{Aa}	39.7	39.8 ^{Ba}	39.4 ^{Aa}	39.6 ^{Ba}	38.8 ^{Aa}	39.8 ^{BCa}	38.0 ^{Aa}	38.2 ^{CDa}	37.5 ^{Ba}	40.9 ^{Da}
CA	42.0 ^{Aa}	41.5 ^{Aa}	40.7	39.7 ^{Ba}	39.2 ^{ABa}	39.3 ^{Ba}	39.2 ^{ABa}	38.9 ^{BCa}	38.8 ^{Ba}	38.3 ^{BCa}	38.0 ^{Ba}	37.5 ^{Ca}
P1	41.4 ^{Aa}	40.5 ^{Aa}	39.9	38.8 ^{BCa}	40.4 ^{Aa}	39.4 ^{Ba}	32.9 ^{Bb}	38.4 ^{Ca}	39.5 ^{Aa}	37.9 ^{CDa}	38.1 ^{Aa}	37.0 ^{Da}
P2	41.2 ^{Aa}	40.6 ^{Aa}	40.2	39.1 ^{Aa}	39.9 ^{ABa}	39.3 ^{Aa}	38.1 ^{ABa}	28.7 ^{Aa}	38.9 ^{ABa}	11.2 ^{Bb}	38.0 ^{Ba}	11.2 ^{Bb}
a*												
NA	19.0 ^{Aa*}	20.1 ^{Aa}	19.4	19.8 ^{Aa}	19.7 ^{ABa}	20.2 ^{Aa}	20.6 ^{Aa}	20.0 ^{Aa}	20.3 ^{ABa}	19.5 ^{Aa}	18.5 ^{Bab}	19.3 ^{Aa}
CA	20.0 ^{ABa}	20.6 ^{Aa}	19.1	19.6 ^{ABa}	19.7 ^{Aa}	19.6 ^{ABa}	18.8 ^{ABab}	19.1 ^{ABa}	17.7 ^{ABb}	18.3 ^{Bb}	16.7 ^{Bb}	16.2 ^{Cb}
P1	19.5 ^{BCDa}	21.6 ^{Aa}	19.6	20.5 ^{ABa}	20.9 ^{Aa}	20.3 ^{ABCa}	17.5 ^{Bb}	19.2 ^{BCDa}	18.8 ^{ABab}	19.0 ^{CDab}	19.7 ^{ABa}	18.4 ^{Da}
P2	20.0 ^{Aa}	20.4 ^{Aa}	18.7	19.6 ^{Aa}	21.0 ^{Aa}	21.2 ^{Aa}	20.5 ^{ABa}	14.3 ^{Aa}	20.4 ^{ABa}	5.4 ^{Bc}	18.4 ^{Cab}	5.2 ^{Bc}
b*												
NA	23.0 ^{Aa*}	23.2 ^{Aa}	21.4 ^A	22.0 ^{ABa}	22.1 ^{Aab}	21.7 ^{Bab}	22.4 ^{Aa}	21.0 ^{BCa}	21.9 ^{Aa}	20.2 ^{CDa}	20.4 ^{Aa}	19.6 ^{Da}
CA	23.2 ^{Aa}	22.9 ^{Aa}	22.0 ^A	21.4 ^{Ba}	21.2 ^{Ab}	21.2 ^{Bb}	21.5 ^{Aa}	20.6 ^{BCa}	20.8 ^{Aa}	19.8 ^{Ca}	20.1 ^{Aa}	18.3 ^D
P1	22.8 ^{Aa}	22.8 ^{Aa}	21.9 ^A	22.2 ^{Aa}	23.0 ^{Aa}	21.7 ^{ABab}	18.5 ^{Bb}	20.6 ^{BCa}	21.2 ^{Aa}	20.2 ^{Ca}	21.2 ^{Aa}	19.6 ^{Ca}
P2	23.0 ^{Aa}	22.9 ^{Aa}	21.7 ^B	21.4 ^{Aa}	23.0 ^{Aa}	22.5 ^{Aa}	21.1 ^{Ba}	15.9 ^{Aa}	21.1 ^{Ba}	5.9 ^{Bb}	20.7 ^{Ba}	20.5 ^{Aa}

*: Means followed by different letter in the same column are significantly different from each other at $P < 0.05$ S.C.: Storage conditions, N: Normal atmosphere, C: Controlled atmosphere, P1: MAP1, P2: MAP2

CONCLUSION

According to the mean values, it was found that CA and MAPs maintained fruit firmness better than NA. The weight loss of tomatoes reached 5.7 % at the 20th day of storage in NA while the samples stored in CA (5.3 %) and MAP1 (5.8 %) exceeded 5% on the 30th day of the storage. The highest EP was recorded in MAP2 (7.1 $\mu\text{L.kg}^{-1}\text{h}^{-1}$) followed by MAP1 (4.4 $\mu\text{L.kg}^{-1}\text{h}^{-1}$) on the 30th day of storage. Similar to EP, the highest RR was recorded in MAP2 (21.0 $\text{mLCO}_2\text{kg}^{-1}\text{h}^{-1}$) on the 30th day of storage. All the storage conditions preserved marketable quality till 25+2 days of storage except for MAP2. The samples stored in MAP2 lost their quality after the 15th day of storage. CA had the highest taste-aroma

value at 25+2 days of storage, followed by MAP1 and NA. The lowest O₂ (13.80%) and the highest CO₂ (4.57%) values were recorded in MAP2. When the data obtained from the study, especially weight loss and sensory analyzes were examined, it was concluded that CA and MAP1 storage conditions preserved the marketable quality of 'Seval F1' tomato variety for 25+2 days. It is thought that research should be done to determine the effects of different CA atmosphere compositions and MAPs on the quality of each different tomato variety. In conclusion, CA and MAP1 storage conditions successfully extended the postharvest life of 'Seval F1' tomato fruits and preserved their marketable quality for 25+2 days.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was supported by TUBITAK Scientific Student Research Projects Unit with the project code of "TUBITAK 2209-A".

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Abd Allah EF, Hashem A, Al-Huqail A, 2011. Biologically-based strategies to reduce postharvest losses of tomato. *African Journal of Biotechnology*, 10: 32, 6040-6044. Available online at <http://www.academicjournals.org/AJB> doi: 10.5897/AJB11.387
- Ahmad S, Ahmad Chatha Z, Nasır MA, Aziz A, Mohson M, 2006. Effect of relative humidity on the ripening behaviour and quality of ethylene treated banana fruit. *Journal of Agriculture & Social Sciences*, 1813–2235, 02: (1): 54–57 <http://www.fspublishers.org>
- Ahmed L, Martin-Diana AB, Rico D, Barry-Ryan C, 2013. Effect of delactosed whey permeate treatment on physicochemical, sensorial, nutritional and microbial properties of whole tomatoes during postharvest storage, *LWT - Food Science and Technology*, 51 (1): 367-374.
- Akbudak B, Akbudak N, Seniz V, Eris A, 2007. Sequential treatments of hot water and modified atmosphere packaging in cherry tomatoes. *Journal of Food Quality*, 30: 896-910.
- Ali A, Maqbool M, Ramachandran S, Alderson PG, 2010. Gum arabic as a novel edible coating for enhancing shelf-life and improving postharvest quality of tomato (*Solanum lycopersicum* L.) fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 58: 42-47. Available online at: <http://doi:10.1016/j.postharvbio.2010.05.005>
- Affandi FY, Verdonk JC, Ouzounis T, Ji Y, Woltering EJ, Schouten RE, 2020. Far-red light during cultivation induces postharvest cold tolerance in tomato fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 159: 111019, pp. 1-10. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2019.111019>
- Aguiló-Aguayo I, Charles F, Renard CMGC, Page D, Carlin F, 2013. Pulsed light effects on surface decontamination, physical qualities and nutritional composition of tomato fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 86: 29-36. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.postharvbio.2013.06.011>
- Anonymous, 2021. 'Seval F1' domates çeşidi özellikleri. Available online at: <http://www.multitohum.com/tr/m/tane/seval-f1.html>

- Ayomide OB, Ajayi OO, Ajayi AA, 2019. Advances in the development of a tomato postharvest storage system: towards eradicating postharvest losses. *Journal of Physics: Conference Series*, 1378: 1-18. 022064 IOP Publishing, Available online at: <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1378/2/022064>
- Belović M, Kevrešan Ž, Pestorić M, Mastilović J, 2015. The influence of hot air treatment and UV irradiation on the quality of two tomato varieties after storage. *Food Packaging and Shelf Life*, 5: 63-37. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fpsl.2015.06.002>
- Black-Solis J, Ventura-Aguilar RI, Correa-Pacheco Z, Maria Luisa Corona-Rangel ML, Bautista-Baños S, 2019. Preharvest use of biodegradable polyester nets added with cinnamon essential oil and the effect on the storage life of tomatoes and the development of *Alternaria alternata*. *Scientia Horticulturae*, 245: 65-73. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2018.10.004>
- Bruijn J, Gómez A, Loyola C, Melín P, Solar V, Abreu N, Azzolina-Jury F, Valdés H, 2020. Use of a Copper- and Zinc-Modified Natural Zeolite to Improve Ethylene Removal and Postharvest Quality of Tomato Fruit. *Crystals*, 10: 471, 1-16. Available online at: <https://doi.org/10.3390/cryst10060471>
- Candir E, Candir A, Sen F, 2017. Effects of aminoethoxyvinylglycine treatment by vacuum infiltration method on postharvest storage and shelf life of tomato fruit. 125, 13-25. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.postharvbio.2016.11.004>
- Cheema A, Padmanabhan P, Subramanian J, Blom T, Paliyath G, 2014. Improving quality of greenhouse tomato (*Solanum lycopersicum* L.) by pre- and postharvest applications of hexanal-containing formulations. *Postharvest Biology and Technology*, 95: 13-19. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.postharvbio.2014.03.012>
- Choi DS, Park SH, Choi SR, Kim JS, Chun HH, 2015. The combined effects of ultraviolet-C irradiation and modified atmosphere packaging for inactivating *Salmonella enterica* serovar Typhimurium and extending the shelf life of cherry tomatoes during cold storage. *Food Packaging and Shelf Life*, 3: 19-30. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fpsl.2014.10.005>
- Cozmuta AM, Cozmuta LM, Peter A, Nicula C, Vosgan Z, Giurgiulescu L, Vulpoi A, Baia M, 2016. Effect of monochromatic Far-Red light on physical-nutritional-microbiological attributes of red tomatoes during storage. *Scientia Horticulturae*, 211: 220-230. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scienta.2016.08.031>
- D'Aquino S, Mistriotis A, Briassoulis D, Lorenzo ML, Malinconico M, Palma A, 2016. Influence of modified atmosphere packaging on postharvest quality of cherry tomatoes held at 20°C. *Postharvest Biology and Technology*, 115: 103-112. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.postharvbio.2015.12.014>
- Dilmaçunal, T., 2009. Organik ve konvensiyonel tarım koşullarında yetiştirilen bazı elma çeşitlerinin normal ve kontrollü atmosferde depolanması. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bahçe Bitkileri Anabilim Dalı, Doktora Tezi, s: 188, Isparta.
- Dyshlyuk L, Babich O, Prosekov A, Ivanova S, Pavsky V, Chaplygina T, 2020. The effect of postharvest ultraviolet irradiation on the content of antioxidant compounds and the activity of antioxidant enzymes in tomato. *Heliyon*, 6: 1-8. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03288>
- FAOSTAT, 2021. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Tomato production quantity. Available online at: <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC>
- Fagundes C, Moraes K, Pérez-Gago MB, Palou L, Maraschin M, Monteiro AR, 2015. Effect of active modified atmosphere and cold storage on the postharvest quality of cherry tomatoes. *Postharvest*

- Biology and Technology, 109: 73-81. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.postharvbio.2015.05.017>
- Gonzalez C, Ré MD, Sossi ML, Valle EM, Boggio SB, 2015. Tomato cv. 'Micro-Tom' as a model system to study postharvest chilling tolerance. *Scientia Horticulturae*, 184: 63-69. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scienta.2014.12.020>
- Guo X, Chen B, Wu X, Li J, Sun Q, 2020. Utilization of cinnamaldehyde and zinc oxide nanoparticles in a carboxymethylcellulose-based composite coating to improve the postharvest quality of cherry tomatoes. *International Journal of Biological Macromolecules*, 160: 175-182. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.05.201>
- Hernández-Yépez JN, De La Haba MJ, Sánchez MT, 2013. Effect of different prepackaging treatments on the physical/chemical quality of Margariteño tomatoes during postharvest storage at room temperature. *Journal of Food Quality*, 36: 113-120. doi: 10.1111/jfq.12022
- Karaçalı, İ., 2009. Bahçe Ürünlerinin Muhafaza ve Pazarlanması. Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları, No: 494, 6. Baskı, Ege Üniversitesi Basımevi, s: 482, Bornova/İzmir.
- Kyriacou MC, Roupheal Y, 2018. Towards a new definition of quality for fresh fruits and vegetables. *Scientia Horticulturae*, 234: 463-469. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scienta.2017.09.046>
- Liu WY, 2014. Effect of different temperatures and parameters analysis of the storage life of fresh cucumber and tomato using controlled atmosphere technology. *American Journal of Food Technology*, 9 (2): 117-126. Available online at: <https://scialert.net/abstract/?doi=ajft.2014.117.126>
- Lufu R, Ambaw A, Opara UL, 2020. Water loss of fresh fruit: Influencing pre-harvest, harvest and postharvest factors. *Scientia Horticulturae*, 272: 1-16. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2020.109519>
- Majidi H, Minaei S, Almassi M, Mostofi Y, 2014. Tomato quality in controlled atmosphere storage, modified atmosphere packaging and cold storage. *Journal of Food Science and Technology*, 51 (9): 2155-2161. doi: 10.1007/s13197-012-0721-0
- Mekonnen ZT, 2017. The influence of retailing packaging on tomato quality. *Journal of Nutrition & Food Sciences*, 7: 604. doi:10.4172/2155-9600.1000604
- Nunes MCN, Morais AMMB, Brecht JK, Sargent SA, 1996. Quality of Pink tomatoes (cv. Buffalo) after storage under controlled atmosphere at chilling and nonchilling temperatures. *Journal of Food Quality*, 19: 363-374.
- Nunes MCN, 2008. Impact of environmental conditions on fruit and vegetable quality. Stewart Postharvest Solutions (UK) Ltd. Online ISSN: 1945-9656 Available online at: www.stewartpostharvest.com
- Oms-Oliu G, Hertog MLATM, Poel BV, Ampofo-Asiama J, Geeraerd AH, Nicolai BM, 2011. Metabolic characterization of tomato fruit during preharvest development, ripening, and postharvest shelf-life. *Postharvest Biology and Technology*, 62: 7-16. Available online at: <http://doi:10.1016/j.postharvbio.2011.04.010>
- Ozturk, B, Ozer, H, 2019. Effects of grafting and green manure treatments on postharvest quality of tomatoes. *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, 19 (4), 780-792.
- Pagno CH, Castagna A, Trivellini A, Mensuali-Sodi A, Ranieri A, Ester Alice Ferreira EA, Rios AO, Flôres SH, 2017. The nutraceutical quality of tomato fruit during domestic storage is affected by

- chitosan coating. *Journal of Food Processing and Preservation*, 1-9. Available online at: <https://doi.org/10.1111/jfpp.13326>
- Panjai L, Noga G, Fiebig A, Hunsche M, 2017. Effects of continuous red light and short daily UV exposure during postharvest on carotenoid concentration and antioxidant capacity in stored tomatoes. *Scientia Horticulturae*, 226: 97-103. Available online at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scienta.2017.08.035>
- Pathmanaban P, Gnanavel BK, Anandan SS, 2019. Recent application of imaging techniques for fruit quality assessment. *Trends in Food Science & Technology*, 94: 32-42. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.10.004>
- Pristijono P, Wills RBH, Tesoriero L, Golding JB, 2018. Effect of continuous exposure to low levels of ethylene on mycelial growth of postharvest fruit fungal pathogens. *Horticulturae*, 4, 20. doi: 10.3390/horticulturae4030020 Available online at: <http://www.mdpi.com/journal/horticulturae>
- Rees D, Higgs N, Colgan R, Thurston K, 2011. Ethylene and microbial hotspots in the fresh produce supply chain. Final report, Wrap, Material change for a better environment. Project code: RBC820-002. Available online at: <http://www.wrap.org.uk/>
- Steelheart, C, Matías ML, Bahima, JV, Senn, ME, Simontacchi, M, Bartoli, CG, Grozef, GEG, 2019. Nitric oxide improves the effect of 1-methylcyclopropene extending the tomato (*Lycopersicon esculentum* L.) fruit postharvest life. 255, 193-201. Available online at: <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.04.035>
- Şen, F., Uğur, A. Bozokalfa, MK, Eşiyok, D., Boztok, K., 2004. Bazı Sera Domates Çeşitlerinin Verim Kalite ve Depolama Özelliklerinin Belirlenmesi. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 41 (2): 9-17. Available online at: <https://dergipark.org.tr/pub/zfdergi/issue/5079/69368>
- Taye AM, Tilahun S, Park DS, Seo MH, Jeong CH, 2017. Effects of continuous application of CO₂ on fruit quality attributes and shelf life during cold storage in cherry tomato. *Horticultural Science and Technology*, 35 (3): 300-313, Available online at: <http://www.kjhst.org>
- Teka TA, 2013. Analysis of the effect of maturity stage on the postharvest biochemical quality characteristics of tomato (*Lycopersicon esculentum* Mill.) fruit. *International Research Journal of Pharmaceutical and Applied Sciences*, 3 (5): 180-186. Available online at: www.irjpas.com
- Thole V, Vain P, Yang RY, Almeida Barros da Silva J, Enfissi EMA, Nogueira M, Price EJ, Alseekh S, Fernie AR, Fraser PD, Hanson P, Martin C, 2020. Analysis of tomato post-harvest properties: Fruit color, shelf life, and fungal susceptibility. *Current Protocols in Plant Biology*, 5, e20108. doi: 10.1002/cppb.20108
- Zhang X, Zhang X, Liu X, Du M, Tian Y, 2019. Effect of polysaccharide derived from *Osmunda japonica* Thunb-incorporated carboxymethyl cellulose coatings on preservation of tomatoes. *Journal of Food Processing and Preservation*, 1-8. Available online at: <https://doi.org/10.1111/jfpp.14239>

To Cite: Çeliker M, Koç A, 2022. Effect of IBA, Brassinosteroid, and Bacterial Applications on Rooting of Some Rosehip (*Rosa canina L.*) Genotypes by Hardwood Cuttings. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 539-549.

Effect of IBA, Brassinosteroid, and Bacterial Applications on Rooting of Some Rosehip (*Rosa canina L.*) Genotypes by Hardwood Cuttings

Muazzez ÇELİKER¹, Aysen KOÇ^{2*}

ABSTRACT: Rosehip is a species whose environmental and economic importance is increasing day by day. This study was carried out to determine the effect of auxin, brassinosteroid and bacteria for the adventitious rooting of hardwood cuttings belonging to the SRG 17 and SRK 26 genotypes, which were previously obtained by selection from the province of Yozgat. In the study, hardwood cuttings taken in February were used with single, double and triple IBA (2000 ppm), 24-eBL (0, 0.25, 0.50 and 1.00 ppm) and a commercial bio prepare containing bacteria species of *Pseudomonas fluorescens*, *Paenibacillus polymyx*, *Bacillus megaterium* and *Pantoea agglomerans*. After combined treatment, they were planted in perlite+peat medium and removed after three months. While the highest rooting rate of 40% in SRG17 genotype was obtained from the triple combination of Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm), it was obtained from Bacteria application with 43.33% in SRK26 genotype. Bacteria + 24-eBL (1.00 ppm) + IBA (2000 ppm) triple combination in SRG17 genotype in terms of root length and root number provided the highest values with 8.38±4.32 (cm) and 21.00±9.00 pcs, respectively. In the SRK26 genotype, 11.18±1.41 cm root length and 36.00±12.25 pcs were obtained from the 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm) binary combination. The viability rates were determined three months after the rooted cuttings were taken into the pots, and the SRG17 genotype provided 100% survival in the binary combination Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm) and 50% in the SRK26 genotype in the 24-eBL (0.50 ppm) application.

Keywords: Rosehip, Hardwood Cutting, Propagation, IBA, Bacteria, Brassinosteroid

¹ Muazzez ÇELİKER ([Orcid ID: 0000-0001-5969-4965](https://orcid.org/0000-0001-5969-4965)), Yozgat Provincial Directorate of Agriculture and Forestry, Yozgat, Turkey

² Aysen KOÇ ([Orcid ID: 0000-0002-9766-721X](https://orcid.org/0000-0002-9766-721X)), Yozgat Bozok University, Faculty of Agriculture, Department of Horticulture, Yozgat, Turkey

*Corresponding Author: Aysen KOÇ, e-mail: aysen.koc@bozok.edu.tr

This study was produced from Muazzez ÇELİKER's Master's thesis. The article was presented in summary text and orally at the 7th International Marmara Science Congress held online on 10-11.12.2021.

INTRODUCTION

Rosehip is a shrub-shaped plant species of *Rosaceae* family, *Rosa* genus, deciduous in winter (Saribaş, 1996). Rosehip grows naturally in a wide area including Central and Western Asia, Caucasus, Europe, Northwest Africa, northern and western parts of Iraq and Iran, northern Afghanistan and Pakistan (İlisulu, 1992). One of the most important gene sources of rose hips is Turkey. There are about 100 species of rose hips growing in the world, and 27 species of rose hips are grown in Turkey (Ercişli and Güleriyüz, 2005). Rosehip is not a very selective plant in terms of climate and soil requirements. Due to this feature, rosehip species can grow in different soil types, from high altitude plateaus and plateaus to valleys at sea level (Güneş, 2013).

Rosehip plant, which has many different uses, can be preferred as a rootstock for roses, as well as for erosion control, hedge plant and increasing the usability of unused agricultural land due to its adaptability and deep roots. Fruit and other plant parts are very important in terms of nutrition because they are rich in many minerals and vitamins. Ağaoğlu et al. (1987) reported that rosehip fruits had the highest vitamin C ratio among plants. Important studies were carried out on the development and dissemination of standard varieties by cultivating the rosehip bush, which has different usage characteristics, and variety registrations were carried out by making selection studies. In order to expand it, indole acetic acid, indole butyric acid and naphthalene acetic acid and their salts, plant growth regulators, are generally used in studies conducted as rooting promoters (Güneş and Şen, 2001).

It is known that some bacterial species belonging to *Agrobacterium*, *Bacillus*, *Streptomyces*, *Pseudomonas* and *Alcaligenes* genera that increase root growth and regulate plant growth have positive effects on rooting (Goto, 1992; Srinivasan ve ark., 1996; Tripp ve Stomp, 1997). At the same time, it is very important to use bacteria species and genera that are effective and increase rooting in order to ensure sustainability on the ecosystem and to minimize the damage that may occur (Goto, 1992; Steenhoudt ve Vanderleyden, 2000). It was determined that external application of IBA together with bacteria producing Indole Acetic Acid (IAA) increased rooting (Eşitken et al., 2003).

Brassinosteroids are induced by many auxin signaling genes, auxin and brassinosteroids are involved in root growth and development. Brassinosteroids such as auxin inhibit it at high concentrations while promoting primary root growth at low concentrations (Mussig et al., 2003). They also control lateral root development through a complex exchange process with auxin (Bao et al., 2004; Nemhauser et al., 2004). Brassinosteroids may play a role in the root formation stage because external application of this phytohormone has been shown to promote root elongation in wild plants and more effectively in brassinosteroid-deficient mutants of *Arabidopsis* (Mussig et al., 2003).

Rosehip grows naturally in Yozgat and its products have been loved and consumed by the public for many years. Hardwood cuttings of two rosehip genotypes (SRG 17 and SRK 26), which are determined by selection from Yozgat province and stand out with some physical and chemical properties, were used. These treated with IBA (2000 ppm), 24-eBL (0, 0.25, 0.50 and 1.00 ppm) and a commercial biological preparation containing the bacterial strains *Pseudomonas fluorescens*, *Paenibacillus polymyx*, *Bacillus megaterium* and *Pantoea agglomerans*, singly, a binary and triple combinations. Then they were planted to perlite+peat medium.

MATERIALS AND METHODS

Materials

In the research, hardwood cuttings belonging to the genotypes SRG 17 and SRK 26 from the rosehip garden in Yozgat Bozok University, Gedikhasanlı Agricultural Application and Research Center were used as plant material. The study was established in the cutting replication unit of Bozok Yozgat University, Erdoğan Akdağ East Campus, in the Greenhouses of the Faculty of Agriculture.

SRG 17: It is a very productive type with an average fruit weight of 3.14 g, a fruit pulp ratio of 71.5%, and a total soluble solids (brix,%) amount of 20%.

SRK 26: It is a very productive type with an average fruit weight of 1.8 g, a fruit pulp ratio of 71.6% and a total soluble solids (brix,%) amount of 26%.

Experimental procedure

The research was carried out in 2021. In the research, hardwood cuttings were taken on March 5 and prepared to be 15-20 cm long from the bottom and middle parts of the shoots belonging to the SRG 17 and SRK 26 genotypes were used as control, IBA (2000 ppm), bacteria and 24-eBL (0.25 ppm, 0.50 ppm and 1 ppm) were treated with single, double and triple combinations of applications (Table 1). The applied cuttings were planted in a 1:1 ratio peat: perlite mixture with 90-95% relative humidity, with a temperature of 18-25°C from the bottom. Cuttings were kept in rooting medium for 3 months (12 weeks).

Table 1. Single, double and triple combinations applied to cuttings

No	Apps
1	Kontrol
2	IBA (2000 ppm)
3	Bakteri
4	24-eBL (0.25 ppm)
5	24-eBL (0.50 ppm)
6	24-eBL (1.00 ppm)
7	Bakteri + IBA (2000 ppm)
8	Bakteri + 24-eBL (0.25 ppm)
9	Bakteri + 24-eBL (0.50 ppm)
10	Bakteri + 24-eBL (1.00 ppm)
11	24-eBL (0.25 ppm) + IBA (2000 ppm)
12	24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)
13	24-eBL (1.00 ppm) + IBA (2000 ppm)
14	Bakteri + 24-eBL (0.25 ppm) + IBA (2000 ppm)
15	Bakteri + 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)
16	Bakteri + 24-eBL (1.00 ppm) + IBA (2000 ppm)

Control application: After soaking 2/3 of the cutting in distilled water, it was planted in the rooting medium.

Preparation and application of auxin (IBA): The cuttings were immersed in the prepared 2000 ppm IBA solution for 5 seconds and then planted in the rooting medium.

Preparation of fertilizer containing microorganisms: 5 liters of sterile water and 250 g of granulated sugar as an adhesive were mixed homogeneously and added into 500 ml of solution containing four different bacteria species. Cuttings were kept in the prepared bacterial solution for 6 hours.

Preparation of 24 e-BL: 0.00 (control), 0.25, 0.50 and 1.00 ppm concentrations of 24-eBL [24-epibrassinolide (EBR, Sigma E1641)] were dissolved in ethanol and made up to final volume with

distilled water. 0.02% Tween 20 was added to the solution prepared in this way. Cuttings were immersed in 24-Ebl solutions prepared at these concentrations for 10 minutes and kept.

The cuttings to be treated with Bacteria + IBA were kept in the bacterial solution for 6 hours, and after being immersed for 5 seconds in the 2000 ppm IBA solution prepared, they were planted.

The cuttings to be treated with Bacteria + 24-eBL were kept in the bacterial solution for 6 hours and then immersed in the prepared 24-eBL solution for 10 minutes and then planted. The cuttings to be treated with Bacteria + 24-eBL + IBA were kept in the bacterial solution for 6 hours and then immersed in the prepared 24-eBL solution for 10 minutes, then immersed in the IBA solution for the last 5 seconds and planted.

The following observations and analyzes were made after the hardwood cuttings planted in the rooting medium are kept in perlite + peat medium for 3 months (12 weeks).

Callus formation rate (%): It was determined as % (pcs) by counting only the callus forming cuttings that are not rooted.

Rooting rate (%): It was determined as % by counting the rooted cuttings (pcs).

Root length (cm): In rooted cuttings, the longest 3 root lengths of 3 cuttings per replication were measured and calculated as cm.

Number of roots (pcs/cutting): It was determined by counting the number of roots formed per cutting.

Root fresh weight (g): After evaluating the rooted cuttings for each application, the wet weight of all roots of one cutting was determined for each replication.

Root dry weight (g): The dry root weight of each application was determined by weighing the wet roots after keeping them at +70°C for 48 hours.

Root dry ratio (%): The ratio of root dry weights to root fresh weights was calculated as a percentage. Viability rate of viable cuttings after seedling formation (%): Rooted cuttings, which were measured, were planted in plastic pots and kept for 3 months, and their viability was expressed as %.

In the study, hardwood cuttings of 2 different rosehip genotypes (SRG 17 and SRK 26) were treated, IBA (2000 ppm), 24-eBL (0, 0.25, 0.50 and 1.00 ppm) and containing different bacterial species (*Pseudomonas fluorescens*, *Paenibacillus polymyx*, *Bacillus megaterium* ve *Pantoea agglomerans*) commercial biopreparation as single, double, and triple combinations, used 3 replications and 15 plants in each replication. Angle (arc sin \sqrt{x}) transformation was applied to the values (callus formation, rooting and dry root ratio) expressed as a percentage (%) of the results obtained in the experiment, and the actual values were given in the tables. The differences between the data were determined by the Independent two samples t-test in the SPSS 20.0 package program, and the averages were given with \pm standard deviation.

RESULTS AND DISCUSSION

Callus formation rate is important in propagation with cuttings. In the study, the callus ratio of the genotypes is given in Figure 1. Considering the genotypes and applications, application no 10 [Bacteria + 24-eBL (1.00 ppm)] gave the highest callus formation in both genotypes (SRK26: 53.33% and SRG17: 46.67%). Güneş and Eraslan (2021) investigated the effects of some growth medium and applications on cuttings in their study with MR-46 genotype rosehip wood cuttings that were selected in Tokat Province. In the study, the average callus rates of the applications were 37.48-42.56%; the callus rates of the growth medium \times application interaction varied between 18.44 and 70.08%. In another study, it

was stated that while callus formation was not observed in green and semi-wood cuttings of old garden roses in the Van Lake region, callus formation was observed in hardwood cuttings (Alp et al., 2010).

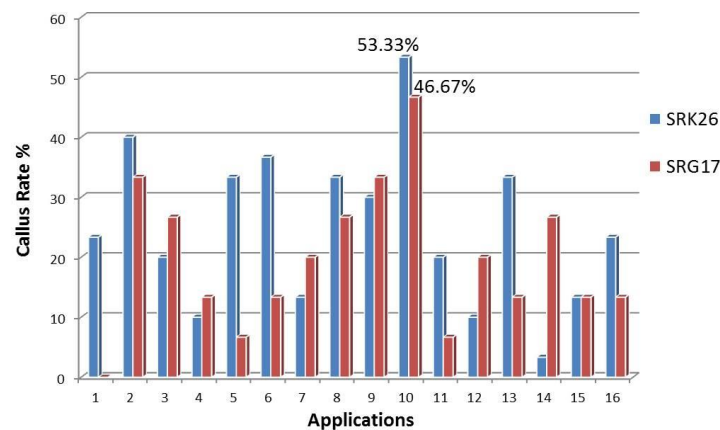


Figure 1. Callus rate (%) of SRG17 and SRK26 genotypes as a result of applications.

While the rooting rate was 43.33% in SRK26 genotype in application no. 3 (Bacteria), 40% rooting rate in SRG17 genotype was achieved in the 15th application [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)] (Figure 2). Rooting rates in other studies; Ercişli (1996) are between 3% and 86%, Tansı et al. (1996) 29% from 2% ppm IBA concentration, Ercişli and Gülyüz (1999) between 3.33 - 86.25% in November cutting with 2000 ppm IBA, Güneş and Şen (2001) 90% in October cutting, Kazankaya et al., (2005) 65-70% in the 2500 ppm IBA application in November cutting, Güneş and Eraslan (2021) %22.26-38.33 in IBA, Bacteria, IBA+Bacteria applications were found. Uzunoglu ve Gökbayrak (2018) were be stated that brassinosteroids might be useful to induce rooting in grapevine rootstocks cuttings.

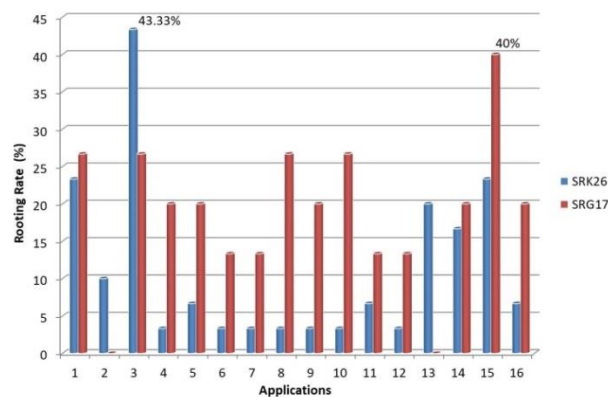


Figure 2. Rooting rate (%) of SRG17 and SRK26 genotypes as a result of applications.

The root dry rate was 67.68% in SRK26 genotype in application no. 6 [24-eBL (1.00 ppm)] while it was 48.96% obtained in application no. 9 [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm)] in SRG17 genotype (Figure 3). Okatar (2019) determined the root dry matter ratio in the selected rosehip genotypes as 72.29% in 1000 ppm application and 64.63% in 2000 ppm application in the first year of the experiment. In the second year of the study, it was determined as 70.78% in 1000 ppm application and 49.23% in 2000 ppm application. Eraslan (2019) determined the highest dry matter rate of 84.75% in the control application in perlite medium and 83.45% in the Bacteria + IBA application in the peat medium.

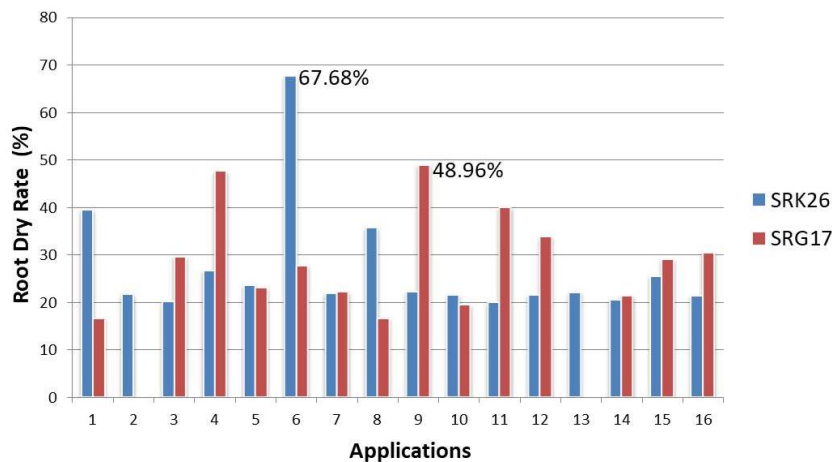


Figure 3. Root Dry Rate (%) of SRG17 and SRK26 genotypes as a result of applications.

While the viability rate of viable cuttings was obtained as 50% in the application no. 5 [24-eBL (0.50 ppm)] in the SRK26 genotype, it was 100% in the application no. 9 [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm)] in the genotype SRG17 (Figure 4). Şenel (2002) determined that the best result in terms of viability rate in white mulberry hardwood cuttings was 43.33% in the bundle planting IBA application and 3.33% in the hydroponic system in the IBA application. While the live steel rate was found to be 26.66% in the row planting control application in the cuttings taken in February, it was obtained at the rate of 6.66% in the IBA application in the hydroponic environment. The best result was found in row planting control application with 10.00% for cuttings taken in March. Zenginbal and Özcan (2013), viability rate of Hayward and Matua kiwi cuttings, 73.1% and 78.6% in 2002 while this value was 84.6% and 89.1% in 2003.

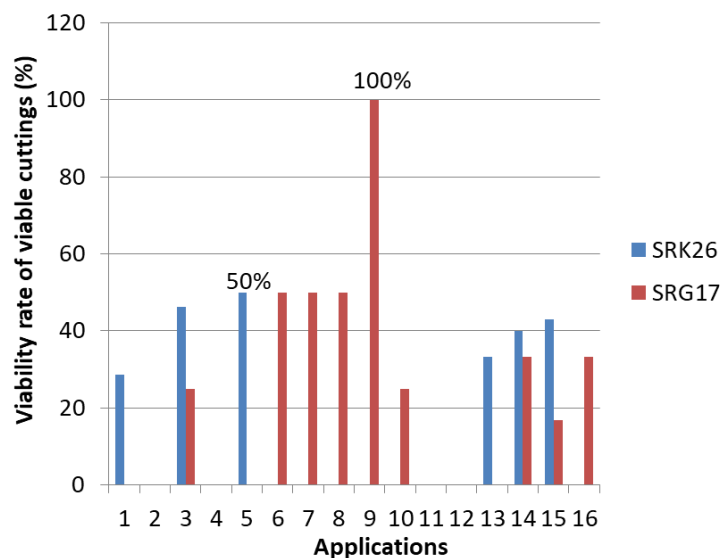


Figure 4. Viability Rate of Viable Cuttings Rate (%) of SRG17 and SRK26 genotypes

Root length, root number, root fresh and dry weight are given in table 2. Root length was obtained as 11.18 cm in SRK26 genotype in application no 12 [24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)] while in application no 16 [Bacteria + 24-eBL (1.00 ppm) + IBA (2000 ppm)] in SRG17 genotype was obtained as 8.38 cm. Ercişli (1996) measured 6.59 cm in 1000 ppm IBA application, 7.54 cm in 2000 ppm IBA dose and 8.42 cm in 4000 ppm IBA dose. Kımık and Çelikel (2017) found that bacteria that increase rooting also increase root length. Eraslan (2019) obtained the longest root length with 8.33 cm from IBA

application in peat + perlite medium. The highest root length among the applications was obtained from the IBA application with an average of 7.19 cm. The shortest root length was obtained in cuttings with bacteria applied in perlite medium with 2 cm.

Root number was determined as 36.00 pcs in SRK26 genotype in application no 12 [24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)], while in application no 16 [Bacteria + 24-eBL (1.00 ppm) + IBA (2000 ppm)] in SRG 17 genotype was determined as 21.00 pcs. Yıldız et al. (2009) reported that the number of roots increased in 4000 and 6000 ppm IBA doses compared to the control application. Kınık and Çelikel (2017) reported that the average number of roots per cutting varies between 0-2 as a result of bacteria and IBA applications. Yıldız and Koyuncu (2000) reported that the increase in IBA dose caused an increase in the number of roots, and that the cuttings taken in two different periods were insignificant in terms of root numbers. As a result of the rooting of green cuttings of MM106 rootstock in perlite and hydroponic medium by Küçükbasmacı-Sabir and Özkaya (2009), they stated that the maximum 3.19 pieces of IBA application were obtained in the cuttings rooted in perlite medium. Eraslan (2019) determined that the highest root number was obtained with IBA (7.33 (pieces/steel)) planted in peat medium, while it was determined in cuttings planted in perlite medium with the lowest bacteria treatment.

Root fresh and dry weight were obtained as 6.06 g and 1.31 g in SRK26 genotype in application no 12 [24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)], while in application no 15 [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)] in SRG17 genotype was determined as 2.93 g and 0.85 g. Kaplan and Gökbayrak (2012) reported that the effect of brassinosteroid applied at different concentrations varies depending on the rootstock, and the concentration level is effective on the root development level. It was determined that the fresh and dry root weights of 1103 P rootstock were also high depending on the number of roots in the vine, and the fresh root weight was determined at least in 99 R rootstocks. Shahbaz and Ashraf (2007) showed that 24-eBL applications in two different wheat cultivars in saline conditions provided shoot dry and fresh weight increase in S-24 cultivar, while it did not provide a significant increase in shoot fresh and dry weight in MH-97 cultivar. Çoban (2014) determined that the highest root wet weight in mint was obtained in plants that did not contain any salt but were grown in environments containing 24-eBL at 1.5 and 2.5 mg l⁻¹ concentrations, and 24-eBL applications at these concentrations increased root growth. It was determined that 24-eBL applications did not make a statistically significant difference on root growth in environments containing salt at 100 and 150 mM concentrations. While there was no statistically significant difference between the root dry weights of the plants in the control group without any application and the plants in which 100 mM salt was applied, it was determined that the average root dry weight of the plants with only 150 mM salt application decreased by 0.12 g and 36.22% compared to the control.

To see whether there are significant differences in the comparison of genotypes and applications, then it was followed by an independent t-test. The results of the comparison of genotypes and applications can be seen in Table 3. Based on statistical tests with an independent t-test presented in Table 3 shows that the significance value of callus formation rate, rooting rate, root dry rate and viability rate of viable cuttings obtained a value of $p > 0.05$. This shows that there were no significant differences in genotypes and applications.

Table 2. Measurement values (Means±Std. deviation) of some root traits of SRK26 genotype and SRG17 genotype

Applications	Root Length (cm)		Number of Roots (pcs)		Root fresh weight (g)		Root dry weight (g)	
	SRK26	SRG17	SRK26	SRG17	SRK26	SRG17	SRK26	SRG17
1	6.03±2.47	4.46±2.03	7.29±4.15	7.75±2.21	1.14±0.83	0.66±0.09	0.22±0.12	0.11±0.00
2	4.51±1.91	0.00	8.33±6.43	0.00	2.49±0.65	0.00	0.54±0.15	0.00
3	4.16±1.90	3.90±2.79	9.38±3.33	8.50±2.65	1.14±0.12	0.27±0.02	0.23±0.02	0.08±0.00
4	2.28±0.93	3.36±1.27	4.00±2.07	8.50±2.12	0.30±0.07	0.63±0.09	0.08±0.01	0.15±0.06
5	4.50±3.73	4.71±1.34	6.50±3.29	6.00±3.80	0.38±0.22	0.39±0.08	0.09±0.03	0.09±0.01
6	9.53±2.51	4.02±1.80	15.00±9.05	6.00±2.65	0.99±0.23	0.72±0.18	0.69±0.15	0.20±0.03
7	4.75±3.22	2.60±1.19	5.00±1.90	7.50±0.71	0.64±0.30	1.17±0.78	0.13±0.04	0.26±0.12
8	3.10±1.27	2.96±1.45	6.00±2.95	6.00±2.94	0.14±0.09	1.38±1.03	0.05±0.02	0.23±0.16
9	1.78±0.33	4.98±2.57	6.00±3.50	13.00±6.19	1.17±0.78	0.96±0.42	0.26±0.12	0.23±0.01
10	7.18±1.85	3.28±2.31	12.00±6.10	7.75±2.08	1.02±0.05	0.72±0.11	0.22±0.12	0.14±0.03
11	6.58±2.45	3.90±1.91	24.50±10.61	5.00±2.83	3.24±1.56	1.05±0.26	0.65±0.22	0.42±0.05
12	11.18±1.41	3.81±2.39	36.00±12.25	8.50±4.36	6.06±2.10	1.36±0.63	1.31±0.70	0.46±0.31
13	7.61±5.68	0.00	21.83±14.06	0.00	2.58±0.81	0.00	0.56±0.21	0.00
14	8.29±3.64	7.38±6.11	24.00±11.64	15.33±9.19	1.99±0.44	2.76±2.06	0.41±0.15	0.59±0.49
15	7.65±4.44	5.83±3.51	20.86±13.48	18.67±9.46	2.39±1.18	2.93±0.70	0.61±0.21	0.85±0.37
16	9.34±5.31	8.38±4.32	19.00±13.08	21.00±9.00	1.82±1.06	2.20±0.95	0.39±0.16	0.67±0.44

Table 3. The results of the independent t-test of hardwood cuttings of SRG17 and SRK26 genotypes.

Measured/ Counted properties	p- value	Description
Callus Rate (%)	0.254	Not significant
Rooting Rate (%)	0.058	Not significant
Root Dry Rate (%)	0.734	Not significant
Viability Rate of Viable cuttings (%)	0.318	Not significant
Root Length (cm)	0.001	A low level of significant (d=0.35)
Number of Roots (pcs)	0.034	A low level of significant (d=0.42)
Root fresh weight (g)	0.041	A low level of significant (d=0.43)
Root dry weight (g)	0.041	A low level of significant (d=0.32)

Based on statistical tests with an independent t-test presented in Table 3 shows that the significance value of root length, number of roots, root fresh weight and root dry weight obtained a value of $p < 0.05$. This shows that there were a low level of significant differences in genotypes and applications.

CONCLUSION

In this study where effects of IBA, Brassinosteroid and bacteria on rooting and root growth of SRG17 and SRK26 rosehips genotypes supported the fact that adventitious root generation in woody plants is under heredity, hormonal, the concentrations and full-grown hardwood cutting taken control.

The highest rooting rate in SRK26 genotype was obtained from Bacteria application, dry root rate from 24-eBL (1.00 ppm) application, and viable cutting rate from 24-eBL (0.50 ppm) application. The highest values in terms of root length, root number, fresh and dry root weight of SRK 26 genotype were obtained from [24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)] application.

The highest rooting rate in SRG17 genotype was obtained from [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)] application, and the dry root rate and viable cuttings rate were obtained from [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm)] application. In terms of root length and root number, [Bacteria + 24-eBL (1.00

ppm) + IBA (2000 ppm)] application gives the highest values for SRG 17 genotype, while fresh and dry root weight were obtained from [Bacteria + 24-eBL (0.50 ppm) + IBA (2000 ppm)] application.

As a result of this study, the fact that callus rates were found to be high in cuttings as a result of applications suggests that there may be an increase in rooting rates if the 3-month period generally used in cuttings rooting applications is increased. It was concluded that (bacteri + brassinosteroids + IBA) might give a way to promote rooting in rosehip rooting and possibly in other woody species.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was financially supported by Yozgat Bozok University Scientific Research Projects Division (Project number: 6601a-FBE/21-443). I thank Yozgat Bozok University Scientific Research Projects Division for its additions.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Ağaoğlu YS, Ayfer M, Fidan Y, Köksal İ, Çelik M, Abak K, Çelik H, Kaynak L, Gülşen Y, 1987. General Horticulture. Ankara University Faculty of Agriculture Publications: 1009, Ankara-Türkiye.
- Alp Ş, Yıldız K, Türkoğlu N, Çığ A, Aşur F, 2010. Reproduction of Old Garden Roses in Van with Different Steel Types. *Yüzüncü Yıl University Journal of Agricultural Sciences*, 20(3): 189-193.
- Bao F, Shen J, Brady SR, Muday GK, Asami T, Yang Z, 2004. Brassinosteroids Interact with Auxin to Promote Lateral Root Development in Arabidopsis. *Plant Physiology*, 134: 1624-1631.
- Çoban Ö, 2014. Effects of Brassinosteroid Applications on Some Physical And Biochemical Properties and Secondary Metabolite Accumulation in Peppermint (*Mentha piperita* L.) Under Salt Stress. Süleyman Demirel University Graduate School of Applied and Natural Sciences, Department of Agricultural Biotechnology, Master Thesis (Printed).
- Eraslan D, 2019. Effect of Some Ambient and Treatments on Rooting of Rosehip (*Rosa dumalis* L.) Hardwood Cuttings. Tokatgaziosmanpaşa University Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Horticulture, Master Thesis (Printed).
- Ercişli S, 1996. A Study on Selection Breeding and Propagation by Cuttings of Rosehips (*Rosa* Spp.) Growing Naturally in Gümüşhane and Its Districts. Atatürk University, Institute of Science and Technology, Doctora Thesis (Printed).
- Ercişli S, Güteryüz M, 1999. A Research on the Possibility of Propagation of Some Rosehip (*Rosa* Spp.) Types with Hardwood Cuttings. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 23: 305-310.
- Ercişli S, Güteryüz M, 2005. Rose Hip Utilization in Turkey. Proceedings of the I. International Rose Hip Conference, *Acta Horticulturae*, 690: 77-82, <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2005.690.10> (Date of access: 15 December 2021)
- Eşitken A, Karlıdag H, Ercişli S, Turan M, Şahin F, 2003. The Effects of Spraying a Growth Promoting Bacterium on the Yield, Growth and Nutrient Elements Composition of Leaves of Apricot (*Prunus armeniaca* L. cv. Hacıhaliloğlu). *Australian Journal of Agricultural Research*, 54: 377-380.
- Goto M, 1992. Fundamentals of Bacterial Plant Pathology, Academic Press, ISBN: 978-0-12-293465-0, pp. 339, California-USA.

- Güneş M, 2013. Rosehip. Berries Fruits. Tomurcukbag Ltd. Sti. Education Publications No:1, sf 423-457, Kalecik/Ankara,
- Güneş M, Şen SM, 2001. A Study on the Reproducibility of Some Rosehip Types (*Rosa* spp.) with Wood Cuttings. Garden, 30:(1-2), sf.17-24.
- Güneş M, Eraslan D, 2021. Effect of Some Growing Media and Treatments on Rooting of Rose Hip Hardwood Cuttings. Gaziosmanpaşa Journal of Scientific Research, 10(2): 131-139.
- İlisulu K, 1992. Pharmaceutical and Spice Plants. Ankara University Faculty of Agriculture Publications 1250. Textbook No:360, Ankara-Türkiye, 302 pgs.
- Kaplan U, Gökbayrak Z, 2012. Effect of 22(S), 23(S)-homobrassinolide on adventitious root formation in grape rootstocks. South African Journal of Enology and Viticulture 33 (2): 253-256.
- Kazankaya A, Türkoğlu N, Yılmaz M, Balta MF, 2005. Pomological description of *Rosa canina* selections from Eastern Anatolia, Turkey. International Journal of Botany, 1 (1): 100-102.
- Kınık E, Çelikel FG, 2017. The Effects of Bacteria and Auxin Applications on the Reproduction of Rosehip Plant by Cuttings. Turkish Journal of Agriculture, Food Science and Technology, 5 (13): 1714-1719. <https://doi.org/10.24925/turjaf.v5i13.1714-1719.1526> (Erişim Tarihi: 01.12.2021)
- Küçükbasmacı-Sabır F, Özkaya MT, 2009. Effects of Different Applications on Rooting of MM106 Rootstock Green Cuttings in Perlite and Hydroponic Media. Selcuk University, Selcuk Journal of Agricultural and Food Sciences, 23 (49): 55-59.
- Mussig C, Shin G, Altmann T, 2003. Brassinosteroids Promote Root Growth In Arabidopsis. Plant Physiology, 133 (3): 1261-1271.
- Nemhauser JL, Mockler TC, Chory J, 2004. Interdependency of Brassinosteroid and Auxin Signaling in Arabidopsis. PLoS Biology, 2:E258. <https://doi.org/10.1371/journal.pbio.0020258> (Erişim Tarihi: 01.12.2021)
- Okatar F, 2019. Propagation of Some Rose Hip Genotypes by Semi-Hardwood Cuttings. Tokatgaziosmanpaşa University Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Horticulture. Master Thesis (Printed).
- Sarıbaş M, 1996. Some Morphological, Palynological and Seed Characteristics of *Rosa canina* L. (Rosehip) Spreading Naturally in the Western Black Sea Region. Rosehip Symposium, 5-6 Eylül 1996, Gümüşhane, Türkiye, s.65-74.
- Shahbaz M, Ashraf M, 2007. Influence of Exogenous Application of Brassinosteroid on Growth and Mineral Nutrients of Wheat (*Triticum aestivum* L.) Under Saline Conditions. Pakistan Journal of Botany, 39 (2): 513-522.
- Srinivasan M, Holl F, Petersen D, 1996. Influence of indoleacetic-acid-producing *Bacillus* isolates on the nodulation of *Phaseolus vulgaris* by *Rhizobium etli* under gnotobiotic conditions. Canadian Journal of Microbiology, 42 (10): 1006-1014.
- Steenhoudt O, Vanderleyden J, 2000. Azospirillum, a free-living nitrogen-fixing bacterium closely associated with grasses: genetic, biochemical and ecological aspects. FEMS microbiology reviews, 24 (4): 487-506.
- Şenel E, 2002. Researchs on propagation of some mulberry (*Morus sp.* L.) species by cuttings. Süleyman Demirel Universty Graduate School of Applied and Natural Sciences, Department of Agricultural Biotechnology, Master Thesis (Printed).
- Tansi LS, Nacar S, Çulcu AA, 1996. Rose hips (*Rosa canina*) growing possibilities. Proceeding Symposium Rose hips, 119-126 p, Gümüşhane-Turkey.

- Tripp K, Stomp A, 1997. Horticultural Applications of *Agrobacterium Rhizogenes* (Hairy-Root): Enhanced Rooting of Difficult-to-Root Woody Plants, Combined Proceedings. International Plant Propagators Society, 527-535.
- Uzunoğlu Ö, Gökbayrak Z, 2018. Influence of IAA, 28-homobrassinolide and 24-epibrassinolide on Adventitious Rooting in Grapevine. *COMU Journal of Agriculture Faculty*, 6 (1): 23–30.
- Yıldız K, Koyuncu F, 2000. A Research on Propagation of Black Mulberry (*Morus nigra* L) with Wood Cuttings. *Harvest*, 17 (3): 130-135.
- Yıldız K, Çekiç Ç, Güneş M, Özgen M, Özkan Y, AkçaY, Gerçekçioğlu R, 2009. Determination of Rooting Success of Black Mulberry (*Morus nigra* L) Steel Types Taken at Different Periods. *Journal of Gaziosmanpaşa University Faculty of Agriculture*, 26 (1): 1-5.
- Zenginbal H, Özcan M, 2013. The Effects of Cutting Time, Bud Number and IBA Concentration on The Cutting on Rooting of Kiwifruit. *Anadolu Journal of Agricultural Sciences*, 29 (1): 1-11

Atf İçin: Genç Kesimci T, Eken C, Demirci E, 2022. Bakla Bitkilerinde Kök Çürüklüğüne Neden Olan *Rhizoctonia* Türlerinin Anastomosis Grupları ve Patojeniteleri. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 550-562.

To Cite: Genç Kesimci T, Eken C, Demirci E, 2022. Anastomosis Groups and Pathogenicity of *Rhizoctonia* Species Causing Root Rot on Faba Bean Plants. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 550-562.

Bakla Bitkilerinde Kök Çürüklüğüne Neden Olan *Rhizoctonia* Türlerinin Anastomosis Grupları ve Patojeniteleri

Tuba GENÇ KESİMCİ^{1*}, Cafer EKEN², Erkol DEMİRCİ³

ÖZET: Bu çalışma, bakla bitkilerinden izole edilen *Rhizoctonia* spp. izolatlarının patojenitelerini ve anastomosis gruplarını belirlemek amacıyla yürütülmüştür. Bitkilerin kök boğazı ve gövdelerinin alt kısımlarından yapılan izolasyonlar sonucu 43 *Rhizoctonia* izolatı elde edilmiş ve anastomosis grupları (AG) belirlenmiştir. Bu izolatların %48.8'inin *Rhizoctonia solani*, %51.2'sinin binükleik *Rhizoctonia* olduğu saptanmıştır. Elde edilen 21 *R. solani* izolatının AG-2 (1 izolat), AG-4 (8 izolat) ve AG-5 (12 izolat); 22 binükleik *Rhizoctonia* izolatının ise AG-K gruplarına ait olduğu saptanmıştır. Seçilen izolatlar ile *in vitro* şartlarda patojenite denemesi kurulmuş, *R. solani* ve binükleik *Rhizoctonia* izolatlarının virülenslik seviyelerinde farklılıklar tespit edilmiştir. *R. solani* izolatlarının virülenslikleri yüksek olarak bulunurken, binükleik *Rhizoctonia* izolatlarının virülenslikleri ise zayıf olarak belirlenmiştir. Bu çalışmada elde edilen *Rhizoctonia* türlerinin anastomosis gruplarının tümü Türkiye'de bakla bitkilerinde ilk defa tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Anastomosis grup, bakla, patojenite, *Rhizoctonia*.

Anastomosis Groups and Pathogenicity of *Rhizoctonia* Species Causing Root Rot on Faba Bean Plants

ABSTRACT: This study was conducted to determine anastomosis groups and pathogenicity of *Rhizoctonia* spp. isolates from faba bean plants. Totally, 43 *Rhizoctonia* isolates were obtained from root crown and/or basal stems of plants and their anastomosis groups (AGs) were identified. Of these isolates, 48.8% were *Rhizoctonia solani*, and 51.2% were binucleic *Rhizoctonia*. Twenty one *R. solani* isolates were identified as AG-2 (1 isolate), AG-4 (8 isolates) and AG-5 (12 isolates); 22 binucleic *Rhizoctonia* isolates were identified as AG-K. Pathogenicity experiment was conducted with the selected isolates under *in vitro* conditions, and it was found that differences in virulence levels between *R. solani* and binucleate *Rhizoctonia* isolates. While isolates of *R. solani* were found to be highly virulent, binucleate *Rhizoctonia* isolates were determined as weakly virulent. All of the anastomosis groups of *Rhizoctonia* species obtained in this study were determined for the first time on faba bean plants in Turkey.

Keywords: Anastomosis group, faba bean, pathogenicity, *Rhizoctonia*.

¹Tuba GENÇ KESİMCİ (Orcid ID: 0000-0003-2022-0193), İğdır Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bitki Koruma Bölümü, İğdır, Türkiye

²Cafer EKEN (Orcid ID: 0000-0002-0454-8124), Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarımsal Biyoteknoloji Bölümü, Aydın, Türkiye

³Erkol DEMİRCİ (Orcid ID: 0000-0002-7176-1654), Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Trabzon, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Tuba GENÇ KESİMCİ, e-mail: tubagenc25@hotmail.com

GİRİŞ

Bakla (*Vicia faba* L.), hem insan gıdası hem de hayvan yemi olarak kullanılan dünyanın her yerinde yetiştirilen tek yıllık bir kültür bitkisidir. Yüksek besin değerine ek olarak enerji ve protein içeriği (%24-30) ile beslenmede proteinin ana kaynaklarından biri olarak gösterilmektedir. Besin değerleri bakımından zengin olmasının yanısıra yetiştirildiği toprağa olumlu etkilerde bulunması, havanın serbest azotunu köklerinde ortak yaşayan *Rhizobium* cinsi bakteriler vasıtasıyla toprağa bağlama özelliği bu bitkinin önemini daha da artırmaktadır. Bu özelliği sayesinde dünyanın birçok yerinde ürün rotasyonunda anahtar bir role sahiptir (López-Bellido ve ark., 2005; Köpke ve Nemecek, 2010; Anonim, 2015; Ademe ve ark., 2018).

Bakla bitkilerinde verim ve kalite kaybına neden olan abiyotik ve biyotik hastalıklar mevcut olup, biyotik hastalık etmenlerinin önemli grubunu funguslar, bakteriler ve virüsler oluşturmaktadır (Ademe ve ark., 2018). Çeşitli fungal etmenlere karşı oldukça hassas olan bakla bitkisinde *Fusarium*, *Pythium*, *Phoma*, *Sclerotinia*, *Macrophominia* ve *Rhizoctonia* cinslerine giren türler kök ve gövde çürüklüklerine sebep olmaktadır (Omar ve Abd-Alla, 2000; Jensen ve ark., 2010; Stoddard ve ark., 2010; Abdel-Kader ve ark., 2011). Yapılan birçok çalışmada *Fusarium solani*, *F. avenaceum*, *Rhizoctonia solani*, *Sclerotium rolfsii*, *Macrophomina phaseolina* ve *Pythium* spp.'nden oluşan hastalık kompleksi büyük oranlarda ekonomik kayıplara sebebiyet vermektedir (Akem ve Bellar, 1999; Belete ve ark., 2013; Vasić ve ark., 2019; Afshari ve ark., 2020). Bu patojenlerin oluşturduğu kök çürüklüğü hastalığının ortalama %45, hastalık için uygun koşullarda ise %100'e ulaşan verim kaybına neden olduğu bildirilmektedir (Belete ve ark. 2013; Mitiku, 2017). Ülkemizde yapılan çalışmalarda bakla bitkilerinde kök çürüklüğü ve solgunluk etmenleri olarak *Fusarium*, *Pythium*, *Rhizoctonia* ve *Verticillium* cinslerine ait türler rapor edilmiştir (Erper ve ark., 2008; Eken ve ark., 2011; Genç Kesimci ve ark., 2016). *Rhizoctonia* cinsi dünyanın hemen her yerinde çok sayıda bitki türünde hastalık oluşturan en önemli toprak kaynaklı patojenlerden biri olup, farklı ülkelerde yapılan birçok çalışmada bakla bitkilerinde kök çürüklüğü hastalığına neden olan ana ve en yaygın patojen olarak gösterilmektedir (Omar, 1986; Abo-Shady, 2008; Assunção ve ark., 2011; Chang ve ark., 2014; Mohamed, 2017).

Rhizoctonia cinsinin sınıflandırılmasında anastomosis gruplarının tespiti yaygın olarak kullanılan ve günümüzde geçerliliğini koruyan klasik bir yöntemdir. Hiflerin kaynaşması esas alınarak kullanılan bu yöntemde *Rhizoctonia* izolatları gruplara ayrılmaktadır. Bu ayırım doğrultusunda, multinükleik (çok çekirdekli) *R. solani* izolatları 13 anastomosis grubuna (AG 1-13) ayrılmıştır (Sneh ve ark., 1991; Carling ve ark., 1994; 1999; 2002; Sharon ve ark., 2006). Binükleik (iki çekirdekli) *Rhizoctonia* izolatları ise en son yapılan değerlendirme ve analizler sonucunda 19 anastomosis grubuna (AG A-W) ayrılmaktadır (Sharon ve ark., 2008; Yang ve ark., 2015; Dong ve ark., 2017; Misawa ve Kurose, 2019; Zhao ve ark., 2019).

Bakla bitkisinde *R. solani* AG-4 ana patojen olarak gösterilmekle birlikte (Azimi ve ark., 2005; Helmy ve ark., 2015; Akladios ve ark., 2019), Bangladeş'te AG-2-2 IIIB (Paul ve ark., 2022), İran'da AG-7, AG1-IB ve binükleik AG-G (Azimi ve ark., 2005), Yunanistan'da binükleik *Rhizoctonia calle*, *R. cerealis* ve *R. fumigata* (Mohamed, 2017), Türkiye'de ise binükleik *Rhizoctonia* AG-Be (Erper, 2003) tespit edilmiştir. Yapılan literatür taramasında Türkiye'de bakla bitkilerinde *Rhizoctonia* türleri, özellikle anastomosis gruplarını ve patojenitelerini belirlemeye yönelik az sayıda çalışma bulunduğu görülmektedir. Bu çalışma bakla bitkilerinde kök çürüklüğüne neden olan *Rhizoctonia* türlerinin anastomosis gruplarını ve patojenitelerini belirlemek amacıyla yapılmıştır.

MATERYAL VE METOT

Bitki Örneklerinin Alınması

Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi araştırma istasyonunda 2010 yılında kurulan tarla denemesinden alınan Black Lazer, Gölyaka, İnci, Lara, Otona, Sakız, Seher, Sevilla, Sultan ve Tolera bakla çeşitlerine ait bitki örnekleri bu çalışmanın materyalini oluşturmuştur. Çalışmada her çeşitten tesadüfi olarak 8-12 adet olacak şekilde hastalıklı bitki örnekleri alınmıştır. Bu örnekler polietilen torbalara konularak laboratuvara getirilmiş ve izolasyon yapıncaya kadar buzdolabında +5 °C'de muhafaza edilmiştir.

Bitki Örneklerinden Etmenin İzolasyonu

Bakla bitkilerinden izolasyon yapmak için öncelikle örnekler musluk suyunda yıkanmış, ardından kök boğazı ve gövdenin 10 cm yukarısından olmak üzere 0.5-1 cm uzunluğunda alınan iki bitki parçası %2'lik NaOCl ile 1 dk yüzeysel dezenfeksiyona tabi tutulmuş, takiben steril saf su ile durulanmış ve kurutma kağıdı üzerinde kurutulmuştur. Bu bitki parçaları, içerisinde %1.5'lik Su Agar (SA) bulunan 9 cm'lik petrilere bırakılmış ve petrilere 25 °C'de 5-7 gün inkübe edilmiştir. Besiyerinde gelişen hifler incelenerek *Rhizoctonia* cinsine ait karakteristik özellik gösteren genç hifler belirlenmiş, hif ucu alınarak saf kültürler hazırlanmıştır. Bu kültürler Patates Dekstroz Agar (PDA) içeren test tüplerine aktarılmış ve ilerdeki çalışmalarda kullanılmak üzere +5 °C'de muhafaza edilmiştir.

Rhizoctonia İzolatlarının Anastomosis Gruplarının Belirlenmesi

Bakla bitkilerinden yapılan izolasyonlar neticesinde elde edilen *Rhizoctonia* izolatları PDA'da 25°C'de 7 gün geliştirildikten sonra miselyumları Safranin O (Bandoni, 1979) ile boyanarak izolatların nükleus sayısı saptanmıştır. İzolatların anastomosis gruplarını belirlemek için çeşitli araştırmacılar tarafından temin edilen ve kültür koleksiyonumuzda bulunan *R. solani* ve binükleik *Rhizoctonia* test izolatları (Eken ve Demirci, 2004) PDA'da 25 °C'de 7 gün geliştirilmiştir. Bu çalışmadan elde edilen izolatlar ile test izolatlarından mantar delici ile alınan 5 mm çapındaki miselyum diskleri %1.5'lik SA içeren 9 cm çapındaki petrilere aralarında 5-6 cm mesafe olacak şekilde karşılıklı olarak eşleştirilmiştir (Parmeter ve ark., 1969). Petrilere 48-72 saat süresince 25 °C'de inkübe edildikten sonra phase contrast mikroskopta incelenmiş ve anastomosis yapıp yapmama durumuna (Demirci ve Döken, 1992) göre anastomosis grupları belirlenmiştir.

Patojenite Testi

Bakla bitkilerinden elde edilerek anastomosis grupları belirlenen *Rhizoctonia* izolatları arasından seçilen 28 izolat ile *in vitro* patojenite testleri, Eken ve Demirci (2004)'nin kullandığı metot modifiye edilerek yapılmıştır. Bu amaçla, 15 cm çapındaki cam petrilere %1.5'lik SA konulmuş ve bunların her birine PDA'da geliştirilen *Rhizoctonia* izolatlarının 7 günlük kültürlerinden mantar delicisi ile 1 cm çapındaki fungus diskleri bırakılmıştır. Patojenite testinde kullanılan Seher bakla çeşidinde ait tohumlar %1'lik NaOCI solüsyonunda 5 dakika süreyle yüzeysel dezenfeksiyona tabi tutulmuş, saf su ile durulanmış ve kurutulduktan sonra her bir petriye 5'er tohum bırakılmıştır. Petrilere 4 gün süreyle 25 °C'de karanlıkta inkübe edildikten sonra 12 saat ışık:12 saat karanlık ortama alınmıştır.

Deneme, 4 tekerrürlü olarak kurulmuş ve kontrol petrilere boş PDA diskleri bırakılmıştır. Patojenite testi 10 gün sonra 1-5 skalasına göre (1: Normal kök gelişimi, simptom yok, 2: Normale yakın kök gelişimi, nekrozsuz dokularda renk değişimi, 3: Normale yakın kök gelişimi, dokularda renk değişimi ile beraber sınırlı lezyonlar, 4: Kök uzunluğu kısmen kısıtlanmış, bitkinin tamamına yakınında kök nekrozları; 5: Kök uzunluğu büyük oranda kısıtlanmış, tamamen kök çürüklüğü) değerlendirilmiştir (Muyolo ve ark., 1993).

Fungusların reizolasyonları SA'da yapılmıştır. Skalaya göre yapılan değerlendirme sonrasında; %Hastalık Şiddeti = $\frac{\sum(SD \times BS)}{ESD \times TB} \times 100$ formülüne göre belirlenmiştir. Burada; SD: Skala değeri; BS: Aynı skala değerindeki bitki sayısı; ESD: En yüksek skala değeri; TB: Toplam bitki sayısını ifade etmektedir. Aynı zamanda çalışmada petriye bırakılan tohumların çimlenme yüzdeleri (Çimlenme Yüzdesi = $\frac{\text{Çimlenen Tohum Sayısı}}{\text{Toplam Ekilen Tohum Sayısı}} \times 100$) hesaplanmıştır (Christopher ve ark., 2010).

İstatistik Analiz

Çalışma sonucunda elde edilen veriler SPSS istatistik paket programı kullanılarak analiz edilmiştir. İzolatlar arası farklılıklar Duncan Çoklu Karşılaştırma testi ile değerlendirilmiştir.

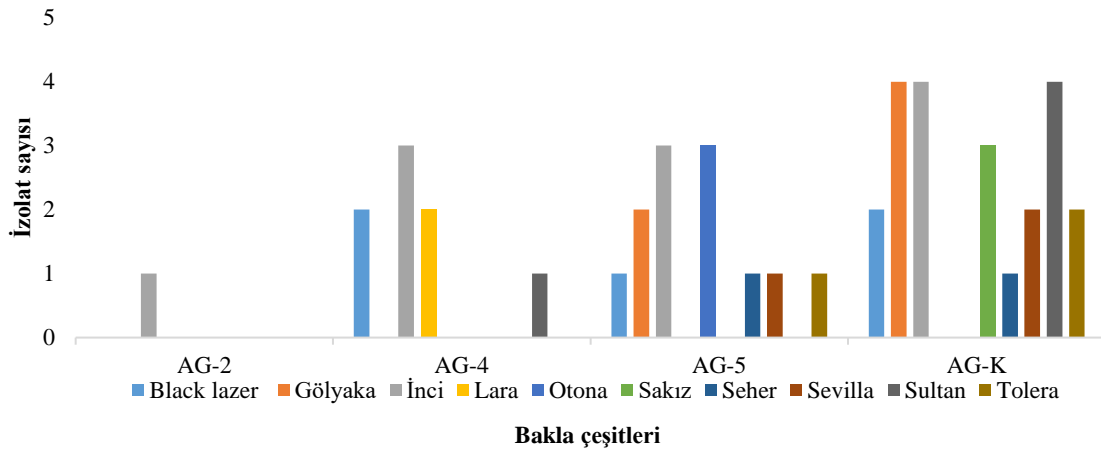
BULGULAR VE TARTIŞMA

Bakla bitkilerinde kök çürüklüğüne neden olan *Rhizoctonia* türlerini tespit etmek amacıyla Black Lazer, Gölyaka, İnci, Lara, Otona, Sakız, Seher, Sevilla, Sultan ve Tolera çeşitlerinden yapılan izolasyonlar sonucunda toplam 43 izolat elde edilmiştir. İzolatların bitkiden alındığı kısım ve bakla çeşitlerine göre dağılımı Çizelge 1'de verilmiştir. Bu sonuçlara göre izolatların %74.4'ü kök boğazı bölgesinden, %25.6'sı ise gövdeden izole edilmiştir. İzolat sayılarını çeşitler açısından değerlendirdiğimizde; İnci çeşidinden 11, Gölyaka çeşidinden 6, Black Lazer ve Sultan çeşitlerinden 5, Otona, Sakız, Sevilla ve Tolera çeşitlerinden 3, Lara ve Seher çeşitlerinden ise 2 izolatin elde edildiği görülmektedir.

Çizelge1. Bakla bitkilerinden izole edilen *Rhizoctonia* izolatlarının bitkiden alındığı yere göre dağılımları

Bakla çeşitleri	Bitkiden alındığı kısım		Toplam
	Kök boğazı	Gövde	
Black lazer	4	1	5
Gölyaka	5	1	6
İnci	6	5	11
Lara	1	1	2
Otona	1	2	3
Sakız	3	-	3
Seher	2	-	2
Sevilla	3	-	3
Sultan	4	1	5
Tolera	3	-	3
Toplam	32	11	43

Elde edilen izolatların anastomosis gruplarını belirlemek için test izolatlarıyla yapılan karşılaştırma sonucunda %51.2 oranıyla binükleik *Rhizoctonia* AG-K en fazla izole edilen grup olmuştur. Bu grubu %27.9 oranıyla AG-5, %18.6 oranıyla AG-4 ve %2.3 oranıyla AG-2 grupları takip etmiştir. AG-K, AG-2, AG-4 ve AG-5 gruplarının hepsi İnci bakla çeşidinden izole edilirken, AG-K grubu Lara ve Otona bakla çeşitlerinin dışında tüm çeşitlerden elde edilmiştir. Anastomosis grupları içerisinde ikinci sırada yer alan AG-5 ise Lara, Sakız ve Sultan çeşitleri hariç tüm bakla çeşitlerinde tespit edilmiştir. AG-4 Black lazer, İnci, Lara ve Sultan çeşitlerinde belirlenmiş, AG-2 ise sadece İnci bakla çeşidinden izole edilmiştir (Şekil 1).

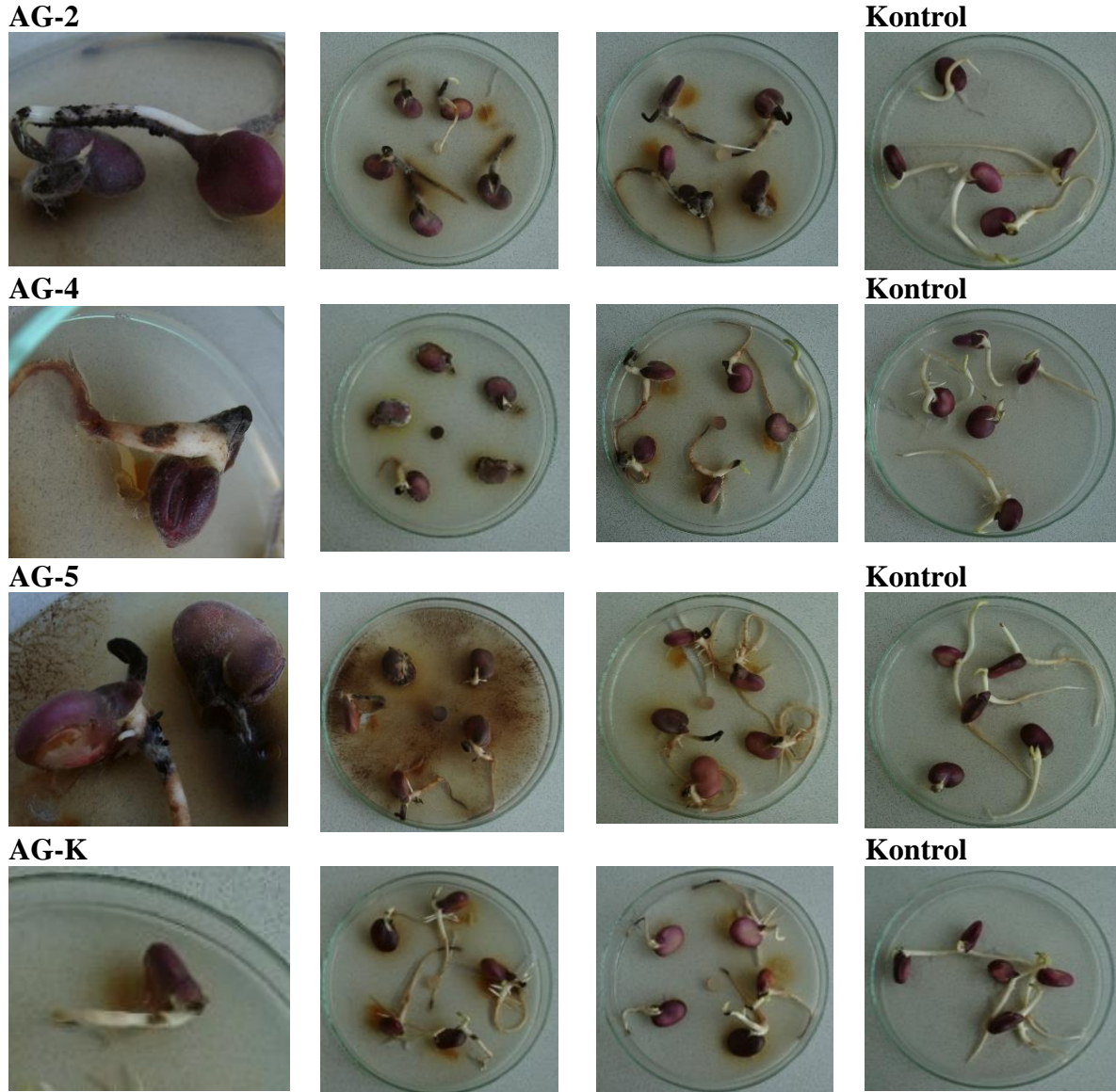


Şekil 1. Bakla çeşitlerine göre *Rhizoctonia* spp.'nin anastomosis grupları

Seçilmiş *Rhizoctonia* izolatları ile Seher bakla çeşidinde yapılan patojenite testinde gruplar arasında farklı simptomlar gözlemlenmiştir (Şekil 2). Özellikle virülensliği yüksek olan *R. solani* AG-2, AG-4 ve AG-5 izolatları şiddetli kök nekrozlarına sebep olmuştur. Aynı zamanda bu izolatlar kök uzunluğunu büyük oranda kısıtlamış veya tamamen kök çürüklüğü oluşturmuştur. Buna karşın binükleik *Rhizoctonia* AG-K izolatlarının genel olarak normale yakın bir kök gelişimi ve dokularda daha az renk değişimi ortaya çıkardığı tespit edilmiştir.

Binükleik *Rhizoctonia* AG-K en fazla izole edilen grup olmasına karşın çimlenme yüzdesi (%32-79), *R. solani* AG-2, AG-4 ve AG-5 gruplarına oranla daha yüksek bulunmuştur (Çizelge 2). Patojenitede kullanılan AG-5 izolatlarından biri (2-İnci-12) hariç (%60) diğer izolatların çimlenme yüzdesi %15'in altında kalarak en düşük çimlenme oranına sahip olan grup olmuştur. AG-4 izolatlarının çimlenme yüzdesi AG-5 grubuna göre daha yüksek olmakla birlikte %0-50 arasında değişen bir çimlenme oranı göstermiştir. Çalışmada izole edilen tek AG-2 izolatının çimlenme yüzdesi ise %5 olarak tespit edilmiştir. Patojenite denemesi sonucunda anastomosis grupları hastalık şiddetleri açısından değerlendirildiğinde AG-2 (%94) AG-4 (%72-90), AG-5 (%62-82) ve AG-K (%20-55) gruplarına ait izolatların farklı oranlarda virülensliğe sahip olduğu belirlenmiştir. AG-K'nın bir izolatı (1-Sultan-3) hariç diğer tüm izolatların kontrol ile istatistiki olarak farklı grupta yer aldığı tespit edilmiştir (Çizelge 2).

Bitkilerde kök çürüklüğüne neden olan patojenlerden herhangi birine yönelik yapılan izolasyon çalışmalarında çeşitli patojenlerin birlikte izole edilmesi sıkça karşılaşılan bir durumdur. *Rhizoctonia*, *Fusarium*, *Phytium*, *Macrophomina* ve *Sclerotinia* bakla bitkilerinden yapılan izolasyonlarda sıklıkla elde edilen etmenler olup, bu bitkide kök çürüklüğü nadir olarak bir patojenle ilişkilendirilmekte ve genellikle bakla bitkilerinde kök çürüklüğü bir hastalık kompleksi olarak değerlendirilmektedir (Mitiku, 2017; Khalil ve Ashmawy, 2021). Bu durum, bakla bitkisinin verimini önemli ölçüde azaltabilen ve kalitesini etkileyebilen çok sayıda fitopatogenik fungusun saldırısına duyarlı olduğunu göstermektedir (Vasić ve ark., 2019). Nitekim bu konuda çalışma yapan birçok araştırmacı izolasyonlar sırasında bu funguslara rastladıklarını rapor etmişlerdir. Samsun'da fasulye, soya fasulyesi, bakla ve bezelye bitkilerinde yapılan izolasyonlarda *Fusarium*, *Rhizoctonia* ve *Pythium* en yaygın izole edilen funguslar olarak belirlenmiştir (Erper ve ark., 2008). Baklada tohum kaynaklı patojenlerin belirlendiği başka bir çalışmada *Aspergillus*, *Penicillium*, *Alternaria*, *Botrytis*, *Cephalosporium*, *Cladosporium*, *Epiccoccum*, *Rhizopus*, *Rhizoctonia*, *Stemphylium*, *Trichothecium* ve *Verticillium* fungusları elde edilmiştir (Elwakil ve ark., 2009). Bu çalışmada da benzer sonuçlar alınmış, izolasyonlar esnasında *Fusarium*, *Verticillium*, *Botrytis*, *Gliocladium*, *Alternaria* ve *Ulocladium* etmenlerine sıklıkla rastlanılmıştır.



Şekil 2. Seher bakla çeşidinde AG-2, AG-4, AG-5 ve AG-K gruplarının oluşturduğu belirtiler

Konukçu, çevre koşulları, çeşit ve lokasyondaki farklılıklar *Rhizoctonia* izolasyon sıklığındaki farklılığa sebep olmaktadır. Nitekim çalışmada izolasyon yapılan bakla çeşitlerinde farklı oranlarda *Rhizoctonia* izolatlarının elde edildiği görülmektedir (Çizelge 1). Konukçu-patojen ilişkisinde konukçu bitkinin genetik yapısına bağlı olarak dayanıklılık reaksiyonunda farklılıklar ortaya çıkabileceği gibi, patojenin genetik yapısına bağlı olarak da izolatlar arasında virülenslik farklılıkları ortaya çıkabilmektedir. Uygun çevre koşullarında virulent bir patojen ve hassas bir konukçunun teması sonucu bitkide hastalık oluştuğu bilinmektedir. Bu çalışmada bakla bitkilerinden *Rhizoctonia* izolatlarının yüksek oranda izole edilmesine deneme alanında çok sayıda çeşidin bulunması ve bu çeşitlerin genel olarak patojen saldırısına karşı hassas olmasının sebep olduğu değerlendirilmektedir. Benzer şekilde yapılan çalışmalarda *Rhizoctonia* sp.'nin alındığı bakla çeşidine göre izolasyon sıklığının % 13.33-46.67 arasında değiştiği (Vasić ve ark., 2019), *Rhizoctonia* spp.'nin Sakız, Seher ve Tolera bakla çeşitlerinde farklı oranlarda izole edildiği ve bu duruma çeşitlerin hastalık etmenlerine karşı gösterdiği reaksiyonların farklılığının sebep olabileceği bildirilmiştir (Genç Kesimci ve ark., 2016).

Çizelge 2. *Rhizoctonia* spp. ve anastomosis grupları ile Seher bakla çeşidinde yapılan patojenite test sonuçları

Türler	AGs*	İzolot Numarası	Çimlenme Yüzdesi (%)	Skala Değeri**	Hastalık Şiddeti (%)	
<i>Rhizoctonia solani</i>	2	3-İnci-8	5	4.7a***	94	
	4	1-Black Lazer-3	0	4.50a-b	90	
		1-Black Lazer-11	30	4.10b-d	82	
		1-İnci-6	10	3.95c-f	79	
		1-İnci-7	5	4.20b-c	84	
		3-İnci-5	35	4.05b-e	81	
		1-Lara-10	50	3.75c-f	75	
		3-Lara-12	25	3.90c-f	78	
		3-Sultan-12	25	3.60d-g	72	
		1-Black Lazer-6	5	3.85c-f	77	
		2-Gölyaka-5	10	3.50e-g	70	
	5	2-İnci-11	10	3.40f-g	68	
		2-İnci-12	60	3.10g-h	62	
		3-İnci-9	5	4.10b-d	82	
		2-Otona-2	0	3.95c-f	79	
		2-Otona-6	15	3.45f-g	69	
		2-Seher-9	0	3.70c-f	74	
		1-Sevilla-8	10	3.80c-f	76	
		1-Tolera-10	5	3.55d-g	71	
		Binükleik <i>Rhizoctonia</i>	K	1-Black Lazer-7	79	1.85j-l
1-Gölyaka-6				32	2.60ı	52
2-Gölyaka-7	79			1.75k-l	35	
1-İnci-10	59			2.20ı-k	45	
3-Sakız-3	37			1.70k-l	35	
1-Seher-9	50			2.70h-ı	55	
1-Sevilla-6	72			1.80k-l	36	
1-Sultan-3	79			1.40l-m	20	
1-Sultan-10	40			2.35ı-k	47	
1-Tolera-6	42			2.20ı-k	44	
Kontrol			95	1m	0	

*:Anastomosis Grupları

**: Muyolo ve ark. (1993)'nın kullandığı 1-5 skalasına göre değerlendirilmiştir

***:Farklı harfle gösterilen değerler arasında istatistiki olarak fark vardır (p<0.05)

Rhizoctonia izolatlarının anastomosis gruplarının sınıflandırması, bitki hastalıklarına neden olan çeşitli grupları karakterize etmek için kritik bir yaklaşım olarak ifade edilmektedir (Erper ve ark., 2021). Çünkü anastomosis grupları ile konukçu bitkiye özelleşme arasındaki ilişkiyi inceleyen çalışmalarda genellikle bir konukçudan bir veya birkaç anastomosis grubunun elde edildiği vurgulanmaktadır (Djébalı ve ark., 2014). Yapılan çalışmalar incelendiğinde bu özelleşmenin çilekde binükleik *Rhizoctonia* (Botha ve ark., 2003; Sharon ve ark., 2007), patatete AG-3 (Bandy ve ark., 1988; Demirci ve Döken, 1993), fasulyede (Eken ve Demirci, 2004), domatete (Demirci ve Döken, 1995; Yıldız ve Döken, 2002; Kuramae ve ark., 2003; Eken ve Tuncer, 2019), fıstıkta (Aydın ve Ünal, 2021) ve baklada AG-4 olduğu görülmektedir (Azimi ve ark., 2005; Mohamed ve ark., 2014; Helmy ve ark., 2015). Baklada anastomosis gruplarını belirlemeye yönelik yapılan çalışmalar sınırlı sayıda olmakla birlikte, *R. solani* AG-2-2 IIIB (Paul ve ark., 2022), AG-7 ve AG-1 IB (Azimi ve ark., 2005) grupları tespit edilmiştir.

Her ne kadar literatürde baklada en yaygın patojen olarak *R. solani* AG-4 gösterilse de yaptığımız bu çalışmada binükleik AG-K baklada en yaygın izole edilen grup olmuştur. Paralel sonuçlar Bangladeş'te alınmış, baklada yüksek oranda binükleik *Rhizoctonia* izolatları tespit edilmiştir (Mohamed, 2017). Yunanistan'da bakla bitkilerinden izole edilen *Rhizoctonia* izolatlarının büyük bir çoğunluğunun binükleik *Rhizoctonia* grubuna ait olduğu (Helmy ve ark., 2015), İran'da bakladan AG-G grubunun (Azimi ve ark., 2005) ve Türkiye'de multinükleik izolatlarla birlikte binükleik izolatların varlığı (Erper ve ark., 2008) yapılan çalışmalar ile ortaya konulmuştur.

Patojenite denemesinde *Rhizoctonia* izolatlarının virülenslik özellikleri incelendiğinde (Çizelge 2) izolasyon sıklığı en yüksek olan AG-K grubunun virülensliğinin (%20-55) düşük olduğu, AG-2 (%94), AG-4 (%72-90) ve AG-5 (%62-82) izolatlarının ise baklada oldukça virulent olduğu görülmektedir. Benzer şekilde Helmy ve ark., (2015), bakla bitkilerinden binükleik *Rhizoctonia* izolatlarını daha yüksek oranda izole etmelerine rağmen en virulent izolatın AG-4 grubuna ait olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlarla paralel olarak farklı çalışmalarda da *R. solani* bakla bitkilerinde en virulent etmen olarak gösterilmektedir (Omar, 1986; Abo-Shady, 2008; Chang ve ark., 2014; Mohamed ve ark., 2014).

Çizelge 2'deki verileri hastalık şiddeti açısından değerlendirdiğimizde gruplar arasında meydana gelen varyasyonlar dikkati çekmektedir. Benzer şekilde Kanada'da bakla bitkisinde AG-5'in düşük, AG-2T2'nin orta seviyede ve AG-4'ün hem düşük hem de en yüksek virülenslik özelliği göstermesi nedeni ile bu grupların geniş oranda virülensliğe sahip olduğu belirtilmiştir (Rashid ve Bernier, 1993). İran'da bakla bitkilerinde AG-4, AG-7, AG-1 IB ve AG-G gruplarıyla yapılan patojenite testlerinde, AG-4 izolatlarının diğer izolatlara göre daha hızlı fide ölümüne neden olduğu belirlenirken tüm izolatların bakla için patojenik olduğu tespit edilmiştir (Azimi ve ark., 2005).

Rhizoctonia solani'nin patojenitesi, konukçu sayısının fazla olmasına ve heterogeneous izolatlara bağlı olarak oldukça kompleks bir özellik göstermektedir (Mahmoud ve ark., 2007). Bununla birlikte anastomosis grup veya *R. solani* alt gruplarının genetik ve çevre faktörlerinin etkisiyle geniş bir virülensliğe sahip olduğu (Balali ve Kowsari, 2004), aynı grupta yer almasına rağmen AG-4 izolatlarının virülenslik seviyeleri arasında varyasyonlar olduğu bilinmektedir (Valentín Torres ve ark., 2016). Aynı zamanda AG-4 grubunun patojenitesinin yüksek olması heterokaryosis ile ilişkilendirilmekte ve genetik olarak farklı çekirdeklerin birleşmesi ile daha virulent bir grubun ortaya çıktığı öne sürülmektedir (Balali ve Kowsari, 2004).

Bu çalışmada binükleik AG-K izolatlarının patojenitesi diğer gruplara oranla daha düşük olarak tespit edilmesine rağmen, binükleik izolatların çilekte patojenitesinin oldukça yüksek olduğu Manici ve Banora (2007) tarafından yapılan çalışma ile ortaya konulmuştur. Çalışmada, çilekte patojen grup olarak kabul edilen binükleik *Rhizoctonia* izolatlarının çilek ve bakladaki patojenitelerinin %78 oranında birbirine benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir. Mohamed (2017), binükleik izolatların patojenitesini AG4-HGI ile benzer bulmuş ve kök çürüklüğü etmeni olarak binükleik türlerin önemini vurgulamış, çilek ile baklanın rotasyonunda bu durumun göz önünde bulundurulması gerektiğini bildirmiştir. Benzer şekilde Tunus'da patatesten elde edilen AG-3 izolatları bakla bitkisine inoküle edilerek bitki büyümesi, çiçeklenmesi ve nodül oluşturmaya üzerine etkisi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda incelenen parametreler üzerine fungusun büyük bir etkisinin olmadığı tespit edilmiş olsa da *R. solani*'nin bakla bitkilerinin kök ve nodüllerini enfekte edebildiği bildirilmiştir. Bu nedenle baklanın, *R. solani* için uygun bir konukçu olacağına ve sonraki patates yetiştiriciliğinde potansiyel olarak hastalık riskini artırabileceğine vurgu yapılmıştır (Djébalı ve ark., 2014).

SONUÇ

Bakla en eski kültür bitkilerinden biri olup, hem dünyada hem de ülkemizde gıda ve yem kaynağı olarak kullanılan önemli bir baklagil bitkisidir. Ancak hastalık ve zararlılardan kaynaklı verim kayıpları baklaya ayrılan üretim alanlarının azalmasına sebep olmaktadır. *Rhizoctonia* spp. bakla bitkisinde verim kayıplarına neden olan en yaygın patojenlerden biridir.

Bu çalışmada 10 farklı bakla çeşidinden yapılan izolasyonlar sonucunda binükleik *Rhizoctonia* AG-K, *R. solani* AG-2, AG-4 ve AG-5 gruplarına dahil edilen 43 *Rhizoctonia* izolatu elde edilmiştir. Bu izolatlar ile yapılan patojenite test sonuçlarına göre bakla bitkisinde *R. solani* izolatlarının virülensliklerinin daha yüksek olduğu saptanmış, elde edilen veriler ile bakla bitkisinde daha sonra yapılacak çalışmalara kaynak oluşturulmuştur.

Rhizoctonia kök çürüklüğü hastalığının mücadelesinde dayanıklı çeşitlerin kullanılması ve münavebe gibi kültürel yöntemler son derece önem arz etmektedir. Bununla birlikte baklanın toprağa sağladığı nitrojen sayesinde münavebede sıklıkla kullanılan bir kültür bitkisi olduğu bilinmektedir. *Rhizoctonia* anastomosis gruplarında genellikle konukçuya özelleşme durumu olduğu için üreticiye münavebe önerirken bitki seçiminde bu durum dikkate alınmalıdır.

Çıkar Çatışması

Yazarların arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmadığı beyan olunur.

Yazar Katkısı

Yazarların herbiri makaleye eşit olarak katkı sağlamışlardır.

KAYNAKLAR

- Abdel-Kader M, El-Mougy N, Lashin S. 2011. Essential Oils and *Trichoderma harzianum* as an Integrated Control Measure Against Faba Bean Root Rot Pathogens. *Journal of Plant Protection Research*, 51(3): 306-313.
- Abo-Shady AM, 2008. Effect of *Anabaena subcylindrica* Filtrate on the Growth of Faba Bean Cultivated in Non-Infested or Infested Soil by *Rhizoctonia solani*. *The Egyptian Journal of Experimental Biology (Botany)*, 4: 13-22.
- Ademe A, Ebabuye Y, Gelaye M, Gezachew S, Telahun G, 2018. Survey of Faba Bean (*Vicia faba* L.) Diseases in Major Faba Bean Growing Districts of North Gondar. *African Journal of Plant Science*, 12(2): 32-36.
- Akem C, Bellar M, 1999. Survey of Faba Bean (*Vicia faba* L.) Diseases in The Main Faba Bean-Growing Regions of Syria. *Arab Journal of Plant Protection*, 17(2): 113-116.
- Afshari N, Hemmati R, Sheikh F, 2020. Characterization of *Fusarium avenaceum* from Faba Bean (*Vicia faba*) in Iran, Genetic Diversity, Aggressiveness, and Cultivar Evaluation. *Journal of Plant Pathology*, 102(1): 135-142.
- Akladius SA, Gomaa EZ, El-Mahdy OM, 2019. Efficiency of Bacterial Biosurfactant for Biocontrol of *Rhizoctonia solani* (AG-4) Causing Root Rot in Faba Bean (*Vicia faba*) Plants. *European Journal of Plant Pathology*, 153(1): 15-35.
- Anonim, 2015. Yemeklik Baklagiller, https://www.tarimorman.gov.tr/Belgeler/yemeklik_baklagil_kitabi.pdf (Erişim tarihi: 21.01.2022).
- Assunção IP, Nascimento LD, Ferreira MF, Oliveira FJ, Michereff SJ, Lima GS, 2011. Reaction of Faba Bean Genotypes to *Rhizoctonia solani* and Resistance Stability. *Horticultura Brasileira*, 29(4): 492-497.

- Aydın MH, Ünal F, 2021. Anastomosis Groups and Pathogenicity of *Rhizoctonia solani* Kühn Isolates Isolated from Pistachio (*Pistacia vera* L.) Saplings in Siirt Province, Turkey, Turkish Journal of Agricultural Research, 8(1): 18-26.
- Azimi S, Farokhi NR, Mousavi JS, 2005. Isolation and Pathogenicity of Some Anastomosis Groups of *Rhizoctonia* Associated with Faba Bean Root and Crown in Khuzestan Province. Iranian Journal of Plant Pathology, 41(3):329-343.
- Balali GR, Kowsari M, 2004. Pectic Zymogram Variation and Pathogenicity of *Rhizoctonia solani* AG-4 to Bean (*Phaseolus vulgaris*) Isolates in Isfahn, Iran. Mycopathologia, 58(3): 377-384.
- Bandoni RJ, 1979. Safranin O as a Rapid Nuclear Stain for Fungi. Mycologia, 71: 873-874.
- Bandy BP, Leach SS, Tavantzis SM, 1988. Anastomosis Group 3 is the Major Cause of *Rhizoctonia* Disease of Potato in Maine. Plant Disease, 72(7): 596-598.
- Belete E, Ayalewb A, Ahmed S, 2013. Associations of Biophysical Factors with Faba Bean Root Rot (*Fusarium solani*) Epidemics in the Northeastern Highlands of Ethiopia. Crop Protection, 52:39-46.
- Botha A, Denman S, Lamprecht SC, Mazzola M, Crous PW, 2003. Characterisation and Pathogenicity of *Rhizoctonia* Isolates Associated with Black Root Rot of Strawberries in the Western Cape Province, South Africa. Australasian Plant Pathology, 32(2): 195-201.
- Carling DE, Baird RE, Gitaitis RD, Brainard KA, Kuninaga S, 2002. Characterization of AG-13, a Newly Reported Anastomosis Group of *Rhizoctonia solani*. Phytopathology, 92(8): 893-899.
- Carling DE, Pope EJ, Brainard KA, Carter DA, 1999. Characterization of Mycorrhizal Isolates of *Rhizoctonia solani* from an Orchid, Including AG-12, A New Anastomosis Group. Phytopathology, 89(10): 942-946.
- Carling DE, Rothrock CS, MacNish GC, Sweetingham MW, Brainard KA, Winters SW, 1994. Characterization of Anastomosis Group 11 (AG-11) of *Rhizoctonia solani*. Phytopathology, 84(12): 1387-1393.
- Chang KF, Conner RL, Hwang SF, Ahmed HU, McLaren DL, Gossen BD, Turnbull GD, 2014. Effects of Seed Treatments and Inoculum Density of *Fusarium avenaceum* and *Rhizoctonia solani* on Seedling Blight and Root Rot of Faba Bean. Canadian Journal of Plant Science, 94(4): 693-700.
- Christopher JD, SuthinRaj T, UshaRani S, Udhayakumar R, 2010. Role of Defense Enzymes Activity in Tomato as Induced by *Trichoderma virens* against *Fusarium* wilt caused by *Fusarium oxysporum* f sp. *lycopersici*. Biopesticides, 3(1): 158-162.
- Demirci E, Döken MT, 1992. Erzurum Yöresinde Patateslerden İzole Edilen *Rhizoctonia solani* Kühn'nin Anastomosis Gruplarında Hif Birleşme Tiplerinin İncelenmesi. Kükem Dergisi, 15: 33-38.
- Demirci E, Döken MT, 1993. Anastomosis Groups and Pathogenicity of *Rhizoctonia solani* Kühn Isolates from Potatoes in Erzurum-Türkiye. The Journal of Turkish Phytopathology. 22(2-3): 95-102.
- Demirci E, Döken MT, 1995. Anastomosis Groups of *Rhizoctonia solani* Kühn and Binucleate *Rhizoctonia* isolates from Various Crops in Türkiye. The Journal of Turkish Phytopathology, 24(2): 57-62.
- Djébalı N, Elkahoui S, Taamalli W, Hessini K, Tarhouni B, Mrabet M, 2014. Tunisian *Rhizoctonia solani* AG3 Strains Affect Potato Shoot Macronutrients Content, Infect Faba Bean Plants and Show in vitro Resistance to Azoxystrobin. Australasian Plant Pathology, 43(3):347-358.

- Dong W, Li Y, Duan C, Li X, Naito S, Conner RL, Yang G, Li C, 2017. Identification of AG-V, A New Anastomosis Group of Binucleate *Rhizoctonia* spp. from Taro and Ginger in Yunnan Province. *European Journal of Plant Pathology*, 148 (4): 895-906.
- Eken C, Demirci E, 2004. Anastomosis Groups and Pathogenicity of *Rhizoctonia solani* and Binucleate *Rhizoctonia* Isolates from Bean in Erzurum, Turkey. *Journal of Plant Pathology*, 86(1): 49-52.
- Eken C, Genç T, Kaymak Ç, 2011. First Report of Root Rot of Faba Bean Caused by *Rhizoctonia zeae* in Turkey. *Journal of Plant Pathology* 93(4):71.
- Eken C, Tuncer S, 2019. *Rhizoctonia* Species and Anastomosis Groups Isolated from Tomato and Cucumber in Erzincan, Turkey. *International Journal of Research in Agriculture and Forestry*, 6(6): 26-31.
- Elwakil MA, El-Refai IM, Awadallah OA, El-Metwally MA, Mohammed MS, 2009. Seed-borne Pathogens of Faba Bean in Egypt: Detection and Pathogenicity. *Plant Pathology Journal*, 8(3): 90-97.
- Erper, 2003. Samsun İlinde Bazı Baklagil Bitkilerinde Saptanan *Rhizoctonia* Grubu Fungusların Anastomosis Grupları, Karakteristik Özellikleri ve Patojeniteleri, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmamış).
- Erper I, Hatat Karaca G, Ozkoc I, 2008. Root Rot Disease Incidence and Severity on Some Legume Species Grown in Samsun and the Fungi Isolated from Roots and Soils. *Archives of Phytopathology and Plant Protection* 41 (7): 501-506.
- Erper I, Ozer G, Kalendar R, Avci S, Yildirim E, Alkan M, Turkkan M, 2021. Genetic Diversity and Pathogenicity of *Rhizoctonia* spp. Isolates Associated With Red Cabbage in Samsun (Turkey). *Journal of Fungi*,7(3): 234.
- Genç Kesimci T, Eken C, Kaymak HÇ, 2016. Bakla (*Vicia faba*) Çeşitlerinde Farklı Ekim Zamanlarının Kök Çürüklüğü ve Solgunluk Funguslarına Etkisi. *Mediterranean Agricultural Sciences*, 29(3): 93-97.
- Helmy MM, Emad G, Samir ED, Mostafa MH, 2015. Phenotypic Diversity and Molecular Identification of the Most Prevalent Anastomosis Group of *Rhizoctonia solani* Isolated from Diseased Faba Bean Plants. *American Journal of Life Sciences*, 3(1): 47-55.
- Jensen ES, Peoples M, Hauggaard-Nielsen H, 2010. *Faba bean* in Cropping Systems. *Field Crops Research*, 115(3): 203–216.
- Khalil M, Ashmawy E, 2021. Efficacy of Sulfur, Copper and *Rhizobium leguminosarum* against Faba Bean Damping-off Caused by *Fusarium solani*. *Egyptian Journal of Agricultural Research*, 99(2): 180-189.
- Köpke U, Nemecek T, 2010. Ecological Services of Faba Bean. *Field Crops Research*, 115(3): 217-233.
- Kuramae EE, Buzeto AL, Ciampi MB, Souza NL, 2003. Identification of *Rhizoctonia solani* AG 1-IB in Lettuce, AG 4 HG-I in Tomato and Melon, and AG 4 HG-III in Broccoli and Spinach, in Brazil. *European Journal of Plant Pathology*, 109(4): 391-395.
- López-Bellido FJ, López-Bellido L. López-Bellido RJ, 2005. Competition, Growth and Yield of Faba Bean (*Vicia faba* L.). *European Journal of Agronomy*, 23(4): 359-378.
- Mahmoud YA, Gaafar RM, Mubarak HM, 2007. Genetic Diversity Among Nile Delta Isolates of *Rhizoctonia solani* Kühn Based on Pathogenicity, Compatibility, Isozyme Analysis and Total Protein Pattern. *Turkish Journal of Botany*, 31(1): 19-29.
- Manici LM, Bonora P, 2007. Molecular Genetic Variability of Italian Binucleate *Rhizoctonia* spp. Isolates from Strawberry. *European Journal of Plant Pathology*,118(1): 31-42.

- Misawa T, Kurose D, 2019. Anastomosis Group and Subgroup Identification of *Rhizoctonia solani* Strains Deposited in NARO Genebank, Japan. *Journal of General Plant Pathology*, 85(4): 282-294.
- Mitiku M, 2017. Management of Root Rot Diseases of Cool Season Food Legumes With Special Emphasis on Lentil (*Lens culinaris*), Faba Bean (*Vicia faba*) and Chickpea (*Cicer arietinum*) in Ethiopia. *Journal of Natural Sciences Research*, 7(7):14-20.
- Mohamed M, 2017. Potentiality of Binucleate *Rhizoctonia* Isolates as Root Rot Causing Pathogens on Faba Bean. *Egyptian Journal of Phytopathology*, 45(1): 201-214.
- Mohamed MH, Gado EAM, El-Deeb SH, Mostafa MH, 2014. Effect of Nitrate Levels as a Fertilizer or as a Fungal Nutrition on the Aggressiveness of *Rhizoctonia solani* on Faba Bean. *European Journal of Advanced Research in Biological and Life Sciences*, 2(2):1-13.
- Muyolo NG, Lipps PE, Schmitthenner AF, 1993. Anastomosis Grouping and Variation in Virulence Among Isolates of *Rhizoctonia solani* Associated with Dry Bean and Soybean in Ohio and Zaire. *Phytopathology*, 83(4): 438-444.
- Omar SAM, 1986. Pathological Studies on Root Rot Disease of Faba Bean (*Vicia faba* L.). *Faba Bean Information Service*, 14: 34-37.
- Omar SA, Abd-Alla MH, 2000. Physiological Aspects of Fungi Isolated from Root Nodules of Faba Bean (*Vicia faba* L.). *Microbiological Research*, 154(4): 339-347.
- Parmeter JR, Sherwood RT, Platt WD, 1969. Anastomosis Grouping Among Isolates of *Thanatephorus cucumeris*. *Phytopathology*, 59(9): 1270-1278.
- Paul SK, Gupta DR, Mahmud NU, Muzahid ANM, Islam T, 2022. First Report of Collar and Root Rot of Faba Bean Caused by *Rhizoctonia solani* AG-2-2 IIIB in Bangladesh. *Plant Disease*, <https://doi.org/10.1094/PDIS-08-21-1603-PDN>.
- Rashid KY, Bernier CC, 1993. Genetic Diversity Among Isolates of *Rhizoctonia solani* and Sources of Resistance in *Vicia faba*. *Canadian Journal of Plant Pathology*, 15(1): 23-28.
- Sharon M, Kuninaga S, Hyakumachi M, Sneh B, 2006. The Advancing Identification and Classification of *Rhizoctonia* spp. Using Molecular and Biotechnological Methods Compared with the Classical Anastomosis Grouping. *Mycoscience*, 47(6): 299-316.
- Sharon M, Freeman S, Kuninaga S, Sneh B, 2007. Genetic Diversity, Anastomosis Groups and Virulence of *Rhizoctonia* spp. from Strawberry. *European Journal of Plant Pathology*, 117(3): 247-265.
- Sharon M, Kuninaga S, Hyakumachi M, Naito S, Sneh B, 2008. Classification of *Rhizoctonia* spp. Using rDNA-ITS Sequence Analysis Supports the Genetic Basis of The Classical Anastomosis Grouping. *Mycoscience*, 49(2): 93-114.
- Sneh B, Burpee L, Ogoshi A, 1991. Identification of *Rhizoctonia* species. APS Press, St. Paul, Minnesota, USA.
- Stoddard FL, Nicholas AH, Rubiales D, Thomas J, Villegas-Fernández AM, 2010. Integrated Pest Management in Faba Bean. *Field crops research*, 115(3): 308-318.
- Vasić T, Živković S, Marković J, Stanojević I, Filipović S, Terzić D, 2019. Phytopathogenic Fungi Causes Fungal Diseases of The Faba Bean (*Vicia faba* L.) in Serbia. *Biologica Nyssana*, 10(1): 17-21.
- Valentín Torres S, Vargas MM, Godoy-Lutz G, Porch TG, Beaver JS, 2016. Isolates of *Rhizoctonia solani* Can Produce Both Web Blight Root Rot Symptoms in Common Bean (*Phaseolus vulgaris* L.). *Plant disease*, 100(7): 1351-1357.
- Yang YG, Zhao C, Guo ZJ, Wu XH, 2015. Characterization of A New Anastomosis Group (AG-W) of Binucleate *Rhizoctonia*, Causal Agent for Potato Stem Canker. *Plant Disease* 99(12): 1757-1763.

- Yildiz A, Döken MT, 2002. Anastomosis Group Determination of *Rhizoctonia solani* Kühn (telemorph: *Thanatephorus cucumeris*) Isolates from Tomatoes Grown in Aydın, Turkey Their Disease Reaction on Various Tomato Cultivars. *Journal of Phytopathology*,150(10): 526-528.
- Zhao C; Li Y; Liu H; Li S; Han C, Wu X, 2019. A binucleate *Rhizoctonia* Anastomosis Group (AG-W) is the Causal Agent of Sugar Beet Seedling Damping-off Disease in China. *European Journal of Plant Pathology* 155(1): 53–69.

Atf İçin: Babacan EY, 2022. Endemik *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger (Lamiaceae)' in Uçucu Yağ Bileşenleri ve Kemotaksonomik Bir Yaklaşım. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(2): 563-570.

To Cite: Babacan EY, 2022. Essential Oil Components of Endemic *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger (Lamiaceae) and a Chemotaxonomic Approach. Journal of the Institute of Science and Technology, 11(2): 563-570.

Endemik *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger (Lamiaceae)' in Uçucu Yağ Bileşenleri ve Kemotaksonomik Bir Yaklaşım

Ebru YÜCE BABACAN^{1*}

ÖZET: Bu çalışmada, Tunceli' de doğal olarak yetişen endemik *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger bitkisinin toprak üstü kısımlarından su distilasyonu ile elde edilen uçucu yağ bileşenlerinin tespiti yapılmıştır. Çalışma ile bitkinin uçucu yağ bileşenlerini tespit ederek tür ve cinsin taksonomisine katkıda bulunmak amaçlanmıştır. Çalışma materyali 2021 yılında Tunceli-Ovacık arasında çiçekli olarak toplanarak kurutulup hazır hale getirilmiştir. 100 g bitki örneğinden su distilasyonu yöntemi ile Clevenger aparatı kullanılarak 3 saat distile işlemi sonucu uçucu yağ elde edilmiştir. Analiz için GC/MS (Gaz Kromatografi/Kütle Spektrometresi) cihazı kullanılmıştır. Elde edilen uçucu yağda toplam 29 bileşen belirlenmiştir. Okaliptol (%28.9), timol (%14.3), 4 karvomethanol (%12.5), d-piperiton (%11.2), pinen (%6.3) ve terpineol (%5.7) yüksek orandaki bileşenlerdir. Bu bileşenlerden okaliptol/timol kemotip olarak düşünülebilir.

Anahtar Kelimeler: *Stachys*, endemik, uçucu yağ, Tunceli

Essential Oil Components of Endemic *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger (Lamiaceae) and A Chemotaxonomic Approach

ABSTRACT: In this study, the essential oil components obtained from the aerial parts of the endemic *Stachys tundjeliensis* Kit Tan & Sorger plant, which grows naturally in Tunceli, were determined by water distillation. The aim of the study was to determine the essential oil components of the plant and to contribute to the taxonomy of the species and genus. The study material was collected with flowers between Tunceli-Ovacık in 2021, dried and made ready. Essential oil was obtained from 100 g of plant samples by water distillation method and after 3 hours of distillation using Clevenger apparatus. GC/MS (Gas Chromatography/Mass Spectrometer) were used for analysis. A total of 29 components were determined in the essential oil obtained. Eucalyptol (28.9%), thymol (14.3%), 4 carvomethanol (12.5%), d-piperitone (11.2%), α -pinene (6.3%) and terpineol (5.7%) are high components. It can be considered as eucalyptol/thymol chemotype from these components.

Keywords: *Stachys*, endemic, essential oil, Tunceli

¹Ebru YÜCE BABACAN ([Orcid ID: 0000-0003-3128-3317](https://orcid.org/0000-0003-3128-3317)), Munzur Üniversitesi, Pertek Sakine Genç Meslek Yüksekokulu, Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü, Tunceli, Turkey

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Ebru YÜCE BABACAN, e-mail: ebruyuce@yahoo.com

GİRİŞ

Stachys L., Lamiaceae familyasına ait yaklaşık 300 tür içeren dünyada sıcak ve tropikal bölgelerde yetişen büyük bir cinstir (Akçiçek ve ark., 2012). *Stachys* cinsi, Türkiye’de 91 tür (115 takson) ile temsil edilir. Türkiye, bu cinsin tür çeşitliliği bakımından en zengin olduğu ülkelerden biridir (Güner ve ark., 2012). *Stachys* cinsi ülkemizde 2 altcins ve 15 seksiyona ayrılmıştır (Akçiçek ve ark., 2012). *Stachys tundjeliensis*, *Fragilicaulis* R. Bhattacharjee seksiyonu *Multibracteolatae* Bhattacharjee. altseksiyonuna aittir (Davis ve ark., 1988).

Stachys türleri eski çağlardan beri tıbbi amaçlarla kullanılmaktadır. Anadolu’da yaban çayı olarak tüketilir ve “Dağ çayı” olarak bilinir. Tıbbi önemi olan *Stachys* cinsi üyeleri, özellikle dalak ülserleri, öksürük ve skleroz, iltihaplanma ve genital tümörlerin tedavisinde kullanılır (Bahadori ve ark., 2020; Tundis ve ark., 2014; Zargari, 1995). *Stachys* türleri ayrıca ateş düşürücü, mideyi rahatlatan (Altundağ ve Öztürk., 2011), iltihap önleyici (Khanavi ve ark., 2005), kaygı önleyici (Rabbani ve ark., 2003), antibakteriyel (Grujic-Jovanovic ve ark., 2004), anti-nefritik (Hayashi ve ark., 1994), antikanser (Amirghofran ve ark., 2006), anti-helicobacter (Stamatis ve ark., 2003), antioksidan (Erdemoglu ve ark., 2006) ve sitotoksik etkiler (Haznagy-Radnai ve ark., 2008; Ferhat ve ark., 2017) gibi birçok farmakolojik aktiviteye sahiptir.

Bu cinsin türlerinin uçucu yağ kompozisyonları ile ilgili çok sayıda çalışma mevcuttur. Aynı seksiyonda yer aldığı *Stachys benthamiana* (Karami ve ark., 2015), *S. mardinensis* (Kaya ve ark., 2017), *S. subnuda* (Sen ve ark., 2019) ve *S. laetivirens* (Duman ve ark., 2005) taksonlarının uçucu yağ analizleri tespit edilmiştir. Ayrıca cinse ait *S. lavandulifolia*, *S. alopecuros*, *S. scardica*, *S. germanica*, *S. plumosa*, *S. recta*, *S. sylvatica*, *S. macrostachya*, *S. laxa*, *S. byzantina*, *S. germanica* ssp. *heldreichii* ve *S. euboica* türlerinin de uçucu yağları ile ilgili çalışmalar mevcuttur (Skaltsa ve ark., 2003; Javidnia ve ark., 2004; Grujic ve ark., 2004; Karaoğlan ve ark., 2021; Kiashi ve ark., 2021).

Stachys cinsinin uçucu yağ bileşenleri incelendiğinde esas olarak seskiterpenlerden ve oksijenli seskiterpenlerden oluşur. Cinsin uçucu yağının ana bileşenlerinin germakren D, karyofillen oksit, kadinen, spathulenol ve karyofillen olduğu görülmüştür. Ayrıca α -pinen, β -pinen, fellandren ve karvakrol gibi monoterpenler de *Stachys* türlerinde tespit edilmiştir (Gören ve ark., 2011; Altundağ ve ark., 2011; Gören, 2014; Polat ve ark., 2012).

Bu çalışmanın amacı endemik *Stachys tundjeliensis*’ in uçucu yağ bileşenlerini tespit etmektir. Bu türün uçucu yağ bileşenleri ilk defa bu çalışma ile saptanmıştır. Aynı seksiyonda olduğu türler ve cinsin diğer türleri ile karşılaştırma yapılmıştır.

MATERYAL VE METOT

Materyalin Elde Edilmesi

Çalışma materyali Tunceli-Ovacık arasında (B7 Tunceli: Tunceli-Ovacık arası, 15.km, yol kenarı, 1050 m, 39°17'00"N/39°25'57"E, 10.06.2021, E. Yüce 4023) 2021 yılının Haziran ayında çiçekli olarak toplanmıştır (Şekil 1). Analiz için bitkinin toprak üstü kısımları kullanılmıştır. Teşhisi yapıldıktan sonra herbaryum tekniklerine uygun şekilde hazırlanıp Munzur Üniversitesi’nde muhafaza edilmektedir.

Şekil 1. *S. tundjeliensis*' in habitatu

Uçucu Yağların Eldesi

Uçucu yağlar, 100 g bitki örneğinden su distilasyonu yöntemi ile Clevenger aparatı kullanılarak 3 saat distile işlemi sonucu elde edilmiştir. Uçucu yağların verimi belirlenerek, uçucu yağın kompozisyonu kalitatif ve kantitatif anlamda tespit edilmiştir (Linskens ve ark., 1997). Uçucu yağların kimyasal analizleri, Bingöl Üniversitesi Merkez laboratuvarında bulunan GC-MS (Gaz kromatografisi-Kütle spektrometrisi) ile yapılmıştır.

GC, GC-MS Analizleri

Analizler için Agilent 7890A model GC, 5975C model MS kullanılmıştır (Kolon BPX90 (100m x 0,25 mm x 0,25 µm, Kolon Akış Hızı 1 ml (taşıyıcı gaz helyum). Fırın sıcaklık programı 70°C (4 dak), 7°C /dak ile 250°C'ye (5 dak), 5°C/dak ile 300°C'ye (8dak), enjeksiyon sıcaklığı 280°C ve taşıyıcı gaz olarak helyum 1 mL/dk (%99,999 saflıkta) kullanılmıştır. Kromatografik çalışma prensibi şu şekildedir; sıcaklık 120 °C' den başlayarak 5 °C/dk' da 254 °C' ye ulaşır, sonra bu kısımda 16 dakika bekletilmiştir. Toplam analiz süresi 43 dakikadır. Enjeksiyon hacmi 1 µl ve splitless modu seçilerek yapılmış ve MS sonuçları, cihaz belleğindeki WILEY ve NIST kütüphaneleri ile karşılaştırılarak tespit edildi.

Küme Analizi

Su distilasyonu ile elde edilen uçucu yağlardan GC-MS kullanılarak tanımlanan bileşenlerden yüzdelik oranı yüksek ilk 10 ana bileşen ($\geq 1\%$) seçilmiş ve sayısal taksonomik yöntemlerden küme analizine tabi tutulmuştur (Çizelge 1). Bunun için IBM SPSS Statistics 28.0. paket programı ve UPGMA istatistik yöntemi kullanılmıştır. Bu analizlerin sonuçları dendrogram olarak alınmış ve sayısal kemotaksonomik ilişkiler açısından değerlendirilmiştir. *S. tundjeliensis*' in uçucu yağ bileşenleri ve daha önce çalışılan *Fragilicaulis* seksiyonu üyeleri UPGMA (Aritmetik Ortalamalı Ağrılıksız Çift Grubu Yöntemi) kullanılarak karşılaştırılmıştır.

Çizelge 1. *Fragilicaulis* seksiyonu üyelerinin küme analizinde kullanılan uçucu yağ ana bileşenleri ve oranları

<i>S. tundjeliensis</i>	<i>S. benthamiana</i>	<i>S. mardinensis</i>	<i>S. subnuda</i>	<i>S. laetivirens</i>
okaliptol (%28.9)	β-bisabolen (%19.2)	mentil asetat (%15.3)	fitol (%25.2)	nonakosan (%23.1)
timol (%14.3)	humulen epoksidi II (%10.7)	isomenton (%15.0)	β-karyofillen (%11.2)	fitol (%17.9)
4 karvomethanol (%12.5)	epi-α-bisabolol (%7.2)	pulegon (%10)	germakren D (%6.9)	α-bisabolol (%6.8)
d-piperiton (%11.2)	(E)-γ-bisabolen (%6.9)	mentol (%8.4)	heksadekanoik asit (%6.9)	heptakosan (%4.7)
α-pinen (%6.3)	n-dekanal (%6.8)	spathulenol (%7.0)	linalool (%4.9)	germakren d (%3.3)
α-terpineol (%5.7)	caryophyllene oxide(%6.6)	karyofillen oksit (%6.7)	bisiklogermakren(%2.7)	heksadekanoik asit (%3.7)
γ-terpinen (%4.8)	diisobutilfitalat (%4.9)	isometilasetat (%4.3)	heptakosan (%2.7)	β-karyofillen (%2.6)
sabinen (%3.4)	n-dekanol (%4.0)	cis-piperiton oksit (%2.9)	heksahidrofarmesil aseton (%2.2)	permtakosan (%1.9)
delta-3-karen (%2.9)	dodekanal (%3.8)	bisiklogermakren(%2.7)	α-pinen (%1.8)	heksahidrofarmesil aseton (%1.5)
1.4-sineol (%1.7)	n-oktadekan (%3.2)	neoisomentol (%2.2)	karyofillen oksit (%1.6)	linalool (%1.2)

BULGULAR VE TARTIŞMA

Endemik *Stachys tundjeliensis* bitkisinin toprak üstü kısımlarından su distilasyonu ile elde edilen uçucu yağ bileşenleri tespit edilmiştir. Bu bileşenler GC/MS, GC (Gaz Kromatografi) ve MS (Kütle Spektrometresi) ile saptanmıştır. Bu türe ait uçucu yağ verimi 100 gr. örnek üzerinden 0.5 ml olarak bulunmuştur. İncelenen bitkiye ait uçucu yağ kompozisyonu %98.4 oranında tanımlanmış ve Çizelge 2' de gösterilmiştir. Toplam 29 bileşen belirlenmiştir. Okaliptol (%28.9), timol (%14.3), 4 karvomethanol (%12.5), d-piperiton (%11.2), pinen (%6.3) ve terpineol (%5.7) yüksek orandaki bileşenlerdir. Ayrıca incelediğimiz tür de monoterpenler bileşen oranı, seskiterpenlerden daha fazladır.

Major bileşenlerden olan pinen, *S. alopecuros* (%1.8), *S. scardica* (%19.7) (Skaltsa ve ark., 2003), *S. lavandufolia* (%8.4) (Javidnia ve ark., 2004), *S. germanica* (%1.58), *S. plumosa* (%35.84), *S. recta* (%5.42), *S. sylvatica* (%1.85) (Grujic ve ark., 2004), *S. macrostachya* (%9.7) (Karaoğlan ve ark., 2021), *S. laxa* (%9.44) ve *S. byzantina* (%3.09) (Kiashi ve ark., 2021) taksonlarında da ana bileşen olarak saptanmıştır. *Stachys tundjeliensis*' de ana bileşenlerden olan timol bileşeni, *S. alopecuros* (%0.1) bitkisinde minor bileşen olarak saptanmıştır (Skaltsa ve ark., 2003). % 4.8 oranında bulunan terpinen bileşeni *S. lavandufolia* (%0.6-1.4) (Feizbaksh ve ark., 2003; Javidnia ve ark., 2004) ve *S. plumosa* (%0.13) (Grujic ve ark., 2004) türlerinde de tespit edilmiştir. Bizim çalışmamızda tespit edilen yüksek bileşenlerden terpineol, *S. recta* (%4.6) (Skaltsa ve ark., 2003) ve *S. pilifera* (%3.3) (Hashemi ve ark., 2021) taksonlarında da major bileşenlerdendir. Ayrıca bu bileşen, *S. alopecuros* (%0.2), *S. germanica* ssp. *heldreichii* (%0.2), *S. euboica* (%0.3), *S. menthifolia* (%0.1) (Skaltsa ve ark., 2003) ve *S. lavandufolia* (%0.2-0.3) (Feizbaksh ve ark., 2003; Javidnia ve ark., 2004) türlerinde minor bileşenlerdendir.

Aynı seksiyonda yer aldığı *S. benthamiana* türünde β -bisabolen (19.2%), humulen epokside II (10.7%), epi- α -bisabolol (7.2%), (E)- γ -bisabolen (6.9%), n-dekanal (6.8%) ve karyofillen oksit (6.6%) (Karami ve ark., 2015); *S. mardinensis* türünde mentil asetat (15.3%), isomenton (15.0%), pulegon (10%), spathulenol (7.0%) vekaryofillen oksit (6.7%) (Kaya ve ark., 2017), *S. subnuda* türünde fitol (25.2%), β -karyofillen (11.2%), germakren D (6.9%) ve heksadekanoik asit (6.9%) (Sen ve ark., 2019); *S. laetivirens* türünde ise nonakosan (23.1%) ve fitol (17.9%) (Duman ve ark., 2005) major bileşen olarak saptanmıştır.

Stachys cinsine ait 22 türün ile yapılan çalışmada germakren-D, β -karyofillen, karyofillen oksit, spathulenol ve α -kadinen ana bileşenler olarak belirlenmiştir (Gören ve ark., 2011). *Stachys pilifera* türünde cis-krizantenil asetat (%24.9), viridiflorol (%18.3), trans-karyofillen (%9.8), karyofillen oksit (%4.6), α -terpineol (%3.3) ve linalool (%3.1) (Hashemi ve ark., 2021). *Stachys lavandulifolia*' da spathulenol, myrcene, β -pinen, δ -kadinen, and α -muurolol (Hazrati ve ark., 2020), *Stachys macrostachya*' da ise germakren D (%12.2), globulol (%10.9), α -pinen (%9.7) ve valensen (%7.6) (Karaoğlan ve ark., 2021) ana bileşen olarak tespit edilmiştir.

İran'da endemik *Stachys pilifera* Benth taksonuyla yapılan çalışmada cis-krizantenil asetat (%19.1-48.2), viridiflorol (%1.4-19.1), trans-karyofillen (%2.3-11.9), karyofillen oksit (%1.9-11.0), limonen (%2.0- 5.9) ve spathulenol (%0.0- 9.5) en bol bulunan uçucu yağ bileşeni olarak saptanmıştır. Kemotip olarak; kemotip I (cis-krizantenil asetat), kemotip II (cis-krizantenil asetat/viridiflorol), kemotip III (cis-krizantenil asetat/viridiflorol/spathulenol), kemotip IV (cis-krizantenil asetat/trans-caryophyllene/ α -pinen), cis-krizantenil asetat, cis-krizantenil asetat/viridiflorol, cis-krizantenil asetat/viridiflorol/spathulenol, cis-krizantenil asetat/trans-karyofillen/ α -pinen bulunmuştur (Jahantab ve ark., 2021).

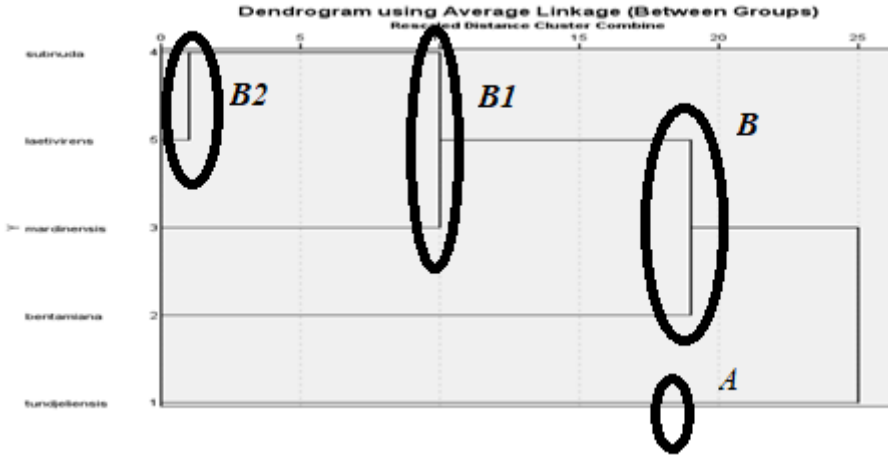
Çizelge 2. *Stachys tundjeliensis* uçucu yağının GC-MS analizi ve yüzde oranı

No	Bileşenler	RI	<i>Stachys tundjeliensis</i> (% Oran)
1	δ-3-karen	1105	2.9
2	α-pinen	1117	6.3
3	γ-terpinen	1127	4.8
4	sabinen	1142	3.4
5	1,4-sineol	1152	1.7
6	timol	1163	16.2
7	4-karvomentenol	1172	12.5
8	okaliptol	1176	28.9
9	tujil asetat	1271	0.4
10	sikloheksanon	1307	0.1
11	trans-2-isopropenil-5-metilsikloheksanon	1310	0.1
12	sabinen hidrat	1319	1.0
13	terpinen-4-ol	1333	0.2
14	trans-ment-2-en-1-ol	1342	0.3
15	germakren d	1348	1.0
16	piperitol asetat	1360	0.2
17	α-terpineol	1373	5.7
18	piperitol	1386	0.3
19	mirtenol	1409	0.1
20	nopinon	1421	0.1
21	trans-3(10)-karen-2-ol	1441	0.1
22	sabina keton	1453	0.3
23	d-piperiton	1467	11.2
24	d-piperiton-ol	1476	0.1
25	cis-jasmon	1548	0.1
26	karvakrol	1560	0.1
27	pinkarvon	1563	0.1
28	p-cymen-7-ol	1569	0.1
29	β-eudesmol	1603	0.1
	Oksijenli monoterpenler		78.5
	Monoterpen hidrokarbonlar		18.7
	Oksijenli sesquiterpenler		0.1
	Diğer		1.1
Toplam			98.4

RI: Nispi Alkonma İndeksi

Bu çalışmada, *Fragilicaulis* seksiyonuna bağlı 5 *Stachys* (*S. tundjeliensis*, *S. benthamiana* (Karami ve ark., 2015), *S. mardinensis* (Kaya ve ark., 2017), *S. subnuda* (Sen ve ark., 2019) ve *S. laetivirens* (Duman ve ark., 2005)) türünün göstermiş olduğu kimyasal benzerlik ve farklılıklarını tespit etmek amacıyla toprak üstü kısımlarından elde edilen uçucu yağ bileşenleri ile kümeleme analizi yapılmıştır. İncelenen türün uçucu yağ bileşenlerinden 10 ana bileşen üzerinden yapılan kümeleme analizi sonucunda, daha önce çalışılan *Stachys* cinsi *Fragilicaulis* seksiyonu türleri de dahil edilerek aşağıda gösterilen dendrogram ortaya çıkarılmıştır (Şekil 2).

Bu kümeleme analizine göre; iki ana grup oluşmuştur. *S. tundjeliensis* diğer 4 türden farklılık gösterip bir ana grup (A) oluşturmuştur. İkinci ana grupta (B) ise diğer 4 tür (*S. benthamiana*, *S. mardinensis*, *S. subnuda* ve *S. laetivirens*) yer almaktadır. Dendrogramdaki en küçük grubu (B2) *S. subnuda* ile *S. laetivirens* oluşturmuştur.



Şekil 2. Uçucu yağ bileşenlerine göre *Fragilicaulis* taksonlarının kümeleme analizi

Kimyasal açıdan birbirine en yakın tür olarak tespit edilmiştir. *S. subnuda* ile *S. laetivirens* türleri *S. mardinensis* ile ayrı bir grupta (B1) yer almıştır (Şekil 2). Bu sonuçlar morfolojik karakterler ile karşılaştırıldığında *S. subnuda*, *S. laetivirens* ve *S. tundjeliensis* taksonları morfolojik olarak benzerlik göstermektedir (Davis ve ark., 1988). Bu çalışmada *S. subnuda* ve *S. laetivirens* türleri kimyasal yönden benzerlik gösterdiği ve morfolojik çalışmalarla paralellik görülmüştür (Karami ve ark., 2015; Kaya ve ark., 2017; Sen ve ark., 2019; Duman ve ark., 2005). Fakat *S. tundjeliensis*'in kimyasal içeriğinin farklılık gösterdiği görülmektedir.

SONUÇ

Bu çalışmada, *Stachys tundjeliensis*' in uçucu yağ kompozisyonu ilk kez belirlenmiş olup toplam 29 bileşen (% 98.4) saptanmıştır. Okaliptol (%28.9), timol (%14.3), 4 karvomethanol (%12.5), d-piperiton (%11.2), α -pinen (%6.3) ve α -terpineol (%5.7) yüksek orandaki bileşenlerdir. Ayrıca incelediğimiz tür de monoterpenler bileşen oranı, seskiterpenlerden daha fazladır. Bu bileşenlerden okaliptol/timol kemotip olarak düşünülebilir. *Stachys tundjeliensis*' den elde edilen uçucu yağ bileşenleri literatürdeki cinsin diğer türlerinden elde edilen sonuçlar ile karşılaştırılmıştır. Ana bileşenler üzerinden yapılan kümeleme analizi sonucu aynı altseksiyonda yer aldığı türlerden kimyasal olarak farklılıklar göstermiştir. *Stachys* cinsi türlerinin, uçucu yağ bileşenlerindeki farklılıklar genetik, coğrafik ve farklı iklim koşullarından kaynaklanabilir. Cinsin ana bileşenlerini karakterize etmek için daha ileri çalışmalar önerilir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Akcicek E, Dirmenci T, Dünder E, 2012. Taxonomical notes on *Stachys* sect. Eriostomum (Lamiaceae) in Turkey. Turkish Journal of Botany, 36: 217-234.
- Altundag E, Ozturk M, 2011. Ethnomedicinal studies on the plant resources of east Anatolia, Turkey, Procedia – Social and Behavioral Sciences, 19: 756-777.
- Amirghofran Z, Bahmani M, Azadmehr A, Javidnia K, 2006. Anticancer effects of various Iranian native medicinal plants on human tumor cell lines. Neoplasma, 53: 428-433.

- Bahadori MB, Zengin G, Dinparast L, Eskandani M, 2020. The health benefits of three Hedgenettle herbal teas (*Stachys byzantina*, *Stachys inflata* and *Stachys lavandulifolia*) profiling phenolic and antioxidant activities. *European Journal of Integrative Medicine*, 36:101-134.
- Davis PH, Tan K, MRD (eds), 1988. *Flora of Turkey and The East Aegaen Islands* 10, Edinburg University Press., Edinburgh.
- Duman H, Kartal M, Altun L, Demirci B, Husnu K, Baser K, 2005. The essential oil of *Stachys laetivirens* Kotschy & Boiss. Ex Rech. fil., endemic in Turkey, *Flavour and Fragrance Journal*, 20: 48-50.
- Erdemoglu N, Turan NN, Cakıcı I, Sener B, Aydın A, 2006. Antioxidant activities of some *Lamiaceae* plant extracts, *Phytother Research*, 20: 9-13.
- Feizbaksh A, Tehrani MS, Rustaiyan A, Masoudi S, 2003. Composition of the Essential Oil of *Stachys lavandulifolia* Vahl. from Iran, *Journal of Essential Oil Research*, 15: 72-73.
- Ferhat M, Erol E, Beladjila KA, Cetintas Y, Duru ME, Ozturk M, Kabouche A, Kabouche Z. 2017. Antioxidant, anticholinesterase and antibacterial activities of *Stachys guyoniana* and *Mentha aquatica*, *Pharmaceutical Biology*, 55: 324-329.
- Goren AC, Piozzi F, Akçiçek E, Kılıç T, Mozioglu E, Çarıkçı S, Seitzer WN, 2011. Essential oil composition of twenty-two *Stachys* species (mountaintea) and their biological activities. *Phytochemistry Letters*, 4: 448-453.
- Goren AC, 2014. Use of *Stachys* species (Mountain Tea) as herbal tea and food. *Records of Natural Products*, 8: 71–82.
- Grujic S, Skaltsa HD, Marin P, Sokovic M, 2004. Composition and antimicrobial activity of the essential oil of six *Stachys* species from Serbia. *Flavour And Fragrance Journal*, 19: 139-144.
- Güner A, Aslan S, Ekim T, Vural M, Babaç MT, 2012. *Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler) (A Checklist of the Flora of Turkey (Vascular Plants))*. Araştırmaları Derneği ve Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi Yayını, İstanbul, Turkey.
- Hashemi SMB, Khodaei D, Jahantab E, Lacroix M, 2021. Chemical composition, antimicrobial, antioxidant and cytotoxic activity of the essential oil from the leaves of *Stachys pilifera* Benth, *FEMS Microbiology Letters*, 368: 9
- Hayashi K, Nagamatsu T, Ito M, Hattori T, Suzuki Y, 1994. Acotoside, a component of *Stachys sieboldii* MIQ, may be a promising antinephritic agent. 1. Effects of acetoside on crescentic-type anti-GBM nephritis in rats. *Japanese Journal of Pharmacology*, 65: 143-151.
- Haznagay-Radnai E, Réthy B, Czigle S, Zupkó I, Wéber E, Martinek T, Máthé I. 2008. Cytotoxic activities of *Stachys* species. *Fitoterapia*, 79: 595-597.
- Hazrati S, Rowshan V, Hosseini J, Sedaghat M, Mohammadi H, 2020. Variation of Essential Oil Composition and Antioxidant Activity in Aerial Parts of *Stachys schtschegleevi* Sosn at Different Growing Stages, *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 23: 1054-1071.
- Javidnia K, Mojab F, Mojahedi SA. 2004. Chemical constituents of the essential oil of *Stachys lavandulifolia* Vahl from Iran. *Iranian Journal Pharmac Res* 3: 61–63.
- Jahantab E, Morshedloo M.R, Maggi F, 2021. Essential oil variability in *Stachys pilifera* Benth populations: a narrow endemic species of Iran, *Natural Product Research*, 35: 2588-2592.
- Karaoglan ES, Gormez A, Yılmaz B, Kacı FN, Ozgen U, 2021. Composition and bioactivity of essential oil from *Stachys macrostachya* (Wend.) Briq. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, 93: 3.
- Karami A, Dehghan-Mashtani N, 2015. Composition of the essential oil of *Stachys benthamiana* Boiss. From the south of Iran. *Natural Product Research*. 29: 1473-1476.

- Kaya A, Demirci B, Doğu S, Dinç M, 2017. Composition of the essential oil of *Stachys sericantha*, *S. gaziantepensis*, and *S. Mardinensis* (Lamiaceae) from Turkey, International Journal of Food Properties, 20: 2639-2644.
- Kiashi F, Hadjiakhoondi A, Tofighi Z, Khanavi M, Ajani Y, Koulaei SA, Yassa N, 2021. Compositions of Essential Oils and Some Biological Properties of *Stachys laxa* Boiss. & Buhse and *S. byzantina* K. Koch. Research Journal of Pharmacognosy. 8: 5-15.
- Khanavi M, Sharifzadeh M, Hadjiakhoondi A, Shafiee A, 2005. Phytochemical investigation and anti-inflammatory activity of aerial parts of *Stachys byzanthina* C. Koch. Journal Ethnopharmacology, 97:463-468.
- Linskens H. Jackson JF, 1997. Modern Methods of Plant Analysis, Vol. 12: Essential Oils and waxes, Springer, Germany.
- Polat R, Selvi S, Cakılcıoğlu U, Acar M, 2012. Investigations of Ethnobotanical Aspect of Wild Plants Sold in Bingöl (Turkey) Local Markets, Biological Diversity and Conservation, 5: 155-161.
- Rabbani M, Sajjadi S, Zarei E, 2003. Anxiolytic effects of *Stachys lavandulifolia* Vahl on the elevated plus-maze model of anxiety in mice. Journal of Ethnopharmacology, 89: 271-276.
- Sen A, Kurkcuoğlu M, Bitis L, Dogan D, Baser K, 2019. Chemical composition of endemic *Stachys subnuda* Montbret & Aucher ex Benth. Essential oil and its anti-inflammatory and antioxidant activities, Journal of Essential Oil Research, 31: 326-334.
- Skaltsa HD, Demetzos C, Lazarı D, Sokovic M, 2003. Essential oil analysis and antimicrobial activity of eight *Stachys* species from Greece. Phytochemistry, 64: 743-752.
- Stamatis G, Kyriazopoulos P, Golegou S, Basayiannis A, Skaltsas S, Skaltsa H, 2003. In vitro anti-*Helicobacter pylori* activity of Greek herbal medicines. Journal of Ethnopharmacology, 88: 175-179.
- Tundis R, Peruzzi L, Menichini F, 2014. Phytochemical and biological studies of *Stachys* species in relation to chemotaxonomy: a review. Phytochemistry, 102: 7-39.
- Zargari A, 1995. Medicinal plants. Tehran University Publications.

To Cite: Eroğlu HE, Martin E, Hamzaoğlu E, Koç M, Yavaş FN, Bozkurt H, Karakaş E, 2022. New Chromosomal Data of *Dianthus* Section *Leiopetali* (Caryophyllaceae, Sileneae). Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 571-577.

New Chromosomal Data of *Dianthus* Section *Leiopetali* (Caryophyllaceae, Sileneae)

Halil Erhan EROĞLU^{1*}, Esra MARTİN², Ergin HAMZAOĞLU³, Murat KOÇ⁴,
Fatma Nagehan YAVAŞ², Havva BOZKURT², Esra TANHAŞ²

ABSTRACT: In section *Leiopetali*, the diploid chromosome numbers were reported from only six of total 25 taxa. There is no karyological data relating to other 19 taxa. In this study, it is intended to determine the diploid chromosome numbers of taxa of section *Leiopetali*. The diploid number of 13 species were detected, four of which were recorded for the first time and nine numbers compatible with the previous reports. Twelve species were diploid with $2n = 2x = 30$. *D. leptopetalus* was diploid and polyploid, which reveals only one polyploidy level of tetraploidy ($2n = 4x = 60$). Polyploidy might have played a role in the karyotype evolution of the genus. One of the most important reasons for this situation is that although polyploidy is observed in the genus *Dianthus*, the dysploidy mechanism that causes a change in the basic chromosome number has not been found until now. The basic number is $x = 15$ according to the all chromosomal reports. In conclusion, this study reports new data into the karyological characteristics of section *Leiopetali* (genus *Dianthus*) that can be useful for interpreting or understanding relationships among sections.

Keywords: *Dianthus*, *Leiopetali*, cytotaxonomy, polyploidy

¹ Halil Erhan EROĞLU ([Orcid ID: 0000-0002-4509-4712](https://orcid.org/0000-0002-4509-4712)), Yozgat Bozok University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Biology, Yozgat, Turkey

² Esra MARTİN ([Orcid ID: 0000-0002-5484-0676](https://orcid.org/0000-0002-5484-0676)), Fatma Nagehan YAVAŞ ([Orcid ID: 0000-0002-2290-0398](https://orcid.org/0000-0002-2290-0398)), Havva BOZKURT ([Orcid ID: 0000-0003-0223-2895](https://orcid.org/0000-0003-0223-2895)), Esra TANHAŞ ([Orcid ID: 0000-0002-4564-5991](https://orcid.org/0000-0002-4564-5991)), Necmettin Erbakan University, Faculty of Science, Department of Biotechnology, Konya, Turkey

³ Ergin HAMZAOĞLU ([Orcid ID: 0000-0001-6053-6796](https://orcid.org/0000-0001-6053-6796)), Gazi University, Gazi Education Faculty, Department of Mathematics and Science Education, Ankara, Turkey

⁴ Murat KOÇ ([Orcid ID: 0000-0002-0829-4571](https://orcid.org/0000-0002-0829-4571)), Yıldırım Beyazıt University, Institute of Public Health, Department of Traditional, Complementary and Integrative Medicine, Ankara, Turkey

* **Corresponding Author:** Halil Erhan EROĞLU, e-mail: herhan.eroglu@bozok.edu.tr

INTRODUCTION

Dianthus L., contains more than 300 species, is one of the largest genus of family Caryophyllaceae. The species spread in the Mediterranean region of Europe and Asia (Şahin et al., 2016; Altay et al., 2017; Hamzaoglu et al., 2021). However, a few species are distributed America and Africa (Madhani et al., 2018).

“Flora Orientalis” was the first study that has detailed information related to Turkish *Dianthus* species (Boissier, 1867). In this study, it was mentioned from 89 *Dianthus* taxa and 48 of them were related to the Flora of Turkey. In addition, the genus was divided into five groups: *Carthusiani* Boiss., *Dentati* Boiss., *Fimbriati* Boiss., *Leiopetali* Boiss., and *Verruculosi* Boiss. Afterwards, genus *Dianthus* was divided into 3 subgenera, which were *Carthusianastrum* F.N.Williams, *Caryophyllastrum* F.N.Williams, and *Proliferastrum* F.N.Williams, into many subsections and sections including groups given by Boissier (Williams, 1893). “Flora of Turkey and the East Aegean Islands” was the first work mentioned from only Turkish taxa and had first the group key (Reeve, 1967). In this work, genus *Dianthus* was divided into 5 sections: *Carthusiani*, *Dentati*, *Fimbriati*, *Leiopetali*, and *Verruculosi*.

The taxa of section *Leiopetali* are distinguished from other taxa with short leaf sheaths (not longer than $3 \times$ stem diameter), entire, subentire or dentate petal margins (not fimbriate), glabrous petal surfaces (not barbate), and not verruculose calyx (Boissier, 1867; Reeve, 1967). The section *Leiopetali* includes 25 species in the Flora of Turkey (Reeve, 1967). *Leiopetali* is one of the sections containing the highest number of taxa of the genus *Dianthus* in Turkey (Reeve, 1967). The current literature has been used in writing the valid names and taxonomic status of the section *Leiopetali* species of Turkish *Dianthus* (Hamzaoglu, 2021).

The chromosome counts (basic, x and diploid, $2n$) are the most major parameters related to the genome of taxa. These parameters can be obtained cheaply and easily in a short time and these features are their important advantages. Therefore, chromosome data of plant organisms have been recorded worldwide since the nineteenth century (Stace, 2000). Karyological analysis is important part of cytotaxonomic works in plants. Especially, it is widely used in supporting taxonomic data (Kashmenskaya and Polyakov, 2008). In genus *Dianthus*, the basic chromosome number is $x = 15$ (Carolin, 1957) and diploid number of many species is $2n = 30$ (Darlington and Wylie, 1956; Sünter, 1979; Iyer, 1991; Başak and Güler, 2000; Şahin et al., 2016; Altay et al., 2017).

In section *Leiopetali*, the chromosome numbers were reported from 11 of total 25 taxa. *D. andronakii* Woronow ex Schischk., *D. arpadianus* Ade & Bornm., *D. ingoldbyi* Turrill, *D. lactiflorus* Fenzl, *D. leucophaeus* Sm., *D. micranthus* Boiss. & Heldr., *D. robustus* Boiss. & Kotschy and *D. zederbaueri* Vierh. are only diploid with $2n = 2x = 30$. Three taxa are diploid and polyploid, which reveal two different polyploidy levels of tetraploidy ($2n = 4x = 60$) and hexaploidy ($2n = 6x = 90$) (Darlington and Wylie, 1956; Sünter, 1979; Iyer, 1991; Başak and Güler, 2000). There is no chromosomal record related to other 14 taxa. In this study, it is intended to detect the chromosome numbers of other taxa. Thus, significant contributions will be made to cytotaxonomy of section *Leiopetali*. In addition, there are three critically endangered (CR) taxa (*D. ingoldbyi*, *D. robustus*, and *D. zederbaueri*) studied, which is quite important for the continuation of them.

MATERIALS and METHODS

Plant Samples

Thirteen species of section *Leiopetali* were collected from the distribution areas in Turkey (Table 1). Plant samples were deposited at the herbarium of the Gazi University (GAZI) in Ankara.

Table 1. The collection information of section *Leiopetali* (*Dianthus*) by last taxonomic status and valid names

Taxa (alphabetically)	Distribution regions and collection information
<i>D. andronakii</i> Woronow ex Schischk.	Turkey. Artvin: Ardanuç, on road of Sakarya village, 1165 m a.s.l., 3 July 2013, calcereous rocks, Hamzaoğlu 6807 & Koç (GAZI).
<i>D. arpadianus</i> Ade & Bornm.	Turkey. Balıkesir: Edremit, Kazdağı National Park, on road of Sarıkız Hill, 1300 m a.s.l., 25 June 2012, forest clearings and rocks, Hamzaoğlu 6352, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. cretaceus</i> Adams	Turkey. Ardahan: Posof, Kolköy, on road of Arsiyan Mountain, 2270 m a.s.l., 26 August 2012, grassy slopes, Hamzaoğlu 6644 & Koç (GAZI).
<i>D. ingoldbyi</i> Turrill	Turkey. Çanakkale: Bozcaada, south of Sulubahçe village, Ayazma beach, 10 m a.s.l., 6 August 2012, coastal cliffs, in Phrygana, Hamzaoğlu 6591, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. lactiflorus</i> Fenzl	Turkey. Niğde: Ulukışla, Bolkar Mountain, Maden village, South of Meydan Yaylası, 2400 m a.s.l., 26 July 2012, grassy slopes, Hamzaoğlu 6523, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. leptopetalus</i> Willd.	Turkey. Edirne: Between Havsa and Edirne, 95 m a.s.l., 26 June 2012, grassy slopes, Hamzaoğlu 6371, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. liboschitzianus</i> Ser. ex DC.	Turkey. Erzincan: Between Erzincan and Refahiye, around Karadağ R/L station, 2820 m a.s.l., 24 August 2012, stony slopes, Hamzaoğlu 6619 & Koç (GAZI).
<i>D. micranthus</i> Boiss. & Heldr.	Turkey. Karaman: Ermenek, between Başyayla and Taşkent, 7-9. km, 1810 m a.s.l., 21 June 2006, calcareous rocky places, Hamzaoğlu 4015, Aksoy & Budak (GAZI).
<i>D. multicaulis</i> Boiss. & A.Huet	Turkey. Ardahan: Posof, Kolköy, on road Arsiyan Mountain, 2290 m a.s.l., 26 August 2012, meadows, grassy slopes, Hamzaoğlu 6647, Aksoy & Budak (GAZI).
<i>D. pallens</i> Sibth. & Sm. var. <i>oxylepis</i> Boiss.	Turkey. Karaman: Between Karaman and Seyithasan, 1200 m a.s.l., <i>Juniperus</i> sp. clearings, 18 June 2013, Hamzaoğlu 6771, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. robustus</i> Boiss. & Kotschy	Turkey. Muş: Varto, above Sağlıcak village, Sırınk place, 2100 m a.s.l., 25 July 2013, grassy and stony slopes, Hamzaoğlu 6933, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. siphonocalyx</i> Blakelock	Turkey. Şanlıurfa: Gaziantep-Şanlıurfa motorway, about 20 km from Şanlıurfa, 805 m a.s.l., 9 July 2012, stony slopes, Hamzaoğlu 6434, Aksoy & Koç (GAZI).
<i>D. zederbaueri</i> Vierh.	Endemic. Turkey. Kayseri: Hacılar, Erciyes Mountain, around Ski Resort, Perilikartın place, 2155 m a.s.l., tuffaceous slopes, igneous cliffs, 7 July 2012, Hamzaoğlu 6411 & Koç (GAZI).

Preparation and observation

All chromosome preparations were made by squash technique. Root-tip meristems were obtained from seeds by germinating on wet filter paper in Petri dishes at room temperature. Firstly, root tips were pretreated for 16 h in α -monobromonaphthalene at 4°C, fixed in 3:1 absolute alcohol/glacial acetic acid, hydrolyzed with 1 N HCl for 9 min at room temperature, stained with 2% aceto-orcein for 3 h at room temperature, and squashed in a drop of 45% acetic acid. The permanent slides were made by mounting in Depex (Eroğlu and Budak, 2020; Eroğlu et al., 2021). The chromosomes were counted by Software Image Analyses (Bs200ProP) loaded on a personal computer. At least 10 metaphase microphotographs used to detect chromosome number.

RESULTS and DISCUSSION

Chromosome Number

Figure 1 represents metaphase plates selected from the most prominent chromosome images of section *Leiopetali*. The chromosome numbers of four species were reported for the first time: *D. cretaceus*, *D. liboschitzianus*, *D. multicaulis*, and *D. siphonocalyx* ($2n = 30$). The chromosome numbers of nine taxa were same of previous reports, which were *D. andronakii*, *D. arpadianus*, *D. ingoldbyi*, *D. lactiflorus*, *D. leptopetalus*, *D. micranthus*, *D. pallens* var. *oxylepis*, *D. robustus*, and *D. zederbaueri* (Darlington and Wylie, 1956; Petrova, 1975; Sünter, 1979; Başak and Güler, 2000; Martin et al., 2017) (Table 2). The detailed chromosomal measurements were not obtained due to small

chromosomes with indistinct centromere region. Two different diploid numbers such as $2n = 30$ and $2n = 60$ were determined and $2n = 30$ was the most reported diploid number in the genus *Dianthus*. *D. leptopetalus* was the only taxon with two different numbers by $2n = 30$ and 60.

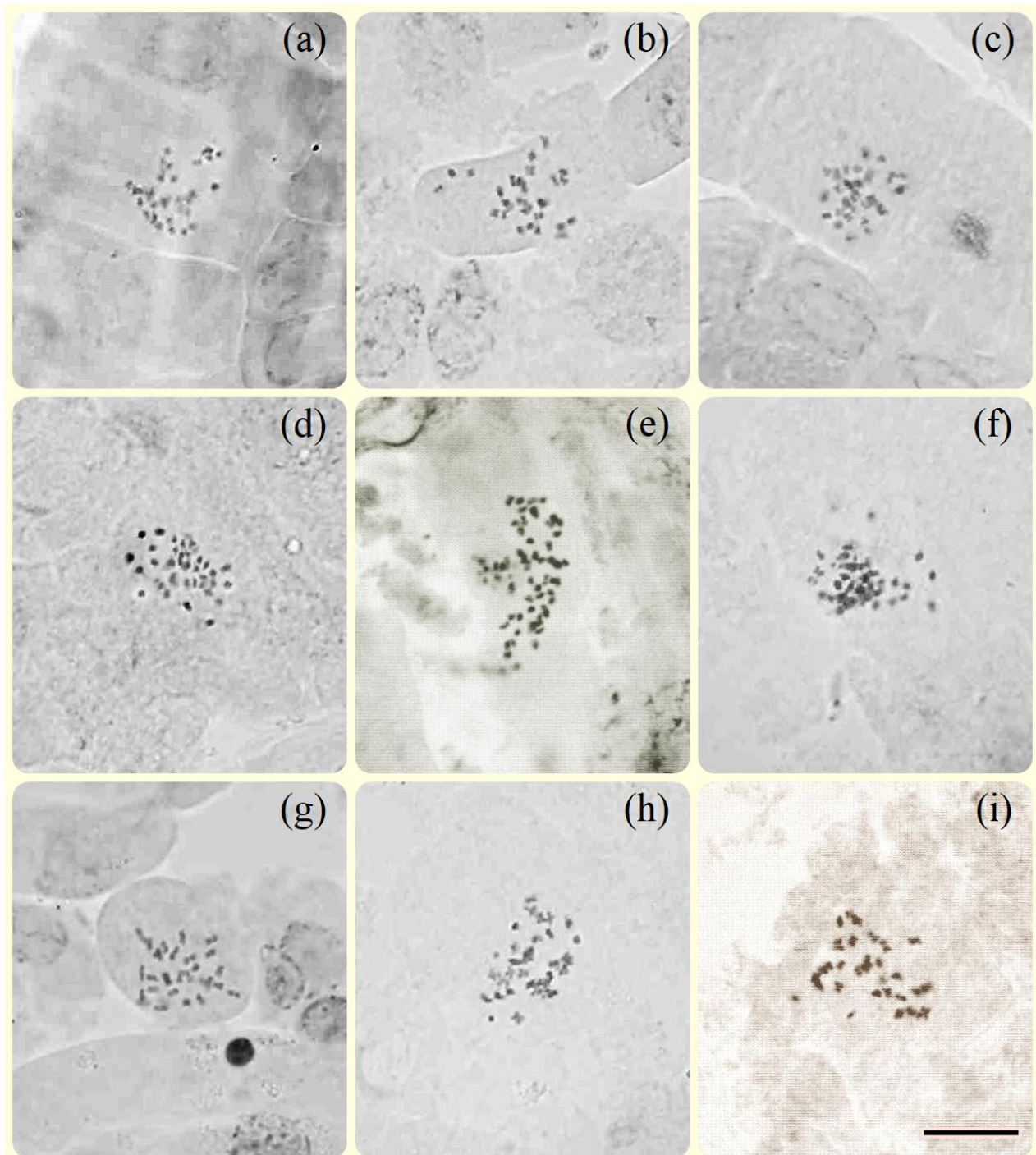


Figure.1. Mitotic metaphase chromosomes of *D. andronakii* (a), *D. cretaceus* (b), *D. ingoldbyi* (c), *D. leptopetalus* ($2n = 30$) (d), *D. leptopetalus* ($2n = 60$) (e), *D. micranthus* (f), *D. pallens* var. *oxylepis* (g), *D. robustus* (h), and *D. siphonocalyx* (i). Scale bar = 10 μm

Table 2. The chromosome counts of the investigated taxa in present and previous studies

Taxa (alphabetically)	Previous results x : basic number $2n$ (ploidy level)	References	Present Results x : basic number $2n$ (ploidy level)	Observation
<i>D. andronakii</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Başak and Güler, 2000 Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. arpadianus</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. cretaceus</i>			$x = 15$ 30 (diploid)	First report
<i>D. ingoldbyi</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Başak and Güler, 2000 Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. lactiflorus</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. leptopetalus</i>	$x = 15$ 30 (diploid) 60 (tetraploid)	Darlington and Wylie, 1956 Sünter, 1979	$x = 15$ 30 (diploid) 60 (tetraploid)	Equal count
<i>D. liboschitzianus</i>			$x = 15$ 30 (diploid)	First report
<i>D. micranthus</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. multicaulis</i>			$x = 15$ 30 (diploid)	First report
<i>D. pallens</i> var. <i>oxylepis</i>	$x = 15$ 30 (diploid) 60 (tetraploid)	Petrova, 1975 Sünter, 1979	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. robustus</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count
<i>D. siphonocalyx</i>			$x = 15$ 30 (diploid)	First report
<i>D. zederbaueri</i>	$x = 15$ 30 (diploid)	Martin et al., 2017	$x = 15$ 30 (diploid)	Equal count

Basic number and ploidy levels

The *Leiopetali* was a monobasic section by $x = 15$ with ploidy levels of $2x$ and $4x$. Twelve taxa were diploid with $2x = 30$ (92.30% of the taxa) and only one taxon (*D. leptopetalus*) was diploid and polyploid with $2x = 30$ and $4x = 60$ (7.70% of the taxa). Polyploidy mechanism might have played an important role in the karyotype evolution of the genus *Dianthus*. Genus *Dianthus* was a monobasic ($x = 15$) by different sections having polyploid origins, which were $3x$, $4x$, $6x$, and $8x$ (Chromosome Counts Database, CCDB, version 1.59). In section *Fimbriati*, all taxa were diploid (Şahin et al., 2016). In addition, in section *Verruculosi*, all taxa were diploid except for *D. strictus* Sm (Darlington and Wylie, 1956). However, there was no polyploidy in four varieties of *Verruculosi*, which were *D. strictus* var. *strictus*, *D. strictus* var. *axilliflorus* (Fenzl), *D. strictus* var. *gracilior* (Boiss.), and *D. strictus* var. *subenervis* (Boiss.) (Altay et al., 2017).

Polyploidy and speciation

Genus *Dianthus* has geographically limited ranges and is a taxonomically difficult genus containing many endemic species (Tutin and Walters, 1993). Geography is an important factor in the evolution of *Dianthus* species in Europe and Asia. Although the genus *Dianthus* does not show great ecological differentiation between species, it has many narrow endemic species in Europe and Asia (especially Anatolia). This provides strong evidence that geography and range are the most dominant factors in speciation (Valente et al., 2010). Therefore, the connection among interspecific relationships and karyotype evolution, which is more clearly observed in other large genera, is not clear in genus *Dianthus*. One of the most important reasons for this situation is that although polyploidy is observed

in the genus *Dianthus*, the dysploidy mechanism that causes a change in the basic chromosome number has not been found until now. The basic number is $x = 15$ according to the all chromosomal reports, which are in 125 taxa in chromosome counts database (Chromosome Counts Database, CCDB, version 1.59), in four taxa of section *Fimbriati* (Şahin et al., 2016), in nine taxa of section *Verruculosi* (Altay et al., 2017), and in 13 taxa in the present study.

CONCLUSION

In the present study, it was reported two different diploid numbers, first report for diploid numbers of four taxa and same chromosome numbers from previous reports in nine taxa. In conclusion, this study reports new data into the karyological characteristics of section *Leiopetali* (genus *Dianthus*) that can be useful for interpreting or understanding relationships among the sections. On the other hand, polyploidy seems to be an important mechanism for speciation and the contribution to *Dianthus* cytotaxonomy of results is important. In conclusion, karyological studies of all sections should be performed and these results should be supported by molecular studies.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Altay D, Eroğlu HE, Hamzaoğlu E, Koç M, 2017. Karyotype Analysis of Some Taxa of *Dianthus* section *Verruculosi* (Caryophyllaceae, Sileneae). Turkish Journal of Botany 41:367-374.
- Başak N, Güler N, 2000. Karyological Investigation and Distribution of Some Rare and Endemic Plants of European Turkey. Proceeding of the 2nd Balkan Botanical Congress, 14-18 Mayıs 2000, İstanbul.
- Boissier E, 1867. Flora Orientalis, Vol. 1. H. Georg., Geneva-Switzerland.
- Carolin RC, 1957. Cytological and Hybridization Studies in the Genus *Dianthus*. New Phytologist 56:81-97.
- Darlington CD, Wylie AP, 1956. Chromosome Atlas of Flowering Plants. George Allen and Unwin Ltd, London- United Kingdom.
- Eroğlu HE, Budak Ü, 2020. Karyotype Analysis of *Paronychia anatolica* subsp. *anatolica* (Caryophyllaceae, Paronychioideae). Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 10(4):2424-2430.
- Eroğlu HE, Altay D, Budak Ü, Martin E, 2021. Karyotype analysis of Two Varieties of *Paronychia amani* (Caryophyllaceae, Paronychioideae). Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 11(3):1809-1816.
- Hamzaoğlu E, 2021. Taxonomic Contributions to the Genus *Dianthus* (Caryophyllaceae) from Turkey Name of the Article. Communications Faculty of Sciences University of Ankara Series C-Biology 30(1):85-97.
- Hamzaoğlu E, Koç M, Büyük İ, 2021. *Dianthus yilmazii* (Caryophyllaceae), a New Species from Central Turkey. Kew Bulletin 76:523-530.
- Iyer YK, 1991. Mediterranean Chromosome Number Reports 1 (30--37). Flora Mediterranea 1:238-240.

- Kashmenskaya MN, Polyakov AV, 2008. Karyotype Analysis of Five Species of Earthworms (Oligochaeta: Lumbricidae). *Comparative Cytogenetics* 2(2):121-125.
- Madhani H, Rabeler R, Pirani A, Oxelman B, Heubl G, Zarre S, 2018. Untangling Phylogenetic Patterns and Taxonomic Confusion In Tribe Caryophylleae (Caryophyllaceae) with Special Focus on Generic Boundaries. *Taxon* 67:83-112.
- Martin E, Hamzaoğlu E, Koç M, Karakaş E, Yavaş FN, 2017. Karyological Studies on Section *Leiopetali* of Aromatic *Dianthus* (Caryophyllaceae) from Turkey. 1st International Congress on Medicinal and Aromatic Plants, Konya, May 09-12, 2017, p:459.
- Petrova AV, 1975. In IOPB Chromosome Number Reports XLIX. *Taxon* 24:501-516.
- Plant Counts Database (CCDB, version 1.59), 2022. <http://ccdb.tau.ac.il/> (Date of access: 02 February 2022).
- Reeve H, 1967. *Dianthus* L. in Davis PH, Flora of Turkey and the East Aegean Islands, Vol. 2. Edinburgh University Press, pp. 99-131, Edinburgh-Scotland.
- Stace CA, 2000. Cytology and Cytogenetics as a Fundamental Taxonomic Resource for the 20th and 21st Centuries. *Taxon* 49(3):451-477.
- Sünter G, 1979. Morphological and Cytological Studies on the *Dianthus* Species of Istanbul Area. Review of the Faculty of Science, University of Istanbul, Series B 44:31-48.
- Şahin E, Eroğlu HE, Hamzaoğlu E, Koç M, 2016. Karyotype Analysis of Four Species of *Dianthus* Section *Fimbriati* (Caryophyllaceae, Sileneae). *Caryologia* 69(3):267-272.
- Tutin TG, Walters SM, 1993. *Dianthus* L. in: Tutin TG, Burges NA, Chater AD, Edmondson JR, Heywood VH, Moore DM, Valentine DH, Walters SM, Webb DA, Flora Europaea, Vol. 1. Cambridge University Press, pp. 227-246, Cambridge-United Kingdom.
- Valente LM, Savolainen V, Vargas P, 2010. Unparalleled Rates of Species Diversification in Europe. *Proceedings of the Royal Society B* 277:1489-1496.
- Williams FN, 1893. A Monograph of the Genus *Dianthus*. *Botanical Journal of the Linnean Society* 29:346-378.

Atf için: Aydoğan Z, İncekara Ü, Şişman T, Darılmaz M C, Aksakal Ö, 2022. Murgul Bakır Madeni Sahasından Etkilenen Sucul Entomofauna (Coleoptera) Dağılımının Araştırılması ve Artvin'deki Yeni Faunistik Kayıtlar. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 578-588.

To Cite: Aydoğan Z, İncekara Ü, Şişman T, Darılmaz M C, Aksakal Ö, 2022. Investigation of the Distribution of Aquatic Entomofauna (Coleoptera) Affected by Murgul Copper Mine Area, with New Faunistic Records in Artvin. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 578-588.

Murgul Bakır Madeni Sahasından Etkilenen Sucul Entomofauna (Coleoptera) Dağılımının Araştırılması ve Artvin'deki Yeni Faunistik Kayıtlar

Zeynep AYDOĞAN^{1*}, Ümit İNCEKARA², Turgay ŞİŞMAN², Mustafa C. DARILMAZ³,
Özkan AKSAKAL²

ÖZET: Murgul'un (Artvin) sucul böcek (Coleoptera) faunasını belirlemek için Murgul Bakır Madeni civarındaki üç lokaliteden Haziran-Temmuz 2020 ayları arasında örnekleme yapıldı. Toplamda Dytiscidae ve Hydrophilidae ait 12 tür elde edildi. Bunlardan 9 tanesi Hydrophilidae (6 *Laccobius*, 1 *Enochrus*, 1 *Hydrobius*, 1 *Coelostoma*), ve 3 tanesi Dytiscidae (1 *Agabus*, 1 *Deronectes*, 1 *Hydroglyphus*) ait türlerdir. *Hydroglyphus pusillus*, *Laccobius (Dimorpholaccobius) sculptus* ve *Laccobius (Dimorpholaccobius) sulcatulus* türleri Artvin ilinden ilk kez kaydedilmiştir. Çalışma alanında tespit edilen altı tür ile *Laccobius*, diğer iki cinse göre sayı olarak fazladır. Bu çalışma, madenden etkilenen habitatların biyotik ve abiyotik örneklerde ağır metal konsantrasyonu açısından değerlendirilmesi ve izlenmesi gerektiğini vurgulamaktadır.

Anahtar Kelimeler: Bakır madeni, biyoçeşitlilik, dytiscidae, hydrophilidae, kirlilik, Artvin ili

Investigation of the Distribution of Aquatic Entomofauna (Coleoptera) Affected by Murgul Copper Mine Area, with New Faunistic Records in Artvin

ABSTRACT: 66 insect samples from three localities where vicinity of the Murgul copper mine were collected between June to September 2020 to investigate water beetle (Coleoptera) entomofauna of Murgul (Artvin). Totally twelve species, all of which belong to Dytiscidae and Hydrophilidae determined and reported here. Nine of them as Hydrophilidae (6 *Laccobius*, 1 *Enochrus*, 1 *Hydrobius*, 1 *Coelostoma*), and of which three as Dytiscidae (1 *Agabus*, 1 *Deronectes*, 1 *Hydroglyphus*) were determined. In addition, *Hydroglyphus pusillus*, *Laccobius (Dimorpholaccobius) sculptus* and *Laccobius (Dimorpholaccobius) sulcatulus* were recorded from Artvin for the first time. *Laccobius*, with six species, identified in the study area, is conspicuous compared to the other two genera. The study highlights that the mine affected habitats should be evaluated and monitored in terms of heavy metal concentration of biotic and abiotic environments.

Keywords: Copper mine, biodiversity, dytiscidae, hydrophilidae, pollution, Artvin province

¹ Zeynep AYDOĞAN ([Orcid ID: 0000-0002-5465-1605](https://orcid.org/0000-0002-5465-1605)), Atatürk University, Narman Vocational School, Narman, Erzurum, Turkey

² Ümit İNCEKARA ([Orcid ID: 0000-0002-3283-5841](https://orcid.org/0000-0002-3283-5841)), Turgay ŞİŞMAN ([Orcid ID: 0000-0002-1098-1741](https://orcid.org/0000-0002-1098-1741)), Özkan AKSAKAL ([Orcid ID: 0000-0003-0760-7502](https://orcid.org/0000-0003-0760-7502)), Atatürk University, Science Faculty, Department of Biology, Erzurum, Turkey

³ Mustafa C. DARILMAZ ([Orcid ID: 0000-0003-2055-1224](https://orcid.org/0000-0003-2055-1224)), Aksaray University, Faculty of Arts & Sciences, Department of Biology, Aksaray, Turkey

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Zeynep AYDOĞAN, e-mail: zeynep.aydogan@atauni.edu.tr

INTRODUCTION

Hydrophiloidea is cosmopolitan group and represented by more than 6600 described species (Slipinski and Lawrence 2019). Dytiscidae and Hydrophilidae are the two largest water beetle families of Coleoptera. The members of both are abundant in various of stagnant waters and streams. Dytiscidae or predaceous diving beetles might be one of the best known and largest insect family into the suborder Adephaga and currently known more than 4440 species form 182 genera of Dytiscidae in the world (Nilsson and Hájek 2018; Slipinski and Lawrence 2019). The current knowledge of the diving beetle fauna in Turkey is 149 species and subspecies belong to Dytiscidae (Tezcan 2020). Hydrophilidae or water scavenger beetles are the most diverse Polyphaga family, represented in all parts of the world, consisting of 169 genera and more than 2840 known species (Clarkson et al. 2018). The Turkish hydrophilid fauna currently comprises 163 species and subspecies (Tezcan 2020).

According to the peer reviewed literature, aquatic beetles are widely distributed in Artvin. There are 57 recorded species belong to Dytiscidae (30), Hydrophilidae (19), Helophoridae (6), Hydrochidae (2) in Artvin (Darılmaz and Kıyak 2009; Mart 2009; Darılmaz and İncekara 2011; Daşbaşı 2017; Yüncü 2019). These studies conducted in difference places of Artvin, however there is no study, which was made in Murgul before. The purpose of this contribution is to record the Coleopteran biodiversity in Murgul Stream and tributaries, determine the aquatic coleopterofauna of Murgul province, to report new records and to provide a complete list of the species of Coleopterofauna currently known from Artvin province and thereby to contribute to the aquatic Coleoptera fauna in Turkey. In addition, it is known the fact that, mining activities are degrading the physical, chemical and biological habitat quality of the environment (Kgotso 2018). Therefore, the study purpose is also an evaluation of Coleopterofauna biodiversity of Murgul mine area. To our knowledge, this study represents the first published data on aquatic insects in Murgul mine province.

MATERIALS AND METHODS

Study area

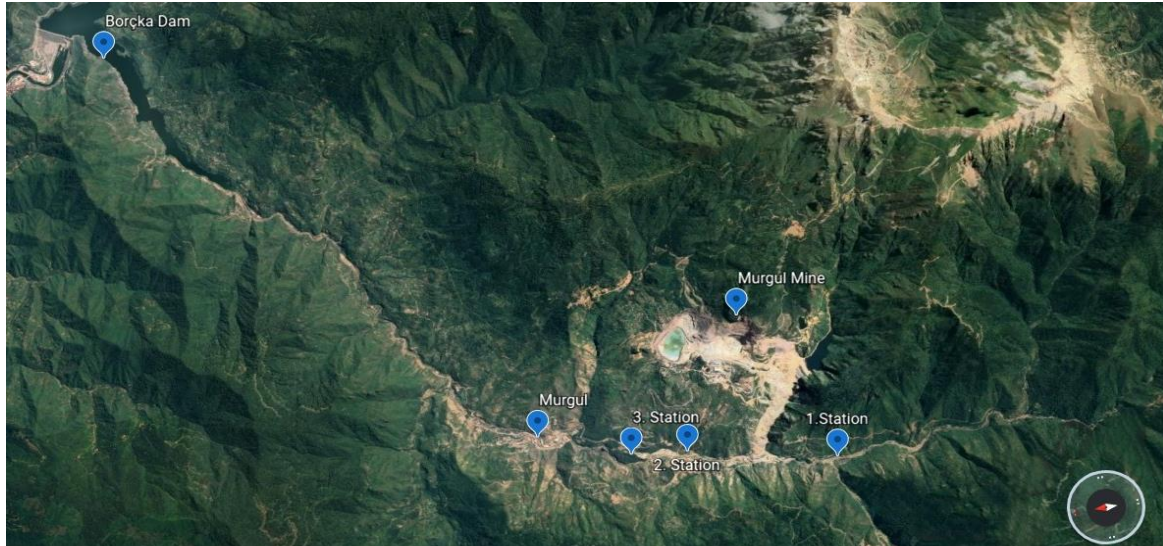
Artvin is polymetallic in terms of mine and is rich in copper, lead, zinc, gold, and silver. Murgul is a district of Artvin at a distance of 24 km from the city, has a 396.7 m altitude, and has a 301 km² surface area and here copper processing is ongoing from 1945 until today and 130,000 tons of copper is produced annually. Murgul copper mine extraction is mainly made from two open pits (Anayatak and Çakmakkaya). Çarkbaşı copper-pyrite bed is not operated today. It is estimated that these mines, which have been operated previously and are still active today, have significant environmental impacts.

Sampling was conducted June to September 2020 at three sites spread along the entire length of the Murgul stream in Murgul (Artvin), in the vicinity of Murgul copper mine. These sites were selected according to the insect's existence (Figure 1). The fieldwork was concentrated on the Murgul Stream and tributaries close to the copper mine. That is why it did not cover the whole spectrum of water bodies in Murgul.

There is no settlement around in all stations. Station 1 (S-1) is a shallow stream without vegetation and pollution. Station 2 (S-2), pollution is present in the stream in the form of potential effluent from Murgul copper mine. In addition, there are hydropower regulators in stations S-2. Station 3 (S-3) is a small tributary, vegetation present and there is a cement plant (Table 1).

Table 1. Detailed information about sampling sites.

Stations	S-1	S-2	S-3
Coordinates	41°15'59"N 41°33'31"E	41°14'57"N 41°33'05"E	41°13'53"N 41°32'47"E
Altitude (m)	476	549	660
Classification	Stream	Stream	Stream
Description	Clean	Polluted by copper mine	Polluted by cement plant

**Figure 1.** Map of Murgul Stream with marked localities (from Google Earth)

Data collection

Fieldwork was performed from June to September 2020 in Murgul. During the study, 66 beetle specimens were collected from three aquatic sampling points. The aquatic beetles were sampled with the help of a sieve having a mesh diameter of 1 mm from shallow areas of water ponds and wet habitats near the Murgul stream and tributaries (Figure 2). Samples were placed in washed glass jars, fixed in 70% ethanol, and transported back to the laboratory for further analyses.

In the laboratory, the aquatic insects were separated from clayey and muddy substances with the aid of a small paintbrush then they were identified with the aid of a microscope to the species level. Identification was carried out using aedeagophores and some other important morphological characters of the beetles.

**Figure 2.** Habitats of the insects and their collection

RESULTS AND DISCUSSION

The sampling areas were explored very carefully and it is assumed that the major part of the study area was evaluated. However, the insects could only be collected from three locations. The study mainly focused on species spectrum and diversity, and only adult specimens were used. The study area was restricted to only three locations (S1, S2, S3), due to low biodiversity in the area. Aquatic insects belonging to Hydrophilidae and Dytiscidae were collected from Murgul (Artvin) based on a field survey, which was carried out from June to September 2020. In total, 66 individuals of aquatic Coleoptera were retrieved for this study. Two beetle families have been detected: Hydrophilidae (9 species) and Dytiscidae (3 species). 12 species of water scavenger and diving beetles belonging to 7 genera were identified (Table 2). Of them, 9 species reported earlier, 3 species reported from the study area for the first time. The new records for Artvin (Murgul) province are *Hydroglyphus pusillus*, *Laccobius (D.) sculptus* and *Laccobius (D.) sulcatulus*. The genera of Hydrophilidae represented by more than one species were *Laccobius*. The rest of the genus were represented each by a single species. The dominant group throughout the study was the *Laccobius*, of which there were six species. Dytiscidae was represented by 3 species, found only in one site (S-3) in minimal numbers.

In totally, 12 species of aquatic insects were found. The highest numbers of specimens were showed station 1 with 32 specimens, the lowest number of specimen at station 3 with 13 specimens. In this present study, two families of aquatic beetles (Coleoptera), Hydrophilidae (9 species) and Dytiscidae (3 species) have been provided along with their current scientific names and were listed in Table 2.

Table 2. Coleopterofauna of the study area, captured numbers of the insects and information about the stations.

Family	Species	Station	Numbers	Altitude (m)	Coordinates
Dytiscidae	<i>Agabus biguttatus</i>	S-3	2		41°13'53"N
	<i>Deronectes doriae</i>	S-3	1	660	41°32'47"E
	<i>Hydroglyphus pusillus</i>	S-3	1		
Hydrophilidae	<i>Laccobius gracilis</i>	S-1/2/3	7-3-2		41°15'59"N
	<i>Laccobius syriacus</i>	S-1/2/3	4-3-1		41°33'31"E
	<i>Laccobius simulatrix</i>	S-1/2/3	8-4-1	476	41°14'57"N
	<i>Laccobius bipunctatus</i>	S-1	4	549	41°33'05"E
	<i>Laccobius sculptus</i>	S-1/3	4-2	660	41°13'53"N
	<i>Laccobius sulcatulus</i>	S-1/3	6-3		41°32'47"E
	<i>Hydrobius fuscipes</i>		2		
	<i>Enochrus fuscipennis</i>	S-2	4	549	41°14'57"N
	<i>Coelostoma orbiculare</i>		5		41°33'05"E

Total 66

Order: Coleoptera

Suborder: Polyphaga

Family: Hydrophilidae Latreille, 1802

Subfamily: Sphaeridiinae

Genus: *Coelostoma* Brullé, 1835

***Coelostoma orbiculare* (Fabricius, 1775)**

Material examined: S-2, 3♂ 2♀, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IV.2020.

Distribution in Turkey: Adıyaman, Afyon, Ankara, Antalya, Artvin, Batman, Bayburt, Bingöl, Bitlis, Burdur, Bursa, Çanakkale, Çorum, Denizli, Diyarbakır, Elazığ, Erzincan, Erzurum, Giresun,

Gümüşhane, İçel, Isparta, Kars, Kayseri, Kütahya, Manisa, Mersin, Muş, Ordu, Samsun, Sivas, Şanlıurfa, Tokat, Trabzon, Van (Mart et al. 2014; Yılmaz and Aslan 2014; Akünel and Aslan 2017; Taşar 2018).

Subfamily: Hydrophilinae

Genus: *Laccobius* Erichson, 1837

Subgenus *Microlaccobius* Gentili, 1976

***Laccobius gracilis* Motschulsky, 1855**

Material examined: S-1, 4♂ 3♀, 41°15'59"N 41°33'31"E, 476 m, 01.IIV.2020; S-2, 3♂, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IIV.2020; S-3, 1♂, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IIV.2020; S-3, 1♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660 m, 01.IIIV.2020.

Distribution in Turkey: Adana, Adıyaman, Afyon, Ankara, Antakya, Antalya, Artvin, Aydın, Balıkesir, Batman, Bayburt, Bilecik, Bingöl, Bitlis, Bolu, Burdur, Bursa, Çanakkale, Çorum, Denizli, Diyarbakır, Edirne, Erzincan, Erzurum, Gaziantep, Giresun, Gümüşhane, Hakkâri, Hatay, Isparta, İçel, İstanbul, İzmir, Kars, Kastamonu, Kayseri, Kilis, Kocaeli, Kütahya, Manisa, Mardin, Mersin, Muğla, Muş, Niğde, Ordu, Rize, Samsun, Sinop, Sivas, Şanlıurfa, Şırnak, Tokat, Trabzon, Toros dağları, Van, Yozgat (Darılmaz and İncekara 2011; Taşar 2018).

Genus: *Laccobius* Erichson, 1837

Subgenus: *Dimorpholaccobius* Zaitzev, 1938

***Laccobius syriacus* Guillebeau, 1896**

Material examined: S-1, 3♂ 1♀, 41°15'59"N 41°33'31"E, 476 m, 01.IIV.2020; S-2, 1♂ 2♀, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IIIV.2020; S-3, 1♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660 m, 01.IV.2020.

Distribution in Turkey: Adana, Adıyaman, Afyon, Aksaray, Ankara, Antakya, Antalya, Artvin, Aydın, Balıkesir, Batman, Bayburt, Bilecik, Bingöl, Bitlis, Bolu, Burdur, Bursa, Çorum, Denizli, Diyarbakır, Edirne, Eğirdir, Elazığ, Erzincan, Erzurum, Gaziantep, Giresun, Gümüşhane, Hakkâri, Hatay, Isparta, İçel, İzmir, Kahramanmaraş, Kars, Kayseri, Kastamonu, Kocaeli, Konya, Kütahya, Malatya, Manisa, Mardin, Mersin, Muğla, Muş, Ordu, Osmaniye, Rize, Sakarya, Samsun, Sinop, Sivas, Şanlıurfa, Tokat, Trabzon, Uşak, Toros Mountains and Van (Mart et al. 2014; Akünel and Aslan 2017; Taşar 2018; Özcan et al. 2021).

***Laccobius simulatrix* D'orchymont, 1932**

Material examined: S-1, 3♂ 5♀, 41°15'59"N 41°33'31"E, 476 m, 01.IIV.2020; S-2, 2♂ 2♀, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IIIV.2020; S-3, 1♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660 m, 01.IIV.2020.

Distribution in Turkey: Adana, Afyon, Ağrı, Aksaray, Ankara, Antalya, Artvin, Aydın, Balıkesir, Bayburt, Bingöl, Bitlis, Bolu, Bursa, Çanakkale, Çorum, Denizli, Diyarbakır, Edirne, Elazığ, Erzincan, Erzurum, Giresun, Gümüşhane, Hakkâri, Isparta, İçel, İstanbul, İzmir, Kahramanmaraş, Kars, Kayseri, Kırklareli, Kırşehir, Kocaeli, Kütahya, Manisa, Muğla, Muş, Niğde, Ordu, Osmaniye, Samsun, Sivas, Tokat, Trabzon, Toros dağları, Uşak, Van, Yozgat (Darılmaz and İncekara, 2011; Mart et al. 2014; Taşar 2018).

***Laccobius bipunctatus* (Fabricius, 1775)**

Material examined: S-1, 3♂ 1♀, 41°15'59"N 41°33'31"E, 476 m, 01.IIV.2020.

Distribution in Turkey: Adıyaman, Afyon, Artvin, Balıkesir, Bayburt, Batman, Bingöl, Bitlis, Bolu, Çorum, Diyarbakır, Elazığ, Erzincan, Erzurum, Giresun, Gümüşhane, Isparta, Kars, Kastamonu,

Kütahya, Muş, Ordu, Siirt, Sivas, Şanlıurfa, Trabzon, Van (Mart et al. 2014; Yılmaz and Aslan 2014; Taşar 2018).

***Laccobius sculptus* D'orchymont, 1935**

Material examined: S-1, 2♂ 2♀, 41°15'59"N 41°33'31"E, 476 m, 01.IIIV.2020; S-3, 2♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660m, 01.IX.2020.

Distribution in Turkey: Bingöl, Bitlis, Elazığ, Diyarbakır, Muş, Şanlıurfa (Mart et al. 2014).

Remarks: It is the first records for Artvin province.

***Laccobius sulcatulus* Reitter, 1909**

Material examined: S-1, 5♂ 1♀, 41°15'59"N 41°33'31"E, 476 m, 01.IIV.2020; S-3, 3♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660m, 01.IV.2020.

Distribution in Turkey: Afyon, Amasya, Ankara, Antalya, Ardahan, Bayburt, Bingöl, Bitlis, Burdur, Denizli, Diyarbakır, Erzincan, Erzurum, Gümüşhane, Isparta, Kars, Kahramanmaraş, Kayseri, Konya, Kütahya, Manisa, Muş, Samsun, Sivas, Uşak, Toros mountains and Van (Darılmaz and İncekara 2011; Yılmaz and Aslan 2014).

Remarks: It is the first record for Artvin province.

Genus: *Enochrus* Thomson, 1859

Subgenus: *Lumetus* Zaitzev, 1908

***Enochrus fuscipennis* (Thomson, 1884)**

Material examined: S-2, 1♂ 1♀, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IV.2020; 1♀, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IIV.2020; 1♀, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660m, 01.IIIIV.2020.

Distribution in Turkey: Afyon, Artvin, Aksaray, Ankara, Aydın, Balıkesir, Bayburt, Bingöl, Bitlis, Burdur, Bursa, Çanakkale, Çorum, Denizli, Elazığ, Erzincan, Erzurum, Giresun, Gümüşhane, Hakkari, Hatay, Isparta, İzmir, Kars, Kayseri, Kütahya, Malatya, Manisa, Muş, Ordu, Rize, Sivas, Trabzon, Uşak, Van (Mart et al. 2014; Yılmaz and Aslan 2014; Akünel and Aslan 2017; Özcan et al. 2021).

Genus: *Hydrobius* Leach, 1815

***Hydrobius fuscipes* (Linnaeus, 1758)**

Material examined: S-2, 1♂, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IV.2020; 1♂, 41°14'57"N 41°33'05"E, 549 m, 01.IIV.2020.

Distribution in Turkey: Adıyaman, Afyon, Ankara, Artvin, Aydın, Bayburt, Batman, Bilecik, Bingöl, Bitlis, Burdur, Çorum, Denizli, Elazığ, Erzincan, Erzurum, Giresun, Gümüşhane, Hakkari, Hatay, Isparta, İçel, İzmir, Kars, Kayseri, Konya, Kütahya, Mersin, Muş, Ordu, Rize, Samsun, Sivas, Tokat, Trabzon, Van (Mart et al. 2014; Yılmaz and Aslan 2014; Akünel and Aslan 2017; Taşar 2018).

Order COLEOPTERA

Suborder ADEPHAGA

Family Dytiscidae Leach, 1815

Subfamily Agabinae Thomson, 1867

Genus *Agabus* Leach, 1817

***Agabus biguttatus* (Olivier, 1795)**

Material examined: S-3; 2♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660 m, 31.VIII.2020.

Distribution in Turkey: Adana, Afyon, Aksaray, Ankara, Artvin, Balıkesir, Bayburt, Bilecik, Bingöl, Bursa, Çankırı, Çorum, Denizli, Diyarbakır, Elazığ, Erzurum, Gaziantep, Giresun, Gümüşhane, Hatay, Isparta, İçel, İzmir, Kahramanmaraş, Kastamonu, Kayseri, Mersin, Osmaniye, Rize, Sakarya, Trabzon, Yozgat, Toros Mountains, Karaboğa Mountains (Kıyak et al. 2007; Aykut 2018; Darılmaz et al. 2018).

Subfamily Hydroporinae Aubé, 1836

Genus: *Deronectes* Sharp, 1882

***Deronectes doriae* Sharp, 1882**

Material examined: S-3; 1♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660 m, 31.VIII.2020.

Distribution in Turkey: Ankara, Artvin, Bilecik, Bursa, Erzurum, Gümüşhane, Kars, Muğla (Darılmaz and Kıyak 2009).

Genus: *Hydroglyphus* Motschulsky, 1853

***Hydroglyphus pusillus* (Fabricius, 1781)**

Material examined S-3; 1♂, 41°13'53"N 41°32'47"E, 660 m, 31.VIII.2020.

Distribution in Turkey: Adana, Aksaray, Antalya, Aydın, Balıkesir, Bolu, Bursa, Edirne, Eskişehir, Erzurum, Gümüşhane, Isparta, İzmir, Kastamonu, Kilis, Konya, Manisa, Mersin, Nevşehir, Toros Mountains, Trabzon (Erman 2000).

Remarks: It is the first record for Artvin province.

Recent Data

According to the results, the most common and dominant genus in the research area was *Laccobius* being in all three station and habitat preference generally including shallow waters and puddles. The genus *Laccobius* is represented by 28 species in all over Turkey among them 11 species recorded before from Artvin (Darılmaz and İncekara, 2011), and six of them were captured with this study from Murgul. *H. pusillus*, *L. (D.) sculptus* and *L. (D.) sulcatulus* were recorded from Artvin for the first time. *L. gracilis*, *L. smulatrix*, *L. syriacus* were the common species recorded from the all three localities. The genera *Coleostoma*, *Hydrobius*, *Enochrus*, *Hydroglyphus*, *Deronectes* and *Agabus* are all represented by single species. *Coelostoma* is terrestrial taxa, generally found just away from the water unlike other hydrophilids. *C. orbiculare* was sampled in semi-aquatic habitats near the water source, under the decomposing plant debris or compost. *Coelostoma* is represented by two species in Turkey (Darılmaz and İncekara, 2011). *Hydrobius* is represented by three species in Turkey (Darılmaz and İncekara, 2011) and one of them was recorded from Artvin province. *Enochrus* species generally are common in many kinds of vegetated, stagnant and running waters. Up to date, 16 species of *Enochrus* have been recorded from Turkey (Polat et al 2015; Darılmaz and İncekara 2011) and one of them was recorded from Artvin province.

According to literature, 19 species of *Agabus*, 4 species of *Hydroglyphus* and 24 species of *Deronectes* have been recorded from Turkey so far and one *Agabus* and *Hydroglyphus*, two *Deronectes* species were recorded from Artvin province until now (Fery and Hosseinie 1998; Darılmaz and Kıyak 2009; Aykut et al. 2018; Aykut et al 2019; Salur and Darılmaz 2021).

Previous Data

Aquatic Coleoptera diversity was determined in Artvin province previously. On the basis of several publications mentioned below, 57 species of aquatic insects of both running and standing waters, have been found in Artvin province up to date (Table 3). In Table 3, the species were reported before in

Artvin province, however, none of these species were encountered in the research area of the present study. In addition, there is no record about Gyrinidae, Haliplidae, Noteridae, Heteroceridae and Hydraenidae in Artvin province.

Table 3. Checklist of all aquatic insect species known from Artvin province and literature data.

No	Taxon	Artvin Province Literature Data
DYTISCIDAE		
1	<i>Agabus bipustulatus</i> (Linnaeus, 1767)	
2	<i>Agabus glacialis</i> Hochhuth, 1846	
3	<i>Agabus paludosus</i> (Fabricius, 1801)	
4	<i>Agabus biguttatus</i> (Olivier, 1795)*	
5	<i>Ilybius fuliginosus fuliginosus</i> (Fabricius, 1792)	
6	<i>Ilybius satunini</i> (Zaitzev, 1913)	
7	<i>Ilybius wewalkai</i> (Fery and Nilsson, 1993)	
8	<i>Platambus lunulatus</i> (Fischer von Waldheim, 1829)	
9	<i>Acilius sulcatus</i> (Linnaeus, 1758)	
10	<i>Hydroglyphus geminus</i> (Fabricius, 1792)	
11	<i>Hydroglyphus pusillus</i> (Fabricius, 1781)*	
12	<i>Deronectes parvicollis</i> (Schaum, 1864)	
13	<i>Deronectes doriae</i> Sharp, 1882*	
14	<i>Hydroporus discretus</i> Fairmaire and Brisout, 1859	
15	<i>Hydroporus kozlovskii</i> Zaitzev, 1927	Darıılmaz and Kıyak (2009)
16	<i>Hydroporus palustris</i> (Linnaeus, 1761)	Daşbaşı (2017)
17	<i>Hydroporus planus</i> (Fabricius, 1782)	Yüncü (2019)
18	<i>Hydroporus pubescens</i> (Gyllenhal, 1808)	
19	<i>Hydroporus thracicus</i> Guéorguiev, 1966	
20	<i>Hydroporus transgrediens</i> Gschwendtner, 1923	
21	<i>Hydroporus incognitus</i> Sharp, 1869	
22	<i>Nebrioporus airumulus</i> (Kolenati, 1845)	
23	<i>Nebrioporus turca</i> (Seidlitz, 1887)	
24	<i>Nebrioporus stearinus stearinus</i> (Kolenati 1845)	
25	<i>Oreodytes davisii davisii</i> (Curtis, 1831)	
26	<i>Scarodytes halensis halensis</i> (Fabricius, 1787)	
27	<i>Hygrotus armeniacus</i> (Zaitzev, 1927)	
28	<i>Hygrotus inaequalis</i> (Fabricius, 1777)	
29	<i>Laccophilus hyalinus hyalinus</i> (De Geer, 1774)	
30	<i>Laccophilus minutus</i> (Linnaeus, 1758)	
HYDROPHILIDAE		
1	<i>Cercyon ustulatus</i> (Preyßler, 1790)	
2	<i>Anacaena lutescens</i> (Stephens, 1829)	
3	<i>Anacaena limbata</i> (Fabricius, 1792)	
4	<i>Berosus luridus</i> (Linnaeus, 1761)	
5	<i>Helochares punctatus</i> Sharp, 1869	
6	<i>Laccobius hindukuschi</i> Chiesa, 1966	
7	<i>Laccobius hopaensis</i> Mart, Incekara and Erman, 2003	
8	<i>Laccobius obscuratus aegaeus</i> Gentili, 1974	
9	<i>Laccobius sipylus d'Orchymont, 1939</i>	Mart (2009)
10	<i>Laccobius striatulus</i> (Fabricius, 1801)	Darıılmaz and Incekara (2011)
11	<i>Laccobius sulcatulus</i> Reitter, 1909*	
12	<i>Laccobius sculptus</i> D'orchymont, 1935*	
13	<i>Laccobius simulatrix</i> D'orchymont, 1932*	
14	<i>Laccobius syriacus</i> Guillebeau, 1896*	
15	<i>Laccobius bipunctatus</i> (Fabricius, 1775)*	
16	<i>Laccobius gracilis</i> Motschulsky, 1855*	
17	<i>Hydrobius fuscipes</i> (Linnaeus, 1758)*	
18	<i>Enochrus fuscipennis</i> (Thomson, 1884)*	
19	<i>Coelostoma orbiculare</i> (Fabricius, 1775)*	
HELOPHORIDAE		
1	<i>Helophorus armeniacus</i> Ganglbauer, 1901	
2	<i>Helophorus brevipalpis brevipalpis</i> Bedel, 1881	
3	<i>Helophorus discrepans</i> Rey, 1885	
4	<i>Helophorus faustianus</i> (Sharp, 1916)	Darıılmaz and Incekara (2011)
5	<i>Helophorus obscurus</i> Mulsant, 1844	
6	<i>Helophorus ponticus</i> Angus, 1988	
HYDROCHIDAE		
1	<i>Hydrochus brevis</i> (Herbst, 1793)	
2	<i>Hydrochus ignicollis</i> Motschulsky, 1860	Darıılmaz and Incekara (2011)

Bold font: Species, which are recorded for the first time in Artvin (Murgul).

Asterisk: Species, which are recorded with this study from Murgul.

CONCLUSION

Adephagan and Polyphagan beetles were generally widespread across a number of waterbodies, and the beetles were previously recorded from Artvin province. Twelve species under two families of aquatic beetles were recorded with the study. The species, which were captured during the study, are widely distributed in Turkey and nine of them determined before in Artvin province. S-1 was a clean location and 32 specimens captured. S-2 and S-3 were pollution effected areas and 21 and 13 specimens captured respectively. Despite the relatively high number of beetle species recorded previously from Artvin province, for almost one fourth of the species captured with this study.

Aquatic insects have high potential mobility due to their power of flight. Thus if there is any changes (such as vegetation, water type or water quality) in their habitats they live, the species with low tolerance levels will strongly affected by the changes and will move to more suitable environments. This movement may lead to a loss of species from part or the entire of aquatic habitat. There are copper mine, cement plant and many hydropower regulators in the study area. These anthropogenic events may have contributed to major changes in water quality, therefore insects' biodiversity.

The study provides a real picture of the beetle fauna inhabiting running and stagnant waters of Murgul stream and tributaries. Such environmental measurements can help to explain and predict anthropogenic-induced changes. Hence, additional studies are needed to better understand the biodiversity of the aquatic beetles in the studied province. Thus, biologic diversity, both terrestrially and aquatic, including abiotic factors of Murgul stream should be monitored long term.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors give a special thanks and appreciation to Atatürk University Scientific Research Project (SRP-2020/7490) for their financial support. Thanks are due to all the anonymous reviewers and to the handling editor for their constructive comments and suggestions that improved the paper significantly.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

ZA: She designed the project, conceived the work's central idea, carried out the biological data collection, analysed and identified the biological data, execution, development, tabulation, interpreted and analysis of the results and the final article's writing. **Üİ:** He participated in the project elaboration and execution, carried out the biological data collection, identified the biological data, participated in the discussion of the results, edited and reviewed the article. **TŞ:** He participated in the project elaboration and execution, carried out the biological data collection, analysed the histopathological data and identified the biological data, interpreted and analysis of the results, edited and reviewed the article. **MCD:** He participated in the discussion of the results, edited and reviewed the article. **ÖA:** He identified the plant samples, edited and reviewed the article. All authors have read and agreed to the published version of the final manuscript.

REFERENCES

Akünel AY, Aslan EG. 2017. Aquatic Beetles (Coleoptera: Hydrophilidae, Helophoridae) of İzmir, Manisa and Aydın Provinces (Turkey) with New Locality Records for the Aegean Region. Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences, 17, 777-787. Doi: 10.4194/1303-2712-v17_4_13.

- Ayktut M. 2018. The Diving Beetle Fauna of Diyarbakır and Bingöl Provinces, Turkey (Coleoptera: Dytiscidae) with a New Record. *Pakistan J. Zool.*, 50(1), pp 65-74. Doi: <http://dx.doi.org/10.17582/journal.pjz/2018.50.1.65.74>.
- Ayktut M, Taşar GE, Fery H. 2018. *Deronectes taron* sp. n. from the eastern Anatolian region of Turkey (Coleoptera, Dytiscidae, Hydrophorinae). *Zootaxa* 4422 (3): 403–410. <https://doi.org/10.11646/zootaxa.4422.3.6>
- Ayktut, M., Yıldırım Hİ, Tusun, S & Fery, H. (2019). *Deronectes kabilcevz* sp. n. and *D. propedoriae* sp. n. from south-eastern Anatolia (Turkey)(Coleoptera, Dytiscidae, Hydrophorinae). *Zootaxa*, 4691(5), zootaxa-4691.
- Clarkson, B., Archangelsky, M., Torres, P. L., & Short, A. E. (2018). Family Hydrophilidae. In *Thorp and Covich's Freshwater Invertebrates* (pp. 561-576). Academic Press.
- Darılmaz MC, Kıyak S. (2009). Checklist of Gyrinidae, Haliplidae, Noteridae and Dytiscidae of Turkey (Coleoptera: Adepaga), *Journal of Natural History*, 43:25-26, 1585-1636, Doi: 10.1080/00222930902993682.
- Darılmaz, M.C. and İncekara, Ü. (2011). Checklist of Hydrophiloidea of Turkey (Coleoptera: Polyphaga). *J. Nat. Hist.*, 45: 685–735.
- Darılmaz, M.C., Polat, A. and İncekara, Ü. (2018). Faunistic Study on Aquatic Coleoptera of the Eastern Mediterranean Region of Turkey. *Turk. J. Fish.& Aquat. Sci.* 19(5), 409-421. doi.org/10.4194/1303-2712-v19_5_06
- Daşbaşı E. 2017. Gümüşhane İli Dytiscidae (Coleoptera) Türleri Üzerine Faunistik Araştırma. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum.
- Erman ÖK. 2000. Erzurum İli Dytiscidae (Coleoptera) türleri üzerine sistematik araştırmalar. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum.
- Fery H, and Hosseinie SH. 1998. A taxonomic revision of *Deronectes* SHARP, 1882 (Insecta: Coleoptera: Dytiscidae) (part II). *Ann. Naturhist. Mus. Wien*, 100, 219-290.
- Gentili, E., Ostovan, H., Ghahari, H., Komarek, A. (2018). Annotated checklist of Iranian Hydrophilidae (Coleoptera: Polyphaga: Hydrophiloidea). *Aquatic Insects*, 39(1), 55-88.
- Kgotso, S. (2018). The effect of heavy metals associated with Acid Mine Drainage (AMD) on select aquatic insects in the Tweelopiespruit, Rietspruit and Bloubankspruit river system on the West Rand, Gauteng (Doctoral dissertation, University of Johannesburg (South Africa)).
- Mart A. 2009. Water Scavenger Beetles (Coleoptera: Hydrophilidae) Provinces of Central Black Sea Region of Turkey. *J. Ent. Res. Soc.*, 11(1): 47-70
- Mart A, Tolan R, Caf F, Koyun M. 2014. A Faunistic Study on Aquatic Coleoptera (Helophoridae: Hydrophilidae) Species in Elazığ Province, Turkey. *Pakistan J. Zool.*, vol. 46(3), pp. 681-696, 2014.
- Nilsson AN and Hájek J. 2018. A World Catalogue of the Family Dytiscidae, or the Diving Beetles (Coleoptera, Adepaga). Version 1.I.2018, 306 pp. URL: <http://www.norrent.se> & <http://www.waterbeetles.eu>
- Özcan S, Yıldız N, Polat A, İncekara Ü. 2021. Erzurum Jeolojik Oluşumları ve Muş Hamurpet Gölü Helophoridae, Hydrochidae, Hydrophilidae (Coleoptera) Üzerine Faunistik Bir Çalışma . *Journal of the Institute of Science and Technology*, 11 (1), 75-90 . DOI: 10.21597/jist.717830
- Polat A, Taşar G, İncekara Ü. 2015. A New Record of *Enochrus* Thomson, 1859 (Coleoptera: Hydrophilidae) for the Turkish Fauna. *Turkish Journal of Science & Technology*, 10(1), 9-12

- Salur A, Darılmaz MC. 2021. Fauna Turkey. Accessed in 29.01.2021 from; <http://www.faunaturkey.com/aquatic-coleoptera/>
- Slipinski, A., & Lawrence, J. (Eds.). (2019). Australian Beetles Volume 2: Archostemata, Myxophaga, Adephaga, Polyphaga (part). Csiro Publishing, 792 pp.
- Taşar GE. 2018. Contributions to the knowledge of Aquatic Coleoptera Fauna (Dryopidae, Helophoridae, Heteroceridae, Hydrochidae, Hydrophilidae, Gyrinidae, Haliplidae and Noteridae) of Diyarbakır, Mardin and Batman Provinces (Turkey). Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences, 18, 927-936. Doi: 10.4194/1303-2712-v18_8_01
- Tezcan, S. 2020. Analysis of the insect fauna of Turkey and suggestions for future studies. Munis Entomology & Zoology, 15 (2): 690-710
- Yılmaz, A., & Aslan, E. G. (2014). Faunistical and Ecological Investigations on Water Scavenger Beetles (Coleoptera: Hydrophilidae) of Isparta Province, Turkey. Pakistan Journal of Zoology, 46(6), 1663-1671.
- Yüncü H. 2019. Çat Barajı Ve Derelerinin (Erzurum) Dytiscidae Coleoptera) Türleri Üzerine Faunistik Bir Araştırma. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, Erzurum.

Atf için: Şahin I K, 2022. Siklofosfamid Kaynaklı Toksikite Üzerine Salvia virgata Jacq'nın Hematoprotektif ve Antioksidan Etkilerinin Araştırılması. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 589-596.

To Cite: Şahin I K, 2022. An Investigation into Hematoprotective and Antioxidant Effects of Salvia virgata Jacq. Upon Cyclophosphamide-Induced Toxicity. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 589-596.

Siklofosfamid Kaynaklı Toksikite Üzerine Salvia virgata Jacq'nın Hematoprotektif ve Antioksidan Etkilerinin Araştırılması

İlknur Kulcanay ŞAHİN^{1*}

ÖZET: Bu çalışma, Salvia virgata'nın (SV) Siklofosfamid (CP) kaynaklı toksisite üzerindeki hematoprotektif ve antioksidan etkilerini araştırmayı amaçlamaktadır. Sıçanlar, her biri 7 üyeden oluşan 6 gruba ayrıldı. Bunlar Kontrol grubu, CP Grubu (150 mg kg⁻¹), 100 ve 200 mg kg⁻¹ SV Grupları ve CP+100 ve CP+200 mg kg⁻¹ SV Gruplarıdır. Tüm sıçanlar, son enjeksiyonlardan sonraki gün kan ve kemik iliği numunelerini toplamak için kurban edildi. Kan örneklerinin bir kısmı lökosit ve trombosit sayımı için kullanılırken, diğerleri toplam antioksidan kapasite (TAC), malondialdehit (MDA), toplam oksidan durumu (TOS), glutatyon (GSH) ve oksidatif stres düzeylerini belirlemek için kullanıldı. indeks (OSI). CP verilen grupta lökosit, trombosit ve kemik iliği çekirdekli hücre sayılarında azalma görülürken, bu gruptaki ratların MDA ve TOC düzeylerinde GSH ve TAC düzeylerinde düşme dışında artış görüldü. Tersine, CP ile indüklenen oksidatif stres ve miyelosupresyon, kombine SV Gruplarında (CP+100 ve 200 mg kg⁻¹ SV Gruplarında) tersine döndü, ancak ikinci gruptaki tersine dönüş daha önemliydi. Deneysel sonuçlarımız, SV'nin CP ile ilişkili periferik kan ve kemik iliği toksisiteyi üzerinde antioksidan ve sitoprotektif etkiler gösterebileceğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Siklofosfamid, hematotoksosite, salvia virgata, antioksidan, sitoprotektif

An Investigation into Hematoprotective and Antioxidant Effects of Salvia virgata Jacq. Upon Cyclophosphamide-Induced Toxicity

ABSTRACT: The present study aims to investigate hematoprotective and antioxidant effects of Salvia virgata (SV) on Cyclophosphamide (CP)-induced toxicity. The rats were divided into 6 groups of 7 members each. These were the Control group, CP Group (150 mg kg⁻¹), 100 and 200 mg kg⁻¹ SV Groups, and CP+100 and CP+200 mg kg⁻¹ SV Groups. All the rats were sacrificed to harvest their blood and bone marrow samples the day after final injections. While some of the blood samples were used for leukocyte and platelet count, the others were used to determine the levels of total antioxidant capacity (TAC), malondialdehyde (MDA), total oxidant status (TOS), glutathione (GSH), and oxidative stress index (OSI). While a decrease was observed in the leukocyte, platelet and bone-marrow nucleated cell counts of the group given CP, apart from a decline in GSH and TAC levels, the MDA and TOC levels of the rats in this group showed an increase. In contrast, CP-induced oxidative stress and myelosuppression reversed in the combined SV Groups (CP+100 and 200 mg kg⁻¹ of SV Groups), although the reversal in the latter group was of more significance. Our experimental results have shown that SV may exert antioxidant and cytoprotective effects upon CP-related peripheral blood and bone marrow toxicities.

Keywords: Cyclophosphamide, hematotoxicity, salvia virgata, antioxidant, cytoprotective

¹İlknur KULCANAY ŞAHİN ([Orcid ID: 0000-0003-1948-6912](https://orcid.org/0000-0003-1948-6912)), Kırıkkale University, Vocational School of Health Services, Kırıkkale, Turkey

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: İlknur KULCANAY ŞAHİN, e-mail: ilknurkulcanay@hotmail.com

Eskişehir Osmangazi University Rectorate Animal Experiments Local Ethics Committee (HAYDEK) decision was taken with the file registration number 799-1 dated 09.10.2022.

INTRODUCTION

Cyclophosphamide (CP) is a well and commonly-used potent drug used in treating cancer, particularly in chronic and acute leukemia, breast cancer, multiple myeloma, lymphoma, rheumatoid arthritis, and bone marrow transplants (Kumar and Kuttan, 2005; Cengiz, 2018; Ayhanci et al., 2019). The primary adverse effects of CP are hematopoietic depression, hemorrhagic cystitis, and renal toxicity. This drug is also known to exhibit suggestive adverse effects like hematotoxicity, urotoxicity, teratogenicity, mutagenicity, carcinogenicity, apart from myelosuppression (Buyukokuroglu et al., 2007; Cengiz, 2018).

Phosphoramidate mustard (PAM) and acrolein (ACR) are the two active metabolites that CP produces. On the one hand, its anticancer properties are linked to PAM, which is thought to inhibit cell division by binding to DNA, hence facilitating CP's immunosuppressive and antitumor properties (Cengiz et al., 2016; Ayhanci et al., 2008; Taysi et al., 2008; Cengiz, 2018). The toxic action of CP, on the other hand, is due to its active metabolite, ACR, which depletes the tissue antioxidant (AO) defense mechanism, resulting in an overabundance of free oxygen radicals (SOR). As a result, CP causes mutations in mammalian cells (Teksoy et al., 2020; Kawabata et al., 1990; Buyukokuroglu et al., 2007; Cengiz et al., 2018; Ağgöl et al., 2021). ACR-induced free radicals disrupt the functions of molecules such as enzymes, receptors, and ion pumps by combining with them. The aforementioned toxic effects should be eliminated via antioxidant agents in order to avoid possible toxic side-effects of ACR during a CP chemotherapy given for neoplastic diseases (Senthilkumar et al., 2006).

It has been demonstrated that the genus *Salvia* L., known as adaçayı in Turkey, has many traditional uses, both internally and externally, among which are the digestive system (as an appetizer, gas reliever, and stomach smoother), the respiratory system (as a cough suppressant, and bronchitis and asthma reliever), and the immune system (as a protective agent against infections and colds, an antiseptic agent, and a wound-healer) (Cengiz et al., 2016; Cadirci et al., 2012). Previous studies have reported that besides having antioxidant (Ucuncu et al., 2004; Yoruk et al., 2009), anti-tumor, immunomodulatory, anti-inflammatory, and anti-viral activities, SV is used in treating hemorrhoids (Gür et al., 2021; Tepe, 2008; Furtado et al., 2010). The present study aims to investigate possible cytoprotective effects of *Salvia virgata* on peripheral blood and bone marrow nucleated cells in order to eliminate the dose-limiting side effects of CP, a powerful antitumor agent, thus enabling this drug to be safely used in higher doses.

MATERIALS AND METHODS

Injection of chemical substances

CP (Sigma-Aldrich) and SV extract were obtained commercially. SV was dissolved in saline and two different doses of this extract (100 and 200 mg kg⁻¹) were administered intraperitoneally (i.p.). As for CP, 500 mg was dissolved in 25 ml of distilled water to make it eligible for injection, which was performed i.p. via sterile disposable injectors. The chemical injections were applied shortly after they had been prepared. All the animals were weighed before the first injection and the sacrificing process so as to determine the drug doses to be administered. The experimental study was conducted with the approval of the Local Ethics Committee for Animal Experiments at Eskisehir Osmangazi University (No: 799-1/2020). All the animals in the experimental groups except those in the Control Group were anesthetized 24 hours after CP injection. The animals in the SV+CP Groups were given only SV for five days in a row before they were injected a combination of 150 mg kg⁻¹ of CP and SV on the 6th. These

animals were sacrificed to harvest their blood and bone marrow samples the very next day (Cengiz et al., 2019; Buyukokuroglu et al., 2007; Ayhanci et al., 2008; Cengiz, 2018).

Counting blood and bone-marrow nucleated cells via biochemical measurements

All the experimental studies were carried out in a sterile environment via sterile instruments. Intracardiac blood was harvested from the rats anesthetized with 50/10 mg kg⁻¹ of Ketamine-Xylazine. One-fifth of these blood samples were placed in citrate tubes and counted by the rat calibration of the Hemavet 850 brand and model blood counting device. Serum and plasma samples were obtained from the remaining part of the blood by centrifugation at 3000 rpm for 10 minutes with an Eppendorf Centrifuge 5804 R brand and model device and then transferred to polyethylene tubes to be preserved in a -80°C freezer for biochemical analyses.

Determination of Plasma Malondialdehyde (MDA) levels

The Thiobarbituric Acid Reactive Substance (TBARS) method was used to detect the quantity of MDA in plasma samples. The spectrophotometric measurement of the red color formed as a result of the reaction between lipid peroxidation product (MDA) and thiobarbituric acid (TBA). The serum lipids and proteins in the combination were precipitated with the phosphotungstic acid/sulfuric acid method to remove the water-soluble compounds that would react with TBA and yield the same color. After adding 150 mL plasma, 1.2 mL H₂SO₄, and 150 mL phosphotungstic acid to the mixture, which was centrifuged at 1500 g for 10 minutes, the test tube was properly mixed and kept in it for five minutes. By removing the upper clear section, the absorbances were read at 532 nm wavelength. 1 mmol 1,1,3,3-tetra methoxy propane was incubated for 1 hour at 50 °C in 100 ml 0.01 M HCl with 10, 5, 3, 2, 1, 0.5 nmol MDA solution generated as a result of this compound's hydrolysis. Based on the findings, a standard graphic was created. The amount of plasma MDA was calculated as nmol MDA/ml using this graph (Cengiz et al., 2020).

Determination of glutathione (GSH) levels

GSH levels were measured by a commercial colorimetric kit (Glutathione Assay Kit CS0260-1 KT) (Fraiser et al., 1991).

Determination of Total Oxidant Capacity (TOC)

The TOC value was measured by a commercially available colorimetric assay kit (Erel, 2005).

Determination of Total Anti-Oxidant Capacity (TAC)

The TAC value was measured by a commercially available colorimetric assay kit (Erel, 2005).

Determination of Oxidative Stress Index (OSI)

The OSI value was calculated considering the TOC/TAC ratio. The formula was [(TOS, µmol H₂O₂ equivalent L⁻¹) / (TAC µmol Trolox equivalent L⁻¹) x100] (Aycicek et al., 2005).

Statistical evaluations

The standard error of the mean (SEM) was used to express the results of this investigation. In a similar vein, one-way ANOVA was used to examine independent and normal distribution data, while Kruskal-Wallis one-way analysis was used to analyse variables with the aberrant distribution. The differences observed in the groups were considered statistically significant as long as the p-value was between 0.001 and 0.05.

RESULTS AND DISCUSSION

Recovery of CP-induced hematotoxicity with SV

Figure 1 shows the impact of these chemicals on the numbers of thrombocytes, leukocytes, and bone marrow cells in the SV (100 and 200 mg kg⁻¹) and CP groups. In the experimental groups given SV at doses of 100 and 200 mg kg⁻¹, there was no statistically significant difference in leukocyte, platelet, or bone marrow cell counts compared to the Control Group ($p > 0.05$). When compared to the Control Group, the experimental group receiving 150 mg kg⁻¹ CP had a statistically significant drop in leukocyte, thrombocyte, and bone marrow cell counts ($p < 0.001$). One of these studies reported that 150 mg kg⁻¹ of CP reduced the number of platelets, leukocytes, and bone marrow cells by 54%, 92%, and 94%, respectively (Taysi et al., 2008; Ayhanci et al., 2009). In a similar experimental study, the injection of CP is reported to have reduced the number of leukocytes (Fraiser et al., 1991). In another study, 40 mg kg⁻¹ of CP given to baboons is reported to have temporarily reduced leukocyte numbers (Schuurman et al., 2005). Still another study emphasized that 20 and 40 mg kg⁻¹ of CP had a mutagenic effect upon the spleen and bone marrow. (Moore et al., 1995). Cengiz et al. have recently shown that 200 mg kg⁻¹ of CP significantly decreased leukocyte (96%) and platelet (41%) numbers, along with the number of hemoglobin levels (21%) (Cengiz, 2018). In the same vein, Trasler et al. found that when high doses of CP were given to mice, a dramatic decrease was observed in erythrocyte, leukocyte, and bone marrow cell numbers (Trasler et al., 1987). The results of the present study are consistent with those published in the literature. On the other hand, a statistically significant increase was determined in the leukocyte, thrombocyte and bone marrow counts of the experimental groups given 150 mg kg⁻¹ of CP plus 100 and 200 mg kg⁻¹ of SV when compared to the CP Group. However, the increase in the number of leukocytes, thrombocytes, and bone marrow nucleated cells was higher in the group treated with 200 mg kg⁻¹ of SV compared to the one treated with 100 mg kg⁻¹.

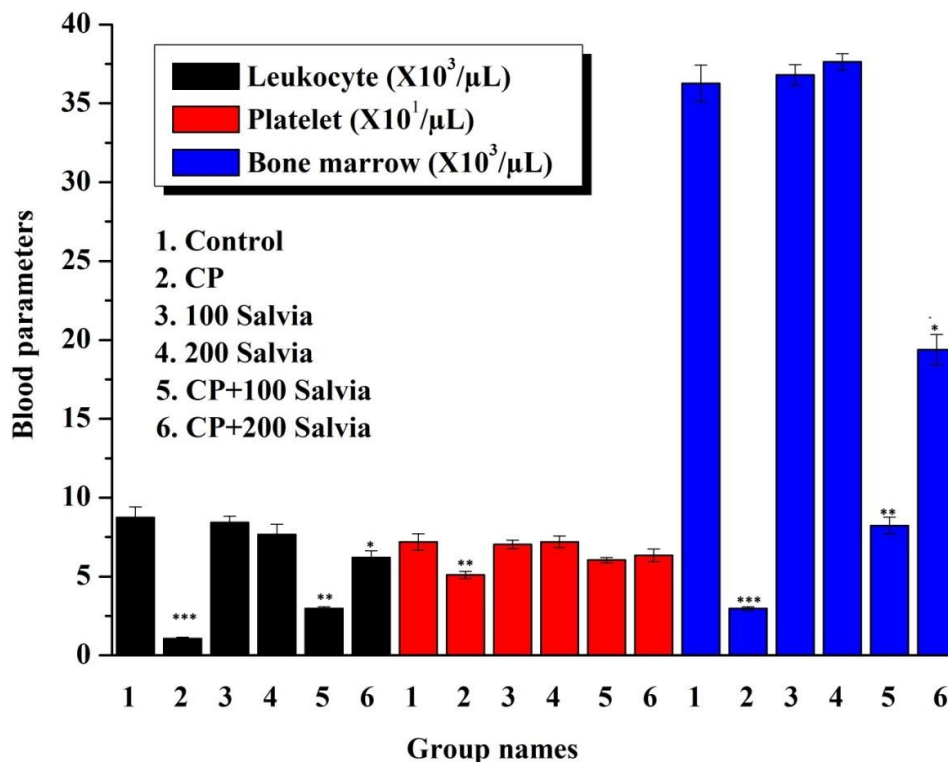


Figure 1. All of the experimental groups' leukocyte, thrombocyte, and bone marrow counts changed. In comparison to the Control Group, * $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$ were found.

SV improves CP-induced oxidative stress and lipid peroxidation

Table 1 and Figure 2 show that whereas CP raised MDA, TOS, and OSI levels when compared to the Control Group, it lowered GSH and TAC levels ($p < 0.001$). MDA, TOS, and OSI levels, on the other hand, were significantly lower in the CP and SV groups, although GSH and TAC levels were significantly higher ($p < 0.001$).

Table 1. The effects of CP and SV upon the levels of MDA and GSH

Groups	MDA	GSH
Control	0.483±0.012	5.79±0.09
CP	0.763±0.055 ^a	2.72± 0.19 ^a
100 SV	0.440±0.026	5.78± 0.7
200 SV	0.460±0.022	6.22± 0.8
CP+100 SV	0.590±0.013 ^b	3.86 ± 0.05 ^b
CP+200 SV	0.510±0.02 ^c	4.97 ± 0.05 ^c

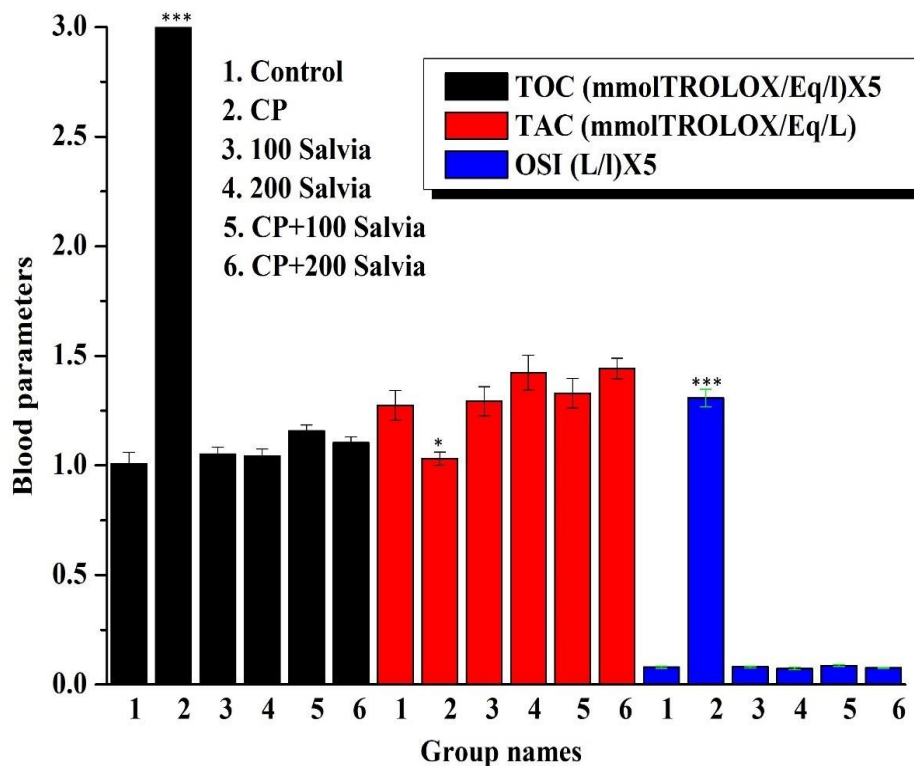


Figure 2. The effects of CP and SV upon the TAC, TOC, and OSI parameters of all the study groups
*** $p < 0.001$, * $p < 0.05$ compared to Control Groups

CP's toxicity is linked to its active metabolite, ACR, which depletes the tissue antioxidant (AO) defense system, resulting in a high rate of ROS production and lipid peroxidation in cells (Kawabata et al., 1990; Buyukokuroglu et al., 2007; Cengiz et al., 2018). By interacting with components like enzymes, receptors, and ion pumps, ACR-induced free radicals disturb their functionality (Senthilkumar et al., 2006). The present study determined that while MDA, TOS, and OSI levels significantly increased in the group given 150 mg kg⁻¹ of CP, GSH and TAC levels decreased, which appears to be consistent with the results in the literature.

During CP chemotherapy for neoplastic diseases, the toxic effects should be detoxified thanks to antioxidant agents so that the abovementioned toxic side effects of ACR can be avoided. It has also been

reported that SV has such various biological activities as an antioxidant, antiviral, and anti-inflammatory (Tepe, 2008; Furtado et al., 2010). That both doses of SV significantly prevented myelosuppression, leukopenia, and thrombocytopenia that developed in the experimental groups given CP was demonstrated by the fact that the number of peripheral blood cells and bone marrow nucleated cells had increased and the antioxidant parameters of GSH and TAC had reached those of the control (Figure 1 and Table 1). Nonetheless, 200 mg kg⁻¹ of SV was more effective in preventing CP-induced toxicity than was 100 mg kg⁻¹.

CONCLUSION

Based on the findings of this research, it was determined that SV can protect against the damaging effects of CP. As a result, we believe that SV could be a promising treatment for CP and other anticancer drug-related side effects. However, more research is needed to fully understand the processes by which SV lowers CP-induced cytotoxicity.

ACKNOWLEDGEMENTS

Thank to the Eskişehir Osmangazi University for providing laboratory facility

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

İlknur Kulcanay Şahin (Ph.D.): Methodology, Investigation Formal analysis, Software, Investigation, Data Curation, Review, Writing-Original Draft Preparation.

REFERENCES

- Ağgül AG, Gür F, Gülaboğlu M, 2021. Streptozotocin-Induced Oxidative Stress in Rats: The Protective Role of Olive Leaf Extract. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 42(2), 180-187.
- Aycicek A, Erel O, Kocyigit A, 2005. Decreased total antioxidant capacity and increased oxidative stress in passive smoker infants and their mothers. *Pediatrics International*. 47, 635-639.
- Ayhanci A, Uyar R, Aral E, Kabadere S, Appak S, 2008. Protective effect of zinc on cyclophosphamide-induced hematoxicity and urotoxicity. *Biological trace element research*, 126(1), 186-193.
- Ayhanci A, Yaman S, Appak S, Gunes S, 2009. Hematoprotective effect of seleno-L-methionine on cyclophosphamide toxicity in rats. *Drug and chemical toxicology*, 32(4), 424-428.
- Ayhanci A, Heybeli N, Sahin İK, Cengiz M, 2019. Myelosuppression and Oxidative Stress Induced by Cyclophosphamide in Rats: The Protective Role of Selenium. *Adıyaman University Journal of Science*, 9(2), 252-265.
- Buyukokuroglu ME, Taysi S, Buyukavci M, Memisogullari R, Ozabacigil F, Bakan E, 2007. Dantrolene: in doxorubicin toxicity. *Asian Journal of Chemistry*, 19(5), 4035.
- Çadirci E, Süleyman H, Gürbüz P, Uz Ayşe, Güvenalp Z, Dermirezer LÖ, 2012. Anti-inflammatory effects of different extracts from three *Salvia* species. *Turkish Journal of Biology*, 36(1), 59-64.
- Cengiz M, Ayhanci A, Kutlu HM, Musmul, A, 2016. Potential therapeutic effects of silymarin and silymarin-loaded solid lipidnanoparticles on experimental kidney damage in BALB/c mice: biochemical and histopathological evaluation. *Turkish Journal of Biology*, 40(4), 807-814.
- Cengiz M, 2018. Hematoprotective effect of boron on cyclophosphamide toxicity in rats. *Cellular and Molecular Biology*. 64, 62-65.

- Cengiz M, Yeşildağ Ö, Ayhancı A, 2018. Siklofosfamid Nedenli Hematoksisite Üzerine Karvakrolün Sitoprotektif Etkileri. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*. 5, 125-130.
- Cengiz M, Yıldız SC, Demir C, Şahin İK, Teksoy Ö, Ayhancı A, 2019. Hepato-preventive and anti-apoptotic role of boric acid against liver injury induced by cyclophosphamide. *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*, 53, 1-7.
- Cengiz M, Kutlu HM, Peker Cengiz B, Ayhancı A, 2020. Escin attenuates oxidative damage, apoptosis and lipid peroxidation in a model of cyclophosphamide-induced liver damage. *Drug and Chemical Toxicology*, 1-8.
- Erel O, 2005. A new automated colorimetric method for measuring total oxidant status. *Clinical biochemistry*. 38, 1103-1111.
- Fraiser L, Kanekal S, Kehrer J, 1991. Cyclophosphamide toxicity: characterizing and avoiding the problem. *Drugs*. 42, 781-5.
- Furtado RA, De Araujo FRR, Resende FA, Cunha WR, Tavares DC, 2010. Protective effect of rosmarinic acid on V79 cells evaluated by the micronucleus and comet assays. *Journal of Applied Toxicology: An International Journal*, 30(3), 254-259.
- Gür F, Cengiz M, Kutlu HM, Cengiz BP, & Ayhancı, A, 2021. Molecular docking analyses of Escin as regards cyclophosphamide-induced cardiotoxicity: In vivo and in Silico studies. *Toxicology and Applied Pharmacology*, 411, 115386.
- Kawabata TT, Chapman MY, Dong-Hyun K, Stevens WD, Holsapple MP, 1990. Mechanisms of in vitro immunosuppression by hepatocyte-generated cyclophosphamide metabolites and 4-hydroperoxycyclophosphamide. *Biochemical pharmacology*, 40(5), 927-935.
- Kumar K, Kuttan R, 2005. Chemoprotective activity of an extract of *Phyllanthus amarus* against cyclophosphamide induced toxicity in mice. *Phytomedicine*. 12, 494-500.
- Moore FR, Urda GA, Krishna G, Theiss JC, 1995. An in vivo/in vitro method for assessing micronucleus and chromosome aberration induction in rat bone marrow and spleen 1. Studies with cyclophosphamide. *Mutation Research/Environmental Mutagenesis and Related Subjects*, 335(2), 191-199.
- Schuurman HJ, Smith HT, Cozzi E, 2005. Tolerability of cyclophosphamide and methotrexate induction immunosuppression in nonhuman primates. *Toxicology*. 213, 1-12.
- Senthilkumar S, Yogeeta SK, Subashini R, Devaki T, 2006. Attenuation of cyclophosphamide induced toxicity by squalene in experimental rats. *Chemico-biological interactions*, 160(3), 252-260.
- Taysi S, Memisogullari R, Koc M, Yazici AT, Aslankurt M, Gumustekin K, Tahsin Ozder H, 2008. Melatonin reduces oxidative stress in the rat lens due to radiation-induced oxidative injury. *International journal of radiation biology*, 84(10), 803-808.
- Teksoy O, Sahinturk V, Cengiz M, İnal B, Ayhancı A, 2020. The Protective Effects of Silymarin on Thioacetamide-Induced Liver Damage: Measurement of miR-122, miR-192, and miR-194 Levels. *Applied biochemistry and biotechnology*, 191(2), 528-539.
- Tepe B, 2008. Antioxidant potentials and rosmarinic acid levels of the methanolic extracts of *Salvia virgata* (Jacq), *Salvia staminea* (Montbret & Aucher ex Benth) and *Salvia verbenaca* (L.) from Turkey. *Bioresource Technology*. 99, 1584-1588.
- Trasler JM, Hales BF, Robaire B, 1987. A time-course study of chronic paternal cyclophosphamide treatment in rats: effects on pregnancy outcome and the male reproductive and hematologic systems. *Biology of reproduction*. 37, 317-326.

- Ucuncu H, Aktan B, Ozabacigil F, Buyukokuroglu ME, Akyuz M, Altas E, 2004. Protective effect of melatonin on experimental otitis media with effusion in guinea pigs. *Annals of Clinical & Laboratory Science*, 34(3), 341-346.
- Yoruk O, Ucuncu H, Sutbeyaz Y, Aktan B, Gur FO, 2009. The effects of methylprednisolone and cefazolin sodium on antioxidant status in experimentally induced maxillary sinusitis. *Acta otolaryngologica*, 129(10), 1101-1105.

Atf İçin: Beyaz S, 2022. *Saccharomyces cerevisiae*'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 597-608.

To Cite: Beyaz S, 2022. Investigation of the Protective Effects of Clove (*Syzygium aromaticum* L.) Extract against Oxidative Damage Caused by Carbon Tetrachloride (CCl₄) in *Saccharomyces cerevisiae* by Glutathione, Malondialdehyde and Total Protein Levels. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 597-608.

***Saccharomyces cerevisiae*'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması**

Seda BEYAZ^{1*}

ÖZET: Bitkisel ilaçların sağlık alanında kullanımları oldukça önemli yere sahiptir. Biyoaktif bileşenler bakımından zengin bir tür olan karanfil bitkisinin (*Syzygium aromaticum* L.) antihipertansif, antiaterojenik, antiinflamatuvar, antifungal, antiviral, antimikrobiyal gibi birçok özellikleri bulunmaktadır. Bu çalışmada, *Saccharomyces cerevisiae* (*S. cerevisiae*)'de karbon tetraklorür (CCl₄)'ün neden olduğu oksidatif hasara karşı karanfil bitki ekstraktının (*Syzygium aromaticum* L.) antiinflamatuvar ve antioksidan aktiviteleri araştırılmıştır. Bu çalışmada 4 grup oluşturulmuştur. Çalışma grupları: (i) Kontrol Grubu: Sadece maya ekilen grup; (ii) CCl₄ Grubu: CCl₄ (10 mM) verilen grup; (iii) Karanfil Grubu: Karanfil ekstraktı (% 10) verilen grup; (iv) Karanfil + CCl₄ Grubu: Karanfil ekstraktı (% 10) + CCl₄ (10 mM) verilen grup. *S. cerevisiae* kültürleri 1, 3, 5 ve 24 saat boyunca 30 °C'de geliştirildi. Antioksidan aktiviteleri glutasyon (GSH) analizi ile gerçekleştirilirken lipid peroksidasyonu ise malondialdehit (MDA) analizi ile spektrofotometrede ölçümleri gerçekleştirilmiştir. *S. cerevisiae* kültürlerinin 1, 3, 5 ve 24 saat dilimlerindeki hücre gelişimleri spektrofotometre ile ölçülmüştür. Total protein yoğunlukları SDS-PAGE elektroforezi ve Bradford yöntemi ile belirlendi. Sonuçlara göre; CCl₄ grubu ile kıyaslandığında GSH seviyeleri (24 saat), hücre gelişimi (1, 3, 5 ve 24 saat) ve total protein sentezi karanfil gruplarında artarken, MDA seviyeleri (24 saat) ise azalış göstermiştir. Karanfil bitkisinin güçlü biyoaktif kimyasal bileşenleri sayesinde *S. cerevisiae* kültüründe CCl₄ kaynaklı oksidatif stresi azaltarak hücre büyümesini ve total protein sentezini teşvik edici etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Karanfil ekstraktı oksidatif stresle ilişkili hastalıkların tedavisinde bir potansiyel taşıyabilir ancak ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

Anahtar Kelimeler: Antiinflamatuvar, glutasyon, karanfil, *Saccharomyces cerevisiae*, total protein

Investigation of the Protective Effects of Clove (*Syzygium aromaticum* L.) Extract against Oxidative Damage Caused by Carbon Tetrachloride (CCl₄) in *Saccharomyces cerevisiae* by Glutathione, Malondialdehyde and Total Protein Levels

ABSTRACT: The use of herbal medicines in the field of health has a very important place. Clove plant (*Syzygium aromaticum* L.), a species rich in bioactive components, has many properties such as antihypertensive, antiatherogenic, antiinflammatory, antifungal, antiviral, antimicrobial. In this study, the antiinflammatory and antioxidant activities of clove plant extract (*Syzygium aromaticum* L.) against oxidative damage caused by carbon tetrachloride (CCl₄) in *Saccharomyces cerevisiae* (*S. cerevisiae*) were investigated. In this study, 4 groups were formed. Study groups: (i) Control Group: Yeast-only group; (ii) CCl₄ Group: CCl₄ (10 mM) given group; (iii) Clove Group: The group given clove extract (10%); (iv) Clove + CCl₄ Group: Clove extract (10%) + CCl₄ (10 mM) administered group. *S. cerevisiae* cultures were grown at 30 °C for 1, 3, 5 and 24 hours. Antioxidant activities were performed with glutathione (GSH) analysis, while lipid peroxidation was measured with malondialdehyde (MDA) analysis in spectrophotometer. Cell growth of *S. cerevisiae* cultures at 1, 3, 5 and 24 hours was measured by spectrophotometer. Total protein concentrations were determined by SDS-PAGE electrophoresis and Bradford method. According to the results obtained; Compared to the CCl₄ group, GSH levels (24 hours), cell growth (1, 3, 5 and 24 hours) and total protein synthesis increased in the clove groups, while MDA levels (24 hours) decreased. Thanks to its strong bioactive chemical components, the clove plant has been determined to have a stimulating effect on cell growth and total protein synthesis by reducing CCl₄-induced oxidative stress in *S. cerevisiae* culture. Clove extract may have potential in the treatment of oxidative stress-related diseases, but further studies are needed.

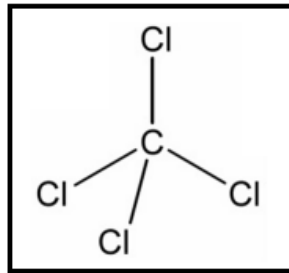
Keywords: Antiinflammatory, glutathione, clove, *Saccharomyces cerevisiae*, total protein

¹Seda BEYAZ ([Orcid ID: 0000-0003-0436-8112](https://orcid.org/0000-0003-0436-8112)), Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyoloji Bölümü, Elazığ, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Seda BEYAZ, e-mail: beyazseda23@gmail.com

GİRİŞ

Son yıllarda modern tıpta tıbbi ve aromatik bitkilerin kullanımı oldukça önem arz etmektedir. Önemli tıbbi bitkiler arasında yer alan karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Myrtaceae familyasına ait kuru bir çiçek tomurcuğudur. Endonezya'nın Maluku adalarına özgü bir tür olan bu bitki son yıllarda farklı habitatlarda da yetiştirilebilmektedir. Karanfil bitkisi hoş kokulu bir bitki olup çok eski zamanlardan hem geleneksel tıpta hem de mutfakta baharat olarak kullanılmaktadır. Glikozitler, saponinler, flavonoidler, steroidler, tanenler, alkaloidler, terpenler gibi biyoaktif bileşenler bakımından zengin içeriğe sahip olduğu bilinmektedir. Ayrıca içeriğinde önemli miktarlarda vanilin, gallotanik asit, metil salisilat, öjenol, ramnetin, kaempferol, oleanolik asit, metil amil keton, metil salisilat, α -humulen, β -humulen ve benzaldehit bulunmaktadır. Son yıllarda yapılan çalışmalarla güçlü antiinflamatuvar, antioksidan, antimutajenik, analjezik, anestezik, antifungal, antiviral, antimikrobiyal, antinosiseptif ve antikanser aktiviteler gösterdiği belirlenmiştir (Batiha ve ark., 2020; Vicidomini ve ark., 2021). *Saccharomyces cerevisiae* (*S. cerevisiae*) ökaryotik hücre biyolojisinin temel yönlerini incelemek için güçlü bir model organizmadır. *S. cerevisiae* 16 kromozoma sahiptir. Toplam genom, 78 520 nükleotid çift mitokondriyal DNA ile yaklaşık 13 117 000 nükleotid çifti içermektedir. Protein kodlayan genlerin yoğunluğu insan genomundaki gen yoğunluğundan yaklaşık 50 kat daha yüksektir. Bu genom özelliklerinden dolayı yaklaşık % 23 oranında insan genomuna benzediği düşünülmektedir (Duina ve ark., 2014). İnsan genom özelliklerine benzerliğinden dolayı *S. cerevisiae* model organizma olarak bu çalışmada kullanılmıştır. Bu çalışmada kapsamında, *S. cerevisiae*'de oksidatif stres kaynağı olarak kullanılmış olan karbon tetraklorür (CCl₄), hayvanlarda ve insanlarda çeşitli sitotoksositeye neden olan bir ksenobiyotiktir (Şekil 1). CCl₄; merkezi bir karbon atomuna tek kovalent bağlarla birleştirilmiş dört klor atomunun konfigürasyonundan oluşmuş olup serbest radikal üretimine yol açarak hücrel hasara neden olmaktadır (Tekeli ve Bildik, 2016). Serbest radikaller, birçok hastalığın oluşumunun yanı sıra lipitlerin, proteinlerin ve nükleik asitlerin yapısında değişiklik meydana getirerek oksidatif strese neden olmaktadır. Bu değişikliklerin sonucunda oluşan oksidatif stres, lipid membranlarının ve proteinlerin yapılarında geri dönüşümü mümkün olmayan değişimler oluşturarak doku hasarına neden olmaktadır (Koçak ve ark., 2019).



Şekil 1. Karbon tetraklorür (CCl₄)'ün organik yapısı (Ünalımış, 2019)

Antioksidan özelliğe sahip birçok tıbbi bitki serbest radikallerin sebep olduğu hasarı azaltarak patolojik durumlara karşı koruma sağlamaktadır. Polifenoller, flavonoidler, saponinler, steroidler, tanenler, alkaloidler ve terpenler gibi biyoaktif bileşenler organizmada oluşan serbest radikalleri temizleyerek antioksidan savunma mekanizması oluşturmaktadır (Khan ve Siddique, 2012). Bu bağlamda, önemli tıbbi bitkiler arasında yer alan karanfil bitki (*Syzygium aromaticum* L.) ekstraktının CCl₄ kaynaklı oluşan serbest radikalleri ortadan kaldırarak oksidatif stresi azalttığı düşünülmektedir.

MATERYAL ve METOT

Çalışma Grupları

Bu çalışmada *S. cerevisiae*'de karbon tetraklorür (CCl₄) ile oluşturulan hasara karşı karanfil bitki (*Syzygium aromaticum* L.) ekstraktının terapötik aktivitesi araştırılmıştır. Çalışmada 4 grup mevcuttur. Gruplar şu şekildedir:

- (i) **Kontrol Grubu:** Sadece maya ekilen grup;
- (ii) **Karanfil Grubu:** Karanfil verilen grup (% 10);
- (iii) **CCl₄ Grubu:** CCl₄ (10 milimolar) verilen grup;
- (iv) **Karanfil + CCl₄ Grubu:** Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 milimolar) verilen grup (Çizelge 1).

Çizelge 1. Çalışma grupları

ÇALIŞMA GRUPLARI	UYGULAMA AŞAMASI
Kontrol Grubu	Sadece maya ekilen grup
Karanfil Grubu	% 10 karanfil ekstraktı uygulanan grup
CCl ₄ Grubu	10 milimolar CCl ₄ uygulanan grup
Karanfil + CCl ₄ Grubu	% 10 karanfil ekstraktı ve 10 milimolar CCl ₄ uygulanan grup

Kültüre Karanfil Bitki Ekstraktının ve Karbon Tetraklorür (CCl₄) Uygulanması

S. cerevisiae'nin gelişim ortamı

Mayaların geliştirilmesi ve çoğaltılması için YEPD (250 ml için; 7.5 gram maya özütü, 7.5 gram tripton, 7.5 gram glukoz) hazırlanmıştır. Daha sonra 5 erlen alınarak erlenlerin her birine hazırlanan 250 ml'lik besiyerden 50 ml eklenmiştir. Otoklavda 121 °C'de 1 saat bekletildikten sonra çıkarılarak soğutulma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bek alevi yanında her bir erlene 800 µl maya ekimi yapılmış ve etüvde 20 dakika bekletildikten sonra kör ölçümü yapılmıştır.

%10'luk karanfil bitki ekstraktının hazırlanması

10 gram karanfil tartılmış ve 100 ml kaynar distile suda demleme şeklinde 15-20 dakika bekletilmiştir. Daha sonra steril bir tülbent vasıtasıyla süzülerek kültüre ekimi için hazır hale getirilmiştir (Şekil 2). Hemen ardından etüvden çıkarılan diğer erlenlere bek alevi yanında CCl₄ ve karanfil bitki ekstraktı eklenmiştir. Grupların içeriğine göre karanfil bitki ekstraktından 10 ml, CCl₄'den 10 milimolar eklenmiştir. Kültürler, 1 saat, 3 saat, 5 saat ve 24 saat boyunca (gece boyunca) 30 °C'de geliştirilmiştir. Ardından SDS-PAGE elektroforezi yapılmış ve protein bant yoğunlukları değerlendirilmiştir (Aslan ve ark., 2019a).



Şekil 2. Karanfil bitkisi (*Syzygium aromaticum* L.) ve ekstraktı

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması

Kültüre Karanfil Bitki Ekstraktının ve CCl₄ Kimyasalı Uygulaması

Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 milimolar) *S. cerevisiae* ortamına eklenerek 30 °C'de geliştirilmiştir. Karanfil + CCl₄ Grubu: Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 milimolar) eklenmiştir.

Hücre Gelişimi Ölçümleri

Gelişimi sağlanan kültür örnekleri 1 saat, 3 saat, 5 saat ve 24 saat boyunca 30 °C'de geliştirilmiştir. Hücre gelişim ölçümleri spektrofotometrede 600 nanometre (OD₆₀₀) dalga boyunda gerçekleştirilmiştir (Aslan ve ark., 2019a).

Sodyum Dodesil Sülfat–Poliakrilamid Jel Elektroferez (SDS-PAGE) Protein İzolasyonu

Kültür örneklerin 1 ml alınarak 13000 rpm'de 6 dakika santrifüj edildikten sonra pelet kısmı alınmış ve 500 µl TEA içerisinde çözülmüştür. Örnekler sonikatör cihazı yardımıyla 10 saniye süreyle iki kez parçalama işlemi gerçekleştirildikten sonra buz içerisinde 5 dakika bekletilmiştir. Ardından 13000 rpm'de 10 dakika santrifüj edildikten sonra pelet kısmı alınmıştır. Hazırlanan örnekler elektroferez işlemi için boyama solüsyonu kullanılarak yüklemeye hazır hale getirilmiştir (Aslan ve ark., 2019b).

Sodyum Dodesil Sülfat–Poliakrilamid Jel Elektroferez (SDS-PAGE) Analizi

S. cerevisiae kültür örnekleri elektroferez işlemi için kuyucuklara yüklenmeden önce 1:1 oranında protein örnek uygulama ilave edilerek vorteks işlemi yapılmıştır. Daha sonra 5 dakika kaynatılarak yüklemeye hazır hale getirilmiştir. Kuyucuklara 25 µg protein yüklenmiştir. Elektroferez işlemi için 1x yürütme tamponu eklenmiştir. Ardından 30 miliamper akımda jeller yürütülmüş ve işlem tamamlandıktan sonra jeller oda sıcaklığında 40-60 dakika Coomassie mavisi ile boyanmıştır. Protein bant görüntüleri belirginleşinceye kadar boya uzaklaştırıcı tampon ile yıkanarak protein bantlarının görüntüleri alınmıştır (Beyaz ve ark., 2020).

Total Protein Yoğunluğu Ölçümleri

Stok çözeltiden derişimi 0, 20, 40, 60, 80, 100 mg/L olan standart çözeltiler hazırlanmıştır. Bradford çözeltisi için 0.1 gram coomassie brilliant blue G-250, 50 ml % 95 etil alkol, 100 ml % 85'lik fosforik asit alınarak son hacim 1000 ml'ye tamamlanmıştır. Deney tüpüne analizi yapılacak örnekten 100 µl örnek konularak Bradford çözeltisinden 5 ml eklenmiş ve 10 dakika bekletilmiştir. Gruplardaki total protein yoğunluğu Bradford metoduna göre 600 nanometre (OD₆₀₀) dalga boyunda spektrofotometrede ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Okunan absorbans değerlerine göre absorbans grafiği çizilmiştir (Bradford, 1796; Aslan, 2021).

Malondialdehit (MDA) Analizi

Lipid peroksidasyonunun en önemli göstergesi olan MDA'nın temel prensibi asit ortamda tiyobarbutürik asit ile ısıtıldığında reaksiyona girerek pembe renkli bir kromojen oluşturmasına dayanmaktadır. Pembe rengin şiddeti, numunedeki MDA konsantrasyonu ile doğru orantılıdır. Kültür numune örneklerine %10'luk homojenat oluşacak şekilde %1.15'lik KCl çözeltisi ilave edilerek 15000 rpm'de 1–2 dakika süreyle buz içinde homojenize edilmiştir. Elde edilen homojenatlar MDA analizinde kullanılmıştır. % 8.1'lik sodyum dodesil sülfat (SDS), % 20'lik asetik asit, % 0.8'lik 2-tiyobarbutürik asit (TBA), 2 mmol L⁻¹ 1.1'.3.3' tetraetoksipropan eklenip vortekslenildikten sonra 45 dakika kaynar su banyosunda (95 °C) inkubasyon ve soğutma işlemi gerçekleştirilmiştir. 2 ml n-butanol ilavesinden sonra vortekslenmiştir. Tüpler kaynar suda (en az 95 derecede) 1 saat bekletildikten sonra soğutulularak 5000 rpm'de 10 dakika santrifüj edilmiştir. Spektrofotometre 532

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması

nanometre dalga boyunda körle sıfır absorbansa ayarlanmıştır. Pembe renkli süpernatantların absorbansları 532 nanometre dalga boyunda okunarak sonuçlar nmol ml⁻¹ cinsinden ifade edilmiştir (Ohkawa ve ark., 1979; Erdemli, 2011).

Glutasyon (GSH) Analizi

Kültürlerden alınan %10'luk homojenat oluşturulmuş ve distile su ilave edilerek buz üzerinde 1-2 dakika 12000 rpm'de homojenize edilmiştir. Doku homojenatları 5000 rpm'de, +4 derecede, 20 dakika santrifüj edilmiştir. Elde edilen süpernatant içerisine TCA çözeltisi ilave edilerek karıştırılmıştır. Ardından 3000 rpm'de, +4 derecede, 20 dakika santrifüj edilerek proteinlerin çökmesi sağlanmıştır. Süpernatant numuneleri GSH analizinde kullanılmıştır. % 10'luk triklor asetik asit, % 1'lik trisodyum sitrat, % 0.4'lük 5.5'-ditiyobis 2-nitrobenzoik asit, 0.3 molar disodyum hidrojen fosfat reaktisleri kullanılarak deney tüpleri hazırlanmış ve çözeltilerin iyice karışmasını sağlamak için vortekslenmiştir. Oda sıcaklığında 5 dakika bekletilerek numunelerde oluşan renk sonucunda spektrofotometrede 410 nm dalga boyunda absorbans değerleri okunarak sonuçlar µmol ml⁻¹ olarak kaydedilmiştir (Habig ve ark., 1974; Erdemli, 2011).

İstatistiksel Analizler

Çalışmanın istatistiksel analizleri SPSS 22 paket programı ile analiz edilmiştir. Gruplar arası farklılıkları belirlemek için One Way Anova *Post Hoc* LSD testleri uygulanmıştır. Graphpad Prism 5 Project programı kullanılarak grafik çizimleri gerçekleştirilmiştir.

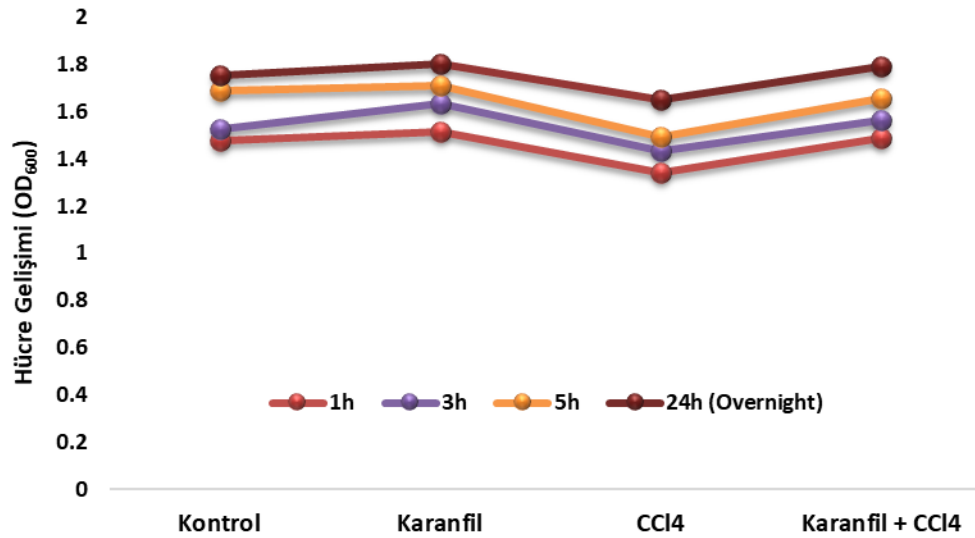
BULGULAR ve TARTIŞMA

Son yıllarda dünya çapında küresel bir salgın haline gelen Covid-19 bütün insanlığı olumsuz yönde etkileyen bir sağlık sorun haline gelmiştir. Bu hastalığın gün geçtikçe artıyor olması insanları çeşitli tedavi yöntemleri geliştirmeye yönlendirmiştir. Bu tedavi yöntemleri arasında yerini alan bitkisel ilaçlar içerdikleri zengin biyoaktif bileşikler nedeniyle birçok hastalığın tedavisinde kullanılmaya başlanmıştır. Karanfil bitkisi zengin fitokimyasal içeriği bakımından antioksidan, antimikrobiyal, antibakteriyel, antiviral ve antikanserojenik özellikleri ile birçok hastalığa karşı etkili ilaç olma potansiyeline sahiptir (Cortes-Rojas ve ark., 2014).

Gökçe (2020), *S. cerevisiae*'de CCl₄ kaynaklı oksidatif strese karşı fıstık (*Pistacia vera* L.) ekstraktının MDA ve SOD seviyesini azaltarak GSH seviyesi ve CAT aktivitelerini ise anlamlı bir şekilde arttığını tespit etmiştir. Fıstık ekstraktı verilen *S. cerevisiae* kültürlerinde hücre gelişiminin arttığını, oksidatif hasarın ise önemli ölçüde azalma gösterdiğini belirtmiştir. Ahmad ve ark., (2012), sıçanlarda iltihaplanma oluşumuna karşı karanfil bitki ekstraktının oksidatif stresi azalttığını tespit etmişlerdir. Karanfil bitki ekstraktı tedavisinin lipid peroksidasyonunu (MDA) azaltarak GSH seviyesi ve CAT aktivitesini arttırdığı bildirmişlerdir (p<0.001).

Bu çalışmanın deneysel analizleri sonucunda, karanfil bitki ekstraktının yüksek antioksidan etkileri sayesinde birçok hastalığın tedavi edilmesinde tedavi edici etkilere sahip olduğu belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 3'de göre farklı gelişim zamanları olan gruplar arasında anlamlı bir fark olduğu gözlenmektedir (p<0.05). Kültür ortamına aktarılan karanfil bitki ekstraktının, *S. cerevisiae*'de oluşturulan CCl₄ hasarına karşı hücre gelişimini arttırdığı görülmüştür.

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması



Şekil 3. *S. cerevisiae*'de karanfil tedavisinin 1, 3, 5 ve 24 saatlerdeki hücre gelişimi

Çizelge 2, Çizelge 3, Çizelge 4, Şekil 4, Şekil 5 ve 6'da verilen total protein pelet ve süpernatant sonuçlarına göre, karanfil bitki ekstraktının, *S. cerevisiae*'de protein sentezini arttırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca CCl₄ grubuna kıyasla Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 mM) grubunda total protein seviyesinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 2. *S. cerevisiae* bradford pelet protein yoğunluğu

Gruplar (Pelet)	<i>S. cerevisiae</i> Total Protein Seviyesi (nmol ml ⁻¹)
Kontrol	131.43 ± 4.81 ^a
Karanfil	133.69 ± 4.97 ^a
CCl ₄	90.16 ± 3.01 ^c
Karanfil + CCl ₄	102.63 ± 3.99 ^b

a-c: Sütunlarda farklı harfi taşıyan gruplar arası fark önemlidir (p < 0.05). One- Way ANOVA *Post Hoc* LSD Testi.

Çizelge 3. *S. cerevisiae* bradford süpernatant protein yoğunluğu

Gruplar (Süpernatant)	<i>S. cerevisiae</i> Total Protein Seviyesi (nmol ml ⁻¹)
Kontrol	42.54 ± 4.29 ^a
Karanfil	44.97 ± 4.55 ^a
CCl ₄	30.88 ± 2.64 ^c
Karanfil + CCl ₄	34.54 ± 3.12 ^b

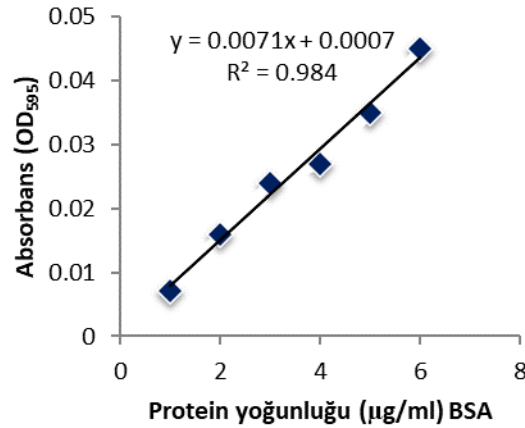
a-c: Sütunlarda farklı harfi taşıyan gruplar arası fark önemlidir (p < 0.05). One- Way ANOVA *Post Hoc* LSD Testi.

Çizelge 4. *Saccharomyces cerevisiae* 'nin 1h, 3h, 5h ve 24h zaman aralıklarındaki hücre gelişimi

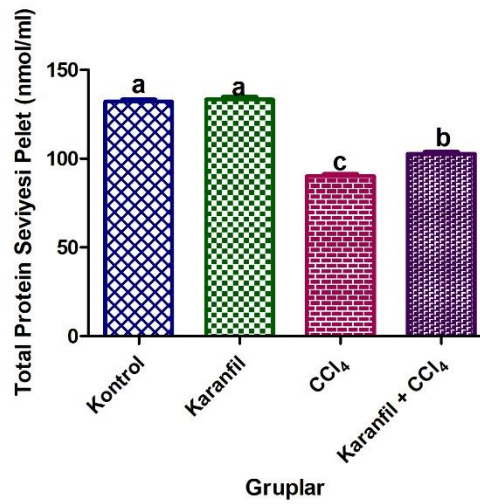
Gruplar	1h	3h	5h	24h (Overnight)
Kontrol	1.475 ± 1.05 ^d	1.523 ± 1.76 ^c	1.688 ± 1.73 ^b	1.753 ± 1.74 ^a
Karanfil	1.517 ± 1.07 ^d	1.635 ± 1.79 ^c	1.709 ± 1.79 ^b	1.802 ± 1.76 ^a
CCl ₄	1.340 ± 0.62 ^d	1.434 ± 0.59 ^c	1.495 ± 1.59 ^b	1.652 ± 1.66 ^a
Karanfil + CCl ₄	1.486 ± 0.86 ^d	1.565 ± 0.65 ^c	1.655 ± 1.66 ^b	1.792 ± 1.71 ^a

**a,b,c,d Sütunlarda farklı harfi taşıyan gruplar arası fark önemlidir (p < 0.05). One- Way ANOVA *Post Hoc* LSD Testi.

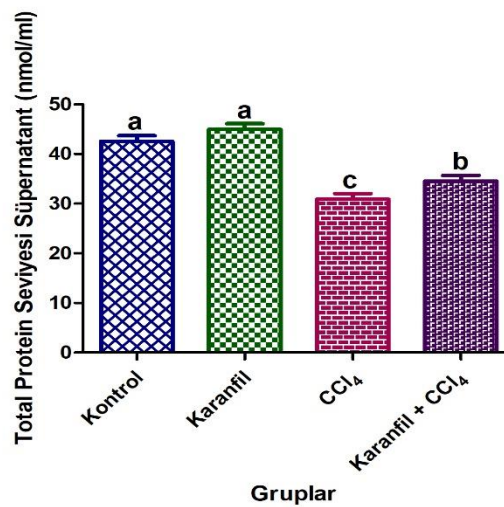
Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması



Şekil 4. *S. cerevisiae* bradford bovine serum albumin (BSA) standart grafiği



Şekil 5. Total protein pelet seviyesi



Şekil 6. Total protein süpernatant seviyesi

Aslan ve ark., (2019a), *S. cerevisiae*'de H₂O₂ kaynaklı oksidatif strese domatesin terapötik aktivitesini araştırmışlardır. H₂O₂ eklenen gruplara kıyasla domates eklenen gruplarda MDA seviyesinin azaldığını ve total protein seviyesinin ise anlamlı bir şekilde arttığını tespit etmişlerdir.

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması

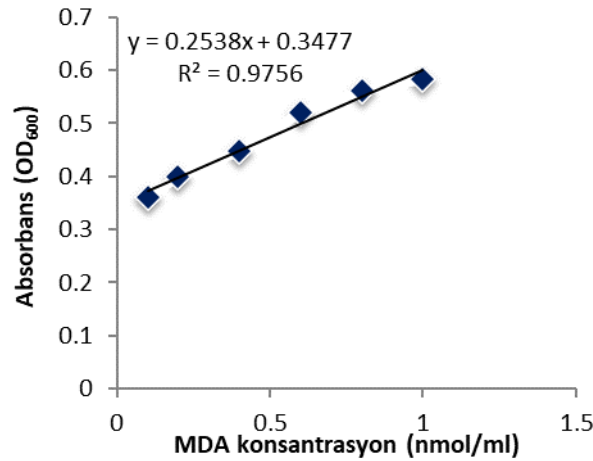
Beyaz ve ark., (2020), *S. cerevisiae*'de H₂O₂ kaynaklı oksidatif strese karadut (*Morus nigra* L.) ve kızılçık (*Cornus mas* L.) meyvelerinin oksidatif strese karşı oldukça güçlü bir terapötik etkiye sahip sonucuna varmışlardır. Ayrıca H₂O₂ eklenen gruplara kıyasla karadut ve kızılçık ekstraktlarının verildiği gruplarda MDA seviyesinin azaldığını ve total protein seviyesinin ise anlamlı bir şekilde arttığını belirtmişlerdir.

Bu çalışmada Çizelge 5, Şekil 7 ve Şekil 8'de verilen MDA seviyelerini incelediğinde, CCl₄ grubunda MDA seviyesinin en yüksek olduğu, Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 mM) grubunda ise anlamlı bir şekilde azaldığı belirlenmiştir.

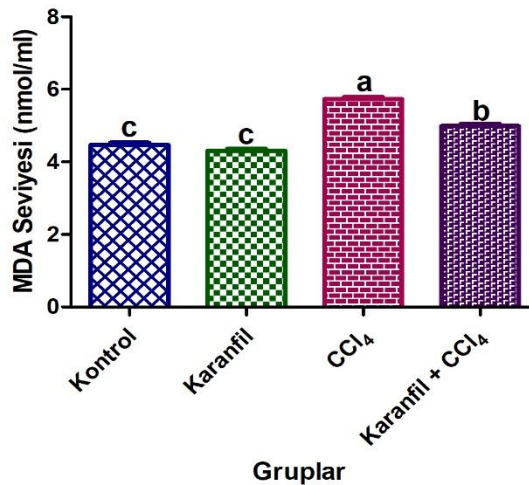
Çizelge 5. *S. cerevisiae* MDA seviyesi

Gruplar	<i>S. cerevisiae</i> MDA Seviyesi (nmol ml ⁻¹)
Kontrol	4.47 ± 1.89 ^c
Karanfil	4.30 ± 1.95 ^c
CCl ₄	5.73 ± 2.97 ^a
Karanfil + CCl ₄	4.99 ± 2.07 ^b

a-c: Sütunlarda farklı harfi taşıyan gruplar arası fark önemlidir (p < 0.05). One- Way ANOVA *Post Hoc* LSD Testi.



Şekil 7. *S. cerevisiae* malondialdehit (MDA) standart grafiği



Şekil 8. Malondialdehit (MDA) seviyesi

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması

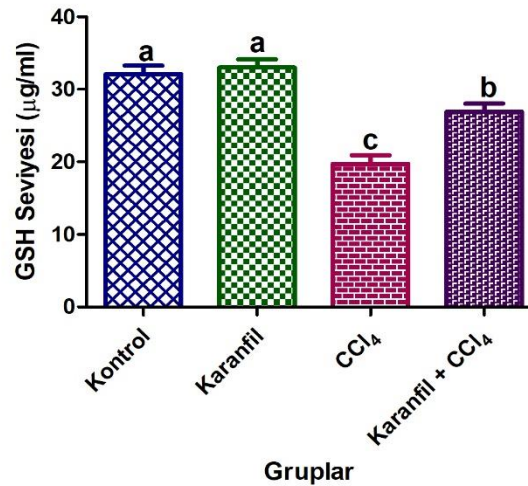
Kiruthika ve Padma (2013), *Zea mays* yaprağı ekstraktlarının *S.cerevisiae*'de H₂O₂ kaynaklı oksidatif stres karşı koruyucu rolünü araştırmışlar ve zengin antioksidan kaynağına sahip olan *Zea mays* yaprağı ekstraktlarının H₂O₂ tarafından indüklenen oksidatif strese karşı etkili bir şekilde koruma sağladığını belirtmişlerdir. Jilani ve ark., (2016), *S. cerevisiae*'de zeytin yaprağı (*Olea europaea* L.) polifenollerinin biyolojik olarak işlenebilirliği ve antioksidan kapasitesine etkisini araştırmışlar ve zeytin yaprağının güçlü antioksidan aktiviteye sahip olduğunu tespit etmişlerdir. Jamnik ve ark., (2007), *S. cerevisiae*'de arı sütü tedavisinin hücre içi oksidasyonu doza bağımlı bir şekilde azaltarak büyüme fazına bağlı bir şekilde büyümeyi ve hücredeki metabolik enerjisi aktivitesini olumlu yönde etkilediğini belirtmişlerdir. Dahası arı sütü hücredeki reaktif oksijen türlerinin temizleyicisi olarak hareket ederek protein ekspresyonunu da arttırdığını tespit etmişlerdir.

Bu çalışmada Çizelge 6 ve Şekil 9'da verilen GSH düzeylerini incelediğinde, CCl₄ grubunda GSH aktivitesinin en düşük olduğu, Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 mM) grubunda ise anlamlı bir şekilde azaldığı belirlenmiştir.

Çizelge 6. *S. cerevisiae* GSH aktivite tayini

Gruplar	<i>S. cerevisiae</i> GSH Seviyesi (µg ml ⁻¹)
Kontrol	32.12 ± 3.77 ^a
Karanfil	33.01 ± 3.86 ^a
CCl ₄	19.76 ± 2.38 ^c
Karanfil + CCl ₄	26.91 ± 3.64 ^b

a-c: Sütunlarda farklı harfi taşıyan gruplar arası fark önemlidir (p < 0.05). One- Way ANOVA *Post Hoc* LSD Testi.



Şekil 9. Glutasyon (GSH) seviyesi

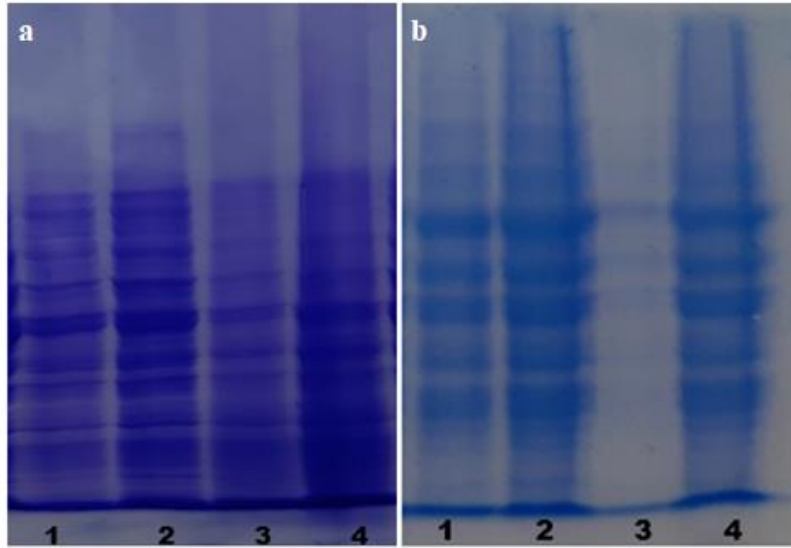
Aslan (2021), Goji berry ekstraktının *S. cerevisiae* kültüründe krom kaynaklı oksidatif hasarı ortadan kaldırarak *S. cerevisiae*'nin hücre büyümesini arttırdığı sonucuna varmıştır. Ajiboye ve ark., (2016), karanfil ekstraktının *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* ve *Staphylococcus aureus*'a karşı antibakteriyel aktivitesi, oksidatif stres ve membran geçirgenliği araştırılmıştır. Elde edilen verilere göre, karanfil ekstraktının *Escherichia coli*'de membran geçirgenliğini ve oksidatif stresi arttırdığını tespit etmişlerdir. Nirmala ve ark., (2019), karanfil tomurcuklarından elde edilen uçucu yağın antiviral, antibakteriyel ve antikanser aktiviteye sahip olduğunu belirtmişlerdir.

Kadri ve ark., (2018), karanfil bitkisinin yetişkin farelerde seryum klorür kaynaklı nörotoksik etkiyi azaltarak beyin doku hasarına karşı etkili koruma sağladığını belirtmişlerdir. Do ve ark., (2020),

Saccharomyces cerevisiae'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması

karanfil özütünün, Nrf-2/Glo1 yoluyla AGE kaynaklı glukotoksisite ve oksidatif stresi inhibe ederek diyabet kaynaklı böbrek hasarını iyileştirebileceğini tespit etmişlerdir. Bakour ve ark., (2018), sıçanlarda hidrojen peroksit (H₂O₂) kaynaklı karaciğer, beyin ve böbrek doku hasarına karşı karanfil yağının güçlü antioksidan koruma sağladığını tespit etmişlerdir. Chniguir ve ark., (2019), karanfil ekstraktının lipopolisakkaritlerin neden olduğu akciğer iltihabına karşı koruma sağladığını belirlemişlerdir.

Bu çalışmada Şekil 10'daki SDS-PAGE pelet ve süpernatant jel görüntüleri incelendiğinde, protein yoğunluğunun CCl₄ grubuna kıyasla Karanfil (% 10) ve Karanfil (% 10) + CCl₄ (10 mM) grubunda yüksek oranda arttığı gözlenmiştir. CCl₄ serbest radikal üretiminden yol açarak hücrel hasara neden olduğu için CCl₄ verilen grupta protein yoğunluğunun azaldığı belirlenmiştir. Bu çalışma sonucunda, karanfil bitki ekstraktının, CCl₄'ün oluşturduğu oksidatif hasarı azaltarak ederek *S. cerevisiae*'nin gelişimini artırıcı aktiviteye sahip olduğu belirlenmiştir.



Şekil 10. Pelet (a) ve süpernatant (b) protein bantlarının SDS- PAGE görüntüsü. Bantlar; 1:Kontrol; 2: Karanfil; 3: CCl₄; 4: Karanfil + CCl₄

Sreenivasan ve ark., (2020), karanfil ve *Aloe vera* ve doğal bileşenler içeren bir test macununun dişlere etkisini araştırmışlardır. Kontrol diş macunu ile karşılaştırıldığında bu doğal diş macununun diş plağı ve diş eti iltihabında azalmaların yanı sıra hücrel bütünlükteki gelişmeleri temsil eden tükürük laktat dehidrogenazında önemli azalmaların olduğunu tespit etmişlerdir. Chong ve ark., (2019), yeşil çay polifenollerinden biri olan epigallokateşin-3-gallat (EGCG)'in *S.cerevisiae*'de DNA onarım yollarını aktive ederek genom stabilitesini korumada oldukça etkili olduğunu belirlemişlerdir.

Vicidomini ve ark., (2019), karanfil bitkisinin küresel bir salgın haline gelen koronavirüs (Covid-19) tedavisinde antiviral aktiviteye sahip olup olmadığını araştırmışlardır. Özellikle solunum yolu rahatsızlıklarını tedavi etmek için kullanılan karanfil bitkisinin terapötik etkisi ve farklı virüs türlerine karşı deneysel olarak kanıtlanmış etkinliği sayesinde antiinflamatuvar, immün sistemi uyarıcı ve antitrombotik aktiviteye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Karanfil ve bileşenlerinin Covid-19'un önlenmesi ve tedavisinde etkili terapötik protokolleri gerçekleştirmek ve yeni ilaçlar tasarlamak için oldukça biyoaktif özelliklere sahip olduğunu belirtmişlerdir.

SONUÇ

Bu çalışmanın sonuçlarına göre, karanfil bitki ekstraktının *S. cerevisiae*'de total protein sentezini teşvik ederek hücre gelişimini anlamlı bir şekilde arttırdığı belirlenmiştir. Bu çalışma kapsamında, CCl₄ eklenen gruplara kıyasla karanfil bitki ekstraktı eklenen gruplarda antioksidan savunma mekanizma belirteçlerinden biri olan GSH seviyesinin önemli ölçüde arttığı, hücre içinde oksidatif stres belirteci olan MDA düzeylerinin ise anlamlı bir şekilde azaldığı tespit edilmiştir.

TEŞEKKÜR

Katkılarından dolayı Doç. Dr. Abdullah ASLAN ve Arş. Gör. Özlem GÖK'e teşekkürlerimi sunarım.

Çıkar Çatışması

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Yazar Katkısı

Makalede tüm katkı şahsıma aittir.

KAYNAKLAR

- Ahmad T, Shinkafi TS, Routray I, Mahmood A, Ali S, 2012. Aqueous extract of dried flower buds of *Syzygium aromaticum* inhibits inflammation and oxidative stress. *Journal of Basic and Clinical Pharmacy*, 3: 323.
- Ajiboye TO, Mohammed AO, Bello SA, Yusuf II, Ibitoye OB, Muritala HF, Onajobi IB, 2016. Antibacterial activity of *Syzygium aromaticum* seed: Studies on oxidative stress biomarkers and membrane permeability. *Microbial Pathogenesis*, 95: 208-215.
- Aslan A, 2021. *Saccharomyces cerevisiae*'de krom (K₂Cr₂O₇) ile oluşturulan oksidatif hasara goji berry'nin koruyucu etkileri. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 10: 784-795.
- Aslan A, Beyaz S, Gök Ö, 2019a. Domates ekstraktının *Saccharomyces cerevisiae*'de oluşturulan krom hasarına karşı koruyucu etkisi. *Erzincan Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 12: 1048-1055.
- Aslan A, Gök Ö, Beyaz S, 2019b. Üzüm çekirdeği ekstraktının *Saccharomyces cerevisiae*'de oluşturulan hidrojen peroksit hasarına karşı koruyucu etkisi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9: 2216-2224.
- Bakour M, Soulo N, Hammam N, Fatemi HE, Aboulghazi A, Taroq A, Abdellaoui A, Al-Waili N, Lyoussi B, 2018. The antioxidant content and protective effect of argan oil and *Syzygium aromaticum* essential oil in hydrogen peroxide-induced biochemical and histological changes. *International Journal of Molecular Sciences*, 19: 610.
- Batiha GES, Alkazmi LM, Wasef LG, Beshbishy AM, Nadwa EH, Rashwan EK, 2020. *Syzygium aromaticum* L. (Myrtaceae): Traditional uses, bioactive chemical constituents, pharmacological and toxicological activities. *Biomolecules*, 10: 202.
- Beyaz S, Dalkılıç LK, Gök Ö, Aslan A, 2020. *Saccharomyces cerevisiae*'de hidrojen peroksit ile oluşturulan oksidatif hasara karşı karadut (*Morus nigra* L.) ve kızılıçık (*Cornus mas* L.)'ın bazı moleküler biyolojik ve biyokimyasal parametreler üzerine etkisi. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 9: 1134-1144.
- Bradford MM, 1976. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry*, 72: 248-254.
- Chniguir A, Zioud F, Marzaoui V, El-Benna J, Bachoual R, 2019. *Syzygium aromaticum* aqueous extract inhibits human neutrophils myeloperoxidase and protects mice from LPS-induced lung inflammation. *Pharmaceutical Biology*, 57: 55-63.
- Chong SY, Chiang HY, Chen TH, Liang YJ, Lo YC, 2019. Green tea extract promotes DNA repair in a yeast model. *Scientific Reports*, 9: 3842.

***Saccharomyces cerevisiae*'de Karbon Tetraklorür (CCl₄) ile Oluşturulan Oksidatif Hasara Karşı Karanfil (*Syzygium aromaticum* L.) Ekstraktının Koruyucu Etkilerinin Glutasyon, Malondialdehit ve Total Protein Düzeyleri ile Araştırılması**

- Cortes-Rojas DF, Souza CRF, Oliveira WP, 2014. Clove (*Syzygium aromaticum*): A precious spice. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 4: 90-96.
- Do MH, Choi J, Kim Y, Ha SK, Yoo G, Hur J, 2020. *Syzygium aromaticum* reduces diabetes-induced glucotoxicity via the Nrf2/Glo1 pathway. *Planta Medica*, 86: 876-883.
- Duina, A.A., Miller, M.E., Keeney, J.B. (2014). Budding Yeast for Budding Geneticists: A Primer on the *Saccharomyces cerevisiae* Model System”, *Genetics*, 197 (1), 33-48.
- Erdemli ME, 2011. Subkronik akrilamid toksisitesi oluşturulan ratlarda kayısının, kalın bağırsak dokusu glutasyon s-transferaz-Pi (GST) gen ekspresyonu, glutasyon peroksidaz (GSH-Px), redükte glutasyon (GSH) ve malondialdehid (MDA) düzeylerine etkisinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Malatya, Türkiye.
- Gokce Z, 2020. The protective effect of *Pistacia vera* L. (Pistachio) against to carbon tetrachloride (CCl₄)-induced damage in *Saccharomyces cerevisiae*. *Progress in Nutrition*, 22: e2020077.
- Habig WH, Pabst MJ, Jakoby WB, 1974. Glutathione S-transferases. The first enzymatic step in mercapturic acid formation. *Journal of Biological Chemistry*, 249: 7130–7139.
- Jamnik P, Goranovic D, Raspor P, 2007. Antioxidative action of royal jelly in the yeast cell. *Experimental Gerontology*, 42: 594-600.
- Jilani H, Cilla A, Barbera R, Hamdi M, 2016. Improved bioaccessibility and antioxidant capacity of olive leaf (*Olea europaea* L.) polyphenols through biosorption on *Saccharomyces cerevisiae*. *Industrial Crops and Products*, 84: 131-138.
- Kadri Y, Nciri R, Bardaa S, Brahmi N, Saber S, Harrath AH, Aldahmash W, Alwasel S, Mohany M, El Feki A, Salah Allagui M, 2019. *Syzygium aromaticum* alleviates cerium chloride-induced neurotoxic effect in the adult mice. *Toxicology Mechanisms and Methods*, 29: 26-34.
- Khan MR, Siddique F, 2012. Antioxidant effects of *Citharexylum spinosum* in CCl₄ induced nephrotoxicity in rat. *Experimental and Toxicologic Pathology*, 64: 349-55.
- Kiruthika B, Padma PR, 2013. *Zea mays* leaf extracts Protect *Saccharomyces cerevisiae* cell against oxidative stress-induced cell death. *Journal of Acute Medicine*, 3: 83-92.
- Koçak Y, Gökhan OTO, Mercan U, Yaşar S, Arihan O, 2019. Karbon tetraklorür ile oluşturulan doku hasarında *Allium schoenoprasum* L. uygulamasının karaciğer ve böbrek dokusunda total antioksidan ve total oksidan düzeyine etkisi. *Van Sağlık Bilimleri Dergisi*, 12: 1-10.
- Nirmala MJ, Durai L, Gopakumar V, Nagarajan R, 2019. Anticancer and antibacterial effects of a clove bud essential oil-based nanoscale emulsion system. *International Journal of Nanomedicine*, 14: 6439.
- Ohkawa H, Ohishi N, Yagi K, 1979. Assay of lipid peroxides in animal tissue by thiobarbituric acid reaction. *Analytical Biochemistry*, 95: 351–358.
- Sreenivasan PK, Kakarla VVP, Sharda S, Setty Y, 2021. The effects of a novel herbal toothpaste on salivary lactate dehydrogenase as a measure of cellular integrity. *Clinical Oral Investigations*, 25: 3021-3030.
- Tekeli H, Bildik A, 2016. Karbon tetraklorür ile oluşturulan karaciğer hasarında glutasyon (GSH) ve glutasyon s-transferaz (GST) aktivitesi üzerine N-asetil sisteinin etkisi. *Balıkesir Sağlık Bilimleri Dergisi*, 5: 83-87.
- Ünalmiş S, 2019. Karaciğer dokusunda karbon tetraklorür ile oluşturulan hasara karşı beta glukannın etkisi. Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, Türkiye.
- Vicidomini C, Roviello V, Roviello GN, 2021. Molecular basis of the therapeutical potential of clove (*Syzygium aromaticum* L.) and clues to its anti-covid-19 utility. *Molecules*, 26: 1880.

Traditional Plants Used for Medicinal Purposes in Güroymak (Bitlis/Turkey) District

Ümit DEMİR¹, İbrahim DEMİR^{1*}

ABSTRACT: This study, which was conducted between 2020 and 2021 to record the traditional medicinal plant usage culture of the inhabitants of Güroymak (Bitlis), was the first to be conducted in the district. Face-to-face interviews with individuals with advanced ethnobotanical knowledge were conducted in the villages (29) of the district, and the medicinal plants which were used were gathered and identified. The information gathered as a result of the interviews with 120 participants was recorded for this purpose. As a result of the study, it was observed that 60 taxa from 26 families were used to treat 30 different diseases. The most used medicinal plants were from the family “Asteraceae” (13 taxa), followed by “Lamiaceae” (8 taxa), “Rosaceae” (7 taxa) and “Polygonaceae (3 taxa)”. The usage value (UV) was calculated for each species. *Malva neglecta*, *Rosa canina*, *Crataegus pseudoheterophylla*, *Crataegus monogyna*, *Juglans regia*, *Crataegus orientalis*, *Rumex scutatus*, *Celtis tournefortii*, *Alcea setosa*, and *Taraxacum kurdiciforme* were the most commonly used taxa in the study area. Furthermore, diseases for which medicinal plants were used were classified using The International Classification of Primary Care (ICPC), accepted by the WHO, and the Informant Consensus Factor (ICF) values for each disease category were calculated. Diseases with high ICF values are digestive problems (27 taxa). This is followed by the respiratory and skin disease categories (11 taxa for each).

Keywords: Ethnobotany, Bitlis, medicinal plants, traditional medicine, Turkey

¹Ümit DEMİR ([Orcid ID: 0000-0002-9795-2491](https://orcid.org/0000-0002-9795-2491)), İbrahim DEMİR ([Orcid ID: 0000-0003-1533-556X](https://orcid.org/0000-0003-1533-556X)) Bitlis Eren University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Biology, Bitlis, Turkey

* **Corresponding Author:** İbrahim DEMİR, e-mail: idemir@beu.edu.tr

INTRODUCTION

Wild plants have had a significant impact on human life since the beginning of human history. Human beings have made use of the plants around them, particularly as a source of food and as a solution to solve health problems. The knowledge gained over time has been transferred to the present, thus ensuring the development of ethnobotanical culture (Baytop, 1999).

Although traditional medicine is used for primary health care by about 80% of the world's population, for centuries, medicinal plants have been used to treat a wide range of ailments all over the world. In fact, over fifty thousand of the world's estimated 422.000 plant species are used for medicinal purposes (Hamilton, 2004; Yeşil and İnal, 2021).

Anatolia has been home to numerous ancient civilizations, and humans have used plants for medical purposes since the Paleolithic period (Demir, 2020a). Moreover, due to its geographical, geological, and climatic diversity, Turkey is among the countries with high biodiversity, with more than twelve thousand plant taxa (Güner et al., 2012). The number of endemic taxa is around four thousand (Erik and Tarıkahya, 2004). The variety of cultural and biological diversity has enriched ethnobotanical uses. Although systematic ethnobotanical studies began Turkey in the mid-1990s (Ertuğ and Güner, 2014), about thousand medicinal plant species have been identified (Yeşilada, 2005). Many ethnobotany investigations have been conducted in Turkey in recent years (Bozkurt and Terzioğlu, 2017; Öztürk et al., 2018; Kılıç et al., 2020; Güler et al., 2020; Emre et al., 2021). Although a large portion of these studies were conducted in the eastern Anatolian region (Behçet and Arık, 2003; Özgökçe and Özçelik 2004; Polat et al., 2012; Dalar and Konczak, 2012; Kaval et al., 2014; Hayta et al. 2014; Mükemre et al., 2015; Korkmaz et al 2016a,b).

Bitlis is one of the provinces that has yet to be ethnobotanical study explored. Hence the studies available in this region are limited (Tabata et al., 1994; Demir, 2020a; b). Because of the severe winter circumstances and impossibilities, residents in Bitlis previously had difficulty in accessing health institutions. As a result, the local people began to seek alternative medicines to find a solution for their diseases (Tabata et al., 1994; Demir, 2020a). Due to these impossibilities, the inhabitants of the region have been forced to employ a variety of medicinal herbs that grow naturally in the area.

The culture of this usage has improved through trial and error and has reached the present day. The Güroymak (Bitlis) district is one of the best examples of this. This study presents the first ethnobotanical study carried out in the Güroymak district. This study was carried out to scientifically determine the medicinal plants used by the local inhabitants of the Güroymak region and to record their traditional knowledge.

MATERIALS and METHODS

Study Area

The research area is the a district of Bitlis Province, which is located the eastern Anatolian region of Turkey. The Güroymak district is located between 38°56'55" N and 42°03'14" E, covering an area of 88,891 km². Some regions in the district, which has an average altitude of 1400 m, may reach 2000 m. Güroymak is located in the west of Lake Van near the eastern end of the Mus Plain in a flat location between two mountain ranges extending westward and eastward. Nemrut Crater Lake and its environs, located in the east of the district, extend westward. It is the world's second biggest crater lake and Turkey's largest. In 2003, the Nemrut Caldera was declared as a Natural Monument; and in 2005, it was recognized as an Important Plant Area; and in 2006, it was designated as an Important Nature Area (Akın and Seven, 2020). Kilhar Mountain, located in the south of the district, is an extension of the eastern Taurus Mountains with a little westward slope (Figure 1).

This study was conducted in all of the villages within Güroymak district through interviews with 120 participants.

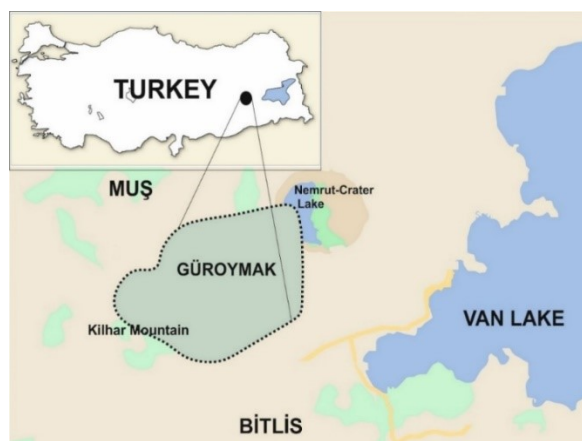


Figure 1. The study area's geographic position. (Güroymak).

Interviews with healer people

Face-to-face interviews with individuals with ethnobotanical knowledge and experience were conducted. The opinions of 120 individuals, including 85 men and 35 women, were gathered, and the information was recorded.

The participants were asked the following questions, and their responses were recorded.

What is the plant's local name?

- For which disease are you using the plant?
- Which part of the plant are you using (seeds, roots, etc.)?
- How do you prepare the plant for usage (drying, grinding, making a tea)?

In addition, the participants' information was recorded (name, surname, gender, age, education, employment, etc.).

The participants were chosen based on the advice of the local elders in the villages where the study was carried out. This category was consisted of people who had a lot of ethnobotanical expertise.

The interviews were conducted in accordance with the Code of Ethics of the International Society of Ethnobiology. The study was declared verbally to the participants and their consents were received verbally.

Collection and identification of medicinal plant

Plant specimens were collected during the interviews with the participants between 2020 and 2021, and the information (GPS coordinates, locations, etc.) was recorded. Flora of Turkey was used to identify the plant taxa (Davis, 1965-1985). In addition, Turkey Plants List was used (Güner et al., 2012).

The taxa were presented in alphabetical order. Because Bitlis Eren University does not have an official herbarium, the collector number of the taxa listed in Table 2 was used instead of the herbarium number, and the taxa were recognized and stored at the Biology Department of the University.

Classification of diseases

The diseases for which medicinal plants were used were classified using The International Classification of Primary Care (ICPC), accepted by the WHO.

Medical ethnobotanists and ethno-pharmacologists can easily classify reported symptoms and complaints with the ICPC in one of the "chapters" based on 17 body systems (Staub et al., 2015) Table 1.

Table 1. Disease categories in which medicinal plants are used

A) General	B) Blood forming organs	C) Digestive	D) Eye
E) Ear	F) Circulatory	G) Musculoskeletal	H) Neurological
I) Psychological	J) Respiratory	K) Skin	L) Endocrine, metabolic
M) Urology	N) Pregnancy, childbirth	O) Female genital system and breast	P) Male genital system
Q) Social problems			

Calculations

Usage value (UV)

The usage value (UV) index, developed by Phillips and Gentry (1993), is widely used in ethnobotanical studies to assess the relative significance of species.

The following formula is used to compute it: $UV = \sum u_i / n$.

here, u_i is the number of uses for a given species stated by each informant, and n is the total number of participants (Albuquerque et al., 2006)

The UV was computed for each of the identified taxa.

Informant consensus factor (ICF)

On the other hand, the informant consensus factor (ICF) was utilized to determine the homogeneity of the information on specific plants that were used to treat a certain group of diseases. The ICF value must be between 0 and 1. A high value (close to 1) indicates that relatively few taxa are used by a large proportion of the healers, while a low value indicates that the informants disagree on the taxa to be used in the treatment within a category of illness (Heinrich et al., 1998).

The below formula was used to calculate the ICF:

$$ICF = \frac{Nur - Nt}{Nur - 1} \quad (1)$$

Nur: It is the total number of use reports for each illness group (as cardiovascular, gynecology etc.)

Nt: It is the total number of plant species used in that disease category.

RESULTS and DISCUSSION

Traditional Medicinal Plants and Its Knowledge Related

Table 2 lists the scientific names and voucher numbers, the family native names, plant parts, preparations, utilization methods, and diseases in Güroymak. As a result of the study, it was determined that 60 taxa belonging to 26 families were used in the treatment of 30 different illnesses. While most of the taxa used in the study area were herbaceous plants, only 10 of these taxa were trees (in the Rosaceae family in particular). According to the findings, the largest number of plants used was from the Asteraceae family (13 species), which was followed by Lamiaceae (8 species), Rosaceae (7 species), and Polygonaceae (3 species) (Figure 2). Only one or two taxa were found in the other plant families. Some medicinal plant taxa were also used as food. Asteraceae, Lamiaceae, and Rosaceae were the families used for medicine at the most in other studies conducted around the eastern Anatolia (Altundag and Ozturk, 2011; Cakilcioglu et al., 2011; Kaval et al., 2014; Tetik et al., 2013; Mükemre et al., 2015; Demir, 2020a). In terms of the number of taxa in Turkey flora, these families are among the richest (Davis, 1965-1985). These families also have antioxidant and anticoagulant activity effects through their secondary compounds, such as phenols and flavonoids (Pawlaczyk et al., 2009; Michel et al., 2020).

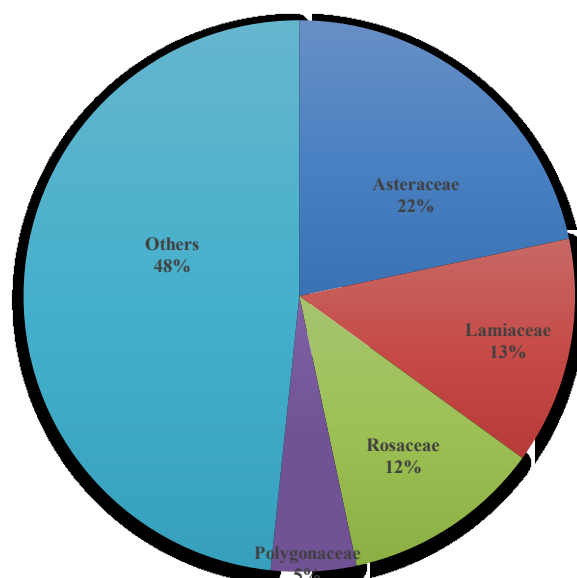


Figure 2. The percentages of the most often utilized plant families

Table 2. List of plants used for medicinal purposes in Güroymak

Family, Plant species, Collector number	Local names	Part used	Preparation	Utilization method	Used	UV
ACANTHACEAE <i>Acanthus dioscoridis</i> L., ÜD001	Parimiyan	Aerial parts	Infusion	Drink	Stomachache	0.025
AMARANTHACEAE <i>Amaranthus retroflexus</i> L., ÜD002	Sılmık	Aerial parts	Boiled	Eat	Stomachache	0.40
APIACEAE <i>Ferula hausknechtii</i> H.Wolff ex Rech.f., ÜD008	Kefçık	Root	Boiled or Crushed	Eaten with honey	Male infertility	0.01
<i>Prangos pabularia</i> Lindl, ÜD009	Kefkork	Root	Boiled or Crushed	Eaten with honey	Male infertility	0.01
ARACEAE <i>Arum rupicola</i> Boiss. var. <i>virescens</i> (Stapf) P.C.Boyce, ÜD012	Kari	Root	Decoction	Drink or Externally	Hemorrhoids	0.31
ASPARAGACEAE <i>Ornithogalum sphaerocarpum</i> A.Kern., ÜD013	Hephebok	Bulb	Crushing with vaseline	Ointment	Skin wounds, Hemorrhoids	0.01
ASTERACEAE <i>Achillea biebersteinii</i> Afan, ÜD014	Pujang	Aerial parts	Infusion	Drink or Bath	- Cough - Uterine	0.09
<i>Achillea schischkini</i> Sosn. ex Grossh., ÜD015	Pujang	Aerial parts	Infusion	Drink or Bath	Liver disease, Cough, Uterine	0.05
<i>Anthemis cotula</i> L, ÜD016	Papatya	Aerial parts	Infusion	Drink or Bath	Stomachache, Asthma Intestinal pain	0.21
<i>Cota tinctoria</i> (L.) J.Gay var. <i>tinctoria.</i> , ÜD017	Papatya	Aerial parts	Infusion	Drink or Bath	Stomachache, Asthma Intestinal pain	0.05
<i>Arctium minus</i> (Hill) Bernh., ÜD018	Belghewcz	Aerial parts	Crushing with vaseline	Ointment	Dermatitis	0.30
<i>Artemisia vulgaris</i> L., ÜD020	Gêzik	Aerial parts	Infusion	Drink	Stomachache	0.05
<i>Centaurea virgata</i> Lam., ÜD022	Sıvnik	Aerial parts	Infusion	Drink	Stomachache	0.01
<i>Cichorium intybus</i> L., ÜD023	İndiba	Aerial parts	Infusion	Drink	Liver disease	0.30

Table 2. List of plants used for medicinal purposes in Güroymak (continued)

<i>Lactuca serriola</i> L., ÜD026	Gula kewe	Aerial parts	Infusion	Drink	Cough, Hoarseness	0.03
<i>Onopordum candidum</i> Nábëlek, ÜD027	Hiyaro	Seed	Crushed	Eaten with honey	Hemorrhoids	0.01
<i>Scorzonera latifolia</i> DC., ÜD028	Giya nêrebend	Aerial parts	Crushed, Infusion	Eaten with honey, Drink	Sinusitis	0.01
<i>Taraxacum kurdiciforme</i> G.E.Haglund, ÜD030	Hindiba	Aerial parts	Infusion	Drink	Liver disease	0.41
<i>Tragopogon coloratus</i> C.A.Mey., ÜD031	Sıping	Aerial parts	Eaten raw	Eat	Stomachache	
BORAGINACEAE						
<i>Anchusa azurea</i> Mill., ÜD033	Guris	Aerial parts		Drink	Liver disease	0.27
CAMPANULACEAE						
<i>Campanula stricta</i> L. ÜD035	Uğurotu	Aerial parts	Infusion	Drink	Stress	0.02
CANNABACEAE						
<i>Celtis tourneforti</i> Lam., ÜD036	Tewo	Fruit	Eaten raw	Eat	Diarrhea	0.42
CARYOPHYLLACEAE						
<i>Silene dichotoma</i> Ehrh., ÜD037	Cantr	Aerial parts	Infusion	Drink	Stomachache	0.02
CUCURBITACEAE						
<i>Bryonia alba</i> L., ÜD040	Kondirebeji	Root	Crushed	Chew	Hypertension, Diabetes	0.01
ELAEAGNACEAE						
<i>Elaeagnus angustifolia</i> L., ÜD041	Pışavt	Fruit	Eaten raw	Eat	Cough, hoarseness	0.01
EQUISETACEAE						
<i>Equisetum arvense</i> L., ÜD042	Giyagezik	Aerial parts	Infusion	Drink	Urinary calculus, Diarrhea,	0.01
EUPHORBIACEAE						
<i>Euphorbia denticulata</i> Lam., ÜD043	Ğoşil	Latex (*It should be used with caution and in certain doses)	Drink	Drink, Externally	Dermatitis	0.05
<i>Euphorbia esula</i> L., ÜD044	Ğoşil	*Latex	Drink	Drink, Externally	Diarrhea, Dermatitis	0.05
HYPERICACEAE						
<i>Hypericum perforatum</i> L., ÜD050	Kantarona zer	Aerial parts	Infusion	Drink	Eye pain	0.02
<i>Hypericum scabrum</i> L., ÜD051	Kantarona sor	Aerial parts	Infusion	Drink	Eye pain	0.02
JUGLANDACEAE						
<i>Juglans regia</i> L., ÜD053	Goz	Fruit	Eaten raw	Eat	Hypertension, Cholesterol	0.44
LAMIACEAE						
<i>Phlomis rigida</i> Labill., ÜD057	Cantiyana	Aerial parts and flower	Infusion	Drink	Cough, Stomachache	0.02
<i>Salvia microstegia</i> Boiss. & Balansa, ÜD058	Belghekim	Aerial parts	Crushed	Externally (Ointment)	Dermatitis	0.04
<i>Salvia nemorosa</i> L., ÜD059	Belghekim	Aerial parts	Infusion	Drink	Stress	0.01
<i>Salvia pocalata</i> Náb, ÜD060	Belghekim	Aerial parts	Eaten raw,	Eat, Drink	Stress	0.01
<i>Salvia virgata</i> Jacq., ÜD061	Cantiyana	Aerial parts	Infusion	Drink	Anemia	0.03
<i>Stachys cretica</i> L., ÜD062	Cantiyana	Aerial parts	Infusion	Drink	Urinary tract infection	0.03
<i>Stachys lavandufolia</i> Vahl, ÜD063	Bareş	Aerial parts	Infusion	Drink	Headache	0.05
<i>Teucrium polium</i> L., ÜD064	Giyawermen	Seed	Crushed, Infusion	Drink	Anemia, Toothache, Rheumatism	0.01
MALVACEAE						
<i>Alcea setosa</i> (Boiss.) Alef., ÜD067	Hêro	Aerial parts	Seed Infusion, Crushed	Drink, Ointment,	Stomachache, Dermatitis	0.42
<i>Malva neglecta</i> Wallr., ÜD068	Tolik	Aerial parts	Infusion	Drink	Stomachache	0.45

Table 2. List of plants used for medicinal purposes in Güroymak (continued)

ORCHIDACEAE	Hephebok	Bulb	Crushed	Ointment	Hemorrhoids	0.02
<i>Dactylorhiza iberica</i> (M. Bieb. ex Willd.) Soó, ÜD069						
PAPAVERACEAE	Bükok	Aerial parts	Infusion	Drink	Indigestion, Skin care	0.11
<i>Papaver persicum</i> Lindl., ÜD070						
	Bükok	Aerial parts	Infusion	Drink	Indigestion, Skin care	0.12
<i>Papaver rhoeas</i> L., ÜD071						
PLANTAGINACEAE	İlandilan	Leaves	Crushed	Ointment,	DermatitisSto	0.13
<i>Plantago atrata</i> Hoppe, ÜD072						
	Belgetehl	Leaves	Infusion	Drink	Mouth sore	0.13
<i>Plantago media</i> L., ÜD073						
POLYGONACEAE	Havilok	Leaves	Eaten raw	Eat	Stomachache	0.21
<i>Rumex crispus</i> L., ÜD076						
	Tırşok	Leaves	Eaten raw	Eat	Stomachache	0.42
<i>Rumex scutatus</i> L., ÜD077						
	Tırşok	Leaves	Eaten raw	Eat	Stomachache	0.41
<i>Rumex tuberosus</i> L., ÜD078						
RANUNCULACEAE	Senemene	Aerial parts	Crushed	Eaten with	Cough	0.02
<i>Thalictrum minus</i> L., ÜD080						
ROSACEAE	Bilanok	Fruit	juicing	Drink	Heart diseases	0.45
<i>Crataegus monogyna</i> Jacq., ÜD081						
	Gühüj	Fruit	juicing	Drink	Heart diseases	0.44
<i>Crataegus orientalis</i> Pall. ex Bieb., ÜD082						
	Gıvıj	Fruit	juicing	Drink	Heart diseases	0.45
<i>Crataegus pseudoheterophylla</i> Pojark., ÜD083						
	Sêv	Fruit	Eaten raw	Eat	Anemia	0.35
<i>Malus sylvestris</i> Mill., ÜD084						
	Alicark	Fruit	Eaten raw	Eat	Diabetes	0.05
<i>Prunus spinosa</i> L., ÜD085						
	Şilan	Fruit	Eaten raw	Eat	Asthma	0.45
<i>Rosa canina</i> L., ÜD086						
	Tüntürk	Fruit	Eaten raw	Eat	Anemia	0.36
<i>Rubus caesius</i> L., ÜD088						
SCROPHULARIACEAE	Denekutnu	Aerial parts	Crushed	Ointment	Skin itching	0.02
<i>Scrophularia scopoli</i> Loisel., ÜD089						
URTICACEAE	Duvarfesle	Aerial parts	Infusion	Drink	Cough	0.06
<i>Parietaria judica</i> L., ÜD090						
	Gerzink	Aerial parts	Crushed,	Ointment	Indigestion,	0.40
<i>Urtica dioica</i> L., ÜD091						
			Cooked	Drink, Eat	Hair care, Toothache	

Parts of plant used, preparation, and utilization methods

The aerial parts (27) of medicinal parts were the most widely used in the medicinal plants to treat diseases, followed by the leaves (12), fruit (10), roots (4) and latex, bulbs, seeds (2 or 3 for each) (Figure 3). The most common method of preparation was infusion (31), because it is probably the most practical preparation method. Plant parts such as aerial parts and leaves were used in this preparation method because they are thin. As a result, most of the ethnobotanical studies in Turkey have come to the same conclusion (Kaval et al., 2014; Özdemir and Alpinar, 2015; Mükemre et al., 2015; Dalar et al., 2018). After being dried, the aerial parts or leaves of the plants were used in infusions. The liquids obtained through infusion were generally consumed by drinking. This method is followed by crushing (15) and eaten raw (11). The others (boiled, decoction etc.) were rare. For the plant parts such as seeds and roots, the crushing method was used. This method is applied to maximize the use of the secondary metabolites found in these coarse parts. Crushed plant parts, such as leaves and bulbs, were commonly used to make ointments. Medicinal plants that were eaten raw were used to treat internal diseases such as stomach aches and diarrhea. Supplementary materials were sometimes used in the medicinal plants (Ekpo et al., 2008; Tugume et al., 2016). Sweeteners such as honey, for example, were used when eating unpleasant *Onopordum candidum* seeds or the roots of plants such as *Ferula hausknechtii*, and

Prangos pabularia or vaseline was applied to wounds to improve the adherence of the plants, such as *Ornithogalum sphaerocarpum* and *Arctium minus*, which were used to treat skin diseases.

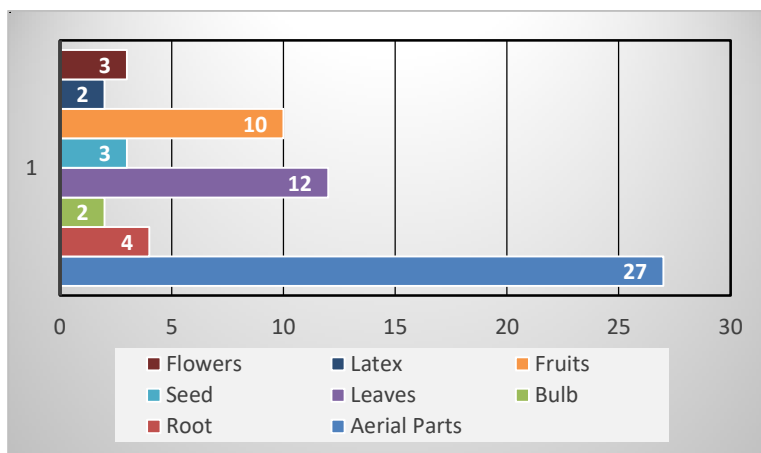


Figure 3. Used parts of plants

Demographic characteristics of participants

120 informants were interviewed, including 85 men (70.84%) and 35 women (29.16%). Most of the participants were at the of age of between 45–65. The educational background of most of the participants was at the level of illiterate or primary school (70.84%) (Table 3), and most of these were women. The social and cultural circumstances in the south-eastern and eastern Anatolian areas contributed to the lack of female participants. The findings were consistent with the ethnobotanical studies in these regions (Kaval et al., 2014; Mükemre et al., 2015; Çakır, 2017; Demir, 2020a).

Table3. Classification of participants according to their demographic feature

Total people	Status	Number of people	Percent (%)
Gender	Man	85	70.84
	Women	35	29.16
Age groups	25-44	39	32.50
	45-65	66	55.00
	Over 65	15	12.50
Literacy level	Illiterate or Primary	96	80.00
	Middle, High)	13	10.83
	University	11	9.17

Diseases to be treated with medicinal plants

The International Classification of Primary Care (ICPC), accepted by the WHO, was used to classify the diseases treated with medicinal plants in the study area.

Diseases in which medicinal plants are used in the area are categorized according to International Classification of Primary Care (ICPC). The most used medicinal plants in Güroymak were used for Digestive problems (27 species). And, it was followed by respiratory and skin diseases (11 species for each), general diseases (7), blood diseases (6), neurologic (5), psychological and endocrine metabolic (3 species for each) (Table 4, Figure 4).

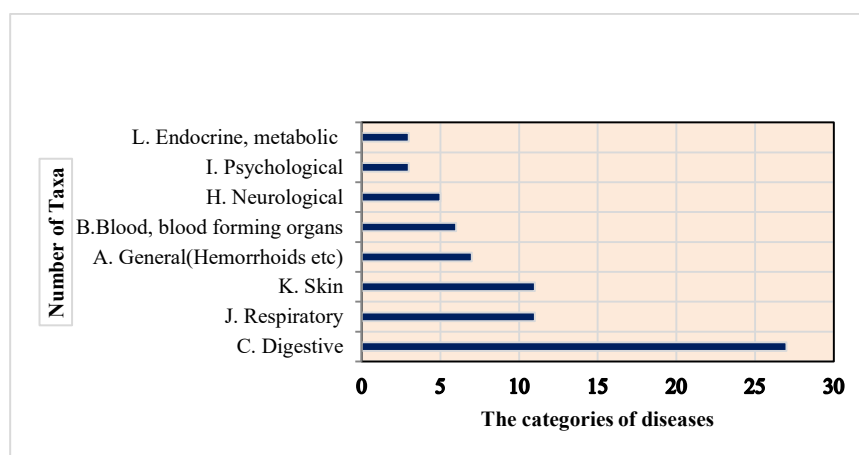


Figure 4. The most prevalent illnesses cured by medicinal plants in Güroymak

Calculations

Usage value (UV)

The most used taxa were: *Malva neglecta* (UV 0.45), *Alcea setosa* (UV 0.42), *Rosa canina* (UV 0.45) *Crataegus pseudoheterophylla* (UV 0.45), *Crataegus monogyna* (UV 0.45), *Juglans regia* (UV 0.44), *Crataegus orientalis* (UV 0.44), *Rumex scutatus* (UV 0.42), *Celtis tournefortii* (UV 0.42), and *Taraxacum kurdiciforme* (UV 0.41). Some taxa have low x values. This is because the number of participants giving specific information about these taxa is low.

Malva neglecta is one of Anatolia’s most frequently used medicinal and edible plants (Turan et al., 2003; Özbucak et al., 2006; Dalar et al., 2012; Özgen et al., 2012; Özdemir and Alpınar 2015; Güneş et al., 2017; Kayabaş et al., 2018). The usage of the genus *Rosa*, which is consisted of a large number of species, is widespread in Turkey as medicinal plants (Sargın et al., 2013; Han and Bulut, 2015). *Crataegus* taxa in Turkey contain high levels of antioxidants and antimicrobials (Güven et al., 2006; Özyürek et al., 2012). Walnut (*Juglans regia*) used for its therapeutic purposes, is extremely prevalent in Bitlis Province (Özgökçe and Özçelik, 2014; Demir, 2020a).

Table 4. The categories of diseases and the values of the informant consensus factor (ICF)

Disease Categories According to the ICPC approach	Diseases for which medicinal plants were used in Güroymak	Total number of species (Nt)	Number of use report (Nur)	ICF
A. General	Hemorrhoids, hoarseness, mount sore	4+2+1=7	44+56+16=116	0.94
B. Blood, blood forming organs	Cholesterol, Anemia, Heart diseases,	1+4+1=6	53+11+161=225	
C. Digestive	Stomachache, liver diseases, intestinal pain, diarrhea, indigestion	15+4+2+3+3=27	298+99+15+63+77=552	0.97
D. Eye	Eye pain	2	58	0.98
E. Ear	-			
F. Circulatory	Hypertension	2	55	0.98
G. Musculoskeletal	Rheumatism	1	2	
H. Neurological	Sinusitis, headache, toothache	1+2+2=5	2+11+2=15	0.71
I. Psychological	Stress	3	10	0.77
J. Respiratory	Cough, asthma	8+3=11	90+32=122	0.91
K. Skin	Dermatitis, skin wound, skin care, skin itching, hair care	6+1+2+1+1=11	124+2+28+3+49=206	0.95
L. Endocrine, metabolic	Diabetes	3	15	0.85
M. Urology	Urinary calculus, urinary tract infection	1+1=2	1+4=5	0.75
N. Pregnancy, childbirth	Uterine	2	18	0.94
O. Female genital system	-	-	-	
P. Male genital system	Male infertility	2	4	0.66
Q. Social problems	-	-	-	

Informant consensus factor (ICF)

In Güroymak district, plants are used for the treatment of 30 different diseases. These diseases were categorized according to The International Classification of Primary Care (ICPC) (14 categories), and ICF values of each category were calculated. The highest ICF score was in the Eye pain and Hypertension diseases (0.98 each), followed by the digestive category (0.97), Skin problems (0.95), then Hemorrhoids, hoarseness, mouth sore (0.94) and Uterine (0.94) diseases. Due to harsh conditions and impossibilities, in ancient times, the people of Güroymak developed traditional ways to treat sudden-onset diseases such as severe earaches and high blood pressure. In the Eastern Anatolia region, it is common for people to use plants for stomach diseases. Stomach diseases are the most complained disease group in these regions (Çakılcıoğlu et al., 2011; Kaval, 2014; Mükemre 2015; Demir, 2020a).

CONCLUSION

Plants are among most valuable natural resources of a country since they are essential for the continuation of life. They have been utilized to cure diseases in almost every civilization. Anatolia has a long history of therapeutic plant use. Throughout history, it has been home to several civilizations.

Long ago, the people who lived in locations such as Bitlis, where access to health care was difficult owing to tough topographical structures and severe winter circumstances, began to seek for alternative treatments for their diseases. Without doubt, the region's vast plant diversity had a major influence on alternative approaches. Thus, a rich ethnobotanical culture was formed there. Unfortunately, newer generations are not aware of the importance of this information. At the same time, the number of people who possess this information is steadily reducing. As a result, ethnobotanical information must be documented as quickly as possible. Ethnobotanical studies are significant because they include useful information that has been obtained by trial and error and passed down from one generation to another over a long period of time. The goal of this study is to document the plant usage culture of the local people in the Güroymak district, which has a large plant diversity and accumulation of knowledge about plants.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Albuquerque UP, Lucena RF, Monteiro JM, Florentino AT, Cecília de Fátima CBR, 2006. Evaluating two quantitative ethnobotanical techniques. *Ethnobotany Research and Applications*, 4: 51-60.
- Akın K, Seven E, 2020. Investigations on the Fauna of Pyraloidea and Geometridae (Lepidoptera) of Nemrut Caldera Natural Monument. *Biyolojik Çeşitlilik ve Koruma*, 13(1): 88-95.
- Altundag E, Ozturk M, 2011. Ethnomedicinal studies on the plant resources of east Anatolia, Turkey. *Procedia-Social and Behavioral Sciences*, 19: 756-777.
- Baytop T, 1999. *Therapy with medicinal plants in Turkey (Past and Present)*, second ed. Nobel Medicine Publication. Istanbul, Turkey.
- Behçet L, Arık M, 2013. An ethnobotanical investigation in east Anatolia (Turkey). *Turkish Journal of Nature and Science*, 2: 1-15.
- Bozkurt AE, Terzioğlu S, 2017. The aromatic-medicinal plant taxa of pure scots pine stands in Sürmene-Camburnu (Trabzon). *International Journal of Secondary Metabolite*, 4(3): 517-529.

- Çakılcıoğlu U, Khatun S, Turkoglu I, Hayta S, 2011. Ethnopharmacological survey of medicinal plants in Maden (Elazığ-Turkey). *Journal of Ethnopharmacology*, 137(1): 469-486.
- Çakır EA, 2017. Traditional knowledge of wild edible plants of Iğdır Province (East Anatolia, Turkey). *Acta Societatis Botanicorum Poloniae*, 86(4): 12-28.
- Dalar A, Konczak I, 2012. Botanicals from Eastern Anatolia Region of Turkey: Antioxidant capacity and phenolic constituents of endemic herbal medicines. *Journal of Herbal Medicine*, 2(4): 126-135.
- Dalar A, Mukemre M, Unal M, Ozgokce F, 2018. Traditional medicinal plants of Ağrı province, Turkey. *Journal of Ethnopharmacology*, 226: 56-72.
- Dalar A, Türker M, Konczak I, 2012. Antioxidant capacity and phenolic constituents of *Malva neglecta* Wallr. and *Plantago lanceolata* L. from Eastern Anatolia Region of Turkey. *Journal of Herbal Medicine*, 2(2): 42-51.
- Davis PH, 1965-1985. The Flora of Turkey and the East Aegean Islands Vol. 1-9. Edinburgh University Press. UK Edinburgh.
- Demir İ, 2020a. An Ethnobotanical study of medicinal plants used in Hizan District (Bitlis-Turkey). *Yuzuncu Yıl University Journal of Agricultural Sciences*, 30 (4): 732-741.
- Demir İ, 2020b. A study on wild edible plants for human consumption in Hizan county of Bitlis, Turkey. *Bangladesh Journal of Plant Taxonomy*, 27(2): 377-389.
- Ekpo BA, Bala DN, Essien EE, Adesanya SA, 2008. Ethnobotanical survey of Akwa Ibom state of Nigeria. *Journal of Ethnopharmacology*, 115(3): 387-408.
- Emre G, Doğan A, Haznedaroğlu MZ, Senkardes I, Ülger M et al., 2021. An Ethnobotanical Study of Medicinal Plants in Mersin (Turkey). *Frontiers in Pharmacology*, 12. doi: 10.3389/fphar.2021.664500.
- Erik S, Tarıkahya B, 2004. Türkiye Florası üzerine. *Kebikeç insan kaynakları araştırmaları dergisi*, 17:139-163.
- Ertuğ F, Güner A, 2014. "Ethnobotany" in *Illustrated flora of Turkey*. Isbank Culture Publications, pp 319-344, Istanbul-Turkey.
- Güler B, Erkan Y, Uğurlu E, 2020. Traditional uses and ecological resemblance of medicinal plants in two districts of the Western Aegean Region (Turkey). *Environment, Development and Sustainability*, 22 (3): 2099-2120.
- Güner A, Aslan S, Ekim T, Vural M, Babaç MT, 2012. A checklist of the Flora of Turkey (vascular plants). *Nezahat Gökyiğit Botanical Garden and Flora Research Association Publication*. Istanbul-Turkey.
- Güneş S, Savran A, Paksoy MY, Koşar M, Çakılcıoğlu U, 2017. Ethnopharmacological survey of medicinal plants in Karaisalı and its surrounding (Adana-Turkey). *Journal of Herbal Medicine*, 8: 68-75.
- Güven K, Yücel E, Cetintaş F, 2006. Antimicrobial activities of fruits of *Crataegus*. and *Pyrus* species. *Pharmaceutical Biology*, 44(2): 79-83.
- Hamilton AC, 2004. Medicinal plants, conservation and livelihoods. *Biodiversity Conservation*, 13: 1477–1517. doi:10.1023/B: BIOC.0000021333.23413.42.
- Han Mİ, Bulut G, 2015. The folk-medicinal plants of Kadisehri (Yozgat-Turkey). *Acta Societatis Botanicorum Poloniae*, 84(2). 237-248.

- Hayta Ş, Polat R, Selvi S, 2014. Traditional uses of medicinal plants in Elazığ (Turkey). *Journal of Ethnopharmacology*, 154:613-623.
- Heinrich M, Ankli A, Frei B, Weimann C, Sticher O, 1998. Medicinal plants in Mexico: healer's consensus and cultural importance. *Social Science & Medicine*, 47: 1859-1871.
- Kaval I, Behçet L, Cakilcioglu U, 2014. Ethnobotanical study on medicinal plants in Geçitli and its surrounding (Hakkari-Turkey). *Journal of Ethnopharmacology*, 155(1): 171-184.
- Kayabaş NP, Tümen G, Polat R, 2018. Wild edible plants and their traditional use in the human nutrition in Manyas (Turkey). *Indian Journal of Traditional Knowledge*, 17 (2): 299-306.
- Kılıç M, Yıldız K, Kılıç FM, 2020. Traditional uses of medicinal plants in Artuklu, Turkey. *Human Ecology*, 48 (5): 619-632.
- Korkmaz M, Karakus S, Özçelik H, Selvi S, 2016a. An ethnobotanical study on medicinal plants in Erzincan, Turkey. *Indian Journal of Traditional Knowledge*, 15(2):192-202.
- Korkmaz M, Karakus S, Selvi S, Cakilcioglu U, 2016b. Traditional knowledge on wild plants in Üzümlü (Erzincan-Turkey). *Indian Journal of Traditional Knowledge*, 15(4):538-545.
- Michel J, Abd Rani NZ, Husain K, 2020. A review on the potential use of medicinal plants from Asteraceae and Lamiaceae plant family in cardiovascular diseases. *Frontiers in Pharmacology*, 11: 852.
- Mükemre M, Behçet L, Çakılcioglu U, 2015. Ethnobotanical study on medicinal plants in villages of Çatak (Van-Turkey). *Journal of Ethnopharmacology*, 166: 361-374.
- Özbucak, TB, Kutbay HG, Akcın OE, 2006. The Contribution of Wild Edible Plants to Human Nutrition in the Black Sea Region of Turkey. *Ethnobotanical Leaflets*, (1):10.
- Öztürk M, Altay V, Altundağ E, Ibadullayeva SJ, Aslanipour B et al., 2018. Herbals in Iğdır (Turkey), Nakhchivan (Azerbaijan), and Tabriz (Iran). In *Plant and Human Health*, 1:197-266.
- Özyürek M, Bener M, Guclu K, Donmez AA, Suzgec-Selcuk S et al., 2012. Evaluation of antioxidant activity of *Crataegus* species collected from different regions of Turkey. *Records of Natural Products*, 6: 263-277.
- Özdemir E, Alpınar K, 2015. An ethnobotanical survey of medicinal plants in western part of central Taurus Mountains: Aladaglar (Nigde-Turkey). *Journal of Ethnopharmacology*, 166: 53-65.
- Özgen U, Kaya Y, Houghton P, 2012. Folk medicines in the villages of Ilıca District (Erzurum, Turkey). *Turkish Journal of Biology*, 36(1): 93-106.
- Özgökçe F, Özçelik H, 2004. Ethnobotanical aspects of some taxa in east Anatolia (Turkey). *Economic Botany*, 58 (4): 697-704.
- Pawlaczyk I, Czerchawski L, Pilecki W, Lamer-Zarawska E, Gancarz R, 2009. Polyphenolic-polysaccharide compounds from selected medicinal plants of Asteraceae and Rosaceae families: Chemical characterization and blood anticoagulant activity. *Carbohydrate Polymers*, 77(3): 568-575.
- Phillips OL, Gentry AH, 1993. The useful plants of Tambopata, Peru: I. Statistical hypothesis tests with a new quantitative technique. *Economic Botany*, 47: 15-32.
- Polat R, Çakılcioglu U, Ertuğ F, Satıl F, 2012. An evaluation of ethnobotanical studies in Eastern Anatolia. *Biological Diversity and Conservation*, 5 (2): 23-40.
- Sargın SA, Akçicek E, Selvi S, 2013. An ethnobotanical study of medicinal plants used by the local people of Alaşehir (Manisa) in Turkey. *Journal of Ethnopharmacology*, 150(3): 860-874.
- Staub PO, Geck MS, Weckerle CS, Casu L, Leonti M, 2015. Classifying diseases and remedies in ethnomedicine and ethnopharmacology. *Journal of Ethnopharmacology*, 174: 514-519.

- Tabata M, Sezik E, Honda G, Yeşilada E, Fukui H et al., 1994. Traditional medicine in Turkey III. Folk medicine in East Anatolia, Van and Bitlis provinces. *International Journal of Pharmacognosy*, 32(1): 3-12.
- Tetik F, Civelek S, Cakilcioglu U, 2013. Traditional uses of some medicinal plants in Malatya (Turkey). *Journal of Ethnopharmacology*, 146(1): 331-346.
- Tugume P, Kakudidi EK, Buyinza M, Namaalwa J, Kamatenesi M et al., 2016. Ethnobotanical survey of medicinal plant species used by communities around Mabira Central Forest Reserve, Uganda. *Journal of Ethnobiology and Ethnomedicine*, 12(1): 1-28.
- Turan M, Kordali S, Zengin H, Dursun A, Sezen Y, 2003. Macro and micro mineral content of some wild edible leaves consumed in Eastern Anatolia. *Acta Agriculturae Scandinavica*, 53(3): 129-137.
- Yeşil Y, İnal İ, 2021. Ethnomedicinal Plants of Hasankeyf (Batman-Turkey). *Frontiers in Pharmacology*, 11: 2511. doi: 10.3389/fphar.2020.624710.
- Yeşilada E, 2005. Past and future contributions to traditional medicine in the health care system of the Middle-East. *Journal Ethnopharmacology*, 100: 135–137. doi:10. 1016/j.jep.2005.06.003.

Atf İçin: Yücel H, Ekinci K, Karaman A, Kar B, Yazdıç F, 2022. Bal Arılarının Sindirim Kanalında Bulunan Probiyotik Kökenli *Bifidobacterium* sp.'nin Glikozit Hidrolaz Enzimatik ve Bibliyometrik Analizi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 622-632.

To Cite: Yücel H, Ekinci K, Karaman A, Kar B, Yazdıç F, 2022. Enzymatic and Bibliometric Analysis of *Bifidobacterium* sp. of Probiotic Origin in The Based Digestive Tract of Honey Bees. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 622-632.

Bal Arılarının Sindirim Kanalında Bulunan Probiyotik Kökenli *Bifidobacterium* sp.'nin Enzimatik ve Bibliyometrik Analizi

Halit YÜCEL¹, Kübra EKİNCİ², Altug KARAMAN^{3*}, Fadime YAZDIÇ⁴, BÜLENT KAR³

ÖZET: Bal arıları (*Apis mellifera*) bal, polen, arı sütü, propolis, bal mumu ve arı zehiri gibi ürünleri üreten ve birçok doğal ve endüstriyel bitkinin tozlaşmasında vektör işlevi gören eşsiz bir süper organizmadır. Son zamanlarda meydana gelen koloni kayıpları sebepleri arasında bağırsak mikroflorasının etkisi ve buna bağlı olarak bağışıklık sistemi ön plana çıkmaktadır. Arıların sindirim tüpünde bulunan bakterilerin çeşitliliği ve yoğunlukları sonucu bağışıklık sistemleri etkilenebilmektedir. Bu etkinin olumlu yönde olabilmesi için bağırsak mikroflorasının doğal ve dengeli olması gerekmektedir. Bağırsakta bulunan bakteri popülasyonları arasında önemli bir yere sahip olan probiyotik kökenli *Bifidobacterium* sp.'nin sahip olduğu enzim aktivitesi hem diğer simbiyont mikroorganizmalar üzerinde hem de konakçının beslenmesinde kritik bir etkiye sahiptir. Bundan dolayı bu çalışmamızda *Bifidobacterium* sp.'nin önemini vurgulamak için enzim aktivitesi ve bibliyometrik analizler yapılmıştır. Optimum glikozit hidrolaz enzim aktivitesinin hesaplanması için farklı pH, sıcaklık ve substratlar tercih edilmiştir. Enzim aktivitesinin analizi sonucu *Bifidobacterium* sp.'nin glikozit hidrolaz etkinliği (pH 5.0 ve 30°C) tespit edilmiştir. İnülin substratının daha fazla kullanılması probiyotik *Bifidobacterium* sp. için doğal prebiyotik kaynağı olduğunu göstermiştir. Aynı zamanda yeni nesil prebiyotik kaynağı olarak bilinen ksilanın hidrolizi de gerçekleşmiştir. Bibliyometrik analiz için Web Of Science ile Scopus veri tabanındaki korelasyon bağlantıları VOS viewer yazılımı yardımıyla sonuçlandırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: *Apis mellifera*, *Bifidobacterium*, Probiyotik, Bibliyometrik Analiz, Enzim Aktivitesi

Enzymatic and Bibliometric Analysis of *Bifidobacterium* sp. of Probiotic Origin in The Based Digestive Tract of Honey Bees

ABSTRACT: Honey bees (*Apis mellifera*) are a unique super organism that produces products such as honey, pollen, royal jelly, propolis, beeswax and bee venom and serves as a vector for pollination of many natural and industrial plants. The effect of intestinal microflora and, accordingly, the immune system come to the fore among the causes of colony losses that have occurred recently. The diversity and densities of bacteria in the digestive tube of bees are affected by their immune systems. In order for this effect to be positive, the intestinal microflora must be natural and balanced. The enzyme activity of the probiotic-derived *Bifidobacterium* sp., which has an important place among the bacterial populations in the intestine, has a critical effect on both other symbiont microorganisms and the nutrition of the host. Therefore, in this study, both glikozide hidrolase enzyme activity analysis and bibliometric analysis were performed to emphasize the importance of *Bifidobacterium* sp. Different pH, temperature and substrates were preferred to calculate the optimum enzyme activity. As a result of the analysis of the enzyme activity, the glycoside hydrolase activity (pH 5.0 and 30°C) of *Bifidobacterium* sp. was determined. Further use of inulin substrate has shown that it is a natural prebiotic source for this probiotic microorganism. At the same time, the hydrolysis of xylan, which is known as a new generation prebiotic source, has also taken place. For bibliometric analysis, correlation links in Web of Science and Scopus database were concluded with the help of VOS viewer software

Keywords: *Apis mellifera*, *Bifidobacterium*, probiotic, Bibliometric Analysis, Enzyme Activity

¹ Halit YÜCEL ([Orcid ID: 0000-0002-6196-5303](https://orcid.org/0000-0002-6196-5303)), Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Zootečni Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

² Kübra EKİNCİ ([Orcid ID: 0000-0002-0877-1358](https://orcid.org/0000-0002-0877-1358)), Atatürk Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Zootečni Bölümü, Erzurum, Türkiye

³ Altug KARAMAN ([Orcid ID: 0000-0003-4918-7796](https://orcid.org/0000-0003-4918-7796)), Bülent KAR ([Orcid ID: 0000-0002-8839-2605](https://orcid.org/0000-0002-8839-2605)), Munzur Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoteknoloji Bölümü, Tunceli

⁴ Fadime YAZDIÇ ([Orcid ID: 0000-0002-2515-9400](https://orcid.org/0000-0002-2515-9400)), Bingöl Üniversitesi Merkez Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Bingöl, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Altug KARAMAN, e-mail: altugkaraman@hotmail.com

GİRİŞ

Bal arıları (*Apis mellifera*), bitki üretimi ve küresel gıda güvenliği için vazgeçilmez süper organizma olarak nitelendirilen diğer tozlaştırıcı türler ile beraber polinasyonda önemli rolü olan dinamik, ekolojik ve kültürel etkiye sahip sosyal böceklerdir (Seeley, 1989; Gill ve ark. 2016; Daisley ve ark., 2020). Bal arılarının (*Apis mellifera* L.) gastrointestinal sisteminde, çeşitli patojenlere karşı savunmada, bazı metabolik faaliyetlerde, arı ürünlerinin üretiminde, beslenmesinde ve bağışıklık sisteminde görev alan mikroflora olarak adlandırılan mikroorganizma toplulukları mevcuttur (Engel ve ark., 2012; Suyabatmaz, 2020). Bağırsak mikroflorası arının performansını etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Çünkü bağırsak mikroflorası kuvvetli olan bir arının bağışıklık sistemi de kuvvetli olmaktadır (Konanç ve Oztürk, 2020). Bundan dolayı bal arılarının sindirim kanalının önemi artmaktadır (Kwong ve ark., 2016; Yazdıc ve ark.,2020).

Mikroorganizmalar bal arısının intestinal (bağırsak) sisteminde bulunan midgut (orta bağırsak), ileum (ince bağırsak) ve rektum (kalın bağırsak) adı verilen kısımlarda bulunup, arı toplulukları arasında tür düzeyinde farklılıklar göstermektedir. Bal arılarının larva döneminde veya yeni ortaya çıkan işçi arıların mikroflorasında ya çok az bakteri topluluğuna ya da herhangi bir bakteriyel popülasyona rastlanmaz (Martinson ve ark.,2012). Bal arılarındaki bağırsak mikroflorasına; kullanılan kimyasallar, iklim, bitki varlığı, besin kaynakları, kovanda bulunan arıların yaşı ve diğer bir çok faktör etkili olmaktadır (Aldemir ve ark., 2019).

Arılarda bulunan ve konakçının sağlığına, fizyolojisine, aynı zamanda hayatta kalmasına önemli ölçüde katkı sağlayan bu mikroorganizmalar (Garcia-Mazcorro ve ark., 2019) memelilerde gözlemlenen bulaşma moduna benzer şekilde bireyden bireye aktarılabilir. Diğer bir ifade ile arılar arasında sosyal temas, nektar, kovan materyalleri ya da trofallaksis (besinlerin aktarılması fekal-oral veya oral-oral) yoluyla bulaşmaktadır (Kwong ve ark., 2016).

Bal arısı bağırsak florasında sınırlı sayıda bakteri türleri mevcuttur. En fazla yoğunluk arka bağırsakta bulunmakta ve bağırsak mikrobiyotası basit ancak tutarlı bir yapıya sahip olmaktadır (Fries ve ark., 1997; Engel ve ark., 2012; Kwong, 2017; Zheng ve ark., 2018). Bal arılarının sindirim sisteminde günümüze kadar izole edilmiş ve tanımlanmış dokuz bakteri türü bulunmaktadır. Bu mikroflorada yer alan beş tür her ergin işçi arının intestinal sisteminde dominant olarak bulunmaktadır. Bu bakterilerden *Snodgrassellaalvi* ileum duvarında, *Gilliamellaapicola* ileum lumeninde, *Lactobacillus* sp.türlerinden *L. apis*, *L. helsingborgensis*, *L. kimbladii*, *L. kullabergensis*, *L. melliventris* ileum ve rektum'da bulunmaktadır. *L. mellifer* ile *L. mellis* rektum ve *Bifidobacterium* sp.'ye ait olan *B. asteroides*, *B. coryneforme*, *B. indicum* rektum bölgesinde yayılış göstermektedir. Diğer dört tür ise *Bartonellaapis*, *Apibacteradventoris*, *Frischellaperrara* ve *Acetobacter* sp. birçok işçi arıda tanımlanmış ancak hepsinde bulunmamaktadır (Kwong ve ark., 2016).

Bu bakteri florası arasında *Lactobacillus* sp. ve *Bifidobacterium* sp. türleri probiyotik özellikleri bulunan bakteri cinsleri olmakla birlikte (Baffoni ve ark.,2016;Alberoni ve ark.,2018; Borges ve ark., 2021) özellikle *Bifidobacterium* cinsi bakteriler arıların sindirim sisteminde arka bağırsak kısmında daha fazla bulunan (Alatawy ve ark.,2020) ve arılardaki karbonhidrat metabolizması üzerindeki etkinliği, immün sistemindeki regülasyonu ve patojen mikroorganizmaların gelişimini inhibe edici özelliği ile ön plana çıkan önemli bir bakteri topluluğudur (Panjad ve ark., 2021).

Bal arıların gastrointestinal sisteminde bulunan bu bakteri topluluklarının sindirim kanalından defaunası sonucu arıların bağışıklık sistemi çöker ve arılarda ölümler meydana gelir (Traynor ve ark., 2016; Daisley ve ark., 2020). Arı ölümleri sonucu koloni kayıpları ortaya çıkmaktadır. Bal arısı koloni

kayıpları, hem ekonomik hem de ekolojik düzeyde olumsuz etkilere sahip olmasından dolayı son yıllarda önemi artan bir araştırma konusu olmuştur. (Ilijević ve ark.,2021).

Bu çalışmamızda arıların sindirim kanalında bulunan ve arıların bağışıklık sistemi üzerinde dolaylı yoldan etkiye sahip probiyotik kökenli *Bifidobacterium* sp.'nin *in vitro* koşullarda optimum enzim aktivitesi belirlenmiş ek olarak bu bakteri topluluğunu arılar üzerinde oldukça önemli bir karaktere sahip olduğunu göstermek için bibliyometrik analizi de yapılmıştır.

MATERYAL

Bu çalışmada probiyotik kökenli *Bifidobacterium* sp. için iki farklı analiz yöntemi tercih edilmiştir. İlk olarak sahip olduğu glikozit hidrolaz enzim aktivitesinin değerlendirilmesinde inülin, selüloz, avisel ve ksilan substratları tercih edilmiştir. İkinci analizde bu mikroorganizmanın bal arısı sindirim kanalındaki önemini vurgulanması için Web of Science, Scopus veri tabanı ve Vosviewer yazılımı kullanılmıştır.

Enzim Aktivitesi

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Biyoteknoloji ve Genetik Mühendisliği Laboratuvarında stok kültür olarak bulunan *Bifidobacterium* sp. (GMLB-HY) anaerobik koşullar altında MRS besi ortamına sistein ilavesi yapılarak canlandırılmış ve yaklaşık olarak 48 saat 37°C'de inkübasyona bırakılmıştır (Delgado ve ark., 2019). Enzim aktivitesi Miller (1959) yöntemine göre yapılmış ve optik yoğunluk (OD600) ölçümü yapılarak yaklaşık olarak 6 log CFU/ml (0,800) değerine ulaşıncaya kadar bakteri gelişimi devam ettiği belirlenmiştir. Substrat seçimi yapılırken ilk olarak prebiyotik kökenli olan inülin ile potansiyel prebiyotik kaynağı olan oligofruktoz yapılı ksilan (Kolida ve ark., 2000;Salas ve ark., 2021) ve bazı simbiyotik mikroorganizmaların sahip olduğu hidrolaz enzimleri ile hidrolize olabilen selüloz (Blaut, 2002) ile selülozla benzerlik gösteren ancak farklı kristal yapılı avisel (Cheng ve ark., 2011) substratları tercih edilmiştir.

Bibliyometrik analiz ve haritalama

Analizi yapılacak olan konu başlıkları bal arılarındaki güncel sorunlar ön plana alınarak belirlenmiş ve araştırılmıştır. Bu araştırmalar sonucu veri tabanında aranacak olan anahtar kelimeler sırası ile 'honey bee' ve '*Bifidobacterium*' olarak tespit edilmiş, elde edilen sonuçlar ise grafik ve tablolar haline getirilerek incelenmiştir. Anahtar kelimeler girildikten sonra Vosviewer (version 1.6.14 Center for Science and Technology Studies, Leiden University, The Netherlands) yazılımı yardımı ile aralarındaki korelasyon haritalaması yapılmıştır.

BULGULAR ve TARTIŞMA

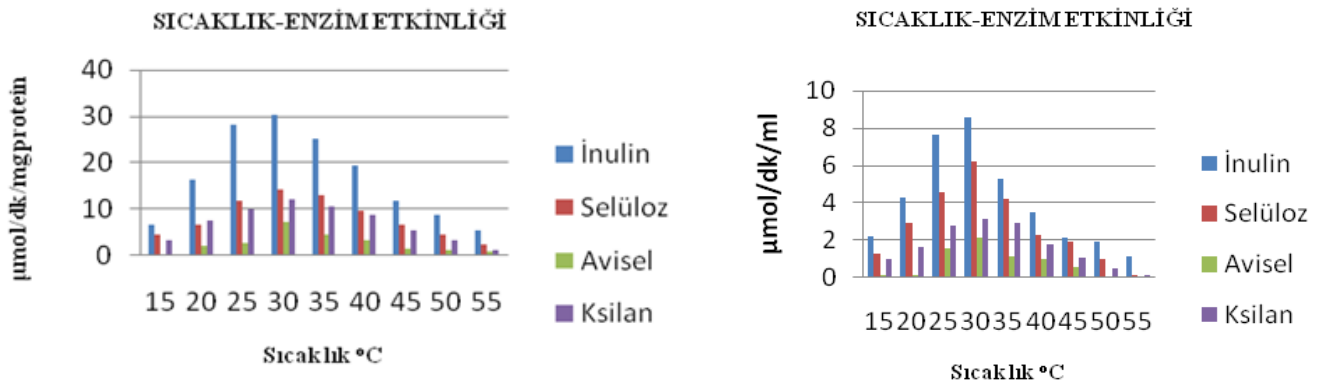
Enzim Aktivitesi Sonuçları

Bifidobacterium sp. hem memeliler hem de diğer hayvanlar için en iyi probiyotik mikroorganizma olup sindirim kanalı ve konakçının sağlığını olumlu yönde etkilediği bilinmektedir (Scourboutakos, 2010). Bal arıların sindirim kanalında önemli görevi bulunan ve hücre dışı sindirim faaliyeti sonucu oluşan organik monomerlerin hem kendisi hem de bulunduğu konakçı için önemli olmasından dolayı çalışmamızda hücre dışı olarak ifade edilen süpernatant enzim aktivitesine bakılmıştır. Probiyotik mikroorganizmaların kullandığı en iyi bitkisel substrat olan inülin, selüloz, avisel ve ksilan substratlar tercih edilmiş, bu substratlar için farklı pH ve sıcaklık altında gelişimini tamamlayan bakterilerin enzim aktiviteleri hesaplanmıştır (Şekil 1 ve Şekil 2).

Sıcaklık protein yapılı organik bir bileşik olan enzimlerin çalışması üzerine etki eden önemlifaktörler arasındadır. Canlıların sahip olduğu enzimler optimum bir sıcaklık derecesine sahiptir.

Bifidobacterium sp için yapılan sıcaklık-enzim aktivitesi çalışması sonucu 30°C altında substratların katabolizmasının optimum düzeyde olduğu görülmüştür.

Bazı *Bifidobacterium* cinslerinin ksilan, avisel ve selüloz gibi substratları kullanamadığı ama redüksiyon için gerekli olduğu bilinmektedir. Zeybek ve ark.(2021) yaptığı çalışmada ksilan substratını bazı türler hariç direkt olarak kullanamadığını ancak bağırsakta gelişimi için gerekli olduğunu göstermişlerdir. Qiu ve ark. (2020) ise ksilanın bazı *Bifidobacterium* cinsleri üzerinde potansiyel prebiyotik bir kaynak olabileceğini ifade etmişlerdir. Sánchez-Portilla ve ark. (2021) yaptığı çalışmada selülozu substrat olarak kullanarak sayısal artışın çok net olduğunu göstermişlerdir. Avisel kullanımı fazla olmadığı bilinen *Bifidobacterium* cinsleri için çalışma sonucunda da avisel substratını fazla kullanmadığı gösterilmiştir. Çalışma sonucu olarak inülin substratını en iyi şekilde hidrolize ettiği görülmüştür (Şekil 1).

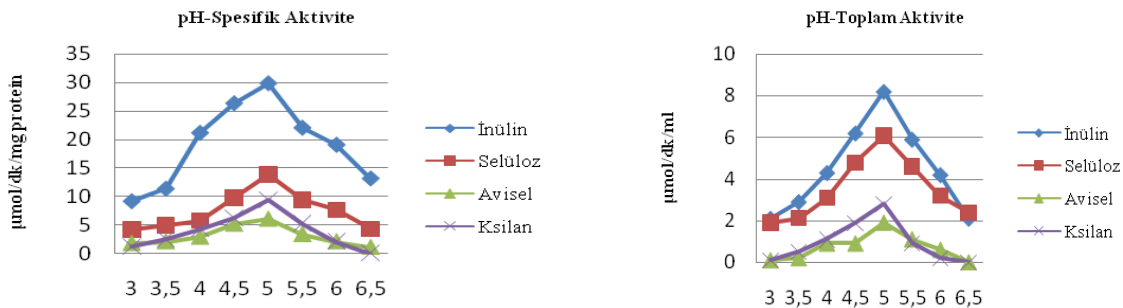


A) Süpernatant spesifik aktivite

B) Süpernatant toplam aktivite

Şekil 1. *Bifidobacterium* sp'ye ait hücre dışı (süpernatant) sıcaklık - enzim aktivitesi

Enzimin aktivite gösterebilmesi ve hayvanların sindirim kanalında bulunan simbiyotik mikroorganizmaların gelişebilmesi için sıcaklık dışında uygun bir pH'ya ihtiyaç vardır. Arıların özellikle rektum bölgesinde kolonize olan ve gelişimi için uygun pH aralığının 4-5.5 arasında olduğu bilinen *Bifidobacterium* sp. için yapılan çalışmada hem gelişim gösterdiği hem de enzimsubstratı optimum düzeyde kullandığı en iyi pH değeri 5.0 olmuştur (Şekil 2).



A) Süpernatant spesifik aktivite

B) Süpernatant toplam aktivite

Şekil 2. *Bifidobacterium* sp'ye ait hücre dışı (süpernatant) pH - enzim aktivitesi

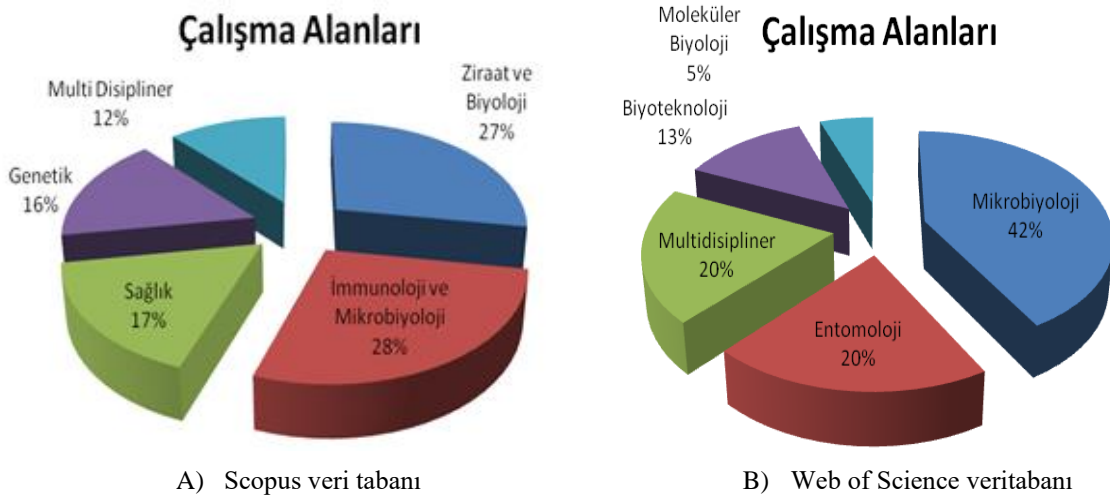
Bibliyometrik analiz sonuçları

Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) verileri incelendiğinde yıllara göre kovan sayısının artmasına rağmen bal üretiminin aynı seviyede artış göstermemesi kovanlarda koloni kayıplarının gözlemlendiğinin ve bu kayıplarında bir açıklamasının olabileceği düşünülmektedir. Dünyada nektar oranının yüksek olduğu bitkilerin 3/4'ü ülkemizde yetişmektedir. Ülkemiz kovan varlığı bakımından dünyada Çin'den sonra üçüncü sırada yer almaktadır. Ancak kovan başına düşen bal verimi ise yıllara göre değişiklik göstermekle birlikte ortalama ortalama olarak 2019 da 13-15 kg kadar iken 2019-2021 arasında

%1,3'lük artış olmuştur (Söğüt ve ark., 2019; Tüik, 2021). Yapılan çalışmalarda Türkiyenin bazı bölgelerinde koloni kayıplarının büyük kısmının koloni çökmesi, yavru çürüklüğü, nosema, varroa zararlısı gibi etmenlerden kaynaklandığı düşünülmektedir (Kutlu ve Gül, 2021).

Özellikle koloni kayıpları arasında arıların bağırsak sisteminin de etkisi olduğu görülmüştür. Arıların bağırsak sitemine etki eden antibiyotik gibi abiyotik faktörler ve parazit ile patojenler gib biyotik etkenler bağırsak florası üzerinde olumsuz etkiye sahip olmakla birlikte arıların bağışıklık sistemini negatif düzeyde engellemektedir (Aldemir ve ark., 2019). Bundan dolayı bu çalışmada bibliyometrik analiz raporu bu doğrultuda hazırlanmıştır. Buna göre sindirim kanalının mikrobiyotasında bulunan probiyotik yapılı *Bifidobacterium* sp.'nin önemini vurgulamak için yapılan analizde bu mikroorganizma için farklı bilim dallarında da aktif olarak incelendiği görülmüştür (Şekil 1).

Analiz sonucu oluşan yüzdellik dağılıma göre en fazla çalışmanın Web of Science veri tabını kayıtlarında mikrobiyoloji alanında olduğu, Scopus veri tabanında ise Ziraat ve Biyoloji alanında daha fazla araştırma yapıldığı görülmüştür. Analiz sonucu mikrobiyoloji alanında yapılan çalışmalar ile ilgili taramalarda güncel olarak çok sayıda yayın olduğu görülmüş ve bunlar arasından de Melo ve ark.(2020) yaptığı çalışmada 'Kuzeydoğu Brezilya'nın yarı kurak bölgesinde iğnesiz arılar tarafından üretilen monofloral balların *Lactobacillus acidophilus* ve *Bifidobacterium lactis*'e doğru probiyotik aktivitesi' araştırılarak probiyotik mikroorganizmaların önemi tekrardan vurgulanmıştır. Aynı zamanda Geldert ve ark.(2021) arılarda bağırsak florası üzerine fitokimyasalların etkisini araştırması ve Borges ve ark.(2020) bal arılarında bulunan *Nosema* gibi parazitler üzerine probiyotiklerin ve probiyotiklerin etkisi üzerine çalışmalar bulunmaktadır. Başka bir ifade ile mikrobiyoloji alanında yapılan çalışmaların ağırlıklı olarak bağırsakta bulunan bakteriyel flora üzerinde gerçekleşmiş olmasıdır.

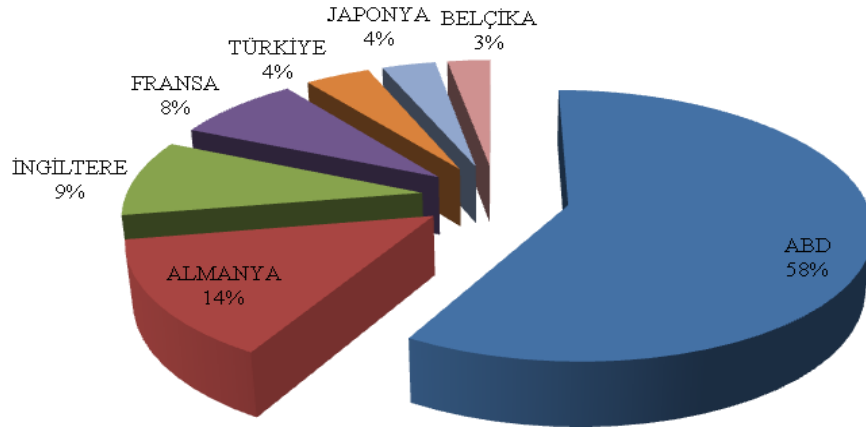


Şekil 3. Scopus ve Web of Science veri tabanına bağlı çalışma alanı analizi

Bal arılarında bağışıklığın çekirdek yapısını oluşturan gastrointestinal sistemdeki dinamik yapıya sahip *Bifidobacterium* sp. dışında bulunan bakteriler de önemini korumaktadır. Bu bakteriler ile ilgili en iyi örnek Ludvigsen ve ark.(2021) mikrobiyoloji alanındaki yaptıkları çalışmada Kuzeydoğu Pakistan'a özgü bal arısı türlerinin gastrointestinal sistemi ile ilişkili probiyotik kökenli bakterilerinin çeşitliliğini araştırmak için *Apis mellifera*, *A. dorsata*, *A. cerana* ve *A. florea*'ya ait sağlıklı işçi arıların 16S rRNA ampikon dizilimi ile bakteri suşları tespit etmişlerdir. Bu suşlar, böcekler dışında da insan patojenlerinin inhibisyonu, antibiyotik direnci, ozmotik tolerans, metabolik ve enzimatik fonksiyonlar ve karbonhidrat kullanımının yanı sıra antioksidan ve kolesterol giderme potansiyeli açısından kontrolünü sağlamışlardır. Sonuç olarak, potansiyel sağlık yararlarının *in vitro* ve *in vivo* olarak

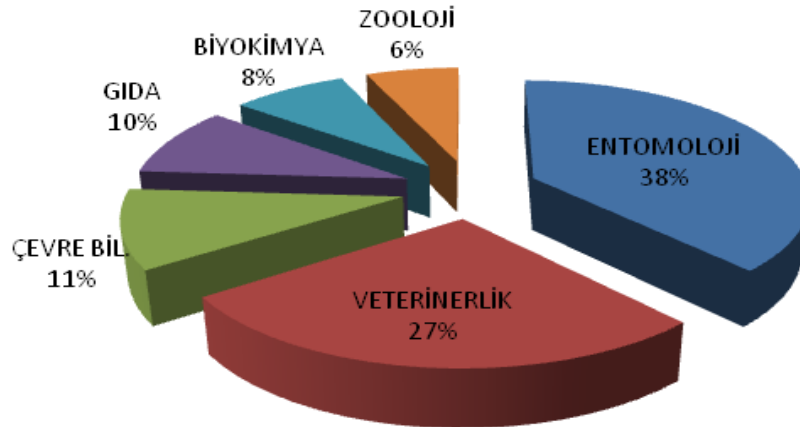
araştırılması ve yeni probiyotik yardımcı maddeler olarak uygulanması için aday bakteri tespiti yapmışlardır.

İntestinal sistemdeki mikroflora üzerinde yoğunlaşan çalışmalar farklı ülkelerin katkıları sayesinde gelişmeye devam etmektedir. Yapılan araştırmalar sonucunda bal arısı mikrobiyotası üzerinde en çok çalışan ülkenin Amerika Birleşik Devletleri (ABD) olduğu ancak Türkiye’de ise bu alanda çalışmaların her geçen gün arttığı görülmektedir (Şekil 4). Türkiye’de de çok sayıda araştırmacı arılar üzerindeki etkinliğini artırmaya başlamıştır. Bunlardan Boğ ve ark.(2020) patojen bakterilerin arıların sağlığı üzerindeki etkilerini, Bayrakal ve ark.(2020) ise patojen yapıların arının yaşamı ve ürünleri üzerine etkilerine yoğunlaşmışlardır.



Şekil 4. Scopus ve Web of Science veri tabanına kayıtlı çalışma yapan ülkeler analizi

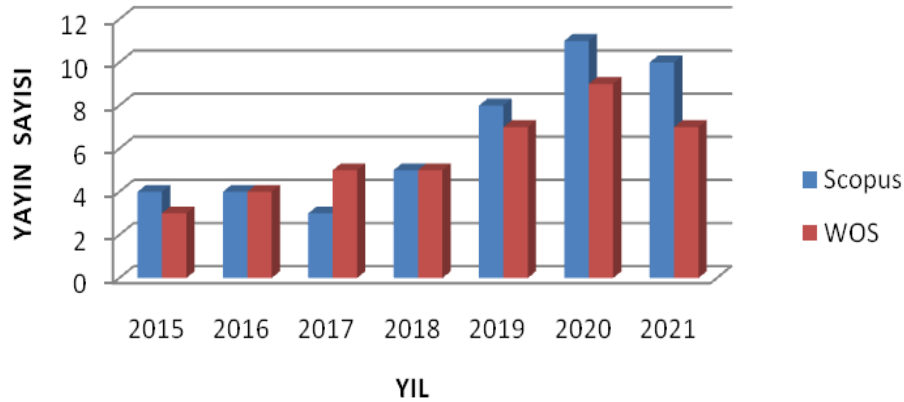
Web of Science ve Scopus veri tabanı kayıtlarına göre Türkiye 1997 – 2021 yılları arası yapılan çalışmalarda en fazla katkıyı 2019-2020 yılları arasında vermiş olup Şekil.5 de verilen analiz sonuçlarına göre entomoloji alanında yapılan araştırmalar ile en fazla katkı sağladığı alan olmuştur.



Şekil 5. Türkiye'nin bal arıları ve mikrobiyota konuları üzerine yapılan araştırma sonuçları

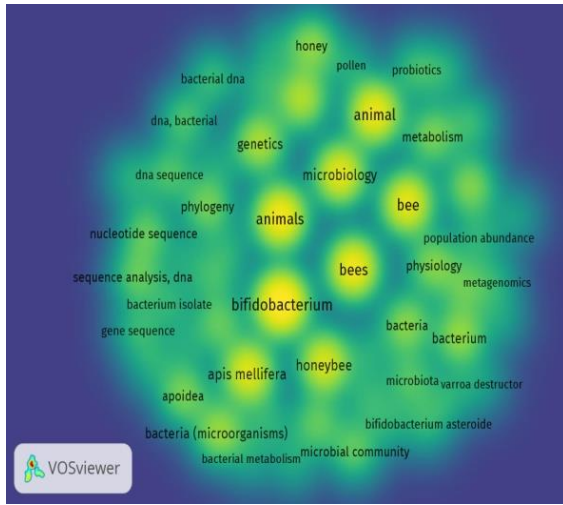
Arı bağırsak sistemi üzerine yapılan çalışmaların yıllara göre dağılımına bakıldığında zaman (Şekil 6) 2015-2021 yılları arasında araştırma yayınlarının orantılı bir şekilde arttığı, bu artışın koloni kayıplarına sebep olabileceği düşünülen mikrobiyotanın bağışıklık sistemi ile bağlantılı olabileceği öngörülmektedir. Bununla ilgili olarak yapılan çalışmalardan Raymann'ın (2021) yaptığı araştırmada bal arılarının patojen mikroorganizmaların neden olduğu bir çok enfeksiyondan dolayı zarar gördüğü aynı zamanda koloni kayıplarına dahi sebep olabileceğini belirterek yaptığı araştırmada bal arısı bağırsak mikrobiyomunun önemini ve bu biyomun arı sağlığı üzerine etkili olduğunu vurgulamıştır.

YILLARA GÖRE YAYIN DAĞILIMI

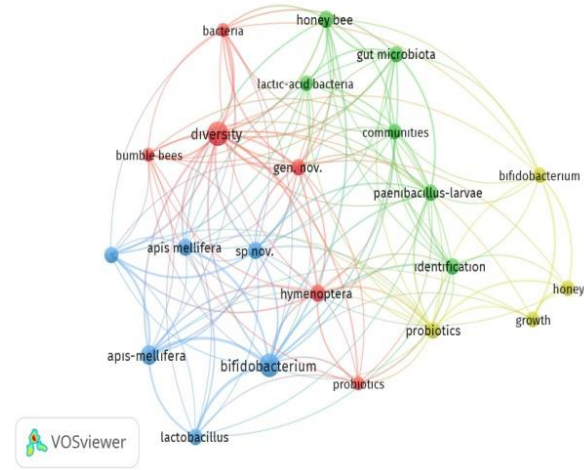


Şekil 6. Scopus ve Web of Science (WOS) veri tabanına bağlı yıllara göre akademik araştırma yayın sayıları

Bal arıları (*Apis mellifera*) ve *Bifidobacterium* sp. ile ilgili olarak hem Web of Science hem de Scopus veri tabanında yapılan analizler sonucunda anahtar kelimelerin korelasyon ağı Vosviewer yazılım programı yardımı ile şekil 7'de verilmiştir. Scopus veri tabanına ait veriler gökkuşağı yoğunluk haritalaması şeklinde tercih edilirken Web of Science'a kayıtlı analiz için kümeleme haritalaması ve ağı kullanılmıştır. Her iki yöntemde de analiz yapılırken makale başlıkları ve özetlerde en az 30 tekrar ile en çok tekrarlanan terimlerin eş zamanlı haritalamaları yapılmıştır.



A) Scopus veri tabanı



B) Web of Science veri tabanı

Şekil 7. Vosviewer yazılımı yardımı ile oluşturulan haritalama

SONUÇ

Bal arılarında görülen koloni kayıpları bütün dünya üzerinde olumsuz bir iz bırakmaya başlamıştır. Bu etki gerek polinasyon olsun gerek arı ürünleri olsun direkt olarak insanoğlunun yaşamını etkilemektedir. Arıların sağlığının korunması ve koloni kayıplarının önüne geçilebilmesi için etki eden faktörlerden bağırsak mikroflorası ve probiyotik kökenli bakterilerin etkileri önemini artırmaya devam etmektedir.

Çalışmanın birinci basamağında ortaya çıkan sonuç bize arıların sindirim kanalında bulunan *Bifidobacterium* sp.'nin prebiyotik olarak inulin ve ksilanı kullanabileceğini göstermiştir. Bundan dolayı arıların beslenmesinde kullanılan kek veya şurupların içerisine inulin ve ksilan gibi substratlar

ile takviye edilebileceğini ve sonuç olarak probiyotik bakterilerin gelişimini pozitif yönde artıracığı söylenebilir.

Bifidobacterium sp.'ler nişasta, selüloz, hemiselüloz ve pektin gibi kompleks yapıları karbonhidratları hidrolize edebilmekte ve oluşan monomerleri fermantasyon yolu ile heksozlara dönüştürebilmektedirler (Weese,2002; Korakli ve ark.,2002). Çalışma sonucunda selülozun optimum hidroliz koşullarında rapor edilmiştir. Kimyasal yapı olarak selüloz substratının kristallerinden olduğu bilinen avisel substratıda bu mikroorganizma için fazla tercih edilmesede hidrolize edebileceği görülmüştür.

Günümüzde yapılan akademik araştırmaların bir parçası olan biyoinformatik analizler özellikle moleküler çalışmalar ve bilgisayar teknolojisinin birleşmesi sonucu araştırmacılara farklı bakış açısı kazanılmakla beraber ve çalışılacak konunun spesifiklik değerini artırmaktadır. Biyoinformatik alan ile ilgili gelişmeler her geçen gün farklılaşmaya başlamaktadır. Bu farklılaşmalar Biyoinformatik analizlerin çeşitliliğini artırmaktadır. Bibliyometrik analizler bu farklılaşmaya destek olabileceği düşünülmektedir. Bundan dolayı çalışmamızın ikinci basamağını oluşturan bibliyometrik analiz sayesinde *Bifidobacterium* sp. ile bal arıları arasındaki korelasyon etkisi gösterilmiştir.

TEŞEKKÜR

Halit Yücel: 100/2000 Doktora bursiyeri olarak YÖK'e teşekkürler.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Alatawy M, Al-Attas SG, Assagaf AI, Al-Shehri A, Alghamdi KM, Bahieldin A, 2020. Gut microbial communities of adult honey bee workers (*apis mellifera*). Biosciences Biotechnology Research Asia, 17(2), 353-362.
- Alberoni D, Baffoni L, Gaggia F, Ryan PM, Murphy K, Ross PR, Stanton C, Di Gioia D, 2018. Impact of beneficial bacteria supplementation on the gut microbiota, colony development and productivity of *apis mellifera* l. Beneficial microbes, 9(2), 269-278.
- Aldemir S, Tunca Rİ, Topal E, Margaoan R, 2019. Bal arılarının bağırsak yapısına etki eden faktörler. Arıcılık Araştırma Dergisi, 11(1), 28-34.
- Anonim, 2022a. Bal analizi, sindirim kanalında bulunan simbiyotik bifidobacterium analizi, türkiye'nin bal arıları ve mikrobiyota konuları üzerine yapılan araştırmaların analizi raporları <https://wcs.webofknowledge.com/RA/analyze.do> (Erişim Tarihi: 14.02.2022).
- Anonim, 2022b. Bal analizi, sindirim kanalında bulunan simbiyotik bifidobacterium analizi, türkiye'nin bal arıları ve mikrobiyota konuları üzerine yapılan araştırmaların analizi raporları <https://www.scopus.com/results> (Erişim Tarihi: 14.02.2022).
- Aziz G, Tariq M, Zaidi AH, 2021. Mining indigenous honey bee gut microbiota for lactobacillus with probiotic potential. Microbiology, 001032.
- Baffoni L, Gaggia F, Alberoni D, Cabbri R, Nanetti A, Biavati B, Di Gioia D, 2016. Effect of dietary supplementation of bifidobacterium and lactobacillus strains in *apis mellifera* l. against nosema ceranae. Beneficial microbes 7 (1): 45–51.

- Blaut M, 2002. Relationship of prebiotics and food to intestinal microflora. *European journal of nutrition*, 41(1), i11-i16.
- Boğ EŞ, Ertürk Ö, Yaman M, 2020. Pathogenicity of aerobic bacteria isolated from honeybees (*apis mellifera*) in ordu province. *Turkish Journal of Veterinary and Animal Sciences*, 44(3), 714-719.
- Borges D, Guzman-Novoa E, Goodwin PH, 2020. Control of the microsporidian parasite *nosema ceranae* in honey bees *apis mellifera* using nutraceutical and immuno-stimulatory compounds. *Plos one*, 15(1), e0227484.
- Borges D, Guzman-Novoa E, Goodwin PH, 2021. Effects of prebiotics and probiotics on honey bees (*apis mellifera*) infected with the microsporidian parasite *nosema ceranae*. *Microorganisms*, 9(3), 481.
- Cheng G, Varanasi P, Li C, Liu H, Melnichenko YB, Simmons BA, Kent MS, Singh S, 2011. Transition of cellulose crystalline structure and surface morphology of biomass as a function of ionic liquid pretreatment and its relation to enzymatic hydrolysis. *Biomacromolecules*, 12(4), 933-941.
- Daisley BA, Chmiel JA, Pitek AP, Thompson GJ, Reid G, 2020. Missing microbes in bees: how systematic depletion of key symbionts erodes immunity. *Trends in Microbiology*.
- de Melo FHC, Menezes FNDD, de Sousa JMB, dos Santos Lima M, Borges GDSC, de Souza EL, Magnani M, 2020. Prebiotic activity of monofloral honeys produced by stingless bees in the semi-arid region of brazilian northeastern toward *lactobacillus acidophilus* LA-05 and *bifidobacterium lactis* bb-12. *Food Research International*, 128, 108809.
- Delgado S, Guadamuro L, Flórez AB, Vázquez L, Mayo B, 2019. Fermentation of commercial soy beverages with *lactobacilli* and *bifidobacteria* strains featuring high β -glucosidase activity. *Innovative Food Science&Emerging Technologies*, 51, 148–155.
- Engel P, Martinson VG, Moran NA, 2012. Functional diversity within the simple gut microbiota of the honey bee. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109(27), 11002-11007.
- Fries I, Morse R, Flottum K, 1997. Honey bee pests, predators, and diseases. *Protozoa*. Medina, Ohio, USA: AI Root Company, 59.
- Garcia-Mazcorro JF, Kawas JR, Marroquin-Cardona AG, 2019. Descriptive bacterial and fungal characterization of propolis using ultra-high-throughput marker gene sequencing. *Insects*, 10(11), 402.
- Geldert C, Abdo Z, Stewart JE, Arathi HS, 2021. Dietary supplementation with phytochemicals improves diversity and abundance of honey bee gut microbiota. *Journal of Applied Microbiology*, 130(5), 1705-1720.
- Gill RJ, Baldock KC, Brown MJ, Cresswell JE, Dicks LV, Fountain MT, Garratt MPD, Gough LA, Heard MS, Holland JM, Ollerton J, Stone GN, Tang CQ, Vanbergen AJ, Vogler AP, Woodward G, Arce AN, Boatman ND, Brand-Hardy R, Breeze TD, Green M, Hartfield CM, O'Connor RS, Osborne JL, Phillips J, Sutton PB, 2016. Protecting an ecosystem service: approaches to understanding and mitigating threats to wild insect pollinators. *AdvEcoRes* 54:135–206. doi:10.1016/bs.aecr.2015.10.007
- Ilijević K, Vujanović D, Orčić S, Purać J, Kojić D, Zarić N, Grzetić I, Blagojević DP, Čelić, TV, 2021. Anthropogenic influence on seasonal and spatial variation in bioelements and non-essential elements in honeybees and their hemolymph. *Comparative biochemistry and physiology part c*:
- Kerr JT, Pindar A, Galpern P, Packer L, Potts SG, Roberts SM, Rasmont P, Schweiger O, Colla SR, Richardson LL, Wagner DL, Gall LF, Sikes DS, Pantoja, A, 2015. Climate change impacts on bumblebees converge across continents. *Science*, 349(6244), 177-180.

- Kolida S, Tuohy K, Gibson GR, 2002. Prebiotic effects of inulin and oligofructose. *British Journal of Nutrition*, 87(S2), S193-S197.
- Konuç K, Ozturk E, 2020. Use of propolis as a digestive system regulator in poultry. *Proceeding Book*, 131.
- Korakli M, Gänzle MG, Vogel RF, 2002. Metabolism by bifidobacteria and lactic acid bacteria of polysaccharides from wheat and rye, and exopolysaccharides produced by *Lactobacillus sanfranciscensis*. *Journal of applied microbiology*, 92(5), 958-965.
- Kutlu MA, 2020. Bingöl ilinde yaşanan koloni kayıpları (arı ölümleri), nedenleri ve öneriler. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 7(4), 867-873.
- Kutlu MA, Gul A, 2021. Siirt ili pervari ilçesi arıcılığı, hastalıklarının tanınırlıkları ve koloni kayıpları üzerine bir çalışma. *Adyutayam Dergisi*, 9(1), 13-21.
- Kwong WK, Medina LA, Koch H, Sing KW, Soh EJY, Ascher JS, Jaffé R, Ve Moran NA, 2017. Dynamic microbiome evolution in social bees. *Science Advances*, 3(3), e1600513.
- Kwong WK, Moran NA, 2016. Gut microbial communities of social bees. *Nature Reviews Microbiology*, 14(6), 374-384.
- Ludvigsen J, Andersen A, Hjeljord L, Rudi K, 2021. The honey bee gut mycobiota cluster by season versus the microbiota which cluster by gut segment. *Veterinary sciences*, 8(1), 4.
- Martinson VG, Moy J, Moran NA, 2012. Establishment of characteristic gut bacteria during development of the honeybee worker. *Applied and environmental microbiology*, 78(8), 2830-2840.
- Miller GL, 1959. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. *Analytical chemistry* 31(3) : 426-428.
- Moran NA, Hansen AK, Powell JE, Sabree ZL, 2012. Distinctive gut microbiota of honey bees assessed using deep sampling from individual worker bees. *PloSone*, 7(4), e36393.
- Panjad P, Yongsawas R, Sinpoo C, Pakwan C, Subta P, Krongdang S, In-on A, Chomdej S, Chantawannakul P, Disayathanoowat T, 2021. Impact of nosema disease and american foulbrood on gut bacterial communities of honey bees *Apis mellifera*. *Insects*, 12(6), 525.
- Qiu XJ, Zheng WX, Zhang L, Shi YL, Hu JH, Li Y, Liu ZY, Zhu MD, 2020. Prebiotic effects of xylanase modification of β -glucan from oat bran on *Bifidobacterium bifidum*. *Italian Journal of Food Science*, 32(1).
- Raymann K, 2021. Honey bee microbiota and the physiology of antimicrobial resistance. *Honey Bee Medicine for the Veterinary Practitioner*, 125-134.
- Raymann K, Bobay LM, Moran NA, 2018. Antibiotics reduce genetic diversity of core species in the honey bee gut microbiome. *Molecular ecology*, 27(8), 2057-2066.
- Salas-Veizaga DM, Bhattacharya A, Adlercreutz P, Stalbrand H, Karlsson EN, 2021. Glucuronosylated and linear xylooligosaccharides from quinoa stalks xylan as potential prebiotic source for growth of *Bifidobacterium adolescentis* and *Weissella cibaria*. *LWT*, 152, 112348.
- Sánchez-Portilla Z, Melgoza-Contreras LM, Reynoso-Camacho R, Pérez-Carreón JI, Gutiérrez-Nava A, 2020. Incorporation of *Bifidobacterium* sp. into powder products through a fluidized bed process for enteric targeted release. *Journal of Dairy Science*, 103(12), 11129-11137.
- Scourboutakos, M. 2010. 1+ 1= 3... Synbiotics: Combining the power of pre-and probiotics. *Journal of Food Science Education*, 9(1), 36-37.
- Seeley TD, 1989. Social foraging in honey bees: how nectar foragers assess their colony's nutritional status. *Behavioral Ecology and Sociobiology*, 24(3), 181-199.
- Seeley TD, 1989. The honey bee colony as a superorganism. *American Scientist*, 77(6), 546-553.

- Söğüt B, Şeviş HE, Karakaya E, İnci H, Yılmaz HŞ, 2019. Bingöl ilinde arıcılık faaliyetinin mevcut yapısı üzerine bir araştırma. Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi, 6(2): 168- 177.
- Suyabatmaz Ş, Bozdeveci A, Karaoğlu ŞA, 2020. Bal arılarında gastrointestinal bakteriyel flora.
- Traynor KS, Rennich K, Forsgren E, Rose R, Pettis J, Kunkel G, Lopez D, Madella S, Evans J, vanEngelsdorp D, 2016. Multi year survey targeting disease incidence in us honeybees. apidologie, 47(3), 325-347.
- TÜİK, 2021. Türkiye istatistik kurumu, tüik <http://www.tuik.gov.tr>
- Weese JS, 2002. Probiotics, prebiotics, and synbiotics. Journal of equine veterinary science, 22(8), 357-360.
- Yazdıç F, Yazdıç FC, Kar B, 2020. Ziraat çalışmaları ve çiftlik hayvanlarında ileri biyoteknolojik uygulamalar, İksad Yayınevi s.49-74, Ankara-Turkey.
- Zeybek N, Rastall RA, Buyukkileci AO, 2020. Utilization of xylan-type polysaccharides in co-culture fermentations of bifidobacterium and bacteroides species. Carbohydrate polymers, 236, 116076.
- Zheng H, Steele MI, Leonard SP, Motta EV, Moran NA, 2018. Honey bees as models for gut microbiota research. Lab animal, 47(11), 317-325.

Atf İçin: Çetin A, Behçet L, 2022. Koz Dağları'ndan (Genç -Bingöl) B8 Karesi İçin Yeni Floristik Kayıtlar ve *Lythrum volgense* ile İlgili Değerlendirmeler. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 633-644, 2022

To Cite: Çetin A, Behçet L, 2022. New Floristic Records for Square B8 from Koz Mountains (Genç -Bingöl) and Evaluations of *Lythrum volgense*. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 633-644, 2022

Koz Dağları'ndan (Genç -Bingöl) B8 Karesi için Yeni Floristik Kayıtlar ve *Lythrum volgense* ile İlgili Değerlendirmeler

Abdurrahim ÇETİN^{1*}, Lütfi BEHÇET¹

ÖZET: Bu çalışmada yer alan 28 bitki taksonun B8 karesindeki yayılışları ilk kez verilmektedir. Verilen taksonlardan 6'sı endemiktir. *Lythrum volgense* türünün Türkiye florasında verilen tanımında stamen sayısının 6 olduğu belirtilmektedir. Fakat bu türün yayılışının bulunduğu diğer ülke florasındaki tanımlarında stamen sayısı örneklerimizdeki gibi 2 olarak verildiğinden bu durum üzerinde durulmuştur. Bu çalışmada verilen 28 taksonun 10'u Akdeniz, 4'ü Avrupa Sibiryaya, 2'si İran-Turan fitocoğrafik bölge elementi iken, 12 tanesi çok bölgeli veya fitocoğrafik bölgesi belli olmayan taksonlardır.

Anahtar Kelimeler: B8 karesi, flora, yeni kayıt, lythrum

New Floristic Records for Square B8 from Koz Mountains (Genç -Bingöl) and Evaluations of *Lythrum volgense*

ABSTRACT: In this study, the distribution of 28 plant taxa for the B8 square is given for the first time. 6 of these taxa are endemic. It is stated that the number of stamens is 6 in the definition of *Lythrum volgense* in the flora of Turkey. However, since the number of stamens is given as 2 in the descriptions of the flora of other countries where this species is distributed, this situation has also been emphasized. While 10 of the 28 taxa given in this study are Mediterranean, 4 of them are European Siberian, 2 of them are Iran-Turan, phytogeographical region element; 12 of them are multi-regional or phytogeographically undetermined plants.

Keywords: B8 square, flora, new record, lythrum

¹Abdurrahim ÇETİN ([Orcid ID: 0000-0003-2021-8472](https://orcid.org/0000-0003-2021-8472)), Lütfi BEHÇET ([Orcid ID: 0000-0001-8334-7816](https://orcid.org/0000-0001-8334-7816)) Bingöl Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Bingöl, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Abdurrahim ÇETİN, e-mail: a.cetin@bingol.edu.tr

Bu çalışma AÇ'nin Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Türkiye'nin floristik zenginliğinde farklı ekolojik bileşenlerin etkileri vardır. Ekolojik faktörlerden önem ve etki sıralaması dikkate alındığında iklimik faktörlerin etkileri birinci sırada yer alır. Ülkemiz coğrafik konumunun sonucu olarak 3 floristik bölgenin (İran-Turan, Avrupa-Sibirya ve Akdeniz) kesiştiği noktada yer almaktadır (Akman 1993). Bulunduğu konum ve sahip olduğu iklim özellikleri Türkiye'nin zengin floristik potansiyelinin en önemli sebeplerinden olmakla beraber, jeoloji, jeomorfoloji ve toprak özelliklerinin de bu zenginlikte önemli payları olduğu muhakkaktır (Davis 1965-1985).

Bugüne kadar yapılan çalışmalarla ülkemiz florası ile ilgili epey mesafe alınmış olmakla beraber, hala hiç araştırılmayan sahalarda bulunmaktadır. Yapılan bazı çalışmalar ise yüzeysel yapıldığından dolayı gerçek flora potansiyelini ortaya koymaktan çok uzaktırlar. Bu durumların sonucu olarak da Türkiye florasındaki taksonların korolojileri konusunda çok eksiklikler bulunmaktadır. Ülkemiz florasının tam olarak ortaya konması ve taksonların dağılışı durumlarının en gerçekçi şekli ile ortaya konulması çok arzu edilen bir konudur.

Bingöl florası ile ilgili son on yıla kadar bilinenler çok sınırlı idi. 2007 yılında Bingöl Üniversitesi'nin açılmasından sonra konu ile ilgili çalışmalar artmış ve halen devam etmektedir. Denizden oldukça uzak bir konumda yer alan Bingöl ili, özellikle yıllık yağış miktarı (948.9 mm) ile bazı Karadeniz bölgesindeki illerden (Artvin, Trabzon) fazla yağış almaktadır (DMİ 2020). Bunun sonucu olarak bazı Avrupa-Sibirya fitocoğrafik bölge elementleri alanda yayılma fırsatı bulmuşlardır. Diğer taraftan güneyden gelen sıcak hava akımlarının etkisinde de kalan Bingöl'de, bazı Akdeniz fitocoğrafik bölge elementlerinin de yayılışı kaydedilmiştir (Kurt, 2014; Sinan ve Behçet, 2014; Yapar ve Behçet, 2017).

Florası ile ilgili yetersiz bilgi bulunan Bingöl ve çevresinde son yıllarda bilim dünyası için yeni takson (Behçet ve ark. 2017, 2019; Behçet ve Yapar 2020b, 2021b; Hamzaoğlu ve ark 2020; İlçim ve Behçet 2016; Doğan ve Behçet 2015; Sinan ve ark. 2021) ve yeni yayılış alanları ile ilgili çeşitli çalışmalar (Behçet ve ark., 2014; Behçet ve Yapar, 2020a, 2021a) yayınlanmıştır.

Bu çalışmada, Koz Dağları'nda (Genç-Bingöl) B8 karesinde yayılışını ilk kez belirlediğimiz 28 taksona ait yeni kayıt yer almaktadır. Çalışma ile Türkiye florasındaki bazı taksonların dağılım durumları (korolojileri) hakkında bilgiler verilmiş, Türkiye Florasına katkı sağlanması gaye edilmiştir. Ayrıca *Lythrum volgense* türünün Türkiye florasında (Chamberlain, 1972) verilen tanımındaki stamen sayısı (6) ile bu türün yayılışının bulunduğu diğer ülke florasındaki (Afanis'ev 1974; Haining & Shirley 2008; Webb 1981) tanımlarında verilen stamen sayısının (2) uyum göstermediği belirlenmiştir. Koz Dağları'ndan toplanan bu türe ait örneklerdeki stamen sayıları (2) ile türün yayılışının olduğu diğer ülke florasındaki (Rusya (Afanis'ev 1974), Çin (Haining & Shirley 2008) ve Avrupa (Webb 1981)) tanımları ve Türkiye Florasında verilen tanımlardaki stamen sayıları üzerinde durularak bazı değerlendirmeler yapılmıştır.

MATERYAL ve METOT

Yaptığımız çalışmada verilen yeni kayıt listesini, 2019-2021 yılları arasında Koz Dağları'nın farklı kesimlerinden toplanıp daha önce B8 karesinde yayılışı bilinmeyen taksonlar oluşturur. Genç ilçesi Bingöl il merkezinin güneyinde ve 17 km uzaklıkta yer almaktadır. İlçenin Çevirme, Doğanca ve Yeniyazı köylerinin kuzeye bakan yamaçlarında dominantlığını *Quercus infectoria* G.Olivier subsp. *veneris* (A.Kern.) Meikle taksonunun oluşturduğu orman örtüsü hâkim iken; Yazıkönak, Bulgurluk,

Şehitköy köylerinin güneye bakan ve daha sıcak ve kurak olan yamaçlarda ise step formasyonu hakimdir.

Alandan toplanan bitki örnekleri Flora of Turkey and the East Aegean Islands (Türkiye florası) adlı eserin ilgili ciltleri (Davis, 1965-1985; Davis ve ark 1988, Güner ve ark., 2000) kullanılarak teşhis edilmiştir. Ayrıca Türkiye florasında verilen tanımdan farklılık gösteren *Lythrum volgense* D.A.Webb teşhis edilirken Rusya (Afanes'ev 1974), Avrupa (Webb 1981) ve Çin (Haining & Shirley 2008) florası kullanılmıştır. Yeni kayıt listesi verilirken bölge ile ilgili yayınlar (Behçet ve ark., 2014; Behçet ve Yapar, 2020a, 2021a, Sinan ve ark, 2014; Kılıç ve Yıldırım, 2014; Kılıç ve ark., 2017; Yapar ve Behçet, 2018; Yıldırım, 1994, 1997b, 1999, 2000b, 2001a, 2002b, 2005, 2008, 2009a, 2009b, 2011a, 2011b, 2012, 2016, 2017) gözden geçirilerek ortaya konulmuştur. Tespit edilen bitkilerin yazar ile Türkçe isimleri, endemizm ve fitocoğrafik durumları ile bilimsel isimleri Türkiye Bitkileri Listesi-Damarlı Bitkiler (Güner ve ark., 2012) isimli eserden kontrol edilmiştir. Endemik bitkiler ile ilgili tehlike kategorileri yazılır iken Türkiye Bitkileri Kırmızı Kitabı referans alınmıştır (Ekim ve ark., 2000). Yeni kayıtlar listesi hazırlanırken APG IV (Huston ve ark., 2009) sistemi göz önüne alınmış ve alfabetik sıraya göre yazılmıştır. Bu liste oluşturulurken her takson için; latince isim, Türkçe isim ile toplandığı lokalite bilgileri sırası ile yazılmıştır. Varyasyon tespit edilen bazı taksonlar; lokalite bilgilerinden sonra varyasyon gösteren yapılar ile ilgili açıklamalar bold olarak yazılmıştır. Ayrıca bazı taksonlara ait resimler takson lokalite bilgilerinden sonra verilmiştir. Toplanan örnekler herbaryum materyali olacak şekilde Bingöl Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümü herbaryumunda muhafaza edilmektedir.

BULGULAR ve TARTIŞMA

B8 Karesinden Yayılışları Belirlenen Taksonların Listesi;

APIACEAE /MAYDANOZGİLLER

1. *TORDYLIUM* L. /DAVULOTU

1. *Tordylium trachycarpum* (Boiss.) Al-Eisawi / boz kaskalida

Bingöl-Diyarbakır karayolu, Yayla köyü girişi, step alanlar, 1520 m, 08.06.2021 38°36'46.55"K, 40°31'58.15"D, AÇ1269, D. Akdeniz elementi.

ASPARAGACEAE /KUŞKONMAZGİLLER

2. *MUSCARI* Mill. /MÜŞKÜRÜM

2. *Muscari azureum* Fenzl / keşişbaşı

Bingöl-Diyarbakır karayolu Genç çıkışı 2. km'ler, orman-orman açıkları, 1100-1150 m, 28.04.2020, 38°43'37.20"K, 40°32'35.33"D, AÇ09; Yadin Mezarlığını geçince 3. km'ler yol kenarları, step, 1250-1300 m, 13.05.2020, 38°42'44.42"K, 40°36'22.82"D, AÇ113, Endemik.

3. *SCILLA* L. /SÜMBÜLCÜK

3. *Scilla lepii* Speta / ince sümbül (Şekil 1.)

Yayla mezarası karşısı, step yamaçlar, 1330m, 31.03.2021, 38°39'21.08"K, 40°30'20.63"D, AÇ1017, Endemik, İran-Turan Elementi.

Şekil 1. *Scilla leepii* Speta / ince sümbül

Elâzığ-Diyarbakır çevrelerinde (araştırma alanımız Bingöl'ün Diyarbakır'a sınır kesiminde yer almaktadır) yayılışı bilinen ve lokal endemik bir takson olan *S. leepii* (Şekil 1); Doğu Anadolu Bölgesinin farklı kesimlerinde yayılışı bilinen *Scilla siberica* Haw. subsp. *armena* (Grossh.) Mordak 'dan farkı; tepallerinin koyu mavi olmayıp açık leylak renginde olması, stilusunun nispeten uzun ((5)6.5-11 mm) olması ile ayırt edilmektedir. Bugüne kadar sadece B7 ve C8 karelerinden yayılışı bilinen bu bitkinin B8 karesinden de yayılışının belirlenmesi ile yayılış alanının daha geniş olduğu ortaya kondu.

ASTERACEAE /PAPATYAGİLLER

4. ARTEMISIA /YAVŞAN

4. *Artemisia arborescens* (Vaill.) L. / akpelin

Bingöl Diyarbakır karayolu Yayla köyü girişi karşısı, step alanlar, 1520m, 08.06.2021 38°36'46.55"K, 40°31'58.15"D, AÇ1282, Akdeniz elementi.

5. CENTAUREA L. /PEYGAMBERÇİÇEĞİ

5. *Centaurea cariensis* Boiss. subsp. *maculiceps* (O.Schwarz) Wagenitz / gül acımık

Yeniyazı köyü-Alan mezrası arası, step yamaçlar, 1550-1650 m, 25.07.2020, 38°39'30.30"K, 40°35'51.55"D, AÇ866

Türkiye'nin batısında (A5, B1-3 ve C2-4 karelerinden) yayılışı bilinen bu taksonun karasallık etkisinin fazla olduğu alanımızda (B8 karesi) yayılışının olması ilginçtir.

BORAGINACEAE / HODANGİLLER

6. MYOSOTIS L. /UNUTMABENİ

6. *Myosotis ramosissima* Rochel / kuşgözü

Yayla köyü girişi karşısı yolun 5-6. km'leri, step alanlar,1330m, 05.05.2021, 38°39'13.08"K, 40°30'32.64"D, AÇ1102; Bingöl-Diyarbakır karayolu Doğanca köyü girişini geçtikten sonra yolun 4-5. km'leri tarla kenarları, nemli çayırlar, 1120m, 05.05.2021, 38°42'41.82"K, 40°31'35.57"D, AÇ1142

BRASSICACEAE /TURPGİLLER

7. NOCCEA Moench / KUŞBAŞIOTU

7. *Nocca violascens* (Schott & Kotschy) F.K. Mey. / mor kuşbaşıotu (Şekil 2.)

Çevirme köyü güneyi kavak ormanlığı çevresi, nemli alanlar,1700m, 18.05.2021, 38°40'55.76"K, 40°38'26.49"D, AÇ1154, Endemik.



Şekil 2. *Noctua violascens* (Schott & Kotschy) F.K. Mey. / mor kuşbaşıotu

Endemik olan bu türün (Şekil 2) yayılışı; bugüne kadar Türkiye'nin daha çok güney (Amanos dağları, Mersin, Seyhan-C5 karesi), ve orta kesimlerinde (Amasya, Kastamonu-A4, A5 kareleri) bilinmekteydi. Bu kaydımız ile yayılış alanının daha geniş olduğu ortaya konulmuş oldu.

CARYOPHYLLACEAE /KARANFİLGİLLER

8. *CERASTIUM* L. /BOYNUZOTU

8. *Cerastium fontanum* Baumg. subsp. *vulgare* (Hartm.) Greuter & Burdet / kuru boynuzotu
Yayla köyü girişi karşısı yolun 5-6. km'leri, step alanlar, 1330m, 05.05.2021, 38°39'13.08"K, 40°30'32.64"D, AÇ1097

9. *MINUARTIA* L. /TİSTİSOTU

9. *Minuartia mediterranea* (Ledeb. ex Link) K.Malý / yalı tıstısı
Çevirme köyüne giderken Sarısamın köyü yol ayrımını geçtikten sonra 1. km'ler, step, 1360m, 26.04.2021, 38°42'13.97"K, 40°37'34.56"D, AÇ1026, Akdeniz elementi.

C1 (Muğla) ve A2 (Kocaeli) den sonra; B8 (Bingöl) karesinden de yayılışının belirlenmesi ile yayılış alanı genişlemiş oldu.

CYPERACEAE /HASİROTUGİLLER

10. *CAREX* L. /AYAKOTU

10. *Carex kurdica* Kük. ex Hand.-Mazz. / yaylasazı
Bingöl-Diyarbakır karayolu Doğanca köyü girişini geçtikten sonra yolun 4-5. km'leri tarla kenarları, nemli çayırlar, 1120m, 05.05.2021, 38°42'41.82"K, 40°31'35.57"D, AÇ1149, İran-Turan Elementi.

FABACEAE /BAKLAGİLLER

11. *ASTRAGALUS* L. /GEVEN

11. *Astragalus commagenicus* (Hand.-Mazz.) Širj. / nemrut geveni
Yeniyazı köyü çevresi, sulak alanlar, 1550-1600 m, 23.06.2020, 38°39'49.00"K, 40°34'34.08"D, AÇ515, Endemik, D. Akdeniz elementi.

IRIDACEAE/SÜSENGİLLER

12. *CROCUS* L. /ÇİĞDEM

12. *Crocus biflorus* Mill. subsp. *adamii* (J.Gay) K.Richt. / çökülce
Doğanca Köyü Girişi meşelik alan çevresi, kayalık, 1130-1165 m, 19.03.2021, 38°42'37.34"K, 40°33'14.34"D, AÇ1003

JUNCACEAE/KOFAGİLLER

13. *JUNCUS* L. /KOFA13. *Juncus maritimus* Lam. / peygamberkılıcı

Sarısaman köyü yolu 1-3. km'ler yol kenarları, step, 1350-1400 m, 06.07.2020, 38°42'45.08"K, 40°38'9.45"D, AÇ638

14. *LUZULA* DC. /LUZULOTU14. *Luzula pallescens* Sw. / çayır luzulu

Çevirme köyü girişi dere kenarları, 1450-1500 m, 02.07.2020, 38°41'45.47"K, 40°38'33.66"D, AÇ570, Avrupa-Sibirya elementi.

LYTHRACEAE/AKLAROTUGİLLER

15. *LYTHRUM* L. /AKLAROTU15. *Lythrum volgense* D.A.Webb / uşak aklarotu

Çevirme köyü girişini geçtikten sonra yolun 3-4. km'leri, yol kenarları, 1600-1700 m, 10.07.2020, 38°41'12.78"K, 40°39'23.67"D, AÇ768, Avrupa-Sibirya elementi.

Araştırma alanımızda topladığımız bu türe ait örneklerimizin çiçeklerindeki stamen sayısı 2'dir. Fakat Türkiye Florasında verilen tanımında bu sayı 6 adet olarak verilmektedir.

ORCHIDACEAE/SALEPGİLLER

16. *ORCHIS* L. /SALEP16. *Orchis collina* Banks & Sol. ex Russell / tepe salebi

Bingöl-Diyarbakır karayolu Doğanca köyü girişini geçtikten sonra yolun 4-5. km'leri tarla kenarları, nemli çayırlar, 1120m, 05.05.2021, 38°42'41.82"K, 40°31'35.57"D, AÇ1129, Akdeniz elementi.

PAPAVERACEAE/HAŞHAŞGİLLER

17. *PAPAVER* L. /GELİNCİK17. *Papaver persicum* Lindl. subsp. *persicum* / acem gelinciği

Yeniyazı köyü-Alan mezarası arası, step yamaçlar, 1550-1650 m, 25.07.2020, 38°39'30.30"K, 40°35'51.55"D, AÇ844

PLANTAGINACEAE/SİNİROTUGİLLER

18. *VERONICA* L. /MAVİŞOT18. *Veronica syriaca* Roem. & Schult. / arap mavişi

Yayla mezarası karşısı, step yamaçlar, 1330m, 31.03.2021, 38°39'21.08"K, 40°30'20.63"D, AÇ1018, Akdeniz elementi.

POACEAE/BUĞDAYGİLLER

19. *ALOPECURUS* L. /TİLKİKUYRUĞU19. *Alopecurus laguroides* Balansa / kar tilkikuyruğu

Çevirme-Yazkonağı köyü arası yolun 5. km'leri, step alanlar, 1800-1850 m, 05.05.2020, 38°40'46.49"K, 40°39'54.86"D, AÇ45; Ziyarek tepesi güneye bakan yamaçlar, step, 1850m, 26.04.2021, 38°40'33.78"K, 40°39'46.71"D, AÇ1075, Endemik, Avrupa-Sibirya elementi.

20. *AVENA* L. /YULAF20. *Avena barbata* Pott ex Link subsp. *barbata* / narin yulaf

Bingöl Diyarbakır karayolu Yayla köyü karşısı, step alanlar, 1520m, 08.06.2021 38°36'46.55"K, 40°31'58.15"D, AÇ1276, Akdeniz elementi.

21. *BROMUS* L. /İBUBUKEKİNİ21. *Bromus macrocladus* Boiss / deli kılcan (Şekil 3.)

Bingöl-Diyarbakır karayolu Doğanca köyü girişini geçtikten sonra yolun 2-3. km'leri dere kenarları, nemli alanlar, 1130 m, 04.07.2021, 38°42'42.63"K, 40°31'33.32"D, AÇ1452, Endemik, D. Akdeniz elementi.

Lokal endemik olan bu Akdeniz fitocoğrafik bölge elementinin (Şekil 3) tip lokalitesi İzmir (B1) çevresidir. Kılçığının lemma ucundan 1.5 mm daha aşağıdan çıkması ve yassı olması ile *Bromus arvensis*'ten ayrılan *B. macrocladus* örneklerimizde anter uzunlukları 4.5 mm'yi bulmaktadır (Şekil 3). İzmir'den oldukça uzak ve ekolojik olarak da Ege bölgesinden çok farklı özelliklere sahip olan Doğu Anadolu bölgesinde bu türün yayılış göstermesi oldukça ilginç bir durumdur.



Şekil 3. *Bromus macrocladus* A- Genel Görünüş, B-Spikelet, C- Tüv durumu (Şit), D- Panikula, E- Anter

22. *Bromus squarrosus* L. /kirpikli damiye

Çevirme köyü güneyi kavak ormanlığı çevresi, nemli alanlar, 1700m, 18.05.2021, 38°40'55.76"K, 40°38'26.49"D, AÇ1169

POLYGONACEAE/MADIMAKGİLLER

22. *Polygonum* L. /MADIMAK

23. *Polygonum salicifolium* Brouss. ex Willd. / biberçik

Genç-Çevirme arası Yadin Mezarlığını geçince 4-5. km'ler yol kenarları, step, 1300-1325 m, 3.10.2020, 38°42'43.05"K, 40°36'16.18"D, AÇ987

23. *Rumex* L. /LABADA

24. *Rumex patientia* L. / efelek

Doğanca köyü yolu 1-2. km'ler yol kenarları, step, 1100-1200 m, 17.06.2020, 38°42'16.84"K, 40°33'5.64"D, AÇ394; Şehitköy eski ilköğretim okulu güneydoğusu dere kenarları, nemli alanlar, 1350-1380 m, 25.07.2020, 38°40'45.60"K, 40°31'10.62"D, AÇ930

ROSACEAE/GÜLGİLLER

24. *Rosa* L. /GÜL

25. *Rosa gallica* L. / hokka gülü

Yadin Mezarlığını geçince yolun 4-5. km'leri yol kenarları, step, 1300-1325 m, 3.10.2020, 38°42'43.05"K, 40°36'16.18"D, AÇ990

RUBIACEAE/KÖKBOYAGİLLER

25. *Galium* L. /YAPIŞKANOTU

26. *Galium spurium* L.subsp. *spurium* / arsız iplikçik

Çevirme Köyü girişini geçtikten sonra 2-3.km'ler çeşme çevresi, nemli alanlar, 1740m, 08.06.2021, 38°40'51.91"K, 40°39'32.15"D, AÇ1363, Avrupa-Sibirya elementi.

27. *Galium verticillatum* Danthoine ex Lam. / ege yoğurtotu

Bingöl Diyarbakır karayolu Yayla köyü karşısı, step alanlar, 1520m, 08.06.2021 38°36'46.55"K, 40°31'58.15"D, AÇ1330, Akdeniz elementi.

SCROPHULARIACEAE/SIRACAOTUGİLLER

26. *VERBASCUM* L. /SİĞİRKUYRUĞU

28. *Verbascum mucronatum* Lam. / şapala

Doğanca köyü yolu 1-2. km'ler yol kenarları, step, 1100-1200 m, 17.06.2020, 38°42'16.84"K, 40°33'5.64"D, AÇ450, D. Akdeniz elementi.

Çizelge 1. B8 Karesinde Tespit Edilen Yeni Kayıtlardan Endemik Olan Bitkiler ve Risk Kategorileri

Endemik Taksonlar	Tehlike Kategorileri
1. <i>Muscari azureum</i> Fenzl	LC (az endişe verici)
2. <i>Scilla leepii</i> Speta	NT (tehdide yakın)
3. <i>Noccaea violascens</i> (Schott & Kotschy) F.K. Mey.	LC (az endişe verici)
4. <i>Astragalus commagenicus</i> (Hand.-Mazz.) Şirj.	LC (az endişe verici)
5. <i>Alopecurus laguroides</i> Balansa	LC (az endişe verici)
6. <i>Bromus macrocladus</i> Boiss	EN (tehlikede)

Bingöl Genç ilçesinin farklı alanlarından toplanan B8 karesi için yeni kayıt olan 28 takson tespit edilmiştir. Bu taksonlardan 6 tanesi (*Muscari azureum* Fenzl / keşişbaşı, *Scilla leepii* Speta / ince sümbül, *Noccaea violascens* (Schott & Kotschy) F.K. Mey. / mor kuşbaşıotu, *Astragalus commagenicus* (Hand.-Mazz.) Şirj. / nemrut geveni, *Alopecurus laguroides* Balansa / kar tilkikuyruğu, *Bromus macrocladus* Boiss / deli kılcan) endemiktir. Endemik taksonların tehlike kategorileri şu şekildedir 4 tane LC (az endişe verici), 1 tane NT (tehdide yakın), 1 tane EN (tehlikede) olacak şekilde belirlenmiştir (Çizelge 1.).

SONUÇ

Bu çalışma neticesinde 28 taksonun yeni yayılış alanları B8 karesinden ilk kez belirlenmiştir. Çalışma alanından tespit edilen *Lythrum volgense* örneklerimizin çiçekleri 2 stamen bulundurduğu için Türkiye florasındaki *L. volgense* (Şekil 4.) tanımı ile uyuşmadığı (Türkiye florasında verilen tanımda bu türün çiçeklerindeki stamen sayısının 6 olduğu belirtilmektedir) görülmüştür. Stamen sayıları *Lythrum* L. cins üyelerinin ayırımında önemli bir karakter olduğundan anahtarlarda kullanılmaktadır. *L. volgense*'nin diğer ülke florasında (Bu tür; Rusya ve Çin florasında *Peplis alternifolia* M.Bieb. olarak yer almakta fakat bugünkü geçerli adı *Lythrum volgense*'dir (IPNI 2022).) verilen tanımları incelendiğinde hem Rusya (Afanis'ev 1974) ve Avrupa (Webb 1981) hem de Çin florası (Haining & Shirley 2008)'ndaki tanımlarda bu türün stamen sayısı 2 olarak verilmektedir.



Şekil 4. *Lythrum volgense* A-Habit (kuru örnekler) B- İnfloresansın yakından görünümü C- Tohum D- Örneklerin canlı görünümüleri (<https://www.plantarium.ru/lang/en/page/image/id/31355.html> den alınmıştır)

Diğer özellikleri ile Türkiye florasında verilen tanıma uygunluk gösteren örneklerimizin çiçeklerindeki stamen sayısı 2 adet olduğundan verilen tanım ile uyuşmadığı görülmüştür. Zira Türkiye Florasında (Chamberlain, 1972) bu türün stamen sayısı 6 olarak verilmektedir. Diğer ülke florasındaki tanımlarda yer alan bilgi ve örneklerimizin çiçeklerindeki stamen sayısının 2 olduğu dikkate alındığında Türkiye Florasındaki tanımda bir hata olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca Türkiye Florasındaki tanımda yer almayan *L. volgense* tohum özellikleri bu çalışmada incelenmiştir. Örneklerimize ait tohumlar üçgenimsi (triangular) yapıda, açık kahverengi ve 0.4-0.5 mm boyundadırlar (Şekil 4C). Bu çalışma ile yeniden yazılmakta olan Resimli Türkiye Florası çalışmalarına, flora ile ilgili yapılacak revizyon gibi konularda verilen taksonların yeni yayılış alanlarının yorumlanmasında katkısı olacağı düşünülmektedir. Diğer taraftan bu çalışmada verilen *L. volgense* ile ilgili karşılaştırmalı bilgiler *Lythrum* cinsi ile ilgili taksonomik çalışmalara katkı sağlayacağı umulmaktadır.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Afanas'ev KS, 1974. *Peplis* L. in: Shishkin B.K. (ed.). Flora of the U.S.S.R vol. XV. Israel Program for Scientific Translations. Printed in Jerusalem by Keter Press Binding: Wiener Bindery Ltd., Jerusalem, p. 400.
- Akman Y, 1993. Biyocoğrafya. Palme yayınları, s. 1-379, Ankara-Türkiye.
- Akman Y, 1995. Türkiye Orman Vegetasyonu. Ankara Üniversitesi Yayınları, s. 1-450, Ankara-Türkiye.
- Behçet L, Yapar Y, 2021a. Asteraceae, Fabaceae ve Lamiaceae Familyalarına Ait B8 Karesi İçin Yeni Floristik Kayıtlar. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(3), 1792-1802.

- Behçet L, İlçim A, 2015. *Paracaryum bingoelianum* (Boraginaceae), a New Species from Turkey. Turkish Journal of Botany, 39 (2): 334-340.
- Behçet L, Yapar Y, 2021b. *Bromus orientalis* (Poaceae: B. sect. Bromopsis), a New Species from Turkey. Nordic Journal of Botany, 39(4).
- Behçet L, Yapar Y, 2020a. Türkiye'den Bazı Kareler İçin Yeni Floristik Kayıtlar. Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 9 (4): 1482-1495.
- Behçet L, Yapar Y, 2020b. *Lactuca anatolica* (Asteraceae: Lactucinae), a New Species from Eastern Anatolia (Turkey). Phytotaxa, 455(4): 287-294.
- Behçet L, Yapar Y, Sinan A, 2014. Contribution to the Flora of Turkey from B8 Square (Bingöl, Elazığ/ Turkey). Biological Diversity and Conservation, 7 (3): 87-97.
- Behçet L, İlçim A, Yapar Y, 2017. *Centaurea bingoelensis* (Asteraceae), a New Species from Turkey. Turkish Journal of Botany, 41, 180-188.
- Behçet L, Yapar Y, Olgun Ş, 2019. *Prangos aricakensis* (Apiaceae), a New Species from Eastern Turkey. Phytotaxa, 401(1), 55-63.
- Chamberlain DF, 1972. *Lythrum* L. In: Davis PH (Ed.) 1972. Flora of Turkey and the East Aegean Islands. vol 4, Edinburgh, U.K, Edinburgh University Press, pp: 174-179.
- Davis PH, 1965-1985. Flora of Turkey and the East Aegean Islands. Edinburgh University Press, Vol 1-9, Edinburgh, U.K.
- Davis PH, Mill RR, Tan K, 1988. Flora of Turkey and the East Aegean Islands. Vol.10, Edinburgh: Edinburgh Univ. Press
- DMİ 2020. Meteoroloji bülteni. Devlet Meteoroloji İşleri Genel Müdürlüğü. Ankara
- Doğan M, Behçet L, Sinan A, 2015. *Pseudophleum anaticum*, a New Endemic Species of *Pseudophleum* (Poaceae) from East Anatolia, Turkey. Systematic Botany, 40 (2): 454-460.
- Duran A, Behçet L, Öztürk M, 2015. *Diplotaenia bingolensis* (Apiaceae), New Species from East Anatolia, Turkey. Plant Syst Evol, 301: 467-478.
- Ekim T, Koyuncu M, Vural M, Duman H, Aytaç Z, Adıgüzel N, 2000. Türkiye Bitkileri Kırmızı Kitabı. Türkiye Tabiatını Koruma Derneği ve Yüzüncü Yıl Üniv., Ankara-Türkiye.
- Güner A, Aslan S, Ekim T, Vural M, Babaç MT, 2012. Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı bitkiler). Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi ve Flora Araştırmaları Derneği Yayını, İstanbul-Türkiye.
- Güner A, Özhatay N, Ekim T, Başer KHC, 2000. Flora of Turkey and the East Aegean Islands. Vol.11,Edinburgh Univ. Press, Edinburgh, U.K.
- Haining Q, Shirley AG, 2008. *Peplis* L. in: Flora of China 13: 283. Published on the Internet http://www.efloras.org/florataxon.aspx?flora_id=2&taxon_id=200014661 [accessed 11 February 2022] Missouri Botanical Garden, St. Louis, MO & Harvard University Herbaria, Cambridge, MA.
- Hamzaoğlu E, Behçet L, Yapar Y, 2020. A New Suffruticose Taxon of *Dianthus* (Caryophyllaceae) from Bingöl, Turkey. KSÜ Tarım ve Doğa Dergisi, 23(6), 1529-1534.
- Haston E, Richardson JE, Stevens PF, Chase MW, Harris DJ, 2009. The Linear Angiosperm Phylogeny Group (LAPG) III: a linear sequence of the families in APG III. Botanical Journal of Linnean Society, 161: 128-131.
- IPNI (2022). International Plant Names Index. Published on the Internet <http://www.ipni.org>, The Royal Botanic Gardens, Kew, Harvard University Herbaria & Libraries and Australian National Botanic Gardens. [Retrieved 15 March 2022].

- İlçim A, Behçet L, 2016. *Astragalus topalanense* (Fabaceae), a New Species from Turkey. Turkish Journal of Botany, 40: 74-80.
- Kılıç Ö, Yıldırım Ş, 2014. Dikme (Kür) Yaylası (Bingöl Merkez) ve Çevresinin Fulorası. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 21 (1): 69-126.
- Kılıç Ö, Yıldırım Ş, Kıranşan K, 2017. Yüzenadalar (Bingöl-Solhan) Çevresinin fulorası. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 24 (2): 131-172.
- Kurt L, 2014. Biyoiklim, Şu eserde: Güner A, Ekim T (edlr.) "Resimli Türkiye florası, cilt 1, Ali Nihat Gökyğit Vakfı, Flora Araştırmaları Derneği ve Türkiye İş Bankası Kültür Yayınları yayını, İstanbul.
- Sinan A, Behçet L, 2014. The Flora of Altıkardaş Mountain and Its Surroundings (Genç, Bingöl/Turkey). Biological Diversity and Conservation, 7 (3): 97-116.
- Sinan A, Behçet L, Yapar Y, 2021. *Ranunculus solhanensis* (Ranunculaceae), a New Species from Eastern Turkey. Phytotaxa, 497(2), 157-164.
- Yapar Y, Behçet L, 2018. Hiro Yaylası Adaklı-Bingöl/Türkiye ve Çevresinin Florası. Biyolojik Çeşitlilik ve Koruma, 11 (3): 126-140.
- Yıldırım Ş, 1994. Türkiye'den Brassicaceae (Cruciferae) Familyasından Çeşitli Kareler İçin Yeni Floristik Kayıtlar. Tr. J. Of Botany, 18(4): 389-392.
- Yıldırım Ş, 1997b. The Chorology of the Turkish Species of Apiaceae Family. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 4(2): 105-128
- Yıldırım Ş, 1999. The Chorology of the Turkish Species of Asteraceae Family. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 6(2): 75-118
- Yıldırım Ş, 2000b. The Chorology of the Turkish Species of Boraginaceae Family. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 7(2): 257-272.
- Yıldırım Ş, 2001a. The Chorology of the Turkish Species of Brassicaceae, Buddlejaceae and Buxaceae families. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 8(1): 141- 169.
- Yıldırım Ş, 2002b. The Chorology of the Turkish Species of Caryophyllaceae, Casuarinaceae, Celastraceae, Ceratophyllaceae and Cercidiphyllaceae families. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 9(2): 175-199.
- Yıldırım Ş, 2005. The Chorology of the Turkish Species of Fabaceae Family. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 12(1): 117-170
- Yıldırım Ş, 2008. The Chorology of the Turkish Species of Lauraceae, Lentibulariaceae, Linaceae, Lobeliaceae, Loranthaceae and Lythraceae Families. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 14(2): 197-206.
- Yıldırım Ş, 2009a. The Chorology of the Turkish Species of Plumbaginaceae, Polemoniaceae, Polygalaceae, Polygonaceae, Portulacaceae, Primulaceae, Proteaceae and Punicaceae families. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 16(1): 171-186.
- Yıldırım Ş, 2009b. The Chorology of the Turkish Species of Paeoniaceae, Papaveraceae, Parnassiaceae, Passifloraceae, Pedaliaceae, Phytolaccaceae, Piperaceae, Pittosporaceae, Plantaginaceae and Platanaceae families. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 16(2): 171-186.
- Yıldırım Ş 2011a. The Chorology of the Turkish Species of Rosaceae family. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 18(1): 191-235.
- Yıldırım Ş, 2011b. The Chorology of the Turkish Species of Rubiaceae and Rutaceae Families. Ot Sistematiik Botanik Dergisi, 18(2): 173-198.

- Yıldırım Ş, 2012. The Chorology of the Turkish Species of Scrophulariaceae Family. Ot Sistemik Botanik Dergisi, 19(1): 151-211.
- Yıldırım Ş, 2014. The Chorology of the Turkish flowering Monocotyledones species of Dioscoreaceae, Hydrocharitaceae, Iridaceae, Juncaginaceae and Lemnaceae families. Ot Sistemik Botanik Dergisi, 21(2): 119-145.
- Yıldırım Ş, 2016. The Chorology of the Turkish tepaloid Monocotyledones Species of Maranthaceae R.Br., Muscaceae Juss., Najadaceae Juss. and Orchidaceae Juss. families Ot Sistemik Botanik Dergisi, 23(1-2): 139-167.
- Yıldırım Ş, 2017. The Chorology of the Turkish Non Tepaloid Monocotyledones Species of Cyperaceae Juss., Juncaceae Juss. and Poaceae Bernhart (Gramineae) families. Ot Sistemik Botanik Dergisi, 24(2): 173-235.

Atf İçin: Gülcemal N, Önder S, Tonguç M, 2022. Yerel Zeytin Çeşitlerindeki Pomolojik Değişimlerin Farklı Hasat Zamanlarında Belirlenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 645-653.

To Cite: Gülcemal N, Önder S, Tonguç M, 2022. Determination of Pomological Changes in Local Olive Varieties at Different Harvest Times. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 645-653.

Yerel Zeytin Çeşitlerindeki Pomolojik Değişimlerin Farklı Hasat Zamanlarında Belirlenmesi

Nesrin GÜLCEMAL¹, Sercan ÖNDER¹, Muhammet TONGUÇ^{1*}

ÖZET: Zeytin (*Olea europaea* L.) yağ üretiminde kullanılan önemli bir meyve türüdür ve antik çağlardan bu yana tarımı yapılmaktadır. Türkiye yerel zeytin çeşitleri bakımından zengindir ve yerel zeytinlerin özelliklerinin belirlenmesi gerekmektedir. Mevcut çalışmada beş zeytin çeşidinin (Çekişte, Memecik, Yamalak sarısı, Eşek zeytini, Gemlik) meyve gelişimi boyunca 5 farklı hasat dönemindeki (H1-H5) pomolojik özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Zeytin çeşitlerine ait meyveler, Aydın'daki bir meyve bahçesinden 2019 yılının Temmuz-Kasım tarihleri arasında birer aylık aralıklarla toplanmıştır. Meyve gelişimi ve olgunlaşması boyunca 10 pomolojik özellik (meyve eni ve boyu, çekirdek eni ve boyu, meyve ve çekirdek ağırlığı, meyve eti ağırlığı, et/çekirdek oranı, meyve eti sertliği ve meyve nem içeriği) incelenmiştir. Tüm pomolojik özellikler hasat dönemleri ve çeşitler arasında önemli farklılıklar göstermiştir. Çeşitlerin meyve olgunlaşma indeksleri zamanla artmış fakat çeşitler arasındaki değişim seviyeleri farklı olmuştur. Zeytin çeşitlerinin meyve gelişim dönemleri boyunca meyve boyu ve eni, meyve ağırlığı, çekirdek boyu ve eni, meyve eti ağırlığı ve et/çekirdek oranı önemli ölçüde artarken, meyve eti sertliği ve meyve su içerikleri ise azalmıştır. Çekirdek ağırlığı H1-H3 hasat dönemlerinde artmış ancak meyve gelişiminin sonraki aşamalarında önemli bir değişim göstermemiştir. Zeytin çeşitlerinin çekirdek sertleşme döneminden başlayarak meyve gelişim ve olgunlaşma dönemleri boyunca devam eden önemli fizyolojik değişikliklerin meydana geldiğini göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Meyve kalitesi, *Olea europea*, zeytin meyvesi, zeytin çekirdeği

Determination of Pomological Changes in Local Olive Varieties at Different Harvest Times

ABSTRACT: Olive (*Olea europaea* L.) is an important oil producing fruit species and it has been cultivated since ancient times. Turkey is rich in local olive varieties and it is necessary to determine their pomological parameters. The aim of the present study was to determine the pomological characteristics of five olive varieties (Çekişte, Memecik, Yamalak sarısı, Eşek zeytini, Gemlik) at five harvest periods (H1-H5) throughout the fruit development period. Olives were collected from an orchard in Aydın at monthly intervals between July and November 2019. During fruit development and ripening, 10 pomological variables (fruit width and length, seed width and length, fruit and seed weight, flesh weight, flesh/seed ratio, flesh firmness and fruit moisture content) were measured. All pomological variables exhibited significant differences between harvest periods and varieties. While fruit ripening indices of the varieties increased over time, level of change differed among the varieties. During fruit ripening of olive varieties, fruit length and width, fruit weight, seed length and width, fruit flesh weight and flesh/seed ratio increased significantly, while flesh firmness and fruit water contents decreased. Seed weight increased between H1-H3 periods, but it did not show a significant change at the later stages of fruit development. These results show that important physiological changes occur starting from the pit hardening of the olive varieties and continue throughout the fruit growth and ripening.

Keywords: Fruit quality, *Olea europea*, olive fruit, olive seed

¹Nesrin GÜLCEMAL (Orcid ID: 0000-0002-3543-5165), Sercan ÖNDER (Orcid ID: 0000-0002-8065-288X), Muhammet TONGUÇ (Orcid ID: 0000-0003-1292-2910), Isparta University of Applied Science, Faculty of Agriculture, Department of Agricultural Biotechnology, Isparta, Turkey

*Sorumlu Yazar / Corresponding Author: Muhammet TONGUÇ, e-mail: muhammettonguc@isparta.edu.tr

The present study is a part of MS thesis submitted by Nesrin GÜLCEMAL.

INTRODUCTION

Olive (*Olea europaea* L.) has been grown since antiquity for its fruits and oil. The Oleacea family has 25 genera and contains 600 species in the world. The *Olea* genus has 30 species including *O. europaea* with $2n=46$ chromosomes (Kailis, 2017). Olive is grown commercially in 37 countries throughout the world between 30°- 45° north and south latitudes (Toscano et al., 2015), but 95% of the production takes place around the Mediterranean basin (Özaltaş et al., 2016).

Olive is an evergreen tree species blooming between May and June and produces dark green drupe type fruits. Fruits continue to develop throughout summer and fall, and drupes weights and dimensions increase, color change from dark green to black, water content and fruit firmness decrease during the maturation period (Therios, 2009; Kutlu and Şen, 2011). Fruit size and shape is largely genotype dependent, but fruit development and quality influenced by tree age, crop load, environmental factors and production methods (Criado et al., 2004; Di Vaio et al., 2012; Küçükyaşar and Pazır, 2019).

Olive production is a very important economic activity in Turkey with over 180 million olive trees planted in 37 provinces. The majority of production takes place in the Aegean region and Aydın has the largest production area and the highest olive production among the olive growing provinces (Anonymous, 2021). Turkey ranks as the fourth largest producer of olives in the world (FAOSTAT, 2021) with over 1.3 million tons of production in 2020, and approximately 513 thousand tons are used as table olives (TUIK, 2021). Turkey is the third largest producer and consumer of table olives in the world with 4.3 kg per capita consumption annually. The majority (85%) is used as black and the rest (15%) is used as green table olives (Çolak and Çulha, 2020). Olive and olive oil production directly contributes livelihoods of 2 million and indirectly to 8 million people in Turkey (Özaltaş et al., 2016). Many local varieties of olive exist in Turkey and 119 of them were characterized and registered as olive varieties in recent years (Arsel and Sefer, 2010; Öztürk et al., 2021), Gemlik, Ayvalık, Memecik and Domat cultivars constitute over 90% of the production area in Turkey. The other varieties grown mainly as local varieties suited to ecological conditions of different regions (Savran and Kaya, 2018). Studies that examine local varieties are scarce and mainly deal with olive and oil quality at the harvest stage. Therefore, the purpose of the present study was to evaluate changes in pomological features of five olive varieties from the fruit setting period to the fruit development period.

MATERIALS AND METHODS

Fruits of five olive varieties (Gemlik, Memecik, Çekişte, Yamalak sarısı and Eşek zeytini) were evaluated in the study. After pit hardening took place in July, fruits were harvested from an olive orchard in Yenice village (37° 49' N, 28° 34' E), Karacasu, Aydın at five different harvest periods (H1-H5) between July-November 2019 with monthly intervals (Figure 1). The olives in the orchard were watered with flood irrigation during the summer. The meteorological data were obtained from the State Meteorological Service (MGM) for Aydın province and is presented in Table 1.

Table 1. Long term (1941-2019) and monthly average temperatures (°C) and rainfall (mm) for 2019 of Aydın province

	Jan	Feb	Mar	Apr	May	Jun	Jul	Aug	Sep	Oct	Nov	Dec	Avr.
Mean temperature	8.1	9.3	11.8	15.9	20.8	25.6	28.2	27.6	23.7	18.6	13.5	9.5	17.7
Mean rainfall	119	93.5	70.6	49.2	36.3	16.2	7.6	5.8	17.4	44.1	81.5	126.2	667.4
Monthly temperature	8.5	10.6	13.3	16.0	21.6	26.9	28.4	29.3	24.4	21.4	16.5	10.5	18.9
Monthly rainfall	206	58.3	28.6	56.9	11.9	26.9	1.2	0.0	16.6	29.4	65.1	117.7	618.0



Figure 1. Fruits of olive varieties evaluated at five different harvest times in 2019

The ripening index (RI) of olives was calculated according to Karagöz et al. (2017). Ten measurements were taken from different development periods of fruits to assess pomological changes during the fruit development period of olives. Fruit length and width were measured with an electronic caliper and fruit weights were recorded with a scale from each harvest period. Fruit flesh was peeled with a knife and fruit flesh weights were recorded. Seed length, width and weights were measured as described above. The flesh/seed ratio was calculated by dividing flesh weight to seed weight. Flesh firmness was measured along the equatorial circumference at each harvest period with PCE-PTR 200 digital penetrometer equipped with a 6 mm sensor (PCE Instruments, UK) and the results are given in Newtons (N). The water content of fruits was calculated as described by Uylaşer and Başoğlu (2016). Peeled and homogenized pulps (5 g) were oven dried at 105 °C until they reached a constant weight. After allowing samples to cool in a desiccator, dry weights of the samples were measured and water contents of the samples (%) were calculated with the following formula (1).

$$\% \text{water} = \frac{(\text{Fresh weight of samples}) - (\text{Dry weight of samples})}{\text{Fresh weight of samples}} * 100 \quad (1)$$

All measurements were taken with three replications and each replication contained 30 olive fruits. Data was subjected to analysis of variance (ANOVA) using IBM SPSS Statistics 22.0 software (SPSS Inc., Chicago, IL, USA). Mean separations were calculated using least significant differences (LSD) at $p \leq 0.05$ significance level.

RESULTS

Changes in fruit size and color of olive varieties during the study period was presented in Figure 1. Memecik and Gemlik fruits started to turn pink at the H3 period and continued to change color. Eşek zeytini and Yamalak sarısı turned purple-black at H5 period, yet Çekişte turned to pale green at the last harvest stage. To evaluate the maturity stages of olives at harvest periods, RI values were calculated. At H1 period, all olives were dark green and RI values were close to 0 and were below 1 at the H2 period. After H3 period, rapid increases in RI values for Gemlik, Yamalak sarısı and Memecik was observed and RI increase continued at H4 and H5 periods (Table 2). Çekişte and Eşek zeytini reached to RI values between 1 and 2 at H4, but Çekişte RI values remained between 2 and 3 at H5.

Table 2. Changes in ripening index of olives during the different harvest periods

	H1	H2	H3	H4	H5
Gemlik	0.15±0.03d	0.38±0.04d	1.78±0.07c	3.03±0.09b	4.35±0.11a
Eşek zeytini	0.02±0.00c	0.30±0.02c	0.82±0.04bc	1.85±0.06b	3.62±0.09a
Memecik	0.13±0.03c	0.68±0.09c	1.85±0.12b	3.13±0.10a	4.09±0.14a
Yamalak sarısı	0.07±0.00c	0.40±0.01c	1.55±0.06b	2.30±0.06b	3.85±0.08a
Çekişte	0.10±0.00b	0.18±0.03b	0.45±0.06b	1.43±0.07a	2.29±0.09a

Fruit lengths of olive varieties varied at H1 and the lengths continued to increase throughout the development period. Initially, Eşek zeytini had the highest fruit length (3.07 cm) and Gemlik had the shortest (1.91 cm) at H1. At H5 period, both Eşek zeytini (3.39 cm) and Gemlik (2.17 cm) still had the highest and the shortest fruit lengths. Even though Memecik and Çekişte had shorter fruit lengths than Eşek zeytini, the highest length gains were observed in Memecik (43%) and Çekişte (24%) during the fruit development period (Figure 2A).

Fruit widths also varied among the varieties and harvest stages. Fruit widths ranged from 1.40 cm for Memecik to 1.82 cm for Eşek zeytini at H1 (Figure 2B). Fruit widths increased for all varieties and Eşek zeytini had the largest fruit width and had the second largest enlargement of fruits (43%) after Memecik (54%) at H5. Gemlik had both the smallest fruit diameter (1.73 cm) and diameter increase (13%) among the olive varieties.

Although there was an increase in fruit weights for all olive varieties, Çekişte, Eşek zeytini and Gemlik's fruit weights did not significantly increase until the H4 (Figure 2C). Memecik and Yamalak sarısı rapidly increased their fruit weights at the H2 period and their fruit weights did not significantly increase between H3 and H4 periods and later significantly increased at H5. Memecik had the lowest (2.25 g) and Eşek zeytini (5.49 g) had the highest fruit weights at H1. Eşek zeytini had the highest (12.35 g) and Gemlik had the lowest (3.75 g) average fruit weights at H5. While fruit weight increased by more than 300% in Memecik, Çekişte, Yamalak sarısı; Eşek zeytini's fruit weight increase was around 200%. Gemlik had 145% fruit weight increase throughout the fruit development period.

Changes in fruit flesh weights of varieties followed similar patterns to fruit weights. Çekişte, Eşek zeytini and Gemlik flesh weights were not significantly different between H1-H3 periods but significantly increased at H4 and H5 periods. Memecik and Yamalak sarısı flesh weights significantly increased at H2. While Yamalak sarısı flesh weight increase was not significant between H2- H4 periods, Memecik flesh weight increase was significant at H4. The highest flesh weight increases were recorded in Memecik (430%) and Çekişte (300%) and the lowest in Gemlik (172%) between H1 and H5 periods (Figure 2D).

Seed lengths of Gemlik and Yamalak sarısı did not significantly increase between H1-H4 periods (Figure 2E). Eşek zeytini and Memecik seed lengths increased significantly at H3. Seed length increase was not significant at H4 and H5 periods for Eşek zeytini, but was significant for Memecik at H5. Çekişte seed length increased significantly at H2 and but no significant changes were not detected between H3-H5 periods. Overall, the highest seed length increases were observed in Memecik (28%) and Eşek zeytini (25%); and the lowest was in Gemlik (10%).

Seed widths of olive varieties were 0.77-0.88 cm at H1 and reached 0.89-0.99 cm at H5. Çekişte seed width increased 5% from H1 to H5 periods, and seed width increase was not significant between H1 to H5 periods. Similarly, seed width increase from H1 to H4 periods for Gemlik and Eşek zeytini was not significant. The highest seed width increase was recorded for Gemlik with a 19% increase and a significant seed width increase took place at the H5 (Figure 2F).

Determination of Pomological Changes in Local Olive Varieties at Different Harvest Times

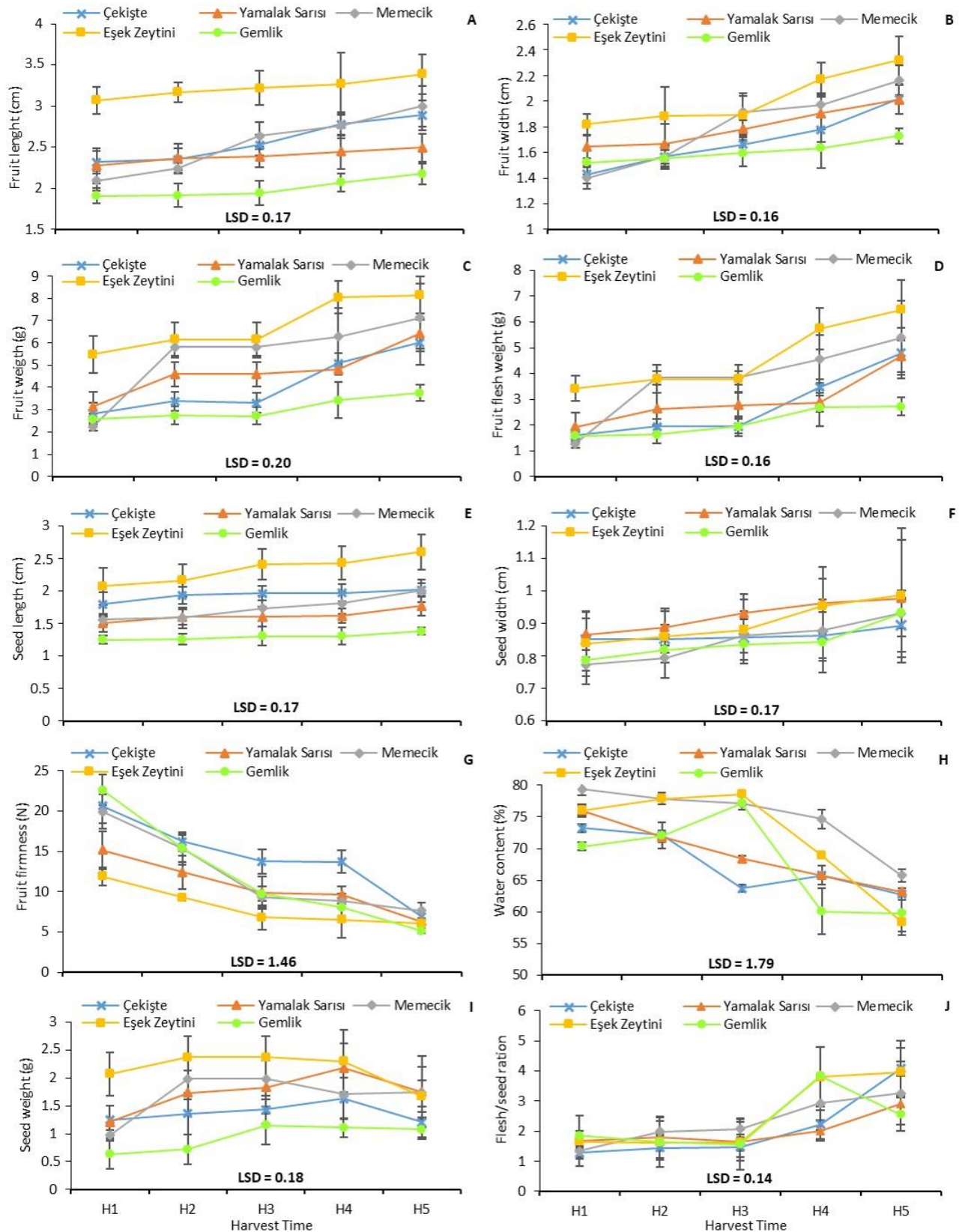


Figure 2. Changes of pomological parameters in olive varieties at different harvest periods during the study period

Fruit flesh firmness of olives was highest at H1. The lowest flesh firmness was observed in Eşek zeytini (11.89 N) and the highest was found in Gemlik (22.63 N) at H1 (Figure 2G). Fruit flesh firmness decreased steadily as fruit development progressed. Çekişte, Memecik and Gemlik flesh firmness

decreased significantly at H2. The level of decrease between H2-H4 periods for Çekişte, H3-H5 periods for Memecik, Eşek zeytini, Yamalak sarısı and Gemlik was not significant. Fruit flesh firmness values varied from 5.14 N for Gemlik to 7.64 N for Memecik at H5.

The water content of olive fruits varied among the varieties and harvest periods (Figure 2H). The water content of Yamalak sarısı significantly decreased between the harvest periods, from 76.3% at H1 to 63.2% at H5. Similar to Yamalak sarısı, Memecik's water content decreased from 79.4% at H1 to 65.8% at H5, and it was significant between H3 to H5 periods. Gemlik's water content significantly increased from 70.4% at H1 to 77.1% at H3 afterward decreased to 60.1% at H4 and remained almost the same at H5. Eşek zeytini's water content increased until H3 and reached 78.6%, later dropped to 58.4% at H5. Çekişte's water content dropped from 73.2% at H1 to 62.9% at H5.

Seed weight increased with harvest period at the early stages of fruit development and started to decrease after H4 for all varieties, but it was only significant for Çekişte and Eşek zeytini between H4 and H5 periods. Gemlik (0.63 g) and Memecik (0.97 g) had the lowest seed weights at H1, and Çekişte (1.21 g) and Gemlik (1.08 g) had the lowest seed weights at H5. Eşek zeytini, Yamalak sarısı and Memecik had similar seed weights (1.64-1.74 g) at H5. Çekişte and Eşek zeytini lost 3% and 23% of their initial seed weights at H5; respectively.

Çekişte had the lowest flesh/seed ratio (1.28) and Gemlik had the highest (1.85) at H1. The flesh/seed ratio did not increase significantly between H1-H3 periods and it significantly increased at H4 for all varieties. A significant increase was observed for Çekişte at H5, while a significant decrease for the flesh/seed ratio was observed for Gemlik and its flesh/seed ratio dropped to 2.56 at H5 from 3.85 at H4. Gemlik had the lowest flesh/seed ratio increase during the study (138%) while the highest increase was found for Çekişte (318%).

DISCUSSION

Gemlik is the most widely cultivated olive variety in Turkey (Savran and Kaya, 2018) and Memecik is the most commonly cultivated olive variety in the Aegean region (Nergiz and Engez, 2000). Gemlik and Memecik have dual uses as table and oil olives with high oil contents. Çekişte, Eşek zeytini and Yamalak sarısı are local varieties from İzmir and Aydın provinces, and used as table olives with low to moderate oil contents (Kaya et al., 2015).

Pomological properties of olive varieties are influenced significantly by climatic conditions, especially rainfall and temperature (Efe et al., 2009; Ocakoğlu et al., 2009), location (Criado et al., 2004) and elevation (Arslan et al., 2013). Even though olive varieties were grown in the same orchard, their maturity levels were different as reflected by their RI values, which were close to 0 at H1 and was between 2.29 to 4.35 at H5 (Table 2). Gemlik and Memecik had the highest RI values at H5 and most of their fruits still had black epicarp with green flesh. Çekişte had the lowest RI value at the end of the harvest period. Efe et al. (2013) reported that color change in the fruit happens in a short time while the ripening process takes a long time in olives. In addition, growing methods affect pomological properties of fruits (Küçükyaşar and Pazır, 2019). According to Kaya et al. (2015), Yamalak sarısı and Memecik are early, Gemlik and Çekişte are mid, and Eşek zeytini is late maturing varieties. In the present study, Gemlik, Memecik and Yamalak sarısı were found to be early maturing varieties. While Çekişte was classified as a mid-maturing variety, its RI value was lower than the other varieties, suggesting that growth location and conditions may affect fruit development and maturation levels.

Fruit length, width and weights increased during the development period of olives. Fruit weights were significantly different from each other at H5. Fruit weights were given as 2-4 g for Gemlik, 4-6 g for Çekişte and Memecik and over 6 g for Yamalak sarısı and Eşek zeytini (Kaya et al., 2015). In the

present study, Memecik's reported fruit weight was higher; the fruit weight of other varieties was within the reported ranges. Fruit weight, length and width also show similar development pattern for other olive varieties, as reported for Memecik (Uğurlu and Özkan, 2011; Yıldırım et al., 2017), Gemlik (Gümüšoğlu et al., 2006; Çevik et al., 2013; Keçeli, 2013), Edremit (Yorulmaz et al., 2013), Ayvalık and Topakaşı (Yıldırım et al., 2017), Domat (Gümüšoğlu et al., 2006), Adana topağı (Keçeli, 2013), Kargaburun, Erkence, Saurani and Halhalı (Arslan, 2012) and 6 foreign olive varieties grown in Turkey (Gündoğdu et al., 2016; Kaleci et al., 2016). However, fruit weight, length and width could decrease with increased maturity level (Uğurlu and Özkan, 2011; Yıldırım et al., 2017) or remain the same (Arslan, 2012). In the present study, fruit weight, length and width did not decrease indicating the fruits were not fully ripened at the end of the study period as noted for their RI values.

Seed size is an important quality factor for olives as it influences flesh/seed ratio, especially for table olives. Seed development largely takes place before the fruit development between June and July, later mesocarp growth accelerates (Therios, 2009). Although seed widths steadily increased, statistically important seed width increases were observed only for Memecik at H3, Eşek zeytini at H4, and Gemlik at H5 periods. For seed length, significant increases were observed at H1 for Çekişte, at H3 for Memecik and Eşek zeytini, at H4 for Yamalak sarısı. Seed weights increased till H3 and started to decrease and important seed weight losses were observed for Çekişte, Yamalak sarısı and Eşek zeytini at H5. Seed weights of four local olive varieties from Hatay province did not show any significant change at three different harvest times (Arslan, 2012). Seed length and width increases and decreases were reported both for local (Uğurlu and Özkan, 2011; Yıldırım et al., 2017) and foreign olive varieties (Gündoğdu et al., 2016; Kaleci et al., 2016) during the development period of olives.

The olives are harvested at different periods depending on their uses. Table olives are harvested when they turn yellow-green or red-black. Fruits should reach their normal size and mesocarp tissue should lose its stiffness (Caran, 2004). Significant changes in fruit firmness, water content, and flesh/seed ratios were observed in the study. Fruit firmness was highest at H1 and significant decreases were observed beginning from H2 for all varieties and continued throughout the development period. The lowest fruit firmness values were observed at H5 for all varieties. Decrease in fruit flesh firmness is an indication of fruit growth and maturity (Gümüšoğlu et al., 2006; Özdemir et al., 2011). Even though significant water content increase was not measured for H1 and H2 periods, reduction of fruit firmness at these early stages of development indicates mesocarp growth and loosening of cell walls starts at the early periods when all varieties had RI value less than 1.

The water content increased rapidly during the early periods of olive ripening, as dry matter and oil accumulation increase, flesh/seed ratio and water content began to decrease at maturity (Theiros, 2009). Water contents of varieties decreased from H1 to H5 periods and the highest decrease from H3 to H5 was observed in Eşek zeytini and Gemlik. Flesh/seed ratio did not increase between H1-H3 periods and a significant decrease was observed for Gemlik between H4 and H5 periods. Gemlik fruits had the highest water contents up to RI values 4-5 and overripe fruits started to lose water (Çevik et al., 2013; Özdemir et al., 2011). Similarly, Memecik water content and flesh/seed ratio also decreased with increased maturity (Nergiz and Engez, 2000; Uğurlu and Özkan, 2011).

CONCLUSION

The aim of the present study was to determine changes in pomological properties of five olive varieties, and pomological measurements were taken at monthly intervals during the fruit development. All examined parameters had significant changes during the fruit ripening period. While fruit firmness and fruit water contents decreased, the other pomological properties increased at the end of the study

period. These results show that significant pomological and physiological changes occur starting from pit hardening and continue during the fruit development period. While Gemlik and Memecik were the early maturing, Çekişte was the latest maturing variety. Eşek zeytini had both the highest fruit and seed measurements, and Gemlik had the smallest fruit and seed measurements.

ACKNOWLEDGEMENTS

We thank Hande Özçetin for allowing us to harvest the olives used in the study. We are grateful to the Council of Higher Education for financial support to Sercan Önder under 100/2000 fellowship program.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Anonymous, 2021. Tarım Ürünleri Piyasa Raporu Zeytinyağı: Tarımsal Ekonomi ve Politika Geliştirme Enstitüsü, <https://arastirma.tarimorman.gov.tr/tepge/Belgeler/PDF%20Tar%C4%B1m%20%C3%9Cr%C3%BCnleri%20Piyasalar%C4%B1/2021-Ocak%20Tar%C4%B1m%20%C3%9Cr%C3%BCnleri%20Raporu/Zeytinya%C4%9F%C4%B1,%20Ocak%202021,%20Tar%C4%B1m%20%C3%9Cr%C3%BCnleri%20Piyasa%20Raporu.pdf> (Date of access: 10 July 2021).
- Arsel AH, Sefer, F, 2010. Zeytincilik Araştırma Enstitüsünde Geçmişten Günümüze Genetik ve Islah Çalışmaları. Zeytin Bilimi, 1: 39-42.
- Arslan D, 2012. Physico-Chemical Characteristics of Olive Fruits of Turkish Varieties from the Province of Hatay. Grassas Y Aceities, 63: 158-166.
- Arslan D, Karabekir Y, Schreiner M, 2013. Variations of Phenolic compounds, Fatty Acids and Some Qualitative Characteristics of Sarulak Olive Oil as Induced by Growing Area. Food Research International, 54: 1897-1906.
- Caran D, 2004. Zeytinde Hasat ve Zeytin Yetiştiriciliği Kursu. T.C. Tarım ve Köy İşleri Bakanlığı, Zeytincilik Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, İzmir.
- Çevik S, Özkan G, Kırılan M, Bayrak A, 2013. Effects of Harvest Time on Physicochemical Quality Parameters, Oxidation Stability and Volatile Compounds of Extra Virgin Olive Oil. Acta Alimentaria, 42: 1-12.
- Çolak AM, Çulha H, 2020. The Importance and Position of Manisa Province in Olive Growing of Turkey. Journal of Agriculture and Veterinary Science, 13: 27-35.
- Criado NM, Morello JR, Motilva MJ, Romero MP, 2004. Effects of Growing Area on Pigment and Phenolic Fractions of Virgin Olive Oils of the Arbequina Variety in Spain. Journal of American Oil Chemists Society, 81: 633-640.
- Di Vaio C, Nocerino S, Paduanob A, Sacchib R, 2012. Influence of Some Environmental Factors on Olive Maturity and Olive Oil Composition. Journal of the Science of Food and Agriculture, 93: 1134-1139.
- Efe R, Soykan A, Cürebal İ, Sönmez S, 2013. Dünyada, Türkiye'de, Edremit Körfezi Çevresinde Zeytin ve Zeytinyağı. Edremit Belediyesi Kültür Yayınları No:7.
- Efe R, Soykan A, Sönmez S, Cürebal İ, 2009. Sıcaklık Şartlarının Türkiye'de Zeytinin (*Olea europaea* L. subsp. *europaea*) Yetişmesine, Fenolojik ve Pomolojik Özelliklerine Etkisi. Ekoloji, 18: 17-26.
- FAOSTAT, 2021. Statistical database. <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC> (Date of access: 10 July 2021).
- Gümüsoğlu G, Ahmet İ, Güzel E, 2006. Domat ve Gemlik Zeytin Çeşitlerinde Bazı Fiziksel Özelliklerinin Olgunlaşma Periyodu Süresince Değişimi. Tarım Makinaları Bilimi Dergisi, 2: 239-244.

- Gündoğdu MA, Kaleci N, Nergis O, Doğan E, 2016. Farklı Zaman Periyotlarında Hasat Edilen Bazı Yabancı Kökenli Zeytin Çeşitlerinin Pomolojik ve Bazı Biyokimyasal Karakterlerindeki Değişimlerin Saptanması. *Zeytin Bilimi*, 6: 61-67.
- Kailis SG, 2017 Olives. In: Thomas B, Murphy DJ, Murray BG (Eds.), *Encyclopedia of Applied Plant Sciences* (Second Edition). Academic Press, pp. 236-245.
- Kaleci N, Gündoğdu MA, Doğan E, Nergis O, 2016. Bazı Yabancı Kökenli Zeytin Çeşitlerinin Olgunlaşma Süresince Pomolojik ve Bazı Biyokimyasal Özelliklerindeki Değişimlerin İncelenmesi. *Zeytin Bilimi*, 6: 119-124.
- Karagöz SG, Yılmaz M, Özkan G, Carbonell-Barrachina AA, Kırılan M, Ramadan MF, 2017. Effect of Cultivar and Harvest Time on C6 and C5 Volatile Compounds of Turkish Olive Oils. *European Food Research and Technology*, 243: 1193-1200.
- Kaya H, Sefer F, Mete N, Çetin Ö, Hakan M, Güloğlu U, Uluçay N, Gürbüz M, Savran MK, 2015. Türkiye Zeytin Çeşitleri Kataloğu. *Zeytin Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü* ISBN 978-605-9175-04-3, pp. 197. İzmir-Türkiye.
- Keçeli TM, 2013. Influence of Time of Harvest on 'Adana Topağı', 'Gemlik' Olives, Olive Oil Properties and Oxidative Stability. *Journal of Food and Nutrition Reserch*, 1: 52-58.
- Küçükyaşar S, Pazır F, 2019. Organik ve Konvansiyonel Memecik Çeşidi Yeşil Zeytinler Arasındaki Fiziksel, Kimyasal ve Pomolojik Özellikler Açısından Farklılıklar. *Akademik Gıda*, 17: 47-54.
- Kutlu E, Şen F, 2011. Farklı Hasat Zamanlarının Gemlik Zeytin (*Olea europea* L.) Çeşidinde Meyve ve Zeytinyağı Kalitesine Etkileri. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 48: 85-93.
- Nergiz C, Engez Y, 2000. Compositional Variation of Olive Fruit During Ripening. *Food Chemistry*, 69: 55-59.
- Ocaoğlu D, Tokatlı F, Ozen B, Korel F, 2009. Distribution of Simple Phenols, Phenolic Acids and Flavonoids in Turkish Monovarietal Extra Virgin Olive Oils for Two Harvest Years. *Food Chemistry*, 113: 401-410.
- Özaltaş M, Savran MK, Ulaş M, Kaptan S, Köktürk H, 2016. Turkish Olive Sector Report. Olive Research Institute, pp. 285, İzmir-Türkiye.
- Özdemir Y, Özkan M, Kurultay Ş, 2011. Olgunlaşmayla Gemlik Zeytininde Oluşan Fizikokimyasal Değişimler. *Bahçe*, 40: 21-28.
- Öztürk M, Altay V, Gönenç TB, Unal BT, Efe R, Akçiçek E, Bukhari A, 2021. An Overview of Olive Cultivation in Turkey: Botanical Features, Eco-Physiology and Phytochemical Aspects. *MDPI Agronomy*, 11: 295.
- Savran MK, Kaya Ü, 2018. Olive and Olive Oil Industry in Turkey. *Chronica Horticulturae*, 58: 24-29.
- Therios I, 2009. Olives: Crop Production Science in Horticulture 18, CABI Publishing, pp. 409, United Kingdom.
- Tosciano P, Iannota N, Scalercio S. 2015. Botanical and Agricultural Aspects: Agronomic Techniques and Orchard Management. In: Muzzalupo I, Micali S (Eds.), *Agricultural and Food Biotechnologies of Olea europea and Stone Fruits*. Bentham Science Publishers, pp. 3-75, Rome-Italy.
- TUIK, 2021. Statistical Database. <https://data.tuik.gov.tr/> (Date of access: 25 July 2021).
- Uğurlu HA, Özkan G, 2011. Olgunlaşma Derecesinin Memecik Zeytin Çeşidinin Fiziksel Özellikleri Üzerine Etkisi. *Hasad Gıda*, 27: 36-41.
- Uylaşer V, Başoğlu F, 2016. Temel Gıda Analizleri. Dora Yayıncılık, pp. 135, Bursa-Türkiye.
- Yıldırım AN, Yıldırım F, Özkan G, Şan B, Polat M, Aşık H, Dilmaçunal T, 2017. The Determination of Pomological and Total Oil Properties of Some Olive Cultivars Grown in Isparta, Turkey. *Scientific Papers Series B Horticulture*, 61:45-49.
- Yorulmaz A, Erinç H, Tekin A, 2013. Changes in Olive and Oil Characteristics During Maturation. *Journal of American Oil Chemists Society*, 90: 647-658.

Atf İçin: Yılmaz A E, Komesli O T, Komesli Ş, Çalık S, 2022. Çevresel Büyük Risk Maden Atıksularının Kimyasal Çöktürme Yöntemi ile Arıtım Örneği. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 654-662.

To Cite: Yılmaz A E, Komesli O T, Komesli Ş, Çalık S, 2022. Major Environmental Risk: An Example of Treatment of Mining Wastewater by Chemical Precipitation Method. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 654-662.

Çevresel Büyük Risk Maden Atıksularının Kimyasal Çöktürme Yöntemi ile Arıtım Örneği

Alper Erdem YILMAZ^{1*}, Okan Tarık KOMESLİ¹, Şenba KOMESLİ², Savaş ÇALIK³

ÖZET: Madencilik sektörü büyük hacimlerde su kullanmaktadır. Maden işleme aşamasında kullanılan suyun büyük bir kısmı atıksu haline gelmektedir. Maden atıksuları yüksek miktarda kirletici içermektedir. Maden atıksularının arıtılmadan alıcı ortamlara verilmesi sonucunda alıcı ortamda büyük kirlilik oluşmaktadır. Çevre kirliliğinin engellenmesi ve maden işleme tesislerinin sürdürülebilir olabilmesi için, maden atıksularının arıtılması çok önemlidir. Çalışmada Karadeniz Bölgesinde bulunan bir maden işleme tesisi atıksularından Al, Mn, Fe, Zn, Ba ve Sb gibi ağır metaller, Ca⁺² ve Mg⁺² kanyonları ile SO₄'ün kimyasal çöktürme (KÇ) yöntemi Ca(OH)₂ kullanılarak arıtımı incelenmiştir. Karıştırma hızı ve çöktürücü miktarının giderim verimine etkileri incelenmiştir. Hızlı karıştırma hızı ve yavaş karıştırma hızı incelenmiş ve sırasıyla 100 rpm ve 15 rpm değerlerinin uygun olduğu görülmüştür. Bu değerlerde ağır metal konsantrasyonun yüksek giderim verimlerinde ortamdaki uzaklaştırıldığı, Ca⁺² ve Mg⁺² iyonlarının gideriminin düşük seviyede kaldığı belirlenmiştir. Ca(OH)₂ miktarındaki artış, yüksek giderim verimi olan ağır metaller için çok etki etmemekle birlikte, daha düşük giderim verimi olan ağır metallerde bir miktar artışa sebep olmuştur. Ca(OH)₂ miktarındaki artış Mg ve sülfat iyonlarının giderim verimini artırırken, Ca iyonunun giderim verimini azaltmıştır. Sonuçlar, maden atık suyundan ağır metal giderimi için yaklaşık olarak %99.9 oranında başarı ile KÇ yönteminin uygun olduğunu gösterirken, sertlik giderimi yaklaşık %40 ve sülfat giderimi yaklaşık %32 oranında gerçekleştiği için KÇ sonrasında uygun bir ileri arıtım prosesinin kullanılması gerektiğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Maden atıksuyu, kimyasal çöktürme, ağır metal, sertlik, arıtım

Major Environmental Risk: An Example of Treatment of Mining Wastewater by Chemical Precipitation Method

ABSTRACT: The mining industry uses large volumes of water. A large part of the water used in the mining process becomes wastewater. Mine wastewater contains high amount of pollutants. Major pollution occurs in the receiving environment as a result of the mining wastewater being discharged to the receiving environment without being treated. It is very important to treat mine wastewater in order to prevent environmental pollution and to make mining processing facilities sustainable. In the study, the treatment of heavy metal as Al, Mn, Fe, Zn, Ba and Sb, Ca⁺² and Mg⁺² cations and SO₄ from the wastewater of a mining processing plant in the Black Sea region by chemical precipitation (CP) method used Ca(OH)₂ was investigated. The effects of mixing speed and precipitant amount on removal efficiency were investigated. It was seen that 100 rpm as fast mixing speed and 15 rpm as slow mixing speed were suitable. At these values, it was determined that the heavy metal concentration was removed from the environment with high removal efficiencies, and the removal of Ca and Mg ions remained at a low level. Although the increase in the amount of Ca(OH)₂ did not affect the heavy metals with high removal efficiency, it caused a slight increase in the heavy metals with lower removal efficiency. While the increase in Ca(OH)₂ amount increased the removal efficiency of Mg and sulfate ions, it decreased the removal efficiency of Ca ion. The results showed that while the CP method was suitable for heavy metal removal from mine wastewater with a success rate of approximately 99.9%, an appropriate advanced treatment process should be used after CP, since the hardness removal was approximately 40% and the sulfate removal was approximately 32%.

Keywords: Mine wastewater, chemical precipitation, heavy metal, hardness, treatment

¹Alper Erdem YILMAZ (Orcid ID: 0000-0002-0666-7653), Okan Tarık KOMESLİ (Orcid ID: 0000-0001-6090-7833), Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

²Şenba KOMESLİ (Orcid ID: 0000-0001-6371-7234) Atatürk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Erzurum, Türkiye

³Savaş ÇALIK (Orcid ID: 0000-0002-4598-4598), Halk Sağlığı Laboratuvarı, Erzurum, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Alper Erdem YILMAZ, e-mail: aerdemy@atauni.edu.tr

GİRİŞ

Temiz su kaynaklarına erişim, son yıllarda artan endüstriyel faaliyetlerin yanı sıra sağlık sorunlarına karşı artan hassasiyet nedeniyle belirgin hale gelen bir endişe kaynağı olmuştur. Dünya nüfusunun yaklaşık %40'ının su kıtlığı tehlikesiyle karşı karşıya olduğu gerçeği göz önüne alındığında temiz suyun önemi daha da netleşmektedir. Temiz su kaynakları sınırlıdır ve bu sulara kirleticilerin yayılması ve çeşitliliği artmaktadır (Calzadilla et al., 2015).

Günümüzde, özellikle gelişmekte olan ülkelerde, birçok endüstriyel prosesten açığa çıkan sıvı atıkların, yüzey sularına veya kanalizasyon sistemine deşarj edilmeden önce arıtılması gereken, nispeten yüksek (ve dolayısıyla çevre için kabul edilemez) ağır metal konsantrasyonları içerdiği bilinmektedir. Ağır metaller genellikle zehirli ve tehlikelidir; besin zinciri yoluyla canlı dokularda birikimleri ciddi bir sağlık tehlikesi oluşturur. Ağır metaller gibi bazı kirleticilerin insan sağlığı üzerinde uzun vadeli zararlı etkileri vardır, 'Örneğin kadmiyumun insan vücudundaki biyolojik yarı ömrü 10-35 yıldır' (Khaldi et al., 2015). Bu nedenle, bu metalleri atık sulardan uzaklaştırmak ve belirlenen limitlere ulaşmak için ortaya konulan yeni katı düzenlemeler, yenilikçi arıtma teknolojileri için baskı oluşturmaktadır. Ağır metaller, genellikle ya doğal emisyonlardan ya da insan faaliyetlerinden kaynaklanan salınımlardan çevreye yayılan bir kirlilik sorunu oluşturur; insan faaliyetlerinden kaynaklanan deşarjlar, kâğıt, pigmentler, metaller, gübrelerin endüstriyel işlenmesinden kaynaklanan atık suları ve madenlerden gelen atık suları içerir. Maden ve işleme tesisleri genellikle su toplama alanlarında (dağ yamaçları) bulunur ve bu nedenle asit drenajını sınırlamak ve kirliliği önlemek için çevresel eylem planları gereklidir (Nenov et al., 2008).

Ağır metallerin olumsuz etkilerinden dolayı sulu ortamlardan uzaklaştırılması için birçok yöntem ve proses önerilmiştir. En çok incelenen arıtım süreçlerinden bazıları şunları içerir: fizikokimyasal süreçler; (a) adsorpsiyon (Reshadi et al., 2020), kimyasal çöktürme (Park et al., 2014), iyon değişimi (Mahmud et al., 2016) ve membran filtrasyonu (Hosseini et al., 2016), elektrokimyasal prosesler; (b) elektrodializ (Nemati et al., 2017), elektrokimyasal indirgeme (Yang et al., 2018) ve elektrokoagülasyon (Zhao et al., 2018) ve (c) fotokataliz (Rodríguez et al., 2018) gibi ileri oksidasyon süreçleridir.

Kimyasal çöktürme etkili bir yöntemdir ve endüstride nispeten basit ve işletilmesi ucuz olduğundan dolayı en yaygın olarak kullanılan prosestir (Ku and Jung, 2001). Çöktürme proseslerinde kimyasallar ağır metal iyonlarıyla reaksiyona girerek çözünmeyen çöktürmeler oluşturur. Oluşan çöktürmeler, çöktürme veya filtrasyon yoluyla sudan ayrılabilir. Arıtılmış su daha sonra uygun şekilde deşarj edilir veya yeniden kullanılır. Geleneksel kimyasal çöktürme prosesleri, hidroksit çöktürmesini ve sülfür çöktürmesini içerir. En yaygın olarak kullanılan kimyasal çöktürme tekniği, düşük maliyeti ve pH kontrolünün kolaylığı nedeniyle hidroksit çöktürmesidir (Huisman et al., 2006). Çeşitli metal hidroksitlerin çözünürlükleri, 8.0-11.0 pH aralığında en aza indirilir. Metal hidroksitler flokülasyon ve çöktürme ile uzaklaştırılabilir. Düşük maliyet ve kullanım kolaylığı nedeniyle atık sudan metalleri çöktürmek için çeşitli hidroksitler kullanılmıştır ki endüstriyel atıksularda hidroksit çöktürmesinde baz olarak genellikle kireç tercih edilir.

Bu çalışmanın amacı, bakır madeni atık sularında bulunan Fe, Mn, Zn, Al, Ba ve Sb gibi ağır metaller ile Ca^{+2} ve Mg^{+2} gibi sertliğe sebep olan iyonlar ve sülfatın kimyasal çöktürme prosesi ile giderimine etki eden parametrelerin belirlenmesidir. Ağır metal, sertlik ve sülfat giderimine etki eden karıştırma hızı ve reaksiyon pH değerini etkileyen kimyasal madde miktarı değerleri farklı aralıklarda incelenmiştir.

MATERYAL ve METOT**Atık Su Kaynağı ve Özellikleri**

Çalışmada kullanılan atık su Karadeniz Bölgesinde bulunan bir bakır madeni tesisinden temin edilmiştir. Atık su, maden işleme tesisinde oluşturulan atık su havuzundan temin edilmiştir. Laboratuvar ortamına getirilen atık suyun fizikokimyasal özelliklerinde değişim olmaması için +4 °C’de muhafaza edilmiştir. Atık suyun özellikleri Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Maden atık suyunun özellikleri

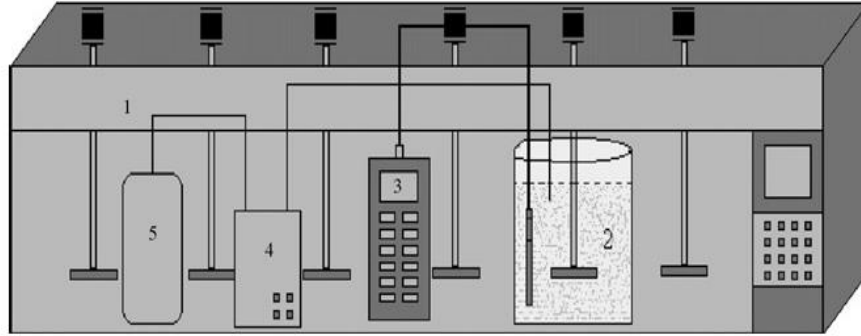
	Birim	Konsantrasyon
pH		3
AKM	mg L ⁻¹	75
Mn	mg L ⁻¹	10840
Fe	mg L ⁻¹	406
Zn	mg L ⁻¹	106
Al	mg L ⁻¹	35
Cr	mg L ⁻¹	22
Cd	mg L ⁻¹	<2
B	mg L ⁻¹	<0.6
Ba	mg L ⁻¹	140
Be	mg L ⁻¹	<2.0
F ⁻	mg L ⁻¹	4
Cl ⁻	mg L ⁻¹	48
NO ₂	mg L ⁻¹	<0.09
NO ₃	mg L ⁻¹	25
SO ₄	mg L ⁻¹	2140
PO ₄	mg L ⁻¹	<1.25
Br	µg L ⁻¹	<0.625
Li	mg L ⁻¹	<0.01
Na	mg L ⁻¹	209
Mg ⁺²	mg L ⁻¹	118
Ca ⁺²	mg L ⁻¹	741

*AKM: Askıda Katı Madde

Deneysel Yöntem

Çalışmada 6 adet pedallı bulunan hız ve zaman kontrolü yapılabilen Phipps & Bird PB-900 marka jar testi cihazı kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasal maddeler analitik saflıktadır. Deneyler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Ağır metal, sertlik ve sülfat giderimine etki eden parametrelerden başlangıç pH değeri atık suyun ham pH değeri olan 3 olarak belirlenmiş ve pH değeri atık suya ilave edilen Ca(OH)₂ miktarına göre değişiklik göstermiştir. Kimyasal çöktürücü olarak atık suya ilave edilen Ca(OH)₂ miktarı 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 ve 1.0 g L⁻¹ aralığında kullanılmıştır. İlave edilen Ca(OH)₂’in atık su içerisinde homojen ve hızlı bir şekilde karışmasının sağlanması için 100, 150 ve 200 rpm karıştırma hızları seçilmiştir. Homojen olarak karışan çöktürücünün ortamdaki kirleticiler ile temas etmesi için 10, 20 ve 30 rpm yavaş karıştırma hızları belirlenmiştir. Hem hızlı karıştırmanın hem de yavaş karıştırmanın zamana bağlı olarak etkilerinin tespit edilebilmesi için hızlı karıştırma aşamasında 2.5, 5 ve 7.5 dakikalık, yavaş karıştırma aşamasında ise 10, 15, 20 ve 30 dakikalık reaksiyon süreleri kullanılmıştır. Denemeler 500 mL atık su hacminde gerçekleştirilmiştir. Atık suyun pH ve sıcaklık değerlerinin ölçülmesi için WTW marka multi parametre ölçer kullanılmıştır. Ağır metal analizleri Shimadzu 6800 marka atomik absorsiyon spektrometresi kullanılarak yapılmıştır. Kalsiyum, magnezyum ve toplam sertlik analizleri titrimetrik yöntem ile yapılmıştır. Sülfat analizi Thermo Scientific Dionex ICS 2100 İyon Kromatografi cihazı kullanılarak yapılmıştır. Tüm analiz yöntemleri Standart Metotlar yöntemlerine uygunluk göstermektedir (APHA, 2017). Denemeler iki tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Numuneler hızlı ve yavaş karıştırma

işlemden sonra 30 dakikalık çöktürme işlemi neticesinde alınmıştır. Denemelerde kullanılan deney sistemi Şekil 1’de gösterilmiştir.

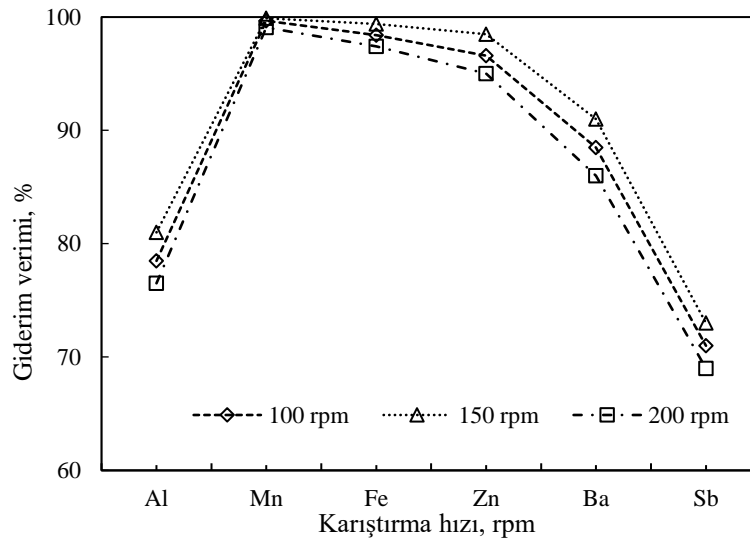


Şekil 1. Kimyasal çöktürme prosesinin deneysel sisteminin şematik görünümü (1: jar testi cihazı, 2: kimyasal çöktürme hücresi, 3: pH metre, 4: pompa, 5: çöktürücü rezervuarı)

BULGULAR ve TARTIŞMA

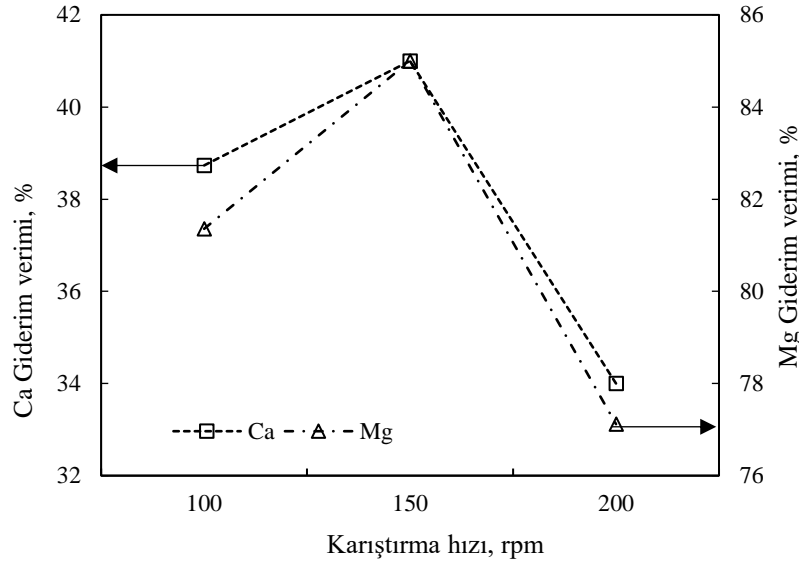
Karıştırma Hızının Giderim Verimine Etkisi

Maden atık suyundan ağır metal ve sertlik giderimine karıştırma hızının etkisini belirlemek için hem ilave edilen $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 'in homojen bir şekilde karışmasının sağlandığı hızlı karıştırma aşaması hem de homojen olarak dağılan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 'in kirletici ile temasının sağlandığı yavaş karıştırma aşaması incelenmiştir. Hızlı karıştırma hızının etkisinin incelendiği denemelerde 0.7 g L^{-1} $\text{Ca}(\text{OH})_2$ miktarı, oda sıcaklığı, atık suyun başlangıç pH değeri ve 20 rpm yavaş karıştırma hızı sabit tutulmuştur. Denemeler 5 dakika hızlı karıştırma ve 20 dakika yavaş karıştırma sürelerinde uygulanmıştır. Ağır metal giderimi için elde edilen sonuçlar Şekil 2’de gösterilmiştir.



Şekil 2. Hızlı karıştırma hızının ağır metal giderimine etkisi

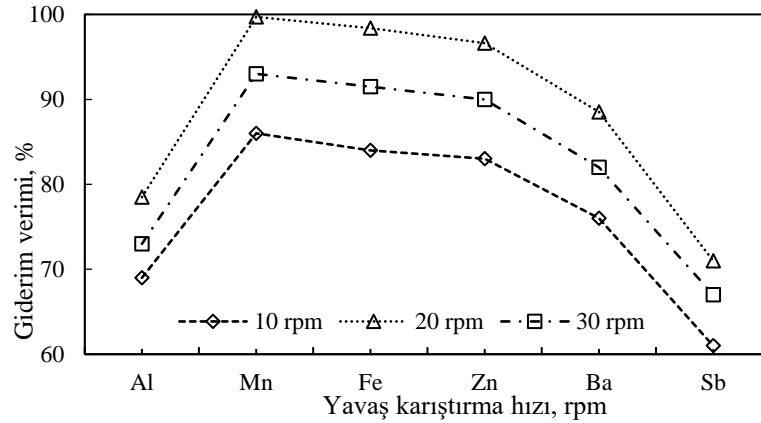
Şekil 2’den görüldüğü gibi incelenen hızlı karıştırma hızlarının ağır metal giderimine baskın bir etkisinin olmadığı görülmektedir. Mn her bir karıştırma hızında %99’un üzerinde bir giderim verimine ulaşırken Fe %97.4-%94.4, Zn %95-%98.5, Ba %86-%91, Al %76.5-%81 ve en düşük giderim veriminin elde edildiği Sb için %70.5-%74 aralığında giderim verimleri tespit edilmiştir. Verilen bu giderim verimleri sırasıyla 200 rpm ve 150 rpm denemelerinden elde edilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi 100 rpm hızlı karıştırma hızında yapılan denemede elde edilen giderim verimleri 200 rpm değerlerinden büyük, 150 rpm değerlerinden küçüktür. Şekil 3’te ise aynı şartlarda Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarının giderim verimlerindeki değişim görülmektedir.



Şekil 3. Hızlı karıştırma hızının Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarının giderimine etkisi

Bu parametre için ağır metal gideriminde ortaya çıkan eğilim, sertlik kaynağı olan Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonları için de Şekil 3'de görüldüğü gibi benzerlik göstermektedir. Bununla birlikte ağır metal ve sertlik kaynağı Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarının giderimi için elde edilen karıştırma hızları arasında büyük farklar olmadığından dolayı daha düşük işletme maliyetlerinin oluşması için diğer parametrelerin incelenmesinde hızlı karıştırma hızı olarak 100 rpm hızlı karıştırma hızı olarak kullanılmıştır.

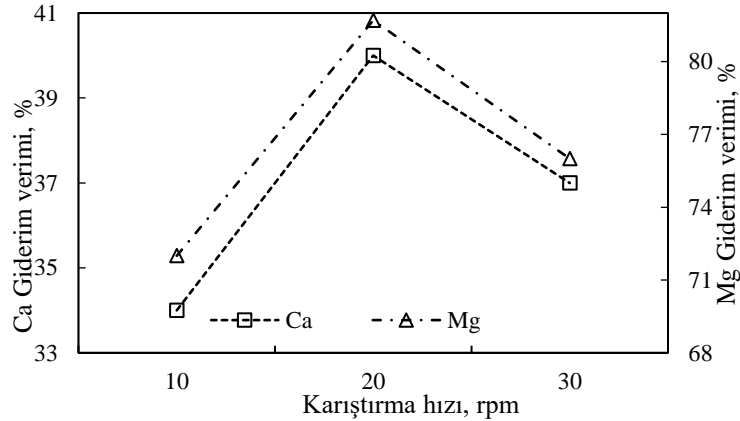
Hızlı karıştırma denemelerinden elde edilen sonuçlar yardımıyla yavaş karıştırma hızının giderim verimi üzerindeki etkilerini incelemek için oda sıcaklığında, ağır metal ve Ca^{+2} ve Mg^{+2} için 0.7 g L^{-1} $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ve 2 g L^{-1} Na_2CO_3 miktarında ve 100 rpm hızlı karıştırma hızında, 5 dakikalık reaksiyon süresinde denemeler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 4'de gösterilmiştir.



Şekil 4. Yavaş karıştırma hızının ağır metal giderimine etkisi

Atık su içerisindeki kirletici ile çöktürücünün uygun şartlarda teması oluşacak olan kimyasal maddenin miktarını önemli ölçüde etkilemektedir. Reaktör içerisinde yeterli karıştırma hızları oluşturulamaz ise çökelmeler meydana gelir ve kimyasal reaksiyon için yeterli temas alanı oluşturulmadığından dolayı kirletici giderimi istenilen seviyede gerçekleşmez. Zeytin karasuyunun kireçle çöktürülmesi için yapılan bir çalışmada karıştırma hızı incelenmiş ve 5 dk 120 rpm hızlı karıştırma, 55 dakika 50 rpm yavaş karıştırma hızları kullanılmıştır (Kayıkcıoğlu ve Balcı, 2021). Benzer şekilde, kirletici ile temas edecek olan çöktürücünün bulunduğu ortam hızlı bir şekilde karıştırılırsa kimyasal bağlanmanın gerçekleşmesine engel olacak merkez-kaç kuvveti gibi ilave engeller oluşur. Şekil 4 ve Şekil 5 dikkatli bir şekilde incelendiğinde, hem ağır metallerin hem de

sertliğe sebep olan Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarının giderilmesi için gerçekleştirilen denemelerde de ifade edilen şartların oluştuğu görülmektedir.



Şekil 5. Yavaş karıştırma hızının Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarının giderimine etkisi

100 rpm 5 dakikalık hızlı karıştırma aşamasından sonra 10 rpm 15 dakikalık yavaş karıştırma aşamasında kimyasal bağlanma için gerekli temas yüzeyinin yeterince oluşmamasından dolayı incelenen kirletici türleri için giderim verimi azalma eğilimindedir. Bu durum karıştırma hızının çok düşük olması sonucunda çökelpmenin gerçekleşmesinden kaynaklanmaktadır. Çökelpmenin gerçekleşmesi sonucu en düşük giderim verimleri oluşmuştur. Karıştırma hızının artması ile çökelpmenin engellenmesi sağlanmış olmakla birlikte kirleticinin çöktürücü ile teması farklı kuvvetler ile engellenmiş ve dolayısıyla yüksek hızlarda da ağır metal ve sertlik sebebi Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonlarının giderim verimleri azalmıştır.

Karıştırma hızlarından elde edilen optimum sonuçlar ile karıştırma süreleri belirtilen aralıklarda incelenmiştir. Hem hızlı karıştırma sürelerindeki değişim hem de yavaş karıştırma sürelerindeki değişim giderim verimlerinde önemli sonuçlar oluşturmamıştır. Bu yüzden Ca(OH)_2 miktarının giderim verimlerine etkileri incelenirken 5 dakikalık hızlı karıştırma süresi ve 15 dakikalık yavaş karıştırma süreleri kullanılmıştır.

Ca(OH)_2 Miktarının Giderim Verimine Etkisi

Maden atık suyundan kirletici giderimine çöktürücü miktarının etkisinin incelenmesi için 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 ve 1.0 g L^{-1} Ca(OH)_2 miktarları kullanılmıştır. Denemeler karıştırma hızının optimum olduğu koşullarda, oda sıcaklığında ve atık su başlangıç pH değerinin 3 olduğu şartlarda gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 2'de gösterilmiştir.

Çizelge 2. pH değerine bağlı olarak kirletici konsantrasyonundaki (mg L^{-1}) değişim

	0.6 g L^{-1}	0.7 g L^{-1}	0.8 g L^{-1}	0.9 g L^{-1}	1.0 g L^{-1}
pH	10,73	10,85	11,33	11,49	11,72
Al	77,5	78,5	79,5	80,5	82
Mn	99,6	99,7	99,78	99,85	99,88
Fe	98,5	98,8	99,2	99,4	99,6
Zn	97,6	98,0	98,3	98,6	98,9
Ba	88	88,5	89,3	89,9	90,2
Sb	70,5	71,3	72,5	73,8	74,8
Mg	78,3	81,4	83	85,4	88,6
Ca	41	38,7	36,2	32,5	29,4
SO4	25	27,2	29,1	30,3	32

*Aynı metalin türlerinin farklı oksidasyon durumları bir arada bulunabileceğinden, metal iyonlarının oksidasyon durumları belirtilmemiştir

Çizelge 2'den görüldüğü gibi, Mn, Fe ve Zn iyonları ilave edilen Ca(OH)_2 miktarındaki artışa bağlı olarak pH değerinin yükselmesi ile yüksek oranda giderilmektedir. Al, Ba ve Sb iyonlarında

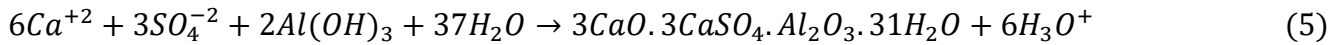
Ca(OH)₂ artışına bağlı olarak artış görülmekle birlikte, tam olarak arıtma verimi sağlanamamıştır. Bu durum ağır metalin çökmesi için uygun pH değerlerinin sağlanmasına rağmen, atık su içerisindeki farklı iyonların varlığının kimyasal reaksiyon üzerine olumsuz etkiler yaptığı sonucunu düşündürmektedir. Ağır metallerin pH değerine bağlı olarak metal hidroksitlerine dönüşmesi için gerçekleşen reaksiyonları;



Eşitlik 1-3 reaksiyonlarına göre arıtımı incelenen ağır metallerin atık sudan uzaklaştırılması açıklanabilir. Bunun yanı sıra, maden atık suyunda yaklaşık olarak 2140 mg L⁻¹ konsantrasyonda bulunan SO₄⁻² anyonunun çöktürücü miktarına bağlı olarak giderim verimleri incelenmiştir. Tablo 2'de gösterildiği gibi, Ca(OH)₂ miktarı arttıkça SO₄⁻² konsantrasyonu azalmıştır.



Eşitlik 4'te verilen reaksiyon gereği oluşan doymuş kalsiyum sülfatın, kristalizasyon çekirdekleri ve pH değerine bağlı olarak oluşan metal hidroksitlerle çökmesi mümkündür (Almasri et al., 2015). Baryumun, literatürde de belirtildiği gibi baryum sülfat olarak çökeldiği düşünülmektedir (Kartic et al., 2018). Fosfattaki azalma, düşük çözünürlüklü kalsiyum fosfat çökeltilerinin oluşumuna bağlanabilir. Artan Ca(OH)₂ miktarına bağlı olarak Ca⁺² iyonlarının konsantrasyonunun arttığı görülmektedir. İlave edilen çöktürücünün çözünmesi ile sulu ortama giren Ca⁺² iyon miktarının artması istenilen Ca⁺² iyon gideriminin gerçekleşmesine engel olmaktadır. pH değerindeki artışa bağlı olarak SO₄⁻² konsantrasyonundaki azalma CaSO₄ oluşumunun yanı sıra su ortamında belirli molar oranlarda Ca⁺², SO₄⁻² ve Al⁺³ iyonlarının varlığına bağlı olarak gerçekleşebilen ve stokiyometrisi Eşitlik 5'de verilen ve etrenjit olarak bilinen tuzun çökmesi ile sonuçlanmış olabilir (Fang et al., 2018).



Demir hidroksitin yüksek çözünürlüğü nedeniyle demir tamamen çökeltilemez. Demir ve manganezin atmosferik oksijen ile oksidasyonu, hidroksit iyonları tarafından katalize edilir ve bu nedenle kireç gibi bir pH değiştiricinin eklenmesiyle oksidasyon hızlandırılabilir.

SONUÇ

Gerçekleştirilen deneysel çalışma sonucunda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır. Kimyasal çöktürme yöntemi ile ağır metallerin giderilebilmesi için atık su pH değerinin bazik şartlar taşıması gerekmektedir. Bunun yanı sıra, ortam pH değerinin uygun olması tek başına ağır metal giderimi için yeterli değildir. İncelenen ağır metallerden Mn, Fe ve Zn iyonlarının giderim verimlerinin tam giderim verimine çok yakın olmasına rağmen, Al, Ba ve Sb iyonlarının giderim verimlerinin tam arıtım veriminden uzak olması bu durumu desteklemektedir. Atık su matrisinin incelenen iyonlardan başka kirleticileri de içermesi ağır metal çöktürülmesi için uygun pH değerinin tek başına yeterli olmadığını ve giderim verimine etki eden diğer iyonların belirlenerek uygun arıtım proseslerinin kullanılmasını gerektirmektedir. Mg⁺² iyonlarının giderim verimi oldukça yüksektir. İlave edilen Ca(OH)₂ miktarı atık su pH değerini 11 ve üzerine yükselttiğinden dolayı Mg(OH)₂ oluşumu için uygun şartları sağlamıştır. Atık suda bulunan toplam sertliğin büyük kısmı karbonat olmayan sertlikten kaynaklandığından dolayı pH değerinin yükselmesi Ca⁺² iyonlarının tam arıtımının sağlanması için yeterli olmamıştır. Atık suda bulunan sülfatın giderimi için ise kireç ilave edilmesi CaSO₄ oluşumunu

kısmi olarak gerçekleştirirse bile ortamdaki sülfatın yüksek oranlarda giderilebilmesi için uygun bir çöktürücü değildir. Sonuç olarak maden atık suyundan kimyasal çöktürme yöntemi ile ağır metal giderimi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Buna ilave olarak ortamdaki Ca^{+2} ve SO_4^{-2} iyonlarının gideriminin sağlanabilmesi için kimyasal çöktürme yöntemi sonrasında bu kirletici türleri için uygun ileri arıtım yöntemleri kullanılarak atık su deşarj limitleri sağlanmalıdır.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Almasri D, Mahmoud K A, Abdel-Wahab A, 2015. Two-stage sulfate removal from reject brine in inland desalination with zero-liquid discharge. *Desalination* 362: 52–58.
- APHA, 2017. *Standards Methods of Examination of Water and Wastewater*. 23rd. Edition, 5-21.
- Calzadilla A, Rehdanza K, Richard S, 2015. Water scarcity and the impact of improved irrigation management: a computable general equilibrium analysis. *Agricultural Economics*, 42: 305–323.
- Fang P, Tang Z, Chen X, Huang J, Tang Z, Cen C, 2018. Removal of high-concentration sulfate ions from the sodium alkali FGD wastewater using ettringite precipitation method: Factor assessment, feasibility, and prospect. *Journal of Chemistry*, doi.org/10.1155/2018/1265168.
- Hosseini SS, Bringas E, Tan NR, Ortiz I, Ghahramani M, Shahmirzadi MA, 2016. Recent progress in development of high performance polymeric membranes and materials for metal plating wastewater treatment: a review. *Journal of Water Process Engineering*, 9: 78-110.
- Huisman JL, Schouten G, Schultz C, 2006. Biologically produced sulphide for purification of process streams, effluent treatment and recovery of metals in the metal and mining industry. *Hydrometallurgy*, 83. 106-113.
- Kartic DN, Narayana HA, and Arivazhagan M, 2018. Removal of high concentration of sulfate from pigment industry effluent by chemical precipitation using barium chloride: RSM and ANN modeling approach. *Journal of Environmental Management*, 206: 69–76.
- Kaykioğlu G ve Balcı CN, 2021. Zeytin karasuyunun ön arıtımında asitle parçalama ve kireçle çöktürme uygulamalarının karşılaştırılması. *European J. Eng. App. Sci.* 4(2), 45-49.
- Khalidi A, Abusharkh B, Khaled M, Atieh MA, Nasser MS, 2015. Adsorptive removal of cadmium (II) ions from liquid phase using acid modified carbon-based adsorbents. *Journal of Molecular Liquids*, 204: 255-263.
- Ku Y, and Jung IL, 2001. Photocatalytic reduction of Cr(VI) in aqueous solutions by UV irradiation with the presence of titanium dioxide. *Water Research*, 35: 135-142.
- Mahmud HN, Huq AK, and Yahya R, 2016. The removal of heavy metal ions from wastewater/aqueous solution using polypyrrole-based adsorbents: a review. *RSC Advances*, 6: 14778-14791.
- Nemati M, Hosseini SM, Shabaniyan, M, 2017. Novel electrodialysis cation exchange membrane prepared by 2-acrylamido-2-methylpropane sulfonic acid; heavy metal ions removal. *Journal of Hazardous Materials*, 337: 90-104.
- Nenov V, Lazaridis NK, Blöcher C, Bonev B, Matis KA, 2008. Metal recovery from a copper mine effluent by a hybrid process. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 47 (4): 596-602.

- Park JH, Choi GJ, Kim SH, 2014. Effects of pH and slow mixing conditions on heavy metal hydroxide precipitation. *Journal of Korean Organic Resources and Recycling Association* 22: 50–56.
- Reshadi MAM, Bazargan A, and McKay, G, 2020. A review of the application of adsorbents for landfill leachate treatment: focus on magnetic adsorption. *Science of the Total Environment*, 138863.
- Rodríguez R, Espada JJ, Gallardo M, Molina R, Lopez-Munoz MJ, 2018. Life cycle assessment and techno-economic evaluation of alternatives for the treatment of wastewater in a chrome-plating industry. *Journal of Cleaner Production*, 172: 2351-2362.
- Yang X, Liu L, Tan W, Qiu G, Liu F, 2018. High-performance Cu²⁺ adsorption of birnessite using electrochemically controlled redox reactions. *Journal of Hazardous Materials*, 354: 107–115.
- Zhao Y, Kang D, Chen Z, Zhan J, Wu X, 2018. Removal of chromium using electrochemical approaches. *International Journal of Electrochemical Science*, 13: 1250–1259.

Atıf İçin: Hatipoğlu M N, Akın B S, 2022. Şehir içi Akaryakıt İstasyonları Gürültü Kaynakları ve Kontrolü. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 663-679.

To Cite: Hatipoğlu M N, Akın B S, 2022. Noise Sources and Control of Urban Fuel Stations. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 663-679.

Şehir içi Akaryakıt İstasyonları Gürültü Kaynakları ve Kontrolü

Müberra Nur HATİPOĞLU^{1*}, Beril SALMAN AKIN²

ÖZET: Gürültünün doğrudan etkisi, kısa ve uzun vadeli olumsuzluklara neden olabilmektedir. Gürültü, insan sağlığına ve davranışlarına etkisi bakımından; işitmede fiziksel olarak hasara yol açarken, vücut aktivitesi sürecinde defizyolojik rahatsızlık, sinir hali gibi psikolojik ve iş veriminde düşüşe neden olan işitilen seslerin anlamlandırılmaması gibi performans etkileri şeklinde sıralanabilir. Gürültünün zararlı etkilerine karşı tedbir almak ve olumsuz etkilerini önlemek ve işitme eyleminin sağlıklı şekilde gerçekleşmesi için bazı çalışmalar yapılmaktadır. Bu konuya yönelik yasal düzenlemelerin mekanlarda yer alması için bazı standartlar ortaya çıkarılmıştır. Dünyada ortaya çıkan bu sorunlara karşı gürültüyle ilgili pek çok çalışma yapılmaktadır. Hazırlanan yasal prosedürlerle ve uygulamalarla gürültü faktörü kontrol altına alınmaya çalışılmaktadır. Bu çalışmada bina dışı gürültü kaynaklarından olan yerleşim yerleri yakınlarında bulunan iş yerlerinden kaynaklanan gürültü düzeyleri ölçülmeye çalışılmış, Ankara İli'nde bulunan bir akaryakıt istasyonunun araç yıkama kısmında yer alan gürültü kaynaklarının tespit edilmesi ve gürültünün önlenmesi için çözüm önerilerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu nedenle akaryakıt istasyonu incelenerek gürültüden en çok etkilenebilecek yapı olan hastanede gündüz ve akşam saat dilimleri içerisinde olacak şekilde toplam 32 adet gürültü ölçümü yapılmış, yapılan hesaplamalar sonucunda gürültünün akşam saatlerinde rahatsız edici boyutlara ulaştığı tespit edilmiştir. Akaryakıt istasyonunun içerisinde bulunan oto yıkama bölümünde 2 adet bulunan kompresörün 1 tanesinin kullanıma kapatılması ile gürültü seviyesi yasal sınırlar içerisinde kalmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Gürültü, gürültü kaynağı, gürültü ölçümü

Noise Sources and Control of Urban Fuel Stations

ABSTRACT: The direct effect of noise can cause short- and long-term negative effects. Noise, in terms of its effect on human health and behavior; While it causes physical damage to hearing, it can be listed as dephysiological discomfort in the process of body activity, psychological effects such as nervous state and performance effects such as inability to make sense of the sounds heard, which causes a decrease in work efficiency. Some studies are carried out to take precautions against the harmful effects of noise and to prevent its negative effects and to make the act of hearing healthy. Some standards have been developed for the legal regulations on this subject to take place in the venues. There are many studies on noise against these problems emerging in the world. The noise factor is tried to be controlled with the legal procedures and practices prepared. In this study, it was tried to measure the noise levels originating from the workplaces near the settlements, which is one of the external noise sources, and it was aimed to determine the noise sources in the car wash section of a fuel station in Ankara and to develop solution proposals for the prevention of noise. For this reason, a total of 32 noise measurements were made in the daytime and evening time zones in the hospital, which is the structure that can be most affected by noise, by examining the fuel station. The noise level remains within the legal limits, with 1 of the compressors of 2 being shut down in the car wash section of the fuel station.

Keywords: Noise, noise source, noise measurement

¹ Müberra Nur HATİPOĞLU ([Orcid ID: 0000-0002-9512-4844](https://orcid.org/0000-0002-9512-4844)) Ankara Büyükşehir Belediyesi, Ankara, Türkiye

² Beril SALMAN AKIN ([Orcid ID: 0000-0003-1730-154X](https://orcid.org/0000-0003-1730-154X)), Prof. Dr., Gazi Üniversitesi, Ankara, Türkiye

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Müberra Nur HATİPOĞLU, e-mail: muberranursazak@gmail.com

*Bu çalışma Müberra Nur HATİPOĞLU'nun Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Nesnel bir kavram olan ses, ortamda bulunan hareket halindeki basınç dalgalarına denilmektedir. Varlığı kişiye bağlı olarak değişmeyen ses belirli bir bilimsel ifade ile tanımlanıp ölçülebilmektedir(Özgüven, 2012).

“Frekans” ve “genlik” terimleri olarak iki ana unsur üzerinde bulunan sesin frekans birimi hertz olarak ifade edilirken birim ifadesi Hz ile gösterilir. Birim zamandaki basınç devri sayısı frekans olarak tanımlanmaktadır(Özden, 2010). Başka bir deyişle tabiattaki pek çok dalga tek bir dalgacığın etkisiyle değil birinin diğerini sabit bir zaman aralığında takip ettiği dalgacık serilerinden oluşur. Birim zamanda meydana gelen dalgacık miktarı ve birim zamandaki (1 sn) titreşim sayısı frekanslı oluşturmaktadır (Bozkurt ve Selek, 2019).

Gürültü; istenmeyen, hoş gitmeyen ses olarak tanımlanabilir. İşitsel, titreşim yapan aynı kaynağın hava basıncında yaptığı dalgalanmalar ile oluşmuş ve bireyin işitme hissini uyaran bedensel bir olaydır (Sharland, 1972). Sesin şiddetine ve frekansına bağlı olarak gürültü rahatsız edici olmaktadır (Torun ve Bingül, 2014).

Açık alan önemli gürültü kaynakları; yapıların haricinde yer alan gürültüye sebep olan kaynaklardan yayılan, yapı içindeki ve dışındaki bireyleri etkileyen gürültü kaynaklarıdır (Goldsmith, 2012). Gürültü 2000’li yıllardan beri pek çok farklı kaynaktan yayılabilmektedir. Pek çok farklı kaynaktan yayılıyor olması sınıflandırılmasını zorlaştırmaktadır.

Gürültünün yaşayanlar üzerinde farklı pek çok etkisi bulunmakta, ancak hangi seslerin gürültü, hangi seslerin doğal olduğuna dair belirlenmiş objektif ölçütler bulunmamaktadır. Benzer ortamlarda bulunan iki kişiden biri için ortamdaki ses memnuniyete sebep olurken diğeri için son derece rahatsız edici olup, gürültü olarak değerlendirilebilmektedir. Bu sebeple sesin ne vakit gürültü ne vakit olağan olduğunun saptaması güçtür. Ülkemizde Çevresel Gürültünün Değerlendirilmesi ve Yönetimi Yönetmeliği ile bazı standartlar belirlenmiş ve bu seviyeleri aşan sesler ‘gürültü’ olarak değerlendirilmiştir (ÇGDY, 2021). Karayolu, ev, eğlence mekânı, işyeri ve benzeri alanlara bu yönetmelik ile standartlar getirilmiştir. Mesela; otomobillere 75 dBA, otobüslere kent içinde 85 dBA ve kent dışında 80 dBA seviyesi belirlenmiştir. Taşıtların yönetmelik ile belirlenen ses seviyesine kadar çıkardıkları sesler olağan ses olarak kabul edilirken, bu seviyenin üzerinde çıkanlar ise gürültü şeklinde değerlendirilmiştir. Yapılara bakılacak olursa; konferans salonları 30 dBA, hastaneler 35 dBA, derslikler 45 dBA ve küçük çapta fabrikalar 70 dBA olarak belirlenmiş ses seviyelerini geçtikleri takdirde bu seslerin ‘gürültü’ olarak değerlendirileceği belirtilmiştir (ÇGDY, 2021).

Gereksiz ve bireye sıkıntı veren ses yerine tanımlanan gürültünün şiddeti desibel (dB) olarak ölçülür (Pugh ve ark., 2007). Verilmiş aynı ses şiddetinin on kat az diğeri aynı ses şiddetine oranının on tabanına dair logaritmasına eşit ses şiddetine Bel, bunun onda birine de dB denir. Yani dB, üretilen sesin referans ses seviyesine logaritmik oranıdır. Yaklaşık olarak aynı ses 6-10 dB(A) artırılırsa birey kulağı çeşidinden 2 kat olarak hissedilir (Sellappan ve Janakiraman, 2014).Gürültünün frekansı, ortamda bulunma zamanı, gürültünün noktasal, düzlemsel ya da doğrusal kaynaktan kaynaklanmış olup olmadığı, gürültüye maruz kalan kişinin yaşı, fiziği ve ruhsal durumu, gürültünün bulunduğu ortamda vakitte benzer dağılımı benzeri hususlar gürültünün alıcı çeşidinden rahatsızlık olarak algılanmasında ciddi doğrulu etkenlerdir (Downn ve Stocks ve ark., 1978).

Literatürde gürültü kaynaklarına ilişkin çalışmalar bulunmaktadır. Gürültünün özellikle bina dışından kaynaklanması bireylerin yaşamlarına olumsuz etki etmektedir. Bina dışı gürültü kaynakları; konuşma, adım sesi, trafik sesi ve dış ortamdan gelen konuşma sesi ile harici ekipmanlardan kaynaklanan ve rahatsızlık oluşturan kaynaklardır. Ancak bina içerisinde müzik sesine veya çocuk koşma sesi gibi

canlılardan kaynaklı rahatsızlıklar gürültü kaynağının mevcut olup olmaması durumu kontrol edilemediğinden olumsuzluk oluşturmamaktadır.

Gürültü; toprak, su, hava kirlilikleri ile benzeri şekilde bir çevre kirliliği türü olmasına rağmen birçok çevre kitabında bir kirlilik türü şeklinde gösterilmemekte veya diğer kirlilik türlerine kıyasla fazla yaygın olmadığı düşünüldüğünden farklı ifade ile değinilmektedir. Benzer vakitte bireyler aradaki nasıl sesin kime dair gürültü olarak değerlendirildiği tutarlılık göstermemektedir (Sezgin ve Mutlu, 2017).

Gürültü, bireylerin duyma sağlığını ve algısını negatif olarak etkileyerek bireylerin fizyolojik ve ruhsal dengesini bozabilir. Ayrıca içsel performansları azaltarak çevrenin güzelliğini ve sükûnetini yok eder (Bıçakcı ve Selek, 2012). Çevresel gürültü, genellikle binaların haricinde yer alan, tesir müddeti kısa olmayan; kısa, orta ve uzun dönemde sağlıkla ve konforla ilgili problemler oluşturan kaynaklardır. Son 50 senede gerçekleştirilen bilimsel çalışmalar, insanların sağlığı ve rahatlığı üstünde negatif tesirlerinden dolayı gürültüyü bir çevre kirliliği türü şeklinde ele almaya başlamıştır (Savaş, 2019).

Kentleşmenin arttığı son 10 yıllık süreçte, biyolojik çeşitliliğe, enerji akışına ve döngülerine, çevresel gürültüye ve bunun yanında en önemlisi de insan sağlığına doğrudan etki etmektedir. Gürültü, yaşam alanlarının en önemli çevre problemleri arasında yer almaktadır (Yerli ve ark., 2019). Bununla birlikte gürültü, yaygın maruz kalma sıklığına rağmen tarihsel olarak kimyasal veya radyolojik nitelikteki kirleticilerden ve özellikle hava kirliliğinden farklı şekilde ele alınmakta, günümüzde ise gürültüye maruz kalma büyük bir kamu meselesi olarak algılanmaktadır (Hammer ve ark., 2014).

Gürültü kirliliği, dünya genelindeki şehirlerde önemli bir sorun olarak görülmektedir. Şehir yönetimlerinin gürültüye karşı mevcut yöntemleri değerlendirmek ve geliştirmek gibi sorumlulukları vardır (Maisonneuve ve ark. 2010). Gürültü kaynakları arasında karayolu ve demiryolu trafiği, hava taşımacılığı ile mesleki ve endüstriyel faaliyetler bulunmaktadır. Bununla birlikte bireysel düzeydeki mağduriyetler arasında ise güçlendirilmiş müzik, eğlence etkinlikleri (konserler ve spor etkinlikleri dâhil) ve ateşli silahlar sayılabilir. Çoğu zaman eğlence faaliyetlerinden ve müzikten kaynaklanan mağduriyetler, istenmeyen ses olma anlamında “gürültü” olarak değerlendirilmemektedir (Hammer ve ark., 2014).

Gürültü frekansı, gürültünün ortamdaki süresi, noktasal, düzlemsel ya da çizgisel kaynaktan kaynaklanıp kaynaklanmadığı, gürültüye maruz kalanların yaşı, fiziksel ve psikolojik durumları, ortamda gürültünün zamana göre dağılımı gürültünün alıcılar tarafından rahatsızlığa sebep olup olmadığına dair algıda etkilidir (Delikanlı ve ark., 2014).

Gürültü, günlük yaşamda her zaman karşılaşılabilecek bir çevre kirliliğidir. Yaşamın tüm sahalarındaki çevre kirliliği tipi olan gürültü oluşturduğu şiddete, maruz kalınan süreye ve maruz kalınan özelliklere göre canlılar üstünde farklı negatif etkilere sahiptir ve bu negatif tesirlerin minimum indirgenmesi için AB’de ve Türkiye’de farklı kanuni düzenlemelere gidilmiştir (Sezgin ve Mutlu, 2017). Dünya’nın başka ülkelerinde gürültü düzeyinin tespiti ile gürültü kirliliğinin zararlarını konu alan fazla sayıda araştırma yer almaktadır (Choi ve ark., 2005; Grebennikov, 2006; Ikenberrgy, 1974; Shield ve ark., 2008).

Tunçer, (2013) yaptığı çalışmada eğlence yerlerinin yoğun olduğu Samsun Atakum’da bulunan Adnan Menderes Bulvarında çevre odaklı gürültü seviyelerin saptanması için yaptığı çalışmada 16 merkezde çevresel gürültü ölçümü gerçekleştirilmiştir. Mevzuat ile kıyaslandığında, bölgede L gündüz değerleri toplam 10 kez, L akşam değerleri 169 kez ve L gece değerleri 12 kez aşılmıştır. Sonuçlara göre ile Atakum Adnan Menderes Bulvarında eğlence mekanlarının varlığı gürültü kirliliğinin oluşmasında etkili olduğu belirlenmiştir.

Savaş (2019) çalışmasında İstanbul’da otoyola yakın mesafede yer alan Beykoz Kavacık Mevkii Hisar Evlerinde ikamet edenlerin etkilendiği gürültü kirliliğini önlemek amacıyla araştırmalar

gerçekleştirmiştir. Çalışmadan çıkan sonuçlar değerlendirildiğinde büyükşehirlerde gürültü haritalarının oluşturulması, her bölgenin gürültü düzeylerinin tespit edilmesi, gürültü bariyerlerinin uygulanabileceği alanlarda uygulanabilirlik çalışmalarının yapılarak zorunlu yerlere gürültü engelleri konularak; okul, hastane ile yaşam alanları benzeri hassasiyeti yüksek noktaların, ulaşım bazlı gürültü kirliliğinin engellenmesi gerekmektedir.

Zengin (2019) yaptığı çalışmada, Erzurum kent merkezinde trafik akışının yoğunlaştığı yerlerde gürültünün boyutunun incelenmesi ve tedbirlerin alınması konusu ele alınmıştır. Erzurum kent merkezinde gürültü modellemesi için trafiğin yoğunlaştığı dört yer tespit edilmiştir. Trafiğin yoğunlaştığı 07.30-09.30- 11.00-13.00 arasında, 16.00-18.00- 19.00-20.00 saatleri arasındaki araç sayımı gerçekleştirilmiştir. Netice itibarıyla Erzurum kent merkezindeki gürültü kaynakları tespit edilmiştir. Bunların etrafa verdiği kirlilik düzeyi ölçülüp kirlilik parametresi haritalama metoduyla gösterilmiştir.

Bulunuz ve Akyün (2019)'ün yaptıkları çalışmanın amacı Bursa'nın Osmangazi ilçesindeki bir okulun gürültü seviyesini belirleyerek okulun akustik tasarımı ve fiziksel donanımını araştırmaktır. Araştırmada verileri elde etme vasıtası olarak ses ölçme aletiyle gözlem formu kullanılmıştır. Okuldaki gürültü ölçümünden elde edilen neticeler, gürültünün teneffüslerde 80.31 dB(A) düzeyine ulaştığını, ders saatlerindeyse 68 dB(A) düzeyinde olduğu göstermektedir. Ölçülen bu değerinde, mevzuatta bilgi verilen mekanlara göre anlam edilebilecek en az C sınıfı yankılanış başarı üst sınırı olan 39dB(A)'nın çok üstünde olduğu belirlenmiştir. Araştırmaya göre okul genelinde sesleri absorbe eden akustik malzemeye yer verilmediği saptanmıştır.

Yerli ve ark. (2019)'ne göre, çevresel gürültüye karşı açık ve yeşil kentsel alanların etkisi büyüktür. Yapılan araştırmada Düzce Üniversitesi Konuralp Yerleşkesinin gürültü haritasının belirlenmesi çalışılmıştır. Araştırma kapsamında yerleşkede belirlenen 15 alanda gürültü ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Çıkan neticeler Coğrafi Bilgi Sistemler içinde enterpolasyon yöntemi ve analiz edilmiş yerleşkeye dair gürültü harita meydana getirilmiştir. Buna göre gürültü kirliliğinin en önemli nedeninin trafik olduğu belirlenmiştir. En yüksek gürültü seviyesinin yerleşkenin batı ve güney kısımlarında olduğu saptanmıştır.

2015 yılında "TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM)" göre gerçekleştirilen gürültü ölçümleriyle Elazığ'ın nasıl gürültü kaynaklardan, ne denli etkilendiği tespit edilmiştir. Gerçekleştirilen bu çalışmada TUBİTAK MAM göre yapılan araştırmanın asıl sonuçların yanında kentlilerin hangi gürültü kaynaklarından daha çok etkilendiği sorusu çerçevesinde araştırmalar yapılmıştır. Nüfusun, günün her vaktinde yoğunlaştığı "Gazi Caddesi, Vali Fahribey Caddesi, Şehit İlhanlar Caddesi, Hükümet Konağı, Öğretmenevi Önü ve İzzetpaşa Meydanı" bölgelerinde 57 günlük aynı çalışmayla 1723 bireye gün içerisinde hangi vakitlerde, hangi gürültülerden etkilendikleriyle ilgili aynı araştırma uygulanmıştır.

Uyar (2018) çalışmasında, gürültü kirliliğinin kaynaklarından biri olan eğlence yerlerinden çıkan gürültünün Samsun Atakum Sahili'nde incelenmesini hedeflemiştir. Atakum Sahili'nde gürültü kirliliğine dair ölçümlerin yapılması ve haritalarının hazırlanabilmesi amacıyla eğlence yerlerinin dolu olduğu saatlerle arka plan seslerin gürültüsüne dair ölçümlerin gerçekleştirilmesi için firmaların kapalı bulunduğu zamanlar seçilmiştir. Ölçümlerin neticeleri, "Çevresel Gürültünün Değerlendirilmesi ve Yönetimi Yönetmeliği'ndeki kriterlere uygun olarak eğlence yerleri gürültüsü için tespit edilmiş sınır değerlerle kıyaslanmıştır. Ölçümlerden elde edilen bulguların çoğunlukla sınır değerleri verdiği belirtilmiştir.

Eren (2018)'in yaptığı araştırmada, Safranbolu ilçe merkezindeki trafik yoğunluğu ve turistlerin sıklıkla tercih ettikleri alanlarda gürültü seviyelerinin belirlenmesi, gürültünün sebeplerini bulunması ve saptanan verilerle gürültü haritalarının çıkarılması amaçlanmıştır. Ölçümlerin yapılacağı 47 nokta

belirlenmiştir. Koordinatlar GarminEtrex 10 marka el tipi GPS alıcısı ile gürültü değerlerinin tespiti için CEM DT-8852 marka gürültü ölçüm aletiyle ölçümler yapılmıştır. Ölçümler 2017 yazı ile 2018 kış mevsiminde hafta içi ve hafta sonu ikişer kez, sabah, öğle ve akşam saatinde yerden 1 buçuk metre yüksekte yapılmıştır. Araştırma verileri Çevresel Gürültünün Değerlendirilmesi ve Yönetimi Yönetmeliği'ndeki (ÇGDYY) sınırlarla karşılaştırılmasıdır. Bunun yanında ilçe merkezindeki insanların gürültüye dair bilinç düzeylerini saptamak ve gürültüye yönelik alınacak tedbirler için bilgi sahibi olup olmadıkları araştırılmıştır. Bu kapsamda 500 kişi ile anket çalışması yürütülmüştür. Bütün bu araştırma sürecinde toplanan verilerden 16 tane gürültü haritası ortaya çıkarılmış, ilçe merkezindeki gürültü kirliliğinin en aza indirilmesi ve kontrolüne dair tedbirler ortaya konulmuştur.

Özce ve ark. (2018) çalışmalarında, gürültü makinelerinin bulunduğu işyerindeki personelin gündelik çalışma süreleri içinde gürültüye maruz kalması sonucu oluşan sağlık problemlerini tespit etmeyi amaçlamışlardır. Gürültülü makinelerin bulunduğu işyerlerinde gereken ölçümlemenin yapılması, gereken tedbirlerin alınması ve bunların uygulanması lazımdır. Çalışmada bir üretim şirketinde imalat tezgahlarının faaliyetleri sırasında ortaya çıkan gürültü ölçülmüştür.

Çeliker ve ark (2019), çalışmalarında Elazığ şehir merkezinde meydana gelen gürültü kirliliğine trafiğin, endüstrinin ve ticari çalışmaların tesiri olduğu varsayımında bulunmuştur. Gürültü ölçümler, trafiğin yoğunlaştığı kesişme ile kavşağa benzeyen noktalar, tren garı ile Elazığ Atatürk Havalimanı'nda, işletme bölgesinde, meskûn alanlarda gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, gün süresince 3 farklı saat diliminde, sabahleyin (07.00-09.00), öğlen (11.00-13.00) ile akşam (17.00-19.00) gerçekleştirilmiştir. Kentin tamamında sıradan gürültü düzeyinin mevzuat sınırların geçtiği anlaşılmıştır. Bilhassa Elazığ şehir merkezinin trafik kaynaklı gürültüye pek çok maruz kaldığı belirlenmiştir.

Akdağ ve ark (2017) çalışmasında toplu konut yerleşimi türünün gürültü açısından uygun açık kullanım alanlarının büyüklüğü üzerindeki etkisini ortaya koymak amaçlanmıştır. Üç farklı yol gürültüsünden etkilenmesi durumunda 25 toplu konut alternatifinde konforlu açık kullanım alanları belirlenmiştir. Simülasyon sonuçlarının güvenilirliği, yerinde gürültü seviyesi ölçümleri ile doğrulanır. Sonuç olarak, lineer, L, C ve U tipi alternatiflerde nokta tipi bloklardan daha iyi sonuçların elde edildiği görülmektedir. Özellikle nokta ve lineer tip bloklardan oluşan alternatiflerde, gürültü seviyesi 75 Leq'in dB(A) üzerindeyse rahat açık kullanım alanlarının yüzdesi çok düşüktür.

Soylu ve Gökkuş (2016)'un çalışmalarına göre, sanayiden kaynaklanan kirliliğin oluşturduğu yük dikkate çıktığında başlangıç sırayı hava ve su kirliliği benzeri unsurlar almasına karşın gürültü düzeylerinin gereksiz hem zarar edici seviyelerde olduğu bilinmektedir. Bu doğrultuda Kayseri şehrindeki aynı dokuma fabrikasının tekstil kısmında maruz kalınan gürültü değerinde tespit etmek için gürültü ölçümler gerçekleştirilmiştir. Sağlanan değerinde ele alındığında, tespit edilen ortalama eşdeğer gürültü seviyesi 73.4'le 94.4 dB (A) aralığındadır. Tespit edilen muadil gürültü seviye değerinde, çalışanların işitme ayrıcalıkları ile eksikleri hususunda ele alınmış ve tesirleri karşılaştırılmıştır. Bu çalışmayla gürültünün kaynağında azaltılması ve işçilerin gürültünün negatif tesirlerinden korunmasına dönük tavsiyelerde bulunulmuştur.

Çalışmada da bina dışı gürültü kaynaklarından olan yerleşim yerleri yakınlarında bulunan iş yerlerinden kaynaklanan gürültü düzeyleri ölçülmeye çalışılmıştır. Günlük yaşamın içinde yer alan akaryakıt istasyonları yer altında depolama tankları, ofset boru hatları ve tanklardan pompalara yakıtı sevk eden kanallarda oluşabilecek arızalar nedeni ile çevre, insan sağlığı ve güvenliği hakkında riskli olabilmektedir. Çalışmada akaryakıt istasyonunda bulunan oto yıkamadan kaynaklı gürültü incelenecektir.

MATERYAL VE METOT

İşitilen frekansların geniş bir aralıkta yer alması sebebiyle uygulamalı akustik ile müzikte, frekans değerinin saptanmasında sıkıştırılmış değerleri gösteren logaritmik ölçekler kullanılmaktadır. Bu ölçeklerde, devam eden bir spektrum birbiri ardınca gelen frekans aralıklarında (bantlarında) ölçülür ve analiz edilir. Her üst frekansın alt frekansların geometrik ortalaması olan bir orta değeri bulunur ve bantlar bu orta değer ile ifade edilir. Uluslararası Standartlar Organizasyonu (ISO) tarafından standartları belirlenmiş frekans aralıkları, alt ve üst bant sınırlarının oranına göre oktav ve 1/3 oktav bantlar şeklinde adlandırılır (Tunçer, 2013).

L_{eq} (eşdeğer sürekli ses düzeyi veya ortalama ses), belli bir sürede gerçek dalgalanan gürültüyle aynı toplam enerjiye sahip olan basınç düzeyi olarak tanımlanmaktadır. Toplumsal gürültüler ve endüstriyel gürültü ölçümlerinde A ağırlıklı L_{eq} ya da L_{eq} kullanılır. Eşdeğer ses düzeyi, ses düzeyinin zaman içinde değişme grafiği üzerinden hesaplanırsa da kimi ses ölçüm cihazları istenen zaman aralığındaki eşdeğer sürekli ses düzeyini direkt olarak hesaplayıp da vermektedir. Zaman aralığı olarak ölçülecek sesin düzeyi, değişimin meydana geldiği süreci yakalar (Zengin, 2019).

Yükseldikten sonra alçalan ve kısa süren seslerin analizinde, eşdeğer sürekli ses seviyesi L_{eq} gereken bilgiyi veremeyebilir. SEL (Ses etkilenim seviyesi) parametresi daima hakkında 1 saniyeye sabitlenerek ölçüm zamanları birbirinden bağımsız doğru durumlardan karşılıklı değerlendirilmesinde ve kullanılabilen bir parametredir. L_{eq} değerinde ses enerjisi ölçüm periyodu üzerinde ölçülürken, SEL değerinde bu değerli referans zaman olan 1 saniye üzerinde değerlendirilebilmektedir. Bu nedenle SEL sayısal olarak toplamda benzer ses enerjisine eşit oluyor halbuki L_{eq} toplam ses gücü ortalama ve orantılı olmaktadır (Çevresel Gürültü Ölçüm ve Değerlendirme Kılavuzu, 2011). SEL parametre değeri ile L_{eq} parametre değerinin aralarındaki ilişki aşağıdaki şekilde formüle edilmektedir;

$$L_{eq} = SEL - 10 \log \frac{T}{T_0} = 1s \quad (1)$$

Birdenbire fazla tekil SEL parameter değerinin olma yerinde ise SEL parameter değeri aşağıdaki denklem birlikte hesaplanmaktadır:

$$L_{eq} = 10 \log \sum_{i=1}^{10} 10^{\frac{SEL_i}{10}} - 10 \log \frac{T}{T_0} \quad (2)$$

Çalışmanın uygulama kısmı için seçilen tesis Ankara ilinde bulunmaktadır. Tesis Akaryakıt İstasyonu olarak faaliyet göstermektedir. Tesis yılda 365 gün, günde 24 saat faaliyet göstermektedir. Gürültüye sebebiyet veren oto yıkama bölümü iste saat 08:00 ile 20:00 saatleri arasında çalışmaktadır. Akaryakıt istasyonlarındaki oto yıkama tesislerinden kaynaklanan gürültünün etkilerinin anlaşılabilmesi amacıyla, oto yıkamanın çalıştığı gündüz zaman diliminde “Çevresel Gürültünün Değerlendirilmesi ve Yönetimi Yönetmeliği”nde belirtilen şekilde çevresel gürültü ölçümleri yapılmıştır. İşletmedeki gürültü kaynakları, 2 adet kompresör, süpürge ve basınçlı su sistemleridir. İşletmelerde gürültüye sebep olan sesin iletimi ağırlıklı olarak açık alandan, kapı pencere kaçaklarından, bulunduğu yapının fiziki durumundan dolayı duvarlardan ve direkt hava yoluyla olmaktadır. Ölçüm yapılan tesiste ise gürültü kaynakları ağırlıklı olarak açık alanda bulunduğundan ses iletimi direkt olarak hava yoluyla olmaktadır. Rüzgâr hızının 5 m/s.,nin altta olduğu hem yağışın olmadığı vakitlerde ölçümler yapılmıştır. Sıcaklık, nispi nem, basınç ve rüzgâr hızı gibi meteorolojik veriler Meteoroloji Genel Müdürlüğünden alınmıştır. Bu yüzden de meteorolojik faktörler ölçümü etkilememiştir.

Bu çalışmada SVAN-957 tip 1 doğruluğuna sahip olan ve (IEC 651, IEC 804 ve IEC 61672-1 standartlarına göre) bir ses derece sayacı (SLM) dijital geçirim bandı filtreleri ile paralel işleyen 1/1 oktav ve 1/3 oktav gerçek zaman analizörünün (real time analyser) kombinasyonundan oluşan bir cihaz

kullanılmıştır. İnsan kulağının algılayabildiği ve yoğun olduğu aralık olan 40 dB ile 120 dB aralığında ölçümler yapılmıştır.

Arka plan gürültüsünü de ölçmek için Arka Plan ölçümleri yapılmış olup ölçmek istediğimiz tesis gürültüsü ile aralarındaki fark bulunarak olası nicel etkiler giderilmiştir. Arka plan gürültü, ölçülen ses basınç düzeyinden 10 dB veya daha çok düşükse düzeltme yapmak gerekmez. Ölçülen değerinde, direk olarak kaynak gürültüsü değerini vermektedir.

- Arka plan gürültüsü birlikte ölçülen ses basınç düzeyin arasındaki fark 3-10 dB aralığındaysa denklem

$$L_{\text{düzeltmiş}} = 10 \log(10L_{\text{ölçülmüş}/10} - 10L_{\text{arkaplan}/10}) \text{dB} \quad (3)$$

verildiği gibi logaritmik çıkartma yapılarak saf kaynak gürültüsü hesaplanmalıdır.

- Arka plan gürültüsü, ölçülen ses basınç düzeyinden 3 dB den düşük şayet belirsizlik fazla yüksek olduğu hakkında düzeltme öneri edilmemektir. Anca olaylarda, ölçüm noktaların değiştirilerek ölçümlerin yenilenmesi daha sağlıklı olacaktır.

- Parazit kaynağı susturulduğunda arka plan ölçümlerinde bir sorun çıkmamıştır. İşletme yakınlarında benzer nitelikte kaynak bulunmamaktadır.

LN olarak gösterilen istatistiki ses düzeyi, belli aynı vakit dilimi içerisinde ölçülmüş gürültü ortamını anlatmakta olup vaktinin yüzde N inde aşmış gürültü düzeyi anlamına gelmektedir. Çevresel gürültünün değerlendirilmesinde, istatistiksel dağılımların ölçülmesi ve incelenmesi epey yararlıdır. İstatistiki ses seviyesi, belli aynı olay esnasında (örneğin araç trafiği) dalgalanan gürültü düzeylerini belirtir. Kapsadığı vakit herhangi aynı uzunlukta olabilir, genelde bir saat veya daha çok olur. L10, L50, L90 en fazla kullanılan değerlerdir. L10, düzeyi yüksek ile süresi kısa gürültülerin ortalama ölçümünü vermektedir. L50, orta düzey ses seviyesi olmakla birlikte ölçülen vaktinin %50 sinde aşılacak ses düzeyini gösterir. L90 eğer ölçülen vaktinin %90'ında aşılacak ses düzeyini göstermektedir. L10 ile L90 arada fark, gürültü düzeylerinin vaktinin % 80'inde geçirdiği bölgeyi göstermektedir.

Çalışma bölgesinde gündüz ve akşam saatleri olmak üzere toplam 32 ölçüm yapılmıştır. Tesisteki gürültüden en fazla etkilenen yapı olarak öngörülen ve tesisin bulunduğu oto yıkama grubunun olduğu cephede yaklaşık 20 m mesafedeki hastanenin 4. Katında pencere açık ve kapalı olacak şekilde ölçümler alınmıştır. Bu ölçümlerden 4 tanesi pencere açık ve gündüz saatlerinde, 4 tanesi pencere kapalı ve gündüz saatlerinde, 4 tanesi pencere açık ve akşam saatlerinde, 4 tanesi pencere kapalı akşam saatlerinde, diğer 16 ölçüm de aynı noktalarda 2 adet kompresörden 1 tanesinin kaldırılması ile yapılmıştır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Gürültü ölçümleri, cam açık olan 1 No'lu ölçüm noktasında ve camın kapalı olduğu 2 No'lu ölçüm noktasında yapılmıştır.

Çizelge 1. Gündüz 1 ile 2 No'lu Ölçüm Noktasında Ölçüm Sonuçları

Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	Ölçüm Sonuçları					
				A - Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				L_{eq}	L_{10}	L_{90}	L_{eq}	L_{10}^{**}	L_{90}^{**}
Gürültü Kaynakları Çalışırken	1 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Açık)	15:03:25	15:08:25	48.4	53.5	41.2	51.9	53.5	41.2
	1 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Açık)	15:09:36	15:14:36	47.6	51.9	40.8	51.4	51.9	40.8
	1 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Açık)	15:15:14	15:20:14	47.9	52.8	41.5	52.1	52.8	41.5
	2 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Kapalı)	15:22:38	15:27:38	36.8	39.2	32.9	40.2	39.2	32.9
	2 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Kapalı)	15:21:03	15:26:03	36.2	38.9	33.1	39.9	38.9	33.1
	2 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Kapalı)	15:12:35	15:17:35	37.1	40.6	34.3	40.5	40.6	34.3

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

İşletme çevresinde mevcut olan iş yerleri ve insan seslerinden dolayı arka plan gürültüsü oluşmaktadır.

Gürültü kaynağı çalışırken; gündüz 1 ve 2No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler ile gürültü kaynağı kapalıyken (Arka Plan) gündüz 1 ve 2No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler Çizelge 1 ile Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. Gündüz 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktasında Arka Plan Ölçüm Sonuçları

Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	Ölçüm Sonuçları					
				A - Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				L _{eq}	L ₁₀	L ₉₀	L _{eq}	L ₁₀ **	L ₉₀ **
Gürültü Kaynakları Dururken	1 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Açık)	15:30:26	15:35:26	43.9	55.7	37.8	47.7	55.7	37.8
	2 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Kapalı)	15:37:09	15:42:09	32.8	35	30.9	35.6	45.7	33.8

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Yukarıdaki çizelgelerde arka plan ve kaynak çalışırken yapılan ölçüm değerleri verilmiştir. 1 ve 2 no'lu ölçüm noktalarında gürültü kaynağı çalışırken aynı zaman dilimi içerisinde 3 adet ölçüm gerçekleştiğinden bu 3 ölçüm içerisindeki en yüksek Leq değeri dikkate alınarak işlemlerin yapılması gerekmektedir. Bu nedenle 1 No'lu ölçüm noktasında en yüksek değer olan Leq=48.4 dBA değeri, 2 No'lu ölçüm noktasında ise Leq=37.1 dBA değeri göz önüne alınarak işlemler yapılacaktır.

1 Nolu ölçüm noktasında;

Arka Plan + Kaynak = 48.4 dBA

Arka Plan = 43.9 dBA'dır.

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 3. Saf Gürültü Tablosu-1

<i>Desibellerde Çıkartma</i>								
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0
Kısaca		-2		-1				0

Çıkarılacak iki değer arasında fark aritmetik olarak bulunur.

• $48.4 - 43.9 = 4.5$ dB

Bulunan değer en yakın sayıya yuvarlanarak tabloda „seviye farkı“ satırındaki değer olarak konulur.

Farkın yer aldığı sütun ele alınarak „düzeltilme“ satırındaki sayı karşılığı bulunur.

• 1.7 dB

Bulunan değer Arka Plan + Kaynak gürültü düzeyinden düşülür.

$48.4 - 1.7 = 46.7$ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)

Arkaplanı aşma miktarı

$46.7 - 43.9 = 2.8$ dB

Yapılan hesaplardan da anlaşılacağı üzere 1 No'lu ölçüm noktasında gündüz zaman diliminde gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kalmaktadır.

2 Nolu ölçüm noktasında;

Arka Plan + Kaynak = 37.1 dBA

Arka Plan = 32.8 dBA'dır.

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 4. Saf Gürültü Tablosu-2-

<i>Desibellerde Çıkartma</i>								
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0
Kısaca		-2		-1				0

$$\bullet 37.1 - 32.8 = 4.3 \text{ dB}$$

Aradaki farkın 4 dB olduğu durumda Arka Plan + Kaynak gürültü düzeyinden çıkarılacak değer tablodan da görüleceği gibi

$$\bullet 22 \text{ dB}$$

$$37.1 - 2.2 = 34.9 \text{ dB (Saf Kaynak Gürültü)}$$

Arka planı aşma miktar

$$34.9 - 32.8 = 2.1 \text{ dB}$$

Yapılan hesaplamadan da anlaşılacağı üzere gündüz zaman diliminde 2 No'lu ölçüm noktasında gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kalmaktadır.

Yapılan iki hesaplama sonucunda akaryakıt istasyonundan gündüz saat diliminde gürültü kaynaklarının rahatsız edici seviyede gürültü oluşturmadıkları görülmektedir.

Gürültü kaynağı çalışırken; akşam 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler ile gürültü kaynağı kapalıyken (Arka Plan) akşam 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler Çizelge 5 ile Çizelge 6'da verilmiştir.

Çizelge 5. Akşam 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktalarında Ölçüm Sonuçları

Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Gürültü Ölçüm Sonucu		Ölçüm Sonuçları					
		Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	A - Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				Leq	L10	L90	Leq	L10**	L90**
Gürültü Kaynakları Çalışırken	1 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Açık)	19:13:05	19:18:05	47.1	51.5	42.4	51.2	51.5	42.4
	1 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Açık)	19:19:36	19:24:36	46.8	52.1	40.8	53.4	52.1	40.8
	1 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Açık)	19:25:37	19:30:37	47.5	55.2	41.7	55.1	55.2	41.7
	2 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Kapalı)	19:32:24	19:37:24	37.6	42.4	31.2	40.5	42.4	31.2
	2 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Kapalı)	19:38:35	19:43:35	36.4	41.9	30.9	39.9	41.9	30.9
	2 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Kapalı)	19:44:57	19:49:57	37.5	42.5	30.1	41.2	42.5	30.1

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Yukarıdaki çizelgede arka plan ve kaynak çalışırken yapılan ölçüm değerleri verilmiştir. 1 ve 2 no'lu ölçüm noktalarında gürültü kaynağı çalışırken aynı zaman dilimi içerisinde 3 adet ölçüm gerçekleştiğinden bu 3 ölçüm içerisindeki en yüksek Leq değeri dikkate alınarak işlemlerin yapılması gerekmektedir. Bu nedenle 1 No'lu ölçüm noktasında en yüksek değer olan Leq = 47.5 dBA değeri, 2 No'lu ölçüm noktasında ise Leq=37.6 dBA göz önüne alınarak işlemler yapılacaktır.

1 Nolu ölçüm noktasında;

$$\text{Arka Plan + Kaynak} = 47.5 \text{ dBA}$$

$$\text{Arka Plan} = 40.9 \text{ dBA'dır.}$$

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 6. Akşam 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktalarında Arka Plan Ölçüm Sonuçları

Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	Ölçüm Sonuçları					
				A - Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				L _{eq}	L ₁₀	L ₉₀	L _{eq}	L ₁₀ **	L ₉₀ **
Gürültü Kaynakları Dururken	1 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Açık)	19:53:37	19:58:37	40.9	51.8	35.9	46.1	51.8	35.9
	2 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Kapalı)	20:00:06	20:05:06	30.8	35	30.7	35.6	35	30.7

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Çizelge 7. Saf Gürültü Tablosu-3-

<i>Desibellerde Çıkartma</i>									
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10	
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0	
Kısaca		-2		-1				0	

İki değer arasındaki fark aritmetik olarak bulunur.

- $47.5 - 40.9 = 6.6$ dB

Bulunan değer en yakın sayıya yuvarlanarak tabloda „seviye farkı“ satırındaki değer olarak konulur.

Aradaki farkın 7 dB olduğu durumda „düzeltilme“ ile başlayan satırdaki karşılığı;

- 1 dB

Bulunan değer Arka Plan + Kaynak gürültüsünden düşülür.

$$47.5 - 1 = 46.6 \text{ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)}$$

Arkaplanı aşma miktarı

$$46.5 - 40.9 = 5.6 \text{ dB}$$

Yapılan hesaplamadan da anlaşılacağı üzere 1 No'lu ölçüm noktasında akşam zaman diliminde gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in üzerindedir.

2 Nolu ölçüm noktasında;

$$\text{Arka Plan} + \text{Kaynak} = 37.6 \text{ dBA}$$

$$\text{Arka Plan} = 30.8 \text{ dBA'dır.}$$

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 8. Saf Gürültü Tablosu-4-

<i>Desibellerde Çıkartma</i>									
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10	
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0	
Kısaca		-2		-1				0	

$$37.6 - 30.8 = 6.8 \text{ dB}$$

Aradaki farkın 7 dB olduğu durumda „düzeltilme“ ile başlayan satırdaki karşılığı;

- 1 dB

$$37.6 - 1 = 36.6 \text{ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)}$$

Arka planı aşma miktar

$$36.6 - 30.8 = 5.8 \text{ dB}$$

Yapılan hesaplamadan da anlaşılacağı üzere akşam zaman diliminde 2 No'lu ölçüm noktasında gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in üzerindedir.

Yapılan iki hesaplama sonucu akaryakıt istasyonunda akşam saat diliminde gürültü kaynaklarının rahatsız edici seviyede gürültü oluşturdukları görülmektedir. Akşam saatlerinde sessizliğin artması sonucunda tesiste oluşan gürültü rahatsız edecek boyuta ulaşmaktadır.

Gürültü kaynağı çalışırken; Gündüz 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler ile gürültü kaynağı kapalıyken (Arka Plan) gündüz 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler Çizelge 9 ve Çizelge 10 'da verilmiştir.

Çizelge 9. Gündüz 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktalarında Ölçüm Sonuçları

Gürültü Ölçüm Sonucu									
Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	Ölçüm Sonuçları					
				A – Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				Leq	L ₁₀	L ₉₀	Leq	L ₁₀ *	L ₉₀ *
Gürültü Kaynakları Çalışırken	1 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Açık)	15:10:42	15:15:42	54.2	59.9	50.7	62.1	59.9	50.7
	1 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Açık)	15:15:57	15:20:57	53.9	59.2	50.9	61.5	59.2	50.9
	1 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Açık)	15:21:14	15:26:14	54.3	60.3	49.4	62.4	60.3	49.4
	2 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Kapalı)	15:29:14	15:34:14	50.8	57.1	45.2	58.1	57.1	45.2
	2 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Kapalı)	15:35:02	15:40:02	50.4	58.3	46.1	58.2	58.3	46.1
	2 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Kapalı)	15:40:52	15:45:52	50.7	55.3	42.3	57.9	55.3	42.3

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Çizelge 10. Gündüz 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktasında Arka Plan Ölçüm Sonuçları

Gürültü Ölçüm Sonucu									
Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	Ölçüm Sonuçları					
				A – Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				Leq	L ₁₀	L ₉₀	Leq	L ₁₀ **	L ₉₀ **
Gürültü Kaynakları Çalışırken	1 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Açık)	16:19:32	16:24:32	51.3	58.1	47.2	60.2	58.1	47.2
	2 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Kapalı)	16:29:51	16:34:51	48.2	57.1	42.9	55.2	57.1	42.9

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Yukarıdaki çizelgelerde arka plan ve kaynak çalışırken yapılan ölçüm değerleri verilmiştir. 1 ve 2 no'lu ölçüm noktalarında gürültü kaynağı çalışırken aynı zaman dilimi içerisinde 3 adet ölçüm gerçekleştirildiğinden bu 3 ölçüm içerisindeki en yüksek Leq değeri dikkate alınarak işlemlerin yapılması gerekmektedir. Bu nedenle 1 No'lu ölçüm noktasında en yüksek değer olan Leq = 54.3 dBA değeri, 2 No'lu ölçüm noktasında ise Leq = 50.8 dBA değeri göz önüne alınarak işlemler yapılacaktır.

1 Nolu ölçüm noktasında;

Arka Plan + Kaynak = 54.3 dBA

Arka Plan = 51.3 dBA'dır.

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 11. Saf Gürültü Tablosu-5-

Desibellerde Çıkartma									
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10	
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0	
Kısaca		-2		-1				0	

Çıkarılacak iki değer arasındaki fark aritmetik olarak bulunur.

• 54.3 – 51.3 = 3 dB

Aradaki farkın 3 dB olduğu durumda tablodan „düzeltme“ ile başlayan satırdaki karşılığı;

• 3 dB

Bulunan Arka Plan + Kaynak gürültüsünden düşülür.

$$54.3 - 3 = 51.3 \text{ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)}$$

Arkaplanı aşma miktarı

$$51.3 - 51.3 = 0 \text{ dB}$$

Yapılan hesaplamadan da anlaşılacağı üzere 1 No'lu ölçüm noktasında gündüz zaman diliminde gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kalmaktadır.

2 Nolu ölçüm noktasında;

$$\text{Arka Plan} + \text{Kaynak} = 50.8 \text{ dBA}$$

$$\text{Arka Plan} = 48.2 \text{ dBA'dır.}$$

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 12. Saf Gürültü Tablosu-6-

Desibellerde Çıkartma

Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10
Düzeltme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0
Kısaca		-2		-1				0

$$50.8 - 48.2 = 2.6 \text{ dB}$$

Aradaki farkın 3 dB olduğu durumda tablodan „düzeltme“ ile başlayan satırdaki karşılığı;

• 3 dB

$$50.8 - 3 = 47.8 \text{ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)}$$

Arkaplanı aşma miktarı

$$47.8 - 48.2 = -0.4 \text{ dB}$$

Yapılan hesaplamadan da anlaşılacağı üzere gündüz zaman diliminde 2 No'lu ölçüm noktasında gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kaldığı gibi saf kaynak gürültüsü arkaplan gürültüsünün de altında kalmaktadır.

Yapılan iki hesaplama sonucunda akaryakıt istasyonundan gündüz saat diliminde gürültü kaynaklarının rahatsız edici seviyede gürültü oluşturmadıkları görülmektedir.

Gürültü kaynağı çalışırken; akşam 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerler ile gürültü kaynağı kapalıyken (Arka Plan) akşam 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında ölçülen değerinde Çizelge 13 ile Çizelge 14'de verilmiştir.

Çizelge 13. Akşam 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktalarında Ölçüm Sonuçları

Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Gürültü Ölçüm Sonucu		Ölçüm Sonuçları					
		Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	A - Ağırlıklama			C - Ağırlıklama		
				Leq	L10	L90	Leq	L10**	L90**
Gürültü Kaynakları Çalışırken	1 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Açık)	19:00:17	19:05:17	52.9	57.6	48.1	60.4	57.6	48.1
	1 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Açık)	19:05:43	19:10:43	52.5	58.1	46.1	60.7	58.1	46.1
	1 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Açık)	19:11:17	19:16:17	52	57.3	47.2	60.5	57.3	47.2
	2 No'lu Ölçüm Noktası-1 (Cam Kapalı)	19:19:24	19:24:24	48.5	54.1	42.2	56.9	54.1	42.2
	2 No'lu Ölçüm Noktası-2 (Cam Kapalı)	19:24:38	19:29:38	48.8	54.9	45.1	57.2	54.9	45.1
	2 No'lu Ölçüm Noktası-3 (Cam Kapalı)	19:30:19	19:35:19	48.1	52.9	43.3	56.5	52.9	43.3

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Çizelge 14. Akşam 1 ve 2 No'lu Ölçüm Noktalarında Arka Plan Ölçüm Sonuçları

		Gürültü Ölçüm Sonucu							
Ölçüm Anı	Ölçüm Yeri/Konum	Ölçüm Başlangıç Zamanı	Ölçüm Bitiş Zamanı	Ölçüm Sonuçları					
				A - Ağırlıklama			C – Ağırlıklama		
				Leq	L10	L90	Leq	L10**	L90**
Gürültü Kaynakları Dururken	1 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Açık)	20:11:19	20:16:19	50.2	54.3	45.1	58.1	54.3	45.1
	2 No'lu Ölçüm Noktası (Cam Kapalı)	20:19:14	20:34:09	47.3	56.4	41.9	54.9	56.4	41.9

** İşaretiyle belirlenen parametrelere ait ölçümler kullanılacak cihazın uygun olmadığı durumda yapılmayabilir.

Yukarıdaki çizelgelerde arka plan ve kaynak çalışırken yapılan ölçüm değerleri verilmiştir. 1 ve 2 no'lu ölçüm noktalarında gürültü kaynağı çalışırken aynı zaman dilimi içerisinde 3 adet ölçüm gerçekleştiğinden bu 3 ölçüm içerisindeki en yüksek Leq değeri dikkate alınarak işlemlerin yapılması gerekmektedir. Bu nedenle 1 No'lu ölçüm noktasında en yüksek değer olan Leq = 52.9 dBA değeri, 2 No'lu ölçüm noktasında ise Leq = 48.8 dBA göz önüne alınarak işlemler yapılacaktır.

1 Nolu ölçüm noktasında;

Arka Plan + Kaynak = 52.9 dBA

Arka Plan = 50.2 dBA'dır.

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 15. Saf Gürültü Tablosu-7-

Desibellerde Çıkartma									
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10	
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0	
Kısaca		-2		-1				0	

Çıkarılacak iki değer aradaki fark aritmetik olarak bulunur.

$$\bullet 52.9 - 50.2 = 2.7 \text{ dB}$$

Bulunan değer en yakın sayıya yuvarlanır ve seviye farkı satırına konulur

Aradaki farkın 3 dB olduğu durumda tablodan „düzeltilme“ ile başlayan satırdaki karşılığı;

$$\bullet 3 \text{ dB}$$

Bulunan değer Arka Plan + Kaynak gürültü düzeyinden düşülür.

$$52.9 - 3 = 49.9 \text{ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)}$$

Arkaplanı aşma miktarı

$$49.9 - 50.2 = -0.3 \text{ dB}$$

Yapılan hesaplamadan da anlaşılacağı üzere 1 No'lu ölçüm noktasında akşam zaman diliminde gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kalmaktadır.

2 Nolu ölçüm noktasında;

Arka Plan + Kaynak = 48.8 dBA

Arka Plan = 47.3 dBA'dır.

Buna göre kaynağın saf gürültüsü tablodan hesaplanacak olursa;

Çizelge 16. Saf Gürültü Tablosu-8-

Desibellerde Çıkartma									
Seviye Farkı	3	4	5	6	7	8	9	≥10	
Düzeltilme	3	2.2	1.7	1.3	1	0.7	0.6	0	
Kısaca		-2		-1				0	

$$\bullet 48.8 - 47.3 = 1.5 \text{ dB}$$

Aradaki farkın 3 dB olduğu durumda tablodan „düzeltme“ ile başlayan satırdaki karşılığı;

• 3 dB

$48.8 - 3 = 45.8$ dB (Saf Kaynak Gürültüsü)

Arkaplanı aşma miktarı

$45.8 - 47.3 = 1.5$ dB

Yapılan hesaplardan da anlaşılacağı üzere akşam zaman diliminde 2 No'lu ölçüm noktasında gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kalmaktadır.

Literatüre bakıldığında yapılan çalışmaların genelinde yapılan gürültü ölçüm sonuçlarının yüksek çıktığı ve gürültü kirliliği probleminin olduğu görülmektedir. Tunçer (2013)'in Atakum Adnan Menderes Bulvarında eğlence yerleri kaynaklı gürültü kirliliği tespit etmek amacı ile yaptığı çalışma sonucunda, bölgede gündüz değerleri toplam 10 kez aşılrken, akşam değerleri 169 kez ve gece değerleri 12 kez aşılmıştır. Yani akşam saatlerinde gürültü rahatsız edici seviyede olmuştur. Zengin (2019)'e göre karayollarından kaynaklanan trafik gürültüsü en aktif gürültü kirliliklerinden birisidir. Yaptığı çalışmada, Erzurum kent merkezinde trafik akışının yoğunlaştığı yerlerde gürültünün boyutunun incelenmesi ve tedbirlerin alınması konusu ele alınmıştır. Gürültüden kaynaklı kirlilik çarpık ve sağlıksız şehirleşmenin en ciddi etkenlerinden biridir. Erzurum kent merkezinde gürültü modellemesi için trafiğin yoğunlaştığı dört yer tespit edilmiştir. Trafikten kaynaklı gürültünün akşam saatlerinde daha fazla olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde Eren (2018) Safranbolu ilçe merkezinde trafiğin ve turistlerin yoğun olduğu bölgelerdeki gürültü düzeylerinin belirlenmesi amacı ile yaptığı çalışmada, Safranbolu ilçe merkezine ait yaz ve kış mevsimlerinde hafta içi ve hafta sonu sabah, öğle ve akşam olmak üzere ölçümler yapmış ve Zengin'in yaptığı çalışmaya benzer sonuçlar elde etmiştir. Delikanlı ve ark. (2014)'nin Bartın'da araç trafiğinin gürültü kirliliğine yaptığı etkiyi belirlemek ve çevresel gürültü düzeyini ölçmek amacı ile yaptıkları çalışmada, sabahleyin ölçümlerin ortalama parazit seviyesi 65.9 dB (A) esnasında akşam ölçümlerin ortalama parazit seviyesi ise 68.9 dB (A) şeklinde saptanmıştır. Akşam saatlerindeki gürültü seviyesinin rahatsızlık verici olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Yapılan bu çalışmada da diğer çalışmalara benzer sonuçlar elde edilmiştir.

SONUÇ

Yapılan ölçümler önce harici kalibratör ile cihaz kalibre edilmiş, sonrasında TS İSO 1996-2 standardına göre minimum 5 dakika ve insan kulağının algılayabildiği ve yoğun olduğu aralık olan 40dB ile 120 dB aralığında yapılmıştır.

Çalışma bölgesinde gündüz ve akşam saatleri olmak üzere 32 ölçüm gerçekleştirilmiştir. Tesiste gürültüden en fazla etkilenen yapı olarak öngörülen ve tesisin bulunduğu oto yıkama grubunun olduğu cephede yaklaşık 20 m mesafedeki hastanenin 4. katında pencere açık ve kapalı olacak şekilde ölçümler alınmıştır. Bu ölçümlerden 4 tanesi pencere açık ve gündüz saatlerinde, 4 tanesi pencere kapalı ve gündüz saatlerinde, 4 tanesi pencere açık ve akşam saatlerinde, 4 tanesi ise pencere kapalı ve akşam saatlerinde, diğer 16 tanesi ise aynı noktalarda 2 adet olan kompresörün 1 tanesi kaldırılarak yapılmıştır. İşletmede ölçümler karayolu, komşuluk vb arka plan gürültüsünün minimum olacağı zaman diliminde gerçekleştirilmiştir.

Ölçümler incelendiğinde; gündüz zaman diliminde 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in altında kalmaktadır. Yapılan hesaplamalar sonucunda akaryakıt istasyonundan gündüz saat diliminde gürültü kaynaklarının rahatsız edici seviyede gürültü oluşturmadıkları görülmektedir. Akşam zaman diliminde 1 ve 2 No'lu ölçüm noktalarında gürültü seviyesi yasal sınır olan 5 dB'in üzerindedir. Yapılan hesaplamalar sonucu akaryakıt istasyonunda akşam saat diliminde gürültü kaynaklarının rahatsız edici seviyede gürültü oluşturdukları görülmektedir.

Akşam saatlerinde sessizliğin artması sonucunda tesiste oluşan gürültü rahatsız edecek boyuta ulaşmaktadır.

Ölçüm sonuçları incelendiğinde: Çevresel Gürültü Değerlendirilmesi ile Yönetimi Yönetmeliği (ÇGDY) 22-b Maddesinde;

“Gürültüye hassas kullanımları etkileyebilecek şekilde yakınında, bitişiğinde, altında veya üstünde faaliyetini sürdüren; her bir işyeri, atölye, imalathane ve benzeri işletmelerden hava yoluyla çevreye yayılan veya ortak bölme elemanları, ara döşemeler, tavan veya bitişik duvarlar aracılığıyla gürültüye hassas kullanımlara iletilen çevresel gürültü seviyesi Leq gürültü göstergesi cinsinden arka plan gürültü seviyesini 5 dBA’dan fazla aşamaz” denilmektedir.

Bu husus göz önüne alındığında ölçüm yapılan bu işletmenin sınır değerlere uygun çalışmadığı belirlenmiştir.

Yasal zorunluluklar dışında akaryakıt istasyonları tarafından ve belediyelerce alınacak bazı tedbirler ile de gürültü kirliliği önlenabilir veya azaltılabilir. İşletmede bulunan cihazın (jeneratör gibi) çevresi yalıtım malzemeleriyle kaplanarak sesin tek yönde çıkışı sağlanabilir ya da yarı açık veya kapalı alana alınabilir, sayı azaltılabilir. İşletmedeki yapı elemanları ve etkilediği alan göz önüne alınarak yapılacak mühendislik hesaplamalar ile gürültünün işletme dışına çıkmasını engelleyecek ses yalıtım çalışmaları yapılabilir.

Bu çalışmanın devamında işletmenin bulunduğu caddeye açılan ara yollar ile cadde üzerinde bulunan konutlarda da çevresel gürültü ölçümleri yapılarak gürültü dağılım modeli oluşturulabilir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

KAYNAKLAR

- Akdağ NY, Gedik GZ, Kiraz F, Şener B, 2017. Effect of Mass Housing Settlement Type on The Comfortable Open Areas in Terms Of Noise. Environmental Monitoring and Assessment, 189 (10): 504.
- Bıçakçı T, Selek Z, 2012. Trafikten Kaynaklanan Çevresel Gürültü Haritaları ve Çukurova Üniversitesi Kampüsü Örneği, Ç.Ü. Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 28 (2): 115-125.
- Bozkurt Z, Selek Z, 2019. Karayolu Ulaşımında Farklı Yol Kaplamalarının Çevresel Gürültü Seviyesine Katkılarının İncelenmesi: Adana Örneği. Politeknik Dergisi, 22 (2): 415-429.
- Bulunuz M, Akyün C, 2019. Bursa’da Bir Devlet Okulundaki Gürültü Düzeyi ve Akustik Ortamın Değerlendirilmesi. Milli Eğitim Dergisi, 48 (1): 535-552.
- Çeliker M, Yıldız O, Koçer NN, 2019. Evaluating Solid Waste Landfill Site Selection Using Multi-criteria Decision Analysis and Geographic Information Systems in the City of Elazığ, Turkey. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 25 (6): 683-691.
- ÇGDY, 2021. Çevresel Gürültünün Değerlendirilmesi ve Yönetimi Yönetmeliği, <https://www.cmo.org.tr/> (Erişim Tarihi: 25.03.2021).
- Choi CY, McPherson B, 2005. Noise levels in Hong Kong Primary Schools: Implications for Classroom Listening, International Journal of Disability, Development and Education, 52 (4): 345-360.
- Delikanlı NE, Yücedağ C, Kapdı A, 2015. Bartın Kentinde Araç Trafığından Kaynaklı Gürültü Kirliliği Üzerine Bir Ön Çalışma. Mühendislik ve Teknoloji Bilimleri Dergisi, 2 (2): 21-40.

- Downn CG, Stocks J, 1978. Environmental Impact of Mining. Applied Science Publishers, London-England.
- Eren S, 2018. Karabük İli Safranbolu İlçesi Gürültü Kirliliğinin Değerlendirilmesi ve Haritalandırılması, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Goldsmith, M. 2012, Discord: The Story of Noise, Oxford University Press. Oxford- England.
- Grebennikov L, 2006. Preschool Teachers' Exposure to Classroom Noise. International Journal of Early Years Education, 14 (1): 35-44.
- Hammer MS, Swinburn TK, Neitzel RL, 2014. Environmental Noise Pollution in The United States: Developing An Effective Public Health Response. Environmental Health Perspectives, 122 (2): 115-119.
- Ikenberrgy LD, 1974. School Noise and Its Control. Journal of Environmental Health, 36 (5): 493-499.
- Maisonneuve N, Stevens M, Ochab B, 2010. Participatory Noise Pollution Monitoring Using Mobile Phones. Information Polity, 15 (1-2): 51-71.
- Özce L, Ateş E, Bulduk İ, 2018. Bir İmalat Firmasında Gürültü Değerlendirilmesi. Mesleki Sağlık ve Güvenlik Dergisi, 18 (67): 30-36.
- Özden A, 2010. Temel Ses Bilgisi. T.C. Çevre ve Orman Bakanlığı Ölçüm ve İzleme Dairesi Başkanlığı. <http://halicevre.com> (Erişim Tarihi: 15.04.2021).
- Özgüven M, 2012. Kapalı Alanlarda Kullanılan Bazı Hasat Sonrası Tarım Makinalarının Gürültü Haritalarının İncelenmesi. Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi, 9 (3): 45-53.
- Pugh RJ, Jones C, Griffiths RD, 2007. The Impact of Noise in the Intensive Care Unit. In Intensive Care Medicine pp. 942-949, Springer, New York- USA
- Savaş S, 2019. İstanbul Kavacık Mevkiinde Tem Otoyolundan Kaynaklanan Gürültünün Haritalanması ve Gürültü Perdesi Modelinin Uygulanması, Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Sellappan E, Janakiraman K, 2014. Environmental Noise from Construction Site Power Systems and Itsmitigation. Noise&VibrationWorldwide, 14-20.
- Sezgin S, Mutlu A, 2017. Ülkemizde Gürültü Farkındalığı Sorunu: Şişli Örneği. Gazi Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi, 19 (2): 725-741.
- Sharland I, 1972. Woods Practical Guide to Noise Control, Woods of Colchester Ltd., England.
- Shield BM, Dockrell JE, 2008. The Effects of Environmental and Classroom Noise on the Academic Attainments of Primary School Children. The Journal of the Acoustical Society of America, 123 (1): 133-144.
- Soylu M, Gökkuş Ö, 2016. Endüstriyel Kaynaklı Gürültü Kirliliğinin Araştırılması ve Bir Tekstil Fabrikasında Uygulama Örneği. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi, 32 (2): 1-7.
- Torun FE, Bingül Z, 2014. Demiryollarından Kaynaklanan Çevresel Gürültü ve Erzurum İli Örneği. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 4 (4): 67-74.
- Tunçer B, 2013. Samsun Atakum İlçesi Eğlence Yerlerinden Kaynaklanan Çevresel Gürültü Düzeylerinin Belirlenmesi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Uyar S, 2018. Kapalı Bir Eğlence Ortamında Gürültü Ölçüm ve Değerlendirmesi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Yerli Ö, Genç A, Kaya E, 2019. Düzce Üniversitesi Konuralp Yerleşkesi Çevresel Gürültü Profiline Değerlendirilmesi. Düzce Üniversitesi Ormancılık Dergisi, 15 (2): 126-136.

Zengin U, 2019. Trafikten Kaynaklanan Çevresel Gürültü Haritaları ve Erzurum Şehir Merkezi Örneği, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).

Atf İçin: Ozturk G, Tutar F, Bulut M, 2022. Ku Band Uygulamaları İçin Geniş Açılı, Basit Dizayn Hibrit Metayüzey Polarizasyon Dönüştürücü. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 680-691.

To Cite: Ozturk G, Tutar F, Bulut M, 2022. Wide-Angle, Low Profile Hybrid Metasurface Polarization Converter for Ku Band Application. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 680-691.

Ku Band Uygulamalar İçin Geniş Açılı, Basit Dizayn Hibrit Metayüzey Polarizasyon Dönüştürücü

Gökhan ÖZTÜRK^{1*}, Fatih TUTAR¹, Mustafa BULUT¹

ÖZET: Bu çalışmada mikrodalga Ku bandı uygulamaları için metayüzey bazlı yansıtıcı lineer ve dairesel polarizasyon dönüştürücü amaçlandı. Önerilen mikrodalga aygıt, elektrik alan şiddeti y yönünde polarize gelen dalgayı x yönünde yansıtarak lineerden lineere polarizasyon dönüşümü sağlamaktadır. Bu amaçla önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücü 12 GHz-18 GHz aralığında %90 polarizasyon dönüşümü oranı (PCR) performansı ile çalışmaktadır. Ayrıca önerilen dizayn 11.01-11.19 GHz aralığında ve 20.79-22.08 GHz aralığında sağ eli polarizasyon dönüşümü gerçekleştirmektedir. Önerilen dizayn kolay erişilebilir FR-4 malzemesi ile dizayn edilmiş olup, metayüzey ve metal sonlandırma için metal olarak bakır seçilmiştir. Tasarlanan aygıtın eğik açı performansı 50 dereceye kadar %80 polarizasyon dönüşüm oranı performansı ile çalışmaktadır. Mikrodalga aygıtın fiziksel mekanizmasının anlaşılması için yüzey akım analizi güçlü rezonans bölgelerinde incelendi. Ayrıca fiziksel mekanizmasının daha iyi anlaşılması için eşdeğer devre yaklaşımı ile mikrodalga iletim hattı modeli gösterildi. Önerilen dizayn CST mikrodalga simülatörü ile dizayn edildi ve gerçek zamanlı uygulaması için geleneksel PCB teknikleri ile üretildi. Simülasyon sonuçlarının doğrulaması için üretilen aygıtın gerçek zamanlı ölçümleri serbest uzay ölçümleri kullanılarak deneysel olarak doğrulandı. Sonuçlar literatürde yer alan çalışmalarla kıyaslandı ve literatürde yer alan diğer Ku bandı polarizasyon dönüştürücülere kıyasla sadece lineer dönüşüm sağlamayıp aynı zamanda dairesel polarizasyon da sağlamaktadır. Ayrıca üretilen dizayn literatürde yer alan diğer Ku band uygulamalara kıyasla daha kolay erişilebilir materyal olan FR4 material ile dizayn edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polarizasyon, Metayüzey, Ku band

Wide-Angle, Low Profile Hybrid Metasurface Polarization Converter for Ku Band Application

ABSTRACT: In this study, metasurface based reflective linear and circular polarization converter was aimed for microwave Ku band applications. The proposed microwave device provides linear to linear polarization conversion in the x direction by reflecting the incoming wave polarized in the y direction of the electric field intensity. For this purpose, the proposed metasurface polarization converter works in the 12 GHz-18 GHz range with a 90% polarization conversion ratio (PCR) performance. In addition, the proposed design performs right-handed polarization conversion in the range of 11.01-11.19 GHz and in the range of 20.79-22.08 GHz. The proposed design was designed with easily accessible FR-4 material, and copper was chosen as the metal for the metasurface and metal termination. The oblique angle performance of the designed device works with 80% polarization conversion rate performance up to 50 degrees. In order to understand the physical mechanism of the microwave device, surface current analysis was investigated in strong resonance regions. In addition, the equivalent circuit approach and the microwave transmission line model are shown for a better understanding of the physical mechanism. The proposed design was designed with a CST microwave simulator and fabricated with conventional PCB techniques for real-time application. To verify the simulation results, the real-time measurements of the produced device were experimentally verified using free space measurements. The results were compared with the studies in the literature and compared to other Ku band polarization converters in the literature, it provides not only linear conversion but also circular polarization. In addition, the manufactured design consist of FR4 material, which is a more accessible material compared to other Ku band applications in the literature

Keywords: Polarization, Metasurface, Ku band

¹Gökhan ÖZTÜRK ([Orcid ID: 0000-0001-8106-0053](https://orcid.org/0000-0001-8106-0053)), Fatih TUTAR ([ORCID ID: 0000-0003-0668-3319](https://orcid.org/0000-0003-0668-3319)), Mustafa BULUT ([Orcid ID: 0000-0001-8251-4387](https://orcid.org/0000-0001-8251-4387)) Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Gökhan ÖZTÜRK, e-mail: gokhan.ozturk@atauni.edu.tr

GİRİŞ

Elektromanyetik dalgaların kontrolü, manipülasyonu ve polarizasyonu mikrodalga aygıtların performansı ve davranışı için önemli bir parametredir. Polarizasyon dönüştürücüler hassas polarizasyon gerektiren sensor, optik haberleşme, anten ve radar gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadırlar (Dutta ve ark.,2019). Polarizasyon elektromanyetik dalganın elektrik alan bileşenin zamanda nasıl ilerlediğinin bir göstergesidir. Polarizasyon ile elektromanyetik dalganın kontrol edilmesi başta radar olmak üzere, 5G antenler, uydu haberleşme, navigasyon gibi birçok mikrodalga aygıt çalışmaları için önem arz etmektedir (Fahad ve ark.,2020). Faraday etkisi, fotoelastik modülatörler, optik ızgara ve çift kırılma etkisi gibi geleneksel yöntemler kullanılarak elde edilen polarizasyon dönüştürücüler dar bant genişliği, yalnızca normal açılı geliş için çalışma, büyük hacim ve tasarım için yüksek kompleksiteye ihtiyaç duyar (Mutlu ve Ozbay.,2012). Son yıllarda bu dezavantajların üstesinden gelmek için metayüzeyler yapıları ile polarizasyon dönüştürücüler gerçekleştirilmiştir (Chen ve ark.,2016). Metayüzey yapıları negative kırılma indisi özelliği ve güçlü rezonans özelliği ile optic lensler (Kundtz ve Smith.,2010), antenler (Ziolkowski ve Erentok.,2006), enerji hasatı (Wang ve ark.,2015), sensörler (Withayachumnankul ve ark.,2013), görünmezlik pelerini (Schuring ve ark.,2006), emiciler (Landy ve ark.,2008) ve polarizasyon dönüştürücüler (Rahman ve ark.,2016; Dutta ve ark.,2019; Nguyen ve ark.,2021; Yang ve ark.,2021) gibi birçok mikrodalga aygıtlarında kullanılan periyodik yapılardır. Literatürde metayüzeyler ile oluşturulan bu polarizasyon dönüştürücüler bakır ve FR-4, F4B, Rogers gibi epoksi materyaller ile lineer ve dairesel polarizasyon mikrodalga aygıtları olarak tasarlanılmıştır. Metayüzeyler kullanılarak oluşturulan lineer polarizasyon dönüştüren aygıt tasarımlarında yüzde dönüşüm oranı (PCR), bant aralığı, kalınlık-hacim ve geliş açısı ve frekans bölgesi (GHz veya THz) performanslarına odaklanılmıştır (Fahad ve ark.,2020). Ayrıca bu tasarımlar metamalzemenin metal ile sonlandırılma durumuna göre yansıma veya iletim temelli olarak iki türlü gerçekleştirilmiştir (Dutta ve ark.,2019; Fahad ve ark.,2020). İletim türü ile yapılan yapılar şirhal malzemeler ile gerçekleştirilmesi ve S21 parametrelerinin de kullanılması ile daha karmaşık bir çözüm sunmaktadır. Doğrusal polarizasyonda iyonosfer kayıplarının yüksek olması, çok yollu pet kayıplarının yüksek olması, antenlerin yönlerine bağımlı olması dezavantajlarından dolayı bazı mikrodalga uygulamalarında dairesel polarizasyon tercih edilmektedir. Ayrıca anten yönelimlerinin zor olduğu uydu haberleşmesinde anten yönelimi olmaksızın veri aktarımı dairesel polarizasyon ile aşılmaktadır (Fahad ve ark.,2020).

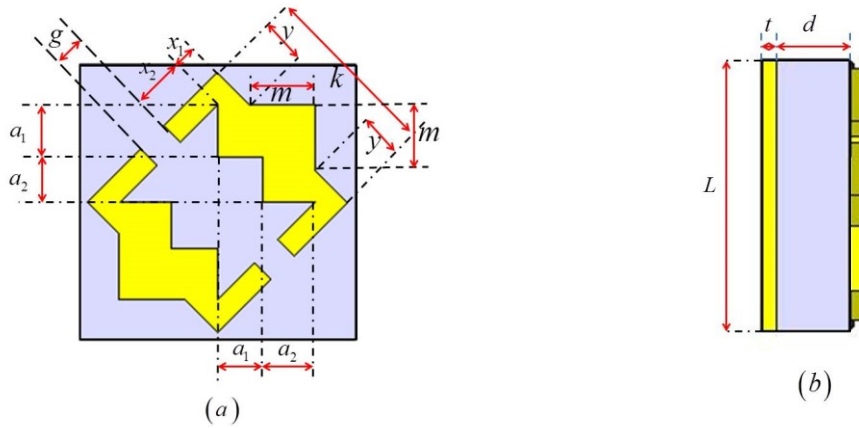
Lineer polarizasyon ile elde edilen çapraz polarizasyon dönüşüm çalışmalarında genellikle en az %90 polarizasyon dönüşüm performansı amaçlanmıştır. Bu çalışmaların hepsi alttaş olarak FR4, Rogers ve PTFE gibi epoksi materyaller kullanarak esnek ve transparan olmayan yapıda polarizasyon dönüştürücüler elde edilmiştir (Khan ve ark.,2019;Kamal ve ark.,2021). Bu çalışmalarda PCR ve ellipticity değerleri üzerinden lineer ve dairesel polarizasyon analizleri yapılmış ve bant genişliği, kompaktlık, eğik açı performansı açısından literatürdeki benzer çalışmalarla kıyaslanmıştır. Tek tabakalı yapıların dar bir bölge için PCR sağlama dezavantajları sebebi ile daha geniş bant aralıkları için kullanılan alttaşın dielektrik sabiti daha düşük seçilerek veya çok tabakalı yapılar kullanılarak daha geniş bant için PCR dönüşümü sağlanabilmiştir (Khan ve ark.,2019).

Bu çalışmada; FR4 alttaş olarak kullanılan metayüzey temelli yansıtıcı Ku band lineer ve dairesel mikrodalga polarizasyon dönüştürücü tasarımı gerçekleştirildi. Önerilen aygıt literatürde yer alan diğer Ku band polarizasyon dönüştürücülere kıyasla sadece lineer polarizasyon dönüşümü değil, aynı zamanda dairesel polarizasyon da gerçekleştirmektedir. Önerilen dizaynın simülasyon çalışmaları CST Studio simülasyon programında gerçekleştirilip, simülasyon ile elde edilen sonuçlar MATLAB

programı vasıtasıyla işlenerek sonuçlar elde edildi. Simülasyon çalışmalarının doğrulaması için simülasyonu yapılan dizayn gerçek zamanlı olarak üretilerek serbest uzay ölçümleri ile deneysel olarak doğrulandı. Organizasyonun kalan kısmı şu şekilde gerçekleştirildi. Materyal ve Yöntem kısmında önerilen dizaynın dizayn ve teorisi verildi. Bulgular ve Tartışma kısmında önerilen çalışmanın simülasyon sonuçları, fiziksel mekanizması yüzey akımları üzerinden açıklandı. Ayrıca kısmında ölçümler için kurulan deneysel ortam ve ölçüm sonuçları paylaşıldı ve elde edilen sonuçlar literatürdeki en güncel çalışmalar ile kıyaslanarak üstün yönleri ile yorumlandı.

MATERYAL ve METOT

Önerilen dizaynın birim hücresi Fig. 1’de gösterilmiştir. Figure 1 de görüleceği üzere yapının el alt kısmı iletkenliği $5.7 \times 10^8 \text{ S m}^{-1}$ iletkenliğe sahip $t=0.035 \text{ mm}$ kalınlıklı bakır malzeme ile sonlandırılmıştır. Yapının en üst kısmında yer alan metayüzey aynı bakır malzeme ile oluşturuldu. Yapının orta kısmında yer alan ve alttaş olarak kullanılan malzeme, dielektrik sabiti 4.3 ve kayıp tanjantı 0.025 olan ve kalınlığı $d=1.6 \text{ mm}$ olan FR-4 malzeme ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca figure 1 de verilen yapı için birim hücre uzunluğu $L=6 \text{ mm}$ ve metayüzeyi oluşturan diğer uzunluklar sırasıyla $x_1=0.5 \text{ mm}$, $x_2=1.15 \text{ mm}$, $y=1 \text{ mm}$, $m=1.41 \text{ mm}$, $a_1=1.12 \text{ mm}$, $a_2=1 \text{ mm}$ ve $k=4 \text{ mm}$ olarak seçildi. Ayrıca, tasarım yapılırken geniş bant aralığı için metayüzey diagonal düzlem üzerine anizotropik yapı sağlayacak şekilde seçildi (Rahman ve ark.,2020).



Şekil 1. Önerilen mikrodalga polarizasyon dönüştürücü aygıtının geometrisi (a) ön-yüz görünüşü (b) yan-yüz görünüşü

Önerilen mikrodalga aygıtın lineer polarizasyon dönüşümü için elektrik alan şiddeti y yönünde polarize olmuş dalga z yönünde metayüzey temelli polarizasyon dönüştürücüye doğru ilerlediğini kabul edelim. Zamanda harmonik bağımlılığı $e^{j\omega t}$ kabul ederek fazör uzayında gelen dalga aşağıdaki gibi ifade edilebilir;

$$\vec{E}^i = \hat{y}E^o e^{-jkz} \quad (1)$$

Burada \vec{E}^i gelen dalganın elektrik alan şiddetini ifade eder. Lineer polarizasyon için, y yönünde elektrik alan bileşenine sahip elektromanyetik dalga metayüzeye çarptıktan sonra aynı yönde (y yönü – eş polarizasyon) veya geliş düzlemin normali yönünde (x yönü-çapraz polarizasyon) yansıyacaktır. Bu durumda yansıyan dalga aşağıdaki gibi ifade edilir.

$$\vec{E}^r = (\hat{x}E^{rx} + \hat{y}E^{ry})e^{jkz} \quad (2)$$

Burada \vec{E}^r yansıyan dalganın elektrik alan şiddetini ifade eder. Elektrik alan şiddeti y yönünde polarize olmuş dalga için eş yansıma katsayısı $R_{yy} = E^{ry}/E^{iy}$ ve çapraz yansıma katsayısı $R_{xy} =$

E^{rx}/E^{iy} olarak elde edilebilir. Benzer şekilde elektrik alan şiddeti x yönünde polarize olmuş dalga için eş yansıma katsayısı $R_{xx} = E^{rx}/E^{ix}$ ve çapraz yansıma katsayısı $R_{yx} = E^{ry}/E^{ix}$ olarak elde edilebilir. Lineer polarizasyon konseptinin daha iyi anlaşılabilmesi için gelen dalga Şekil 2'de gösterildiği gibi u ve v eksenlerine ayrıştırılarak aşağıdaki gibi ifade edilebilir.

$$\vec{E}^i = \hat{u}E^{iu}e^{-j\varphi_{iu}} + \hat{v}E^{iv}e^{-j\varphi_{iv}} \quad (3)$$

Burada E^{iu}, E^{iv} gelen dalganın u ve v yönlerindeki elektrik alan bileşenlerini φ_{iu} ve φ_{iv} ise fazlarını göstermektedir. y yönünde elektrik alan bileşenine sahip z yönünde gelen dalganın, -z yönünde ve x yönünde elektrik alan bileşeni ile yansıması, u-v eksenlerinde ayrıştırılarak aşağıdaki gibi ifade edilebilir.

$$\vec{E}^r = \hat{u}r_{uu}E^{ru}e^{j\varphi_{ru}} + \hat{v}r_{vv}E^{rv}e^{j\varphi_{rv}} \quad (4)$$

Burada E^{ru}, E^{rv} yansıyan dalganın u ve v yönlerindeki elektrik alan bileşenlerini φ_{ru} ve φ_{rv} ise fazlarını göstermektedir. Ayrıca u ve v yönlerindeki yansıma katsayıları sırasıyla $r_{uu} = E^{ru}/E^{iu}$ ve $r_{vv} = E^{rv}/E^{iv}$ ile ifade edilebilir. Şekil 2 ye göre y yönünde polarize olmuş dalganın x yönünde yansıması için E^{iu} 'nun aynı genlikte ve yönde (+u yönünde) yansıması, zıtına E^{iv} 'nin aynı genlikte fakat zıt yönde yansıması gerekmektedir. Yani y polarize olmuş dalganın x polarize olarak yansıması için, u ve v yönlerinde yansıma katsayıları $|r_{uu}| \cong |r_{vv}| \cong 1$ ve faz olarak $\varphi_{uu} - \varphi_{vv} = 180^\circ$ olması gerekmektedir. Ayrıca lineer polarizasyon dönüşümünün oranı için, y polarize gelen dalga için polarizasyon dönüşüm oranı (PCR-Polarization Conversion Ratio) aşağıdaki gibi elde edilebilir (Khan ve ark.,2019).

$$PCR = \frac{|R_{xy}|^2}{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2} \quad (5)$$

Eşitlik 1' de benzer olarak x polarize gelen dalga için PCR, x ve y alt indislerinin yer değiştirmesi ile hesap edilebilir. Ayrıca, dairesel polarizasyon dönüşümünün hesaplanması için Stokes Parametrelerinin kullanılması yaygın olarak kullanılan yöntemdir (Papas,1965). Dairesel polarizasyon dönüşüm için Stokes parametreleri aşağıda verildiği gibi hesap edilebilir.

$$S_0 = |R_{xx}|^2 + |R_{yx}|^2 \quad (6)$$

$$S_1 = |R_{xx}|^2 - |R_{yx}|^2 \quad (7)$$

$$S_2 = 2|R_{xx}||R_{yx}|\cos\varphi \quad (8)$$

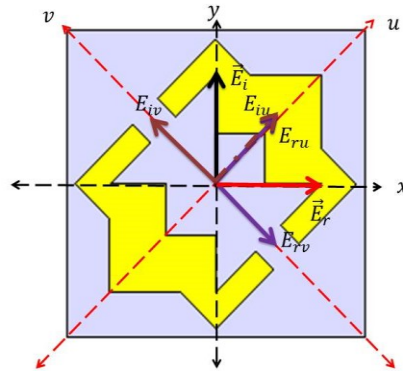
$$S_3 = 2|R_{xx}||R_{yx}|\sin\varphi \quad (9)$$

Stokes parametreleri kullanılarak dairesel polarizasyon hesabı, elipticity ($e = S_3/S_0$) değeri üzerinden bulunur (Khan ve ark.,2019). Elipticity değeri sinüs fonksiyonunun gereği olarak [-1,1] aralığında değişecektir. Dolayısıyla -1 değerine ulaştığı bölgelerde sol eli dairesel polarizasyon, +1 değerine ulaştığı bölgelerde ise sağ eli dairesel polarizasyon gerçekleşecektir. Böylesi bir durum için $|R_{xx}|$ ve $|R_{yx}|$ değerlerinin yaklaşık eşit ve φ değerinin $\pm 90^\circ$ olması gerektiği açıkça bellidir. Ayrıca dairesel polarizasyon analizi için eksenlerin oranı ile elde edilen bir başka analiz ise aksel oran (axial ratio-AR) analizidir. Polarizasyon dönüştürücü için aksel oran aşağıda verildiği gibi elde edilebilir.

$$AR = \sqrt{\frac{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2 + \sqrt{a}}{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2 - \sqrt{a}}}, \quad (10)$$

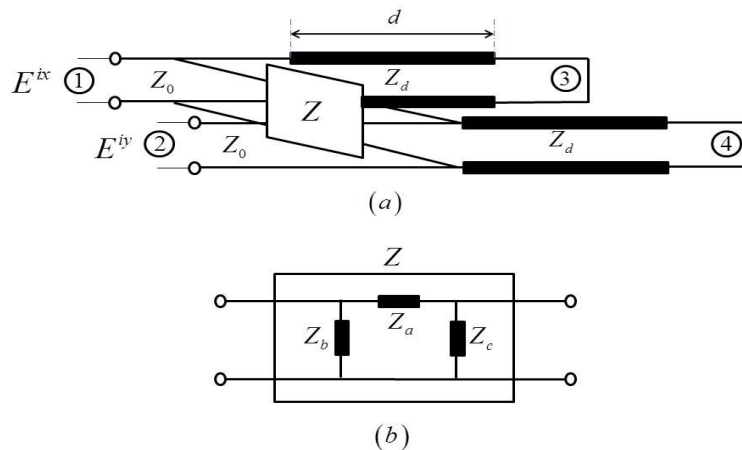
Burada,

$$a = |R_{xy}|^4 + |R_{yy}|^4 + 2|R_{xy}|^2|R_{yy}|^2\cos(2\Delta\varphi) \quad (12)$$



Şekil 2. y yönünde polarize dalganın x yönünde yansımalarının analizi için u-v eksenlerine ayrıştırılması

Önerilen Metamalzeme temelli polarizasyon dönüştürücünün fiziksel mekanizmasının daha iyi anlaşılması için toplu parametrelili (lumped) elementler kullanarak Bi-Foster eşdeğer devre analizi yapıldı (Pouyanfar ve ark.,2021). 4 portlu 2 iletim hattından oluşan transmisyon hattı ağ şebekesi için, eşdeğer devrede port 1 ve 2, elektrik alan şiddetleri x ve y yönlerinde polarize olmuş gelen dalgalar için, port 3 ve 4 ise metal sonlandırmadan dolayı kısa devreyi temsil etmektedir. Önerilen eşdeğer devre modeli şekil 7a de gösterildiği gibidir. Önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücünün FR-4 alttaş kalınlığı Z_d kalınlığı ile temsil edildi. Burada $Z_d = Z_o/\epsilon_r$ dir ve Z_o serbest uzay dalga empedansını gösterir. Ayrıca şekil 3a'da görüleceği üzere, metayüzey Z empedansı ile modellenmiştir ve modellenen Z empedansı şekil 3b'de gösterildiği gibi toplu parametreler cinsinden bir pi devresi ile modellenmiştir.



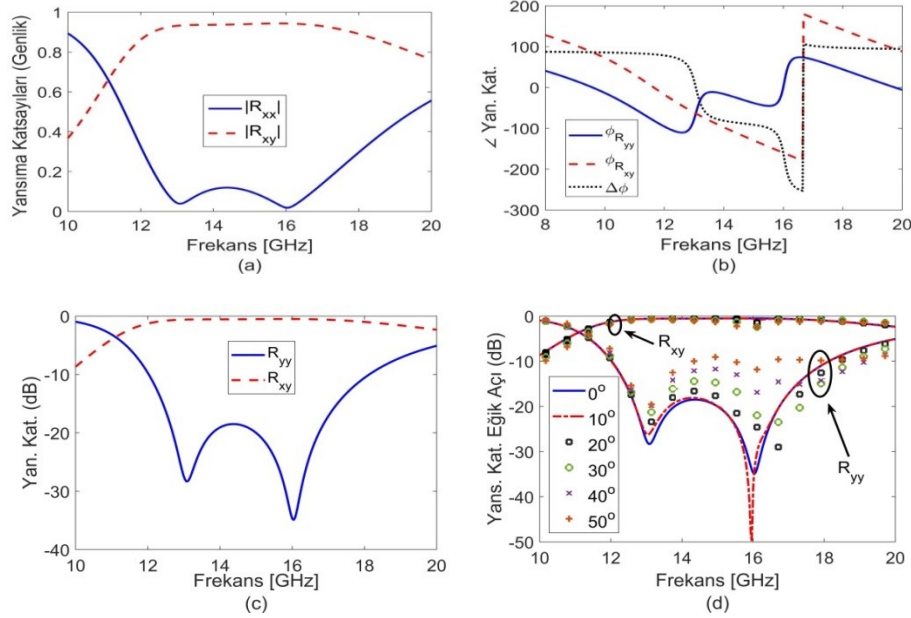
Şekil 3. Önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücünün (a) transmisyon hattı eşdeğer devre modeli (b) metayüzeyin toplu parametrelili elemanlar ile temsili

BULGULAR

Simulasyon Sonuçları

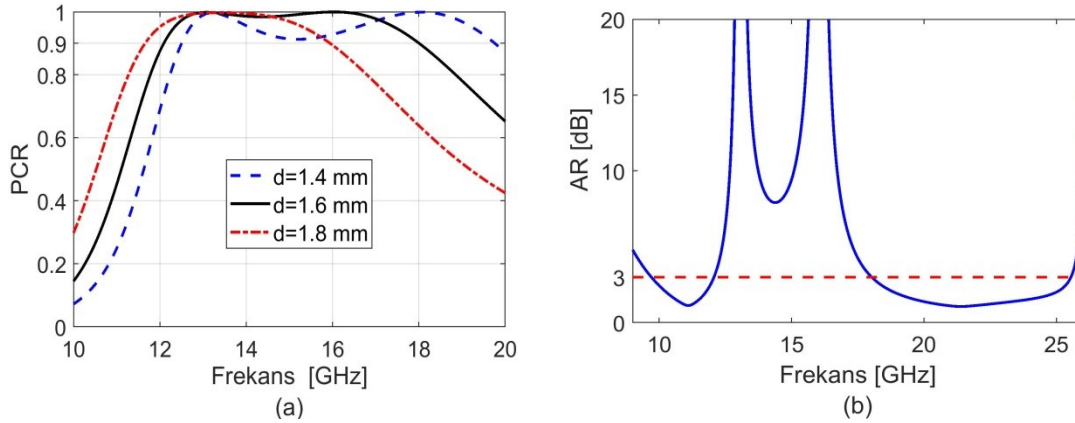
CST Studio simülasyon programında Şekil 1 deki gibi geometrisi verilen polarizasyon dönüştürücü dizayn edildi. Simulasyonun ayarları yayılma yönünde sınır şartlarının sonsuz (unitcell) seçilerek gerçekleştirildi. Ayrıca floquet sınır şartları seçilerek frekans domaininde

soğurum gerçekleştirildi. Simulasyon sonuçlarının hassas olması için, hexahedral mesh tipi birim hücre başına 30 mesh tipi seçilerek gerçekleştirildi. Şekil 4 de y yönünde polarize elektrik alan şiddetine sahip dalganın önerilen dizayna gönderilmesi durumunda, eş ve çapraz yansımaya katsayıları verilmiştir.



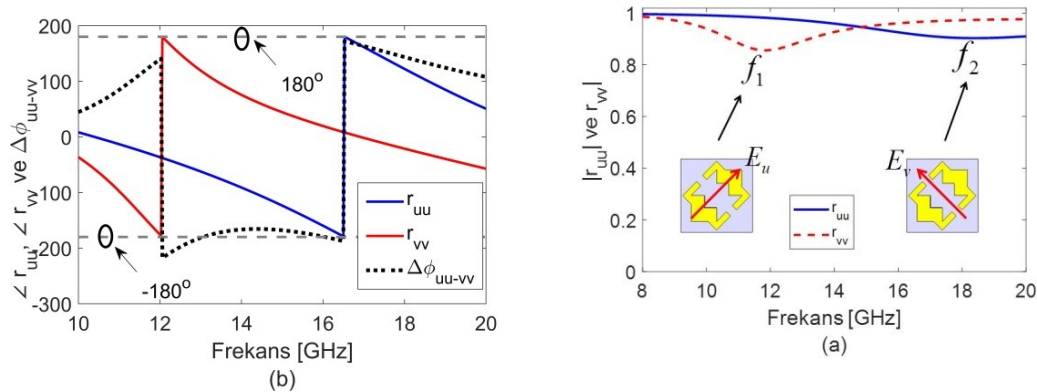
Şekil 4. Eş ve çapraz yansımaya katsayılarının (a) genlikte (b) Faz açıları ile (c) dB olarak normal geliş için ve (d) 50 dereceye kadar eğik açı altında dB olarak değişimi.

Şekil 4a'da eş ve çapraz yansımaya katsayıları genlik olarak verilmiştir. Şekil 4a da görüleceği üzere Ku bandı boyunca (12-18 GHz aralığında) eş yansımaya katsayısı sıfıra yaklaşırken, çapraz yansımaya katsayısı 1 e yaklaşmaktadır. Ayrıca güçlü rezonans frekansları olan 13.1 GHz ve 16.04 GHz frekanslarında eş yansımaya katsayıları sırasıyla 0.042 ve 0.023 değerlerine ulaşırken çapraz yansımaya katsayıları sırasıyla 0.93 ve 0.94 değerlerine ulaşmaktadır. Şekil 4b de eş ve çapraz yansımaya katsayılarının fazları verilmiştir. Şekil 4b de belirtildiği gibi, ϕ_{yy} , ϕ_{xy} 'nin frekans varyasyonundan daha büyük bir frekans varyasyonuna sahiptir ve $\Delta\phi$, normal geliş için 12-18 GHz bandında yaklaşık $90 \pm k\pi$ derece arasında değişir. Şekil 4(c-d) de normal geliş ve eğik açı altında eş ve çapraz yansımaya katsayılarının dB de değişimleri verilmiştir. Şekil 4c de görüldüğü gibi 12-18 GHz bölgesinde eş yansımaya katsayısı -10 dB nin altında, çapraz yansımaya katsayısı ise -0.66 dB civarında değişim göstermektedir. Ayrıca eğik açılı performans analizi için şekil 4d de görüldüğü gibi 50 dereceye kadar eş yansımaya katsayısı -8 db ve üzerinde seyrederken, çapraz yansımaya katsayısı -2.6 dB bölgesinde değişim göstermektedir. Önerilen dizaynın performansı, dielektrik alttaşın kalınlığı değiştirilerek analiz edildi. Bu amaçla $d=[1.4-1.8]$ mm arasında süpürüldü ve kalınlığa bağlı olarak PCR nin değişimi Şekil 5a da verildi. Şekil 5a da görüldüğü gibi en etkin PCR değeri $d=1.6$ mm kalınlığı için sağlandı. Ayrıca denklem .. kullanılarak axial ratio (eksenel oran) grafiği Şekil 5b de verildiği gibidir. Şekil 5b de görüldüğü üzere eksenel oran 9.72-12.06 GHz ve 18-25.56 GHz aralığında -3dB nin altında seyretmektedir.



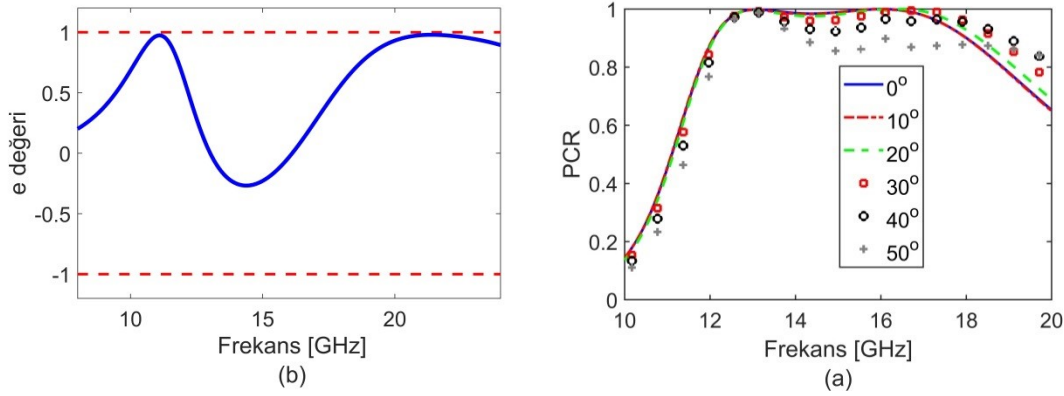
Şekil 5. Önerilen polarizasyon dönüştürücünün (a) d=1.4, d=1.6 ve d=1.8 GHz aralığı için PCR değişimi (b) eksenel oranı (AR)

Linear polarizasyon dönüşümünün gerçekleşmesi için u-v eksen analizi ile gerçekleştirilen u-v yönündeki yansımaya katsayıları ve bu yansımaya katsayılarının faz açıları belirtildiği gibi $|r_{uu}| \cong |r_{vv}| \cong 1$ ve faz olarak $\varphi_{uu} - \varphi_{vv} = \pm 180^\circ$ olması gerekmektedir. Linear polarizasyonun gerçekleştirildiği frekans aralığı olan 12-18 GHz bant aralığı için u ve v yönlerindeki yansımaya katsayılarının genliği ($|r_{uu}|$ ve $|r_{vv}|$) şekil 6a da gösterildiği gibi elde edilmiştir.



Şekil 6. u ve v yönlerindeki yansımaya katsayıları (a) r_{uu} ve r_{vv} büyüklükleri (b) r_{uu} ve r_{vv} fazları ve r_{uu} ve r_{vv} arasındaki faz farkı

Şekil 6(a-b) de görüldüğü gibi linear polarizasyonun gerçekleştiği 12-18 GHz bant genişliği arasında u ve v yönlerindeki yansımaya katsayıları ($|r_{uu}|$ ve $|r_{vv}|$) yaklaşık olarak 1 e gitmektedir. Ayrıca bu yönlerdeki yansımaya katsayıları arasındaki faz açısı $\varphi_{uu} - \Delta\varphi_{uu-vv} = \pm 180^\circ$ 'dir. Ayrıca u ve v yönlerinde uygulanan elektrik alan şiddetlerinin etkisi ile metayüzey f_1 ve f_2 frekanslarında eigen modlar tarafından uyarılmıştır (Zhao ve Cheng.,2016). Eşitlik 5 kullanılarak, önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücünün PCR performansını şekil 7a da gösterildiği gibi elde edildi. Şekil 7a da görüldüğü gibi önerilen dizaynın linear polarizasyon dönüşüm oranı 12-18 GHz bant genişliği arasında normal geliş için %90 üzerindedir. Ayrıca eğik açılı durum için 50 dereceye kadar PCR performansı %80 in üzerindedir. Önerilen dizaynın dairesel polarizasyon dönüşüm performansı için denklem 6-9 kullanılarak eliptisity değeri üzerinden yapılan analiz şekil 7b'de verilmiştir.



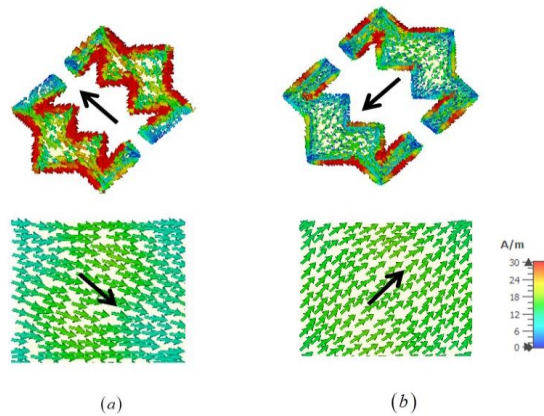
Şekil 7. (a) 50°'ye kadar normal ve eğik geliş açısı altında önerilen dönüştürücünün polarizasyon dönüşüm oranı (PCR) (b) önerilen dönüştürücünün eliptiklik değeri

Şekil 7b'de görüldüğü üzere eliptisite değeri 11.01-11.19 GHz ve 20.79-22.08 GHz aralıklarında +1 değerinde ulaşmaktadır. Kısım 2 de yapılan analiz ile bu bant genişliklerinde önerilen dizaynın sağ elli polarizasyon dönüşüm işlemi yaptığı açıktır.

Önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücünün fiziksel mekanizmasının daha iyi anlaşılması için yüzey akım analizi yapıldı. Metayüzey üzerine normal geliş ile gelen dalga, yüzey üzerinde oluşan elektrik ve manyetik akım dipolleri ile elektriksel ve manyetik yüzey akımlarının indüklenmesini sağlayacaktır. Bu amaçla tüm rezonans frekansları için rezonans yapan metal kısımlar üzerindeki akım dağılımları incelendi. Polarizasyon etkisi ile elektrik ve manyetik alanlar ile elektriksel ve manyetik akım yoğunlukları arasındaki ilişki aşağıdaki gibidir.

$$\begin{bmatrix} \vec{J} \\ \vec{M} \end{bmatrix} = j\omega \begin{bmatrix} \alpha_{ee} & \alpha_{em} \\ \alpha_{me} & \alpha_{mm} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \vec{E} \\ \vec{M} \end{bmatrix} \quad (13)$$

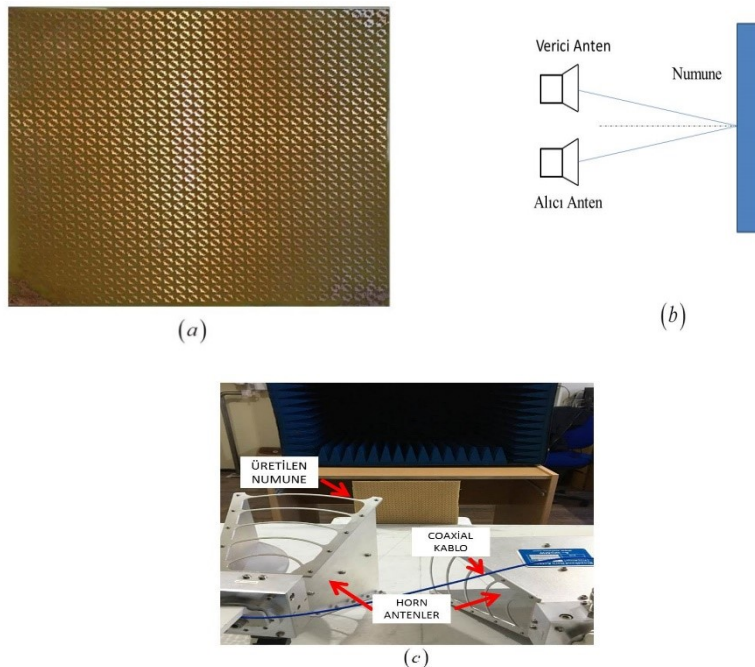
Burada \vec{J} ve \vec{M} elektriksel ve manyetik akım yoğunlukları olup, α_{ee} , α_{em} , α_{me} ve α_{mm} sırasıyla öz ve kapılı elektrik ve manyetik polarizasyonları ifade etmektedir. Önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücünün metayüzey ve sonlandırılmış bakır plaka üzerindeki akım dağılım grafikleri şekil 8 de verildi. Şekil 8(a-b) de yüzey akım dağılımları sırasıyla 13.1 GHz ve 16.04 GHz frekansları için verildi. Şekil 8(a-b) de görüleceği üzere her iki rezonans frekansında da yüzey akımları zıt kutuplanarak manyetik rezonansın gerçekleşmesini sağlamıştır.



Şekil 8. (a) 13.1 GHz için metayüzey ve metal sonlandırması üzerindeki yüzey akımlarının davranışı (b) 16.04 GHz için metayüzey ve metal sonlandırması üzerindeki yüzey akımlarının davranışı

Önerilen aygıtın üretimi ve deneysel sonuçlar

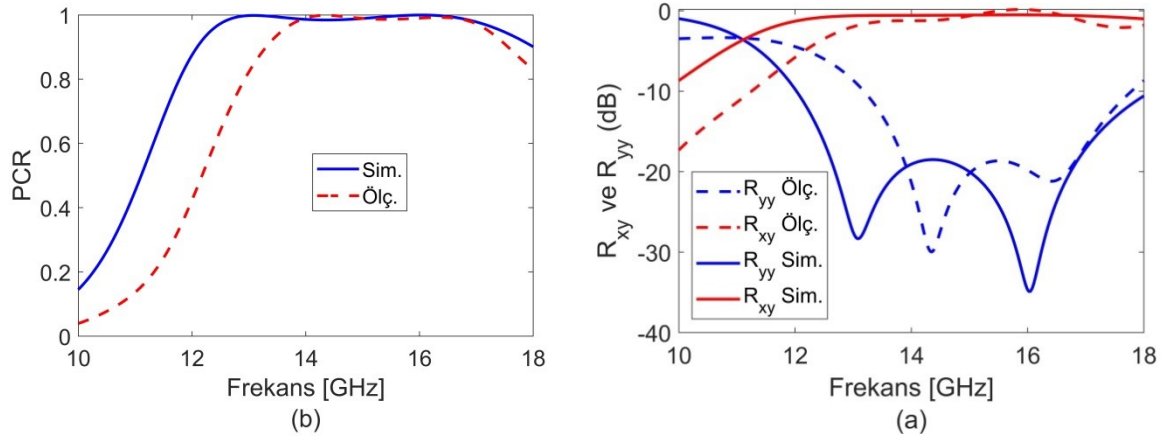
Şekil 9(a)'da görülebileceği gibi, 1.6 mm'lik bir FR4 alttaşı üzerinde 4.3 nispi geçirgenliğe sahip 961 meta-atom içeren (31x31) önerilen polarizasyon dönüştürücünün 200 x 200 mm²'lik bir prototipini ürettik ve test ettik. Önerilen dönüştürücünün imalatında geleneksel kart üretim süreci uygulandı. Serbest uzay mikrodalga ölçümleri için deneysel kurulum Şekil 9(b)'de gösterilmiştir. Gerçek zamanlı ölçümler için 26.5 GHz'e kadar S parametrelerini ölçebilen Keysight Technologies'den (model no: N9923A) bir vektör ağ analizörü (VNA) kullanıldı. Elektromanyetik sinyalleri önerilen polarizasyon dönüştürücüye yönlendirmek ve ondan yansıyan sinyalleri elde etmek için Pasternack Company marka iki horn anten kullanıldı. Bu antenler yaklaşık 20.4 cm yüksekliğe ve 16.0 cm genişliğe sahiptir. Ayrıca antenler ve VNA arasındaki bağlantı 120 cm uzunluğunda iki koaksiyel kablo aracılığıyla 1 ile 18 GHz arasında çalışacak şekilde ayarlandı. Ölçümler için TRL (Thru-reflect-line) kalibrasyon standardı kullanıldı. Kalibrasyon yapılırken transmisyon hattının ortasına yansıma için iletkenliği yüksek bakır plaka kullanıldı. Ayrıca kalibrasyon yapılırken iletimde, transmisyon hattının orta noktası için merkez frekansta 90°'ye gelen fazı yakalamak için port 2, $\lambda/4$ mesafesi olan 5 mm kadar Port 1 doğru kaydırıldı. Kalibrasyondan sürecinin ardından gerçek zamanlı ölçümler, karşılıklı horn antenler ile transmisyon hattı kurularak bu hattın ortasına üretilen numune konuldu ve eş yansıma katsayıları (S_{11} parametreleri) elde edildi. Çapraz yansıma katsayılarını elde etmek için horn antenler yanyana getirildi ve Port 2 ortogonal düzleminde 90° kaydırıldı. Çapraz yansıma katsayılarının elde edilmesi için sunulan senaryo Şekil 9b de gösterilmiştir. Bu senaryonun gerçekleştirilmesi için kurulan deney ortamının resmi şekil 9c de verildiği gibidir. Çapraz yansıma katsayılarının elde edilmesi için iletim saçılma parametreleri (S_{21}) ölçülmüştür.



Şekil 9. (a) Önerilen polarizasyon dönüştürücünün üretilmiş hali (b) Çapraz yansıma katsayılarının elde edilmesi için ölçüm senaryosu (c) Yansıma katsayılarının elde edilmesi için kurulan deney düzeneği

Elde edilen deneysel sonuçlar ve simülasyon sonuçları şekil 10 da verildiği gibidir. Şekil 10(a-b) de görüldüğü gibi deneysel ve simülasyon sonuçları büyük bir uyum içerisindedir. Ölçüm sonuçlarında frekanslarda gerçekleşen faz kaymaları ve genlikteki uyumsuzluklar üretilen malzemenin üretim

hataları, ölçümün tam soğurumlu odada yapılamaması ve ölçümlerin manuel olarak yapılmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 10. (a) Deneysel ve simülasyon olarak elde edilen eş ve çapraz yansıma katsayıları (b) Deneysel ve simülasyon olarak elde edilen PCR.

TARTIŞMA

Önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücünün performans analizini yapmak için literatürde yapılan benzer çalışmalarla kıyaslayıp üstün yönlerini tartışmak için Çizelge 1'i oluşturduk. Çizelge 1 de önerilen Ku bant metayüzey polarizasyon dönüştürücü literatürde yapılan diğer Ku band metayüzey polarizasyon dönüştürücüler ile bant genişliği, kalınlığı, alttaşı tipi, polarizasyon tipi ve eğik açı performansı açısından performansları kıyasladık.

Çizelge 1. Önerilen Ku band metayüzey polarizasyon dönüştürücünün referans (Nguyen ve ark.,2021)ve (Yang ve ark.,2021)ile kıyaslaması

Referanslar	Bant Genişliği [GHz]	Polarizasyon Tipi	Açı	Kalınlığı	Alttaş
(Nguyen ve ark.,2021)	12-18	LP-LP	45	1.6 mm (0.08 λ)	FR-4
(Yang ve ark.,2021)	11.9-18.05	LP-LP	45	1.5 mm (0.074 λ)	F4B7
(Fang ve ark.,2017)	6.9-15.4	LP-LP	45	3 mm (0.154 λ)	FR-4
(Zheng ve ark.,2018)	9.24-17.64	LP-LP	30	2 mm (0.089 λ)	FR-4
Bu çalışma	12-18 11.01-11.19 ve 20.79-22.08	LP-LP LP-CP	50	1.6 mm (0.08 λ)	FR-4

Çizelge 1 de görüldüğü gibi, önerilen metayüzey polarizasyon dönüştürücü diğer Ku band polarizasyon dönüştürücüler ((Nguyen ve ark.,2021; Yang ve ark.,2021; Fang ve ark.,2017) ile neredeyse aynı bant genişliğinde lineer polarizasyon dönüşümü gerçekleştirmektedir. Fakat bizim önerdiğimiz aygıt lineer dönüşümün yanı sıra ayrıca 11.01-11.19 GHz ve 20.79-22.08 GHz bant genişliklerinde sağ elli polarizasyon dönüşümü de yapmaktadır. Ayrıca önerilen dizayn (Nguyen ve ark.,2021; Yang ve ark.,2021; Fang ve ark.,2017; Zheng ve ark.,2018)'a göre daha geniş açılı durum için (50°) eğik açı performansı göstermektedir. Önerilen dizaynın kalınlığı (Nguyen ve ark.,2021) ve (Yang ve ark.,2021)e göre çok yakın olması rekabet edebilir, fakat (Fang ve ark.,2017; Zheng ve ark.,2018)' a göre daha ince bir kalınlığa sahip olduğunu ve ince uygulama gerektiren durumlar için tercih edilebilir seviyede olduğunu göstermektedir. Önerilen çalışmanın bir diğer üstünlüğü ise (Yang ve ark.,2021)'e göre pahalı ve zor bulunan F4B malzemesine nazaran, kolay erişilebilir ve ticari olarak ucuz elde edilebilir FR4 alttaşı ile gerçekleştirilmiş olmasıdır.

SONUÇ

Bu çalışmada mikrodalga Ku band (12-18 GHz) frekansları için metayüzey lineer ve dairesel polarizasyon gerçekleştirebilen yansıma temelli polarizasyon dönüştürücü amaçlandı. Önerilen dizayn 12-18 GHz aralığında %90 PCR performansı ile normal geliş altında ve eğik açı altında 50° ye kadar %80 PCR performansı gösterir. Önerilen dizayn lineer polarizasyon dönüşümünün yanı sıra 11.01-11.19 GHz ve 20.79-22.08 GHz bant genişliklerinde dairesel polarizasyon dönüşümü sağlamaktadır. Önerilen mikrodalga aygıtı üretilerek deneysel sonuçları ile simülasyon sonuçları doğrulandı. Ayrıca sonuçlar literatürde yer alan diğer Ku band metayüzey polarizasyon dönüştürücüler ile kıyaslandı ve sonuçlar gösterdiği bizim ürettiğimiz aygıt diğer Ku bant aygıtların sağladığı lineer polarizasyonun yanı sıra ayrıca dairesel polarizasyon avantajı ile hibrit bir rol üstlenmiştir. Ayrıca lineer polarizasyon performansı diğer çalışmalara kıyasla daha geniş eğik açı altında daha kolay erişilebilir alıtış olan FR4 ile daha yüksek performans göstermektedir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları, aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Chen HT, Taylor AJ, Yu N, 2016. A review of Metasurfaces: Physics and Applications. Reports on Progress in Physics, 79 (7): 076401.
- Chen HY, Wang JF, Ma H, Qu SB, Zhang JQ, Xu Z, Zhang AX, 2015. Broadband Perfect Polarization Conversion Metasurfaces. Chinese Physics B, 24 (1): 014201.
- Dutta R, Mitra D, Ghosh J, 2020. Dual Band Multifunctional Metasurface for Absorption and Polarization Conversion. International Journal of RF and Microwave Computer-Aided Engineering, 30 (7): 1-8.
- Fahad AK, Ruan C, Ali S, Nazir R, Haq TU, Ullah S, He W, 2020. Triple-Wide-Band Ultra-Thin Metasheet for Transmission Polarization Conversion. Sci Rep, 10 (1): 8810.
- Fahad AK, Ruan C, Nazir R, Haq TU, He W, 2020. Dual-Band Ultrathin Meta-Array for Polarization Conversion in Ku/Ka-Band With Broadband Transmission. IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, 19 (5): 856-860.
- Kamal B, Chen J, Yin Y, Ren J, Ullah S, Khan B, 2021. Broad-Band and Broad-Angle Linear and Circular Polarization Converting Metasurface. Journal of Electromagnetic Waves and Applications, inpress: 1-11.
- Khan MI, Khalid Z, Tahir FA, 2019. Linear and Circular-Polarization Conversion in X-band Using Anisotropic Metasurface. Sci Rep, 9 (1): 4552.
- Kundtz N, Smith DR, 2010. Extreme-Angle Broadband Metamaterial Lens. Nat Mater, 9 (2): 129-132.
- Landy NI, Sajuyigbe S, Mock JJ, Smith DR, Padilla WJ, 2008. Perfect metamaterial absorber. Phys Rev Lett, 100 (20): 207402.
- Mutlu M, Ozbay E, 2012. A Transparent 90° Polarization Rotator by Combining Chirality and Electromagnetic Wave Tunneling. Applied Physics Letters, 100 (5): 051909.
- Nguyen TQH, Nguyen TKT, Nguyen TQM, Cao TN, Phan HL, Luong NM, Vu DL, 2021. Simple Design of a Wideband and Wide-Angle Reflective Linear Polarization Converter Based on Crescent-Shaped Metamaterial for Ku-Band Applications. Optics Communications, 486:126773.

- Papas CH, 1965. Theory of Electromagnetic Wave Propagation. Dover Publications, No:2, s.118-126, New York-ABD.
- Pouyanfar N, Nourinia J, Ghobadi C, 2021. Multiband and multifunctional polarization converter using an asymmetric metasurface. *Sci Rep*, 11 (1): 9306.
- Qi Y, Zhang B, Liu C, Deng X, 2020. Ultra-Broadband Polarization Conversion Meta-Surface and its Application in Polarization Converter and RCS Reduction. *IEEE Access*, 8: 116675-116684.
- Schurig D, Mock JJ, Justice BJ, Cummer SA, Pendry JB, Starr AF, Smith DR, 2006. Metamaterial Electromagnetic Cloak at Microwave Frequencies. *Science*, 314 (5801): 977-980.
- UrRahman S, Amin F, Ahmed A, Yi W, Cao Q, 2020. Comment on “A Novel Ultrathin Wideband Metamaterial Absorber for X-Band Applications”. *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, 34 (4): 462-467.
- Wang H, Prasad SV, Mitchell A, Rosengarten G, Phelan P, Wang L, 2015. Highly Efficient Selective Metamaterial Absorber for High-Temperature Solar Thermal Energy Harvesting. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 137: 235-242.
- Withayachumnankul W, Jaruwongrunsee K, Tuantranont A, Fumeaux C, Abbott D, 2013. Metamaterial Based Microfluidic Sensor for Dielectric Characterization. *Sensors and Actuators A: Physical*, 189: 233-237.
- Yang X, Ding Z, Zhang Z, 2021. Broadband Linear Polarization Conversion Across Complete Ku Band Based on Ultrathin Metasurface. *AEU - International Journal of Electronics and Communications*, 138:153884.
- Zhao J, Cheng Y, 2016. A High-Efficiency and Broadband Reflective 90° Linear Polarization Rotator Based on Anisotropic Metamaterial. *Applied Physics B*, 122 (10): 1-7.
- Fang C, Cheng Y, He Z, Zhao J, Gong R, 2017. , Design of a wideband reflective linear polarization converter based on the ladder-shaped structure metasurface. *Optik*, 137: 148-155.
- Zheng Q, Guo C, Li H, Ding J, 2018. Broadband radar cross-section reduction using polarization conversion metasurface. *International Journal of Microwave and Wireless Technologies*, 10 (2): 197-206.

To Cite: Genç İ, İpek S, 2022. The Short Channel and Quantum Confinement Effects on Transfer Characteristics of Si NWMOSFET Depending on the Gate Length and Temperature. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 692-703.

The Short Channel and Quantum Confinement Effects on Transfer Characteristics of Si NWMOSFET Depending on the Gate Length and Temperature

İbrahim GENÇ^{1*}, Semran İPEK²

ABSTRACT: With advancements in nanomaterial synthesis, semiconductor device technology entered a new era with nanotechnology. In fact, quantum effects such as confinement and tunneling have played a significant role in device characteristics. In this work, we have investigated quantum ballistic transport properties of Si nanowire MOSFET (Si NWMOSFET) with 4 nm gate length. Since gate length is shorter than the electron wavelength in our Si NWMOSFET, ballistic transport in one dimension (1D) is expected to be the dominant mechanism for carrier transport. Therefore, the parameters which are crucial for efficient MOSFET operation such as gate length, temperature, gate voltage have been simulated using the density gradient method to present quantum confinement effect on device transfer characteristics. We have found that Si NWMOSFET has an I_{on}/I_{off} ratio $> 10^8$, which is close to ideal value for similar nano MOSFETs. Moreover, due to short channel, intersubband scattering can deteriorate 1D ballistic transport properties of Si NWMOSFET, especially in low temperatures.

Keywords: Si NWMOSFET, ballistic transport, 1D transport, short channel effect, quantum confinement

¹İbrahim GENÇ ([Orcid ID: 0000-0002-0976-2795](https://orcid.org/0000-0002-0976-2795)), Istanbul Medeniyet University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Electrical and Electronics Engineering, Istanbul, Turkey

² Semran İPEK ([Orcid ID: 0000-0003-4103-9510](https://orcid.org/0000-0003-4103-9510)), Istanbul Medeniyet University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Physics Engineering, Istanbul, Turkey

*Corresponding Author: İbrahim GENÇ, e-mail: ibrahim.genc@medeniyet.edu.tr, genc.ibrahim@gmail.com

INTRODUCTION

Field-effect transistors (FETs) consisting of three terminals, source, drain and gate electrodes, are crucial components of CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) devices to achieve energy efficient high speed switching. Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor (MOSFET) with long channel has transport characteristics based on a drift-diffusion model in which charge carriers (electrons and holes) are scattered by phonons, impurities or carriers themselves. These scattering events eventually deteriorate transport characteristics resulting in a decrease of drain current. Recent progress in top-down material synthesis and adaptation in current electronic devices have enabled the realization of nanowire structures in device applications such as FETs, memories(Lim et al., 2017), sensors(Li et al., 2004), light-emitting diodes(Q. Peng et al., 2004), and photovoltaic cells(Peng et al., 2005).

Notably, Si nanowire FETs (Si NWFET) are attracting much interest due to being the most compatible candidate for mainstream CMOS devices since today's conventional Si CMOS integrated circuit technology can readily be a production line to fabricate Si NWFET with the advantage of low cost. Particularly, Si NWFETs can push forward performance of scaled down CMOS. Recent experimental studies have demonstrated that Si NWFETs with ~ 10 nm or smaller nanowires using gate-all-around and(Singh et al., 2008) multigate or stacked architecture (Nair & Alam, 2007; Ng et al., 2009) have higher on-current than planar MOSFETs. Moreover, Si NWFETs have naturally quasi one-dimensional conduction because of restricted degree of freedom of carriers in nanowire apart from bulk Si. Owing to this restriction, mobile electrons in the conduction (or valence) bands of the Si NWFET form Bloch waves that must fit in the channel. This restricts momentum and propagation of the Bloch waves, enforced by periodic boundary conditions, in NW. Thus, all carriers are uniformly driven by the gate voltage leading to the suppression of current leakage (Bangsaruntip et al., 2009; Chhowalla et al., 2016).

However, up to now quantum confinement effects were mostly observed experimentally at ultralow temperatures within relatively large channel diameters (Trivedi et al., 2011). To be able to apply quantum characteristics to real device applications, the size of the channel must be sub-10 nm so that the quantum size effect can cope with thermal broadening. Also, Si NWFETs with diameters as small as 3 nm have been fabricated lithographically (top-down approach) on silicon-on-insulator (SOI) substrates (Singh et al., 2008; Trivedi et al., 2011) and their performance was enhanced at 300°K for sub-5 nm top-down patterned p-Si [110] NW FETs (Yi et al., 2011).

However, shorter channel lengths cause higher off-state currents, which are not desired, since some charge carriers between the source and drain electrodes cause current at such short channel lengths even under gate voltage that tends to suppress the current flow. Also, higher off-state currents cause higher static power, and consequently heat dissipation and temperature of the device increases(Colinge, 2004; Ferain et al., 2011). Electronic band structure (Neophytou, Paul, & Klimeck, 2008; Neophytou, Paul, Lundstrom, et al., 2008) and mobility (Buin et al., 2008; Jin et al., 2007) of Si nanowires are known to be highly sensitive to quantum confinement of carriers in sub-10 nm Si nanowires, even at room temperature. Due to this quantum confinement, mobility of carriers is high (Kim & Lundstrom, 2008) and multiple electronic sub-bands can contribute to the electronic conduction giving rise to exceptional conduction. However, quantum confinement induced effects can vanish at high temperature or drain bias (Jin et al., 2007) since carriers experience inter sub-band scattering under high drain bias. For practical reasons Si NWFETs should have I_{on}/I_{off} ratio at least 10^6 and I_{off} should be lower than the measurement limit ($\sim 10^{-15}$ A) at room temperature with millivolt range drain bias. Very recently, p-MOSFET made of Si nanowire have shown to exhibit p-type transfer characteristics with I_{on}/I_{off} ratio greater than 10^6 ,

subthreshold slope (SS) less than 100 mV/decade, I_{off} lower than the measurement limit ($\sim 10^{-15}$ A), and threshold voltage (V_T) of less than 2V (Trivedi et al., 2011; Zhang et al., 2018). Additional factors such as nanowire diameter, cross-sectional shape, crystal orientation, mechanical stress, and surface properties (Jung & Shin, 2013) of Si nanowires also significant to establish required $I_{\text{drain}}-V_{\text{drain-source}}$ ($I_d - V_d$) characteristics of Si NWFETs. In turn, these factors also change the electronic band structure of Si nanowires affecting the essential device transfer characteristics (Nehari et al., 2005).

Moreover, Si nanowire MOSFET with cylindrical gate all around architecture with gate length of 7 nm has shown to have higher $I_{\text{on}}/I_{\text{off}}$ ($\sim 4 \times 10^8$). Also gate all around nanowire Si MOSFET with gate length 16 nm has a slightly better short channel control compared to similar geometric size circular nanowires (Cho et al., 2008).

Very Recently, Si NWFETs has shown to exhibit gate dependence g-factor due to hole spins and can be operated as few-hole quantum dot. This can enable manipulation of hole spin resonance with microwave modulation on gate, offering fast electrically driven qubit systems (Voisin et al., 2016).

Consequently, considering Si NWFETs in integrated circuits, parameters such as Si NW channel length/width, on-off bias-gate voltage range, and temperature are utterly relevant for circuit designers to address the challenges of nano electronics. But these parameters all depend on electronic structure of Si NW. Still, device characteristics of Si NWMOSFETs having different geometrical properties and crystal symmetries are technologically and scientifically crucial to guide high-end experimental studies. Therefore, here we have studied quantum ballistic transport properties of sub-10 nm Si nanowire MOSFET (Si NWMOSFET) with [2-4 nm] gate length using state of art density gradient method. Since this method takes into consideration electronic structure effects implied in effective masses, we have comprehensively unveiled quantum transport characteristics of Si NWMOSFET with different gate lengths. We have calculated quantum ballistic transport properties depending on channel characteristics and temperature upon applied different gate and bias voltage to shed light on optimized device parameters governed strictly by electronic structure as such that short channel effects can be controlled electrostatically via gate.

MATERIALS AND METHODS

Structural Properties of Simulated Si NWMOSFET

The channel of the simulated Si NWMOSFET is formed by an intrinsic Si nanowire with a 3.2 nm square cross section, surrounded by an oxide layer of thickness 0.6 nm as shown in Figure 1. SiO_2 oxide layer determines the characteristic length of FET, thus it has been modeled explicitly. The oxide layer behaves as a quantum barrier (~ 3.15 eV) for the conduction band of Si [100] NW, which has 6 degenerate conduction bands splitting into two non-equivalent valleys with different effective masses. The initial length of the channel is 4 nm. The simulated Si NWMOSFET is confined in both [001] (top) and $[11\bar{0}]$ (sides) directions. This structure is well compatible with experimentally synthesized Si nanowires (Bollani et al., 2019).

Thus, the carriers (holes and electrons) are free to move through the channel only in the [110] direction in 1D regime. This restriction in moving direction leads to quantized energy level of electronic subbands. Since electronic structure of the channel strongly depends on the boundary conditions of quantum confinement, hence closely related to the geometric parameters of Si NWMOSFET, internal geometric parameters of NW affect the final transfer outputs of Si NWMOSFET. The simulated Si NWMOSFET has 3.2 nm width, which is very close to the wavelength of an electron (~ 10 nm), therefore Si NWMOSFET is expected to show ballistic conductance along the channel. Source and drain are made

of n-type doped Si with doping concentration of 10^{20} cm^{-3} . As the transfer performance of Si NWMOSFET is determined by the aspect ratio of the channel length (L) and channel width (W), we have investigated the MOSFET characteristics for varying L, under different drain bias and gate voltages.

From technological point of view, one of the most important challenges in minimizing MOSFET devices is to maintain the electrostatic dominance of the gate over the channel while suppressing short channel effects. In this study, the effect of the gate length, temperature, and gate voltage will be examined using density gradient method to model Si NWMOSFET characteristics by including quantum confinement effect. In addition, source and drain contacts are modeled as semi-infinite and in internal equilibrium. The Fermi levels for source and drain differ by the applied voltage V_d . Our approach also can be presented as a capacitive model as shown in Figure 1(a). In this model, capacitors are formed between each of three electrodes of the MOSFET and the channel competes to get electrostatic dominance over the channel. At atomic scale, dispersive character of the conduction band of Si NW changes depending on the applied gate voltage, leading to distinctive behavior of carriers and in turn device transfer outputs.

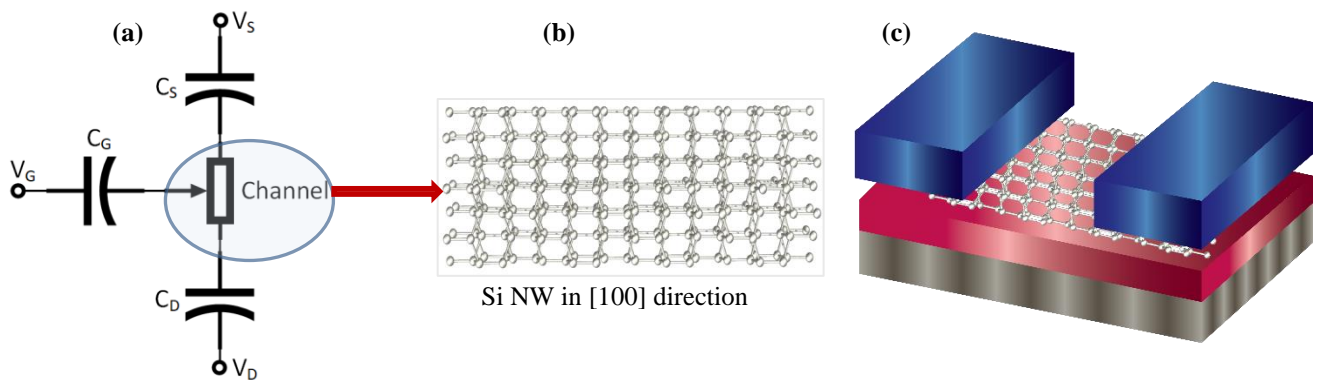


Figure 1 Si NWMOSFET circuit model. Cd, Cg, Cs are capacitances and Vd, Vg, Vs are voltages of drain, gate and source, respectively. (b) Atomic scale model of Si NW. It constitutes the channel of MOSFET (c) Si NWMOSFET with source and drain at top (gate is not shown for clarity)

Table 1. Parameters used in Si NWMOSFET device simulation using density gradient method. m_0 is rest electron mass ($9.10938356 \times 10^{-31} \text{ kg}$)

Parameters used in Si NWMOSFET simulation						
Channel Length (nm)	Doping concentration (source/drain) (cm^{-3})	Effective mass (in x direction)	Effective mass (in z direction)	Gate-metal work function(V)	Temperature ($^{\circ}\text{K}$)	Oxide layer thickness (nm)
4.0	10^{20}	$0.8 \cdot m_0$	$0.5 \cdot m_0$	4.5	300	0.6
2.2	10^{20}	$0.8 \cdot m_0$	$0.5 \cdot m_0$	4.5	77	0.6

Density Gradient Method

Density gradient (DG) method is particularly drift diffusion method with quantum confinement effects and well suited enough to engineer semiconductor devices in nanoscale (Ancona, 2011). Therefore, we have employed the DG method with quantum confinement effect to understand short channel effects and transfer characteristics of Si NWMOSFET. In this regard, Poisson's equation is solved iteratively and equation of state of electron (or hole) depends not only on density but also the gradient. That makes Density Gradient method suitable to calculate quantum effects in low dimensional

systems. Since applied drain and gate voltages (V_d and V_g) control the occupation of the allowed electronic states that can contribute to the current, the density of mobile carriers should be determined to understand and to tune output characteristics of NW MOSFETs. In addition, the density of mobile carriers in the channel dictates the channel potential as given in Eqn. (1). This channel potential changes depending on the carrier concentration in the channel. So, in order to determine the channel potential; Poisson's equation describing the relationship between charge concentration and channel potential must be solved self-consistently.

$$\nabla \cdot (\epsilon_s \nabla V) = -\rho \quad (1)$$

Here, ρ is charge density (C/m^3), ϵ_s permittivity (F/m) and V is the electric potential. The charge density has contributions from hole, electron, and ionized donor and acceptor concentrations as given in Eqn. (2).

$$\rho = q(p - n + N_d^+ - N_a^-) \quad (2)$$

$$J_n = q n \left(\mu_n \nabla E_{fn} + \left(\frac{(E_c - E_{fn})\mu_n + Q_{th,n}}{T} \right) \nabla T \right) \quad (3)$$

$$J_p = q p \left(\mu_p \nabla E_{fp} + \left(\frac{(E_v - E_{fp})\mu_p + Q_{th,p}}{T} \right) \nabla T \right) \quad (4)$$

Electron and hole current densities are calculated using Eqn. (3-4). E_c and E_v are the conduction band and valance band edges, $Q_{th,n}$ and $Q_{th,p}$ are non-equilibrium thermal diffusion coefficients (m^2/s), and T is the temperature.

$$E_c = -(V + \chi_0) \quad , \quad E_v = -(V + \chi_0 + E_g) \quad (5)$$

The conduction band edge and valance band edges depend on the electric potential of the device (V) as given in Eqn. (5). Here, χ_0 is the electron affinity of Si and E_g is the bandgap of Si NW. In DG theory, carrier concentrations are written in terms of quantum potentials as given in Eqn (6-7) using gradients of quantum potentials. These potentials are quantum corrections to incorporate quantum confinement in the channel along the circumference of wire and along the radial direction of Si NW.

$$\nabla \cdot (\mathbf{b}_n^{DG} \cdot \nabla \sqrt{n}) = \frac{\sqrt{n}}{2} \left(+E_c - E_{fn} + \phi_n - \frac{k_B T}{q} \ln(Nc[m]^3) \right) \quad (6)$$

$$\nabla \cdot (\mathbf{b}_p^{DG} \cdot \nabla \sqrt{p}) = \frac{\sqrt{p}}{2} \left(+E_c - E_{fp} + \phi_p - \frac{k_B T}{q} \ln(Nv[m]^3) \right) \quad (7)$$

In Eqn. (6-7), E_{fn} and E_{fp} are quasi Fermi levels and \mathbf{b}_n^{DG} , \mathbf{b}_p^{DG} effective mass tensors for transport directions and should be gathered from Schrödinger type calculations to include quantum confinement effects in short channels properly. Because in the ballistic (quasi-ballistic) transport regime, the mean free path of carriers (λ) is longer than (similar to) L ; charge carriers are only scattered by boundaries of the NW, giving rise to only contact resistance during electronic transport. Also, ϕ_n and ϕ_p are related to n and p , respectively as given in Eqn. (8).

$$n = e^{\frac{q\phi_n}{k_B T}} \quad , \quad p = e^{\frac{q\phi_p}{k_B T}} \quad (8)$$

The transverse and longitudinal effective masses of Si NW have been gathered from (Stanojević et al., 2010) for similar Si NW. Parameters used in the simulation have been given in Table 1.

RESULTS AND DISCUSSION

Quantum Confinement Induced Transfer Characteristics of Si NWMOSFET

It is known that Si NW with a diameter of ~ 3 nm is a direct semiconductor with a direct bandgap of 1.619 eV and its electronic band structure strongly depends on the nanowire width. The energy separation of discrete subbands (ΔE) in electronic band structure changes with the Si NW diameter (Luisier et al., 2006). For Si NW with a diameter of 3.2 nm, the energy difference between two band minima can be taken as 100 meV, which is calculated using tight-binding model (Stanojević et al., 2010). Moreover, confinement-induced 1D transport behavior is observable provided that the source–drain bias (qV_d) is smaller than ΔE subband separation energy.

Although short channel length can give rise to ballistic 1D transport in Si NWMOSFET channel, this ballistic transport can be deteriorated via intersubband scattering especially in low temperatures. Due to short channel length, quantum well is formed in the channel and this quantum confinement potential localizes carriers in the channel. With this confinement potential, energy quantization occurs and creates an infinite barrier against the movement of electrons normal to the x-y plane. Nevertheless, applying gate voltage changes this confinement potential, allowing more carriers to be injected into channel with applied gate voltage. Also, temperature can significantly alter the height of this quantum confinement potential. Figure 2 and Figure 3(a) show that lowering temperature to liquid nitrogen (77 K) increases the height of the quantum confinement potential. However, applying gate voltage has a drastic effect on the height of confinement potential even at room temperature as such that gate voltage lowers the confinement potential as depicted in Figure 2(a) and Figure 3(c). Lowering the confinement potential enables more carriers to be injected into channel upon application of gate voltage. At zero gate voltage, no conductive path from source to the drain is available so that no tunneling current can survive as opposite to Si NWMOSFET with 15 nm gate length in which the channel can not be fully depleted by the gate (Lim et al., 2017).

In addition, temperature also enables carriers to be mostly localized towards the gate (z- direction) as shown in Figure 3 (b). This suggests that the possible thermionic emission of carriers into gate can increase as temperature increases, allowing trapping/detrapping in the barrier material. Because, at high temperatures, electron concentration along z-direction penetrates more into the gate oxide region. Gate length also determines the electron concentration in the transport direction (x-direction) throughout the channel.

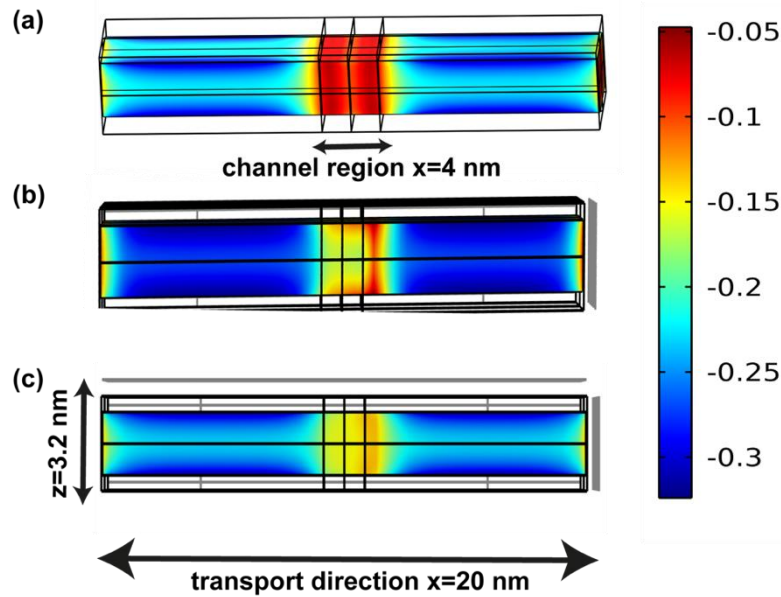


Figure 2 The change of quantum potential in Si NWMOSFET along the channel for (a) $V_g = 0 V$, $V_d = 0 V$, width=3.2 nm, $L_x = 4$ nm, and temperature $T=300^\circ\text{K}$, (b) $V_g = 0.4 V$, $V_d = 0.6 V$ and $T= 77^\circ\text{K}$, (c) $V_g = 0.4 V$, $V_d = 0.6 V$ and $T=300^\circ\text{K}$

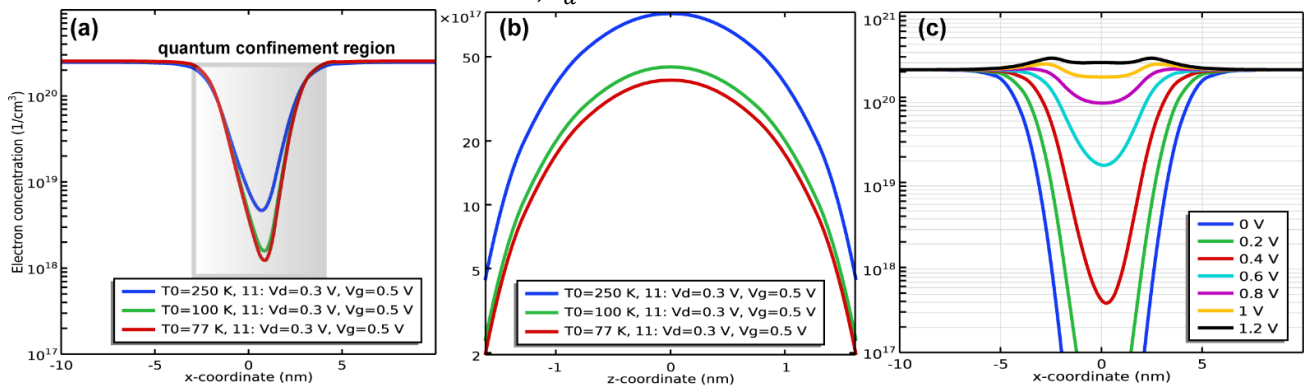


Figure 3 Electron concentration ($1/\text{cm}^3$); (a) along the transport direction (x coordinate) (b) towards the oxide barrier direction (z coordinate) for varying temperature, V_d and V_g 's. (c) Electron concentration in transport direction depending on the applied gate voltage

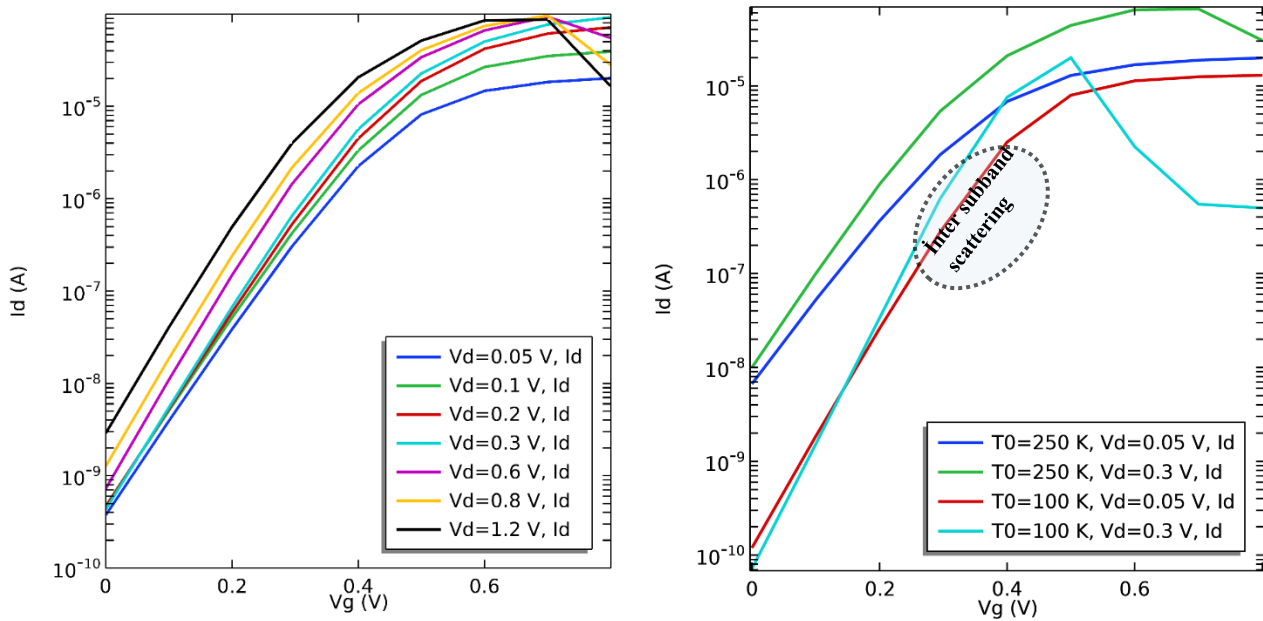


Figure 4 Change of I_d as a function of V_g in log scale for different values of V_d under varying gate voltages and at (a) room temperature (b) 100°K and 250°K for Si NW MOSFET with a channel length of 4 nm

We have also explored transfer characteristics to present the performance of Si NW MOSFET. Figure 4(a) demonstrates that the room-temperature $I_d - V_g$ characteristics are similar to those of an ordinary MOSFET except for the kinks in higher drain voltages. These kinks can be attributed to ballistic behavior of the Si NW MOSFET as confirmed with experimental (Cho et al., 2008) and theoretical (Kim & Lundstrom, 2008) studies for NW FETs. At a fixed drain voltage, varying the gate voltage changes the number of electron energy levels that can contribute to the current, because the band edge states are capacitively coupled to the gate electrode (Tsuchiya et al., 2006). Thus, conduction band edges come closer to the Fermi level as the drain voltage increases, so the number of current carrying modes in the electronic structure increases, consequently, I_d increases. Moreover, off state current is on the order of 10^{-9} A for lower drain voltages but off state current slightly increases with increasing drain voltages. It should be noted that our Si NW MOSFET has an I_{on}/I_{off} ratio on the order of 10^8 . This value is very close to ideal novel MOSFET device (Chhowalla et al., 2016). But this ratio changes with the swing of gate potential, which is still an eminent problem for current MOSFETs.

The subthreshold swing (SS) can be extracted from $I_d - V_g$ curves in the log scale. The SS values are for our Si NW MOSFET as high as 85 mV/dec, which is quite high as compared to GaN NW MOSFETs with similar geometry (Thingujam et al., 2020).

On the other hand, $I_d - V_g$ characteristics of Si NW MOSFET change with temperature as shown in Figure 4(b). At low temperatures, the current remains lower than that at higher temperatures, as can be seen from the log scale. We would expect that mobility increases at low temperatures because of reduced phonon scattering, thus, the current increase would be expected. However, the magnitude of the current increases as temperature goes up to 250°K due to reduction of intersubband scattering. Thus, the impact of the intersubband scattering becomes less significant as the temperature increases. In particular, drain voltage of 0.05 V is very close to ΔE for 4nm Si NW MOSFETs, suggesting possible intersubband scattering in low voltages.

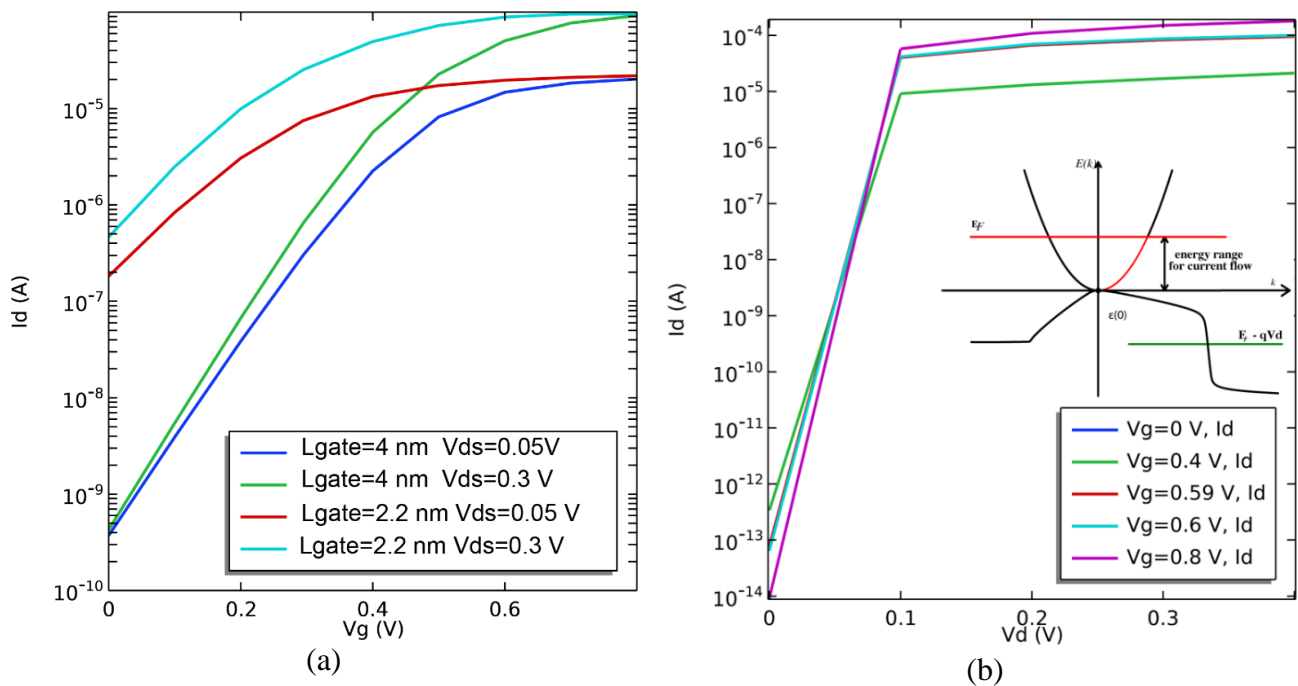


Figure 5 $I_d - V_d$ characteristics for (a) different gate lengths, L (b) for $L = 4$ nm and for different V_g values at room temperature (300°K)

Performance of Si NWMOSFET has also been simulated for different gate lengths of 4 and 2.2 nm. We have found that gate length of 4 nm is better in terms of off-current and I_{on}/I_{off} ratio as clearly given in Figure 5 (a). In 2.2 nm Si NWMOSFET, tunneling leakage current ruins the device performance. 2.2 nm is found to be limiting gate length for our Si NWMOSFET in terms of device operation. Although the 4 nm Si NWMOSFETs are expected to show significant short channel effect, its high effective mass makes it inherently has lower direct tunneling compared to similar MOSFET made of GaN (Luisier & Klimeck, 2010; Zhu, 2017).

Figure 5 (b) also shows the gate voltage effect on saturation current. Here, gate voltage lowers the conduction band states towards Fermi energy (E_f) as depicted in inset of Figure 5 (b) so that as V_d increases more subband carriers can contribute to current, and I_d rises. Saturation currents are higher at higher drain voltages compared to lower drain voltages. They have slightly different channel resistances because channel resistance is given as $R_{ch} = V_d/I_d$. When V_d is sufficiently small, I_d is nearly independent of V_g , and the channel conductance is constant as a characteristic behavior for 1D MOSFETs. Also, saturation drain voltage ($V_{d,sat}$) is independent of V_g as shown in Figure 5 (b).

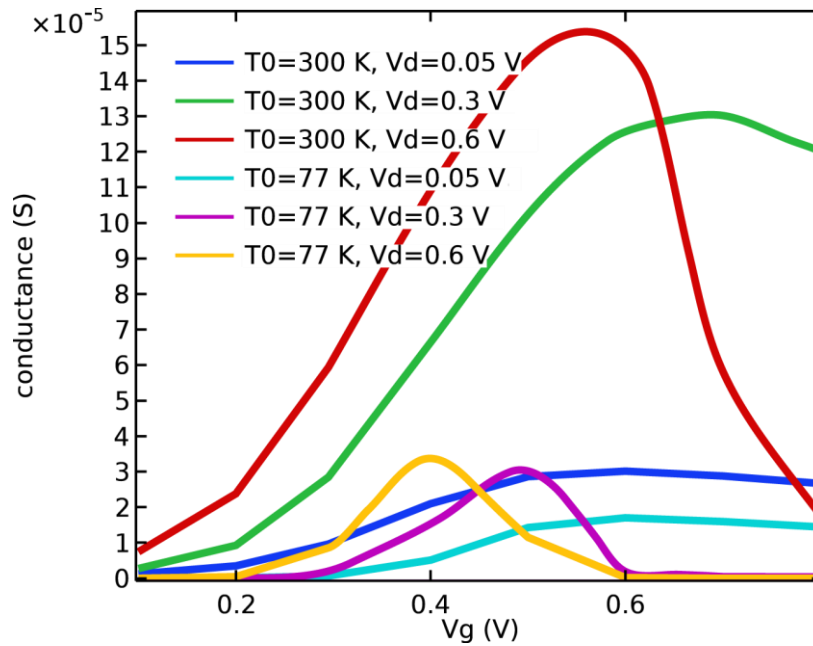


Figure 6 Transconductance vs V_g at room temperature and at liquid nitrogen temperature for varying V_d 's. The length of Si NW MOSFET is 4 nm and width is 3.2 nm

Conductance peaks indicate quantum confinement effect and are experimentally observed only at ultralow temperature and drain bias (Singh et al., 2006). However, observation of such oscillations in transconductance behavior can be possible to at room temperature only if the nanowire cross sectional area is sufficiently small compared to its length. The conductance peaks observed in our Si NW MOSFET smear out at lower temperatures due to intersubband scattering of carriers. Especially, at 77°K, with $V_d = 0.05$ V, the carrier scattering predominates the 1D transport features, thus, the conductance peak spreads. As temperature increases, intersubband scattering is mostly eliminated and 1D conductance peaks become more clear compared to lower temperatures, confirming ballistic 1D character of Si NW MOSFET. These conductance values are low compared to n-type InAs nanowire mosfet and Si NW MOSFET with gate length of 2 μ m and due to subband scattering (Jönsson et al., 2021; Zhu, 2017).

CONCLUSION

We have simulated Si NW MOSFET in terms of device parameters and temperature. We have found that quantum confinement induced effects are clearly seen in device transfer characteristics even at room temperature. This study would help to understand Si NW MOSFETs with a width of 3.2 nm and gate length of 4 nm in terms of strong confinement effects. Owing to quantum confinement of carriers in the channel, 1D ballistic transport features manifest themselves in device performance.

We have found that 2.2 nm gate length is a limiting case for this simulated device and intersubband scattering can dominate over phonon scattering, thus, the I_d decreases for lower temperatures as low as liquid nitrogen temperature. Since quantum confinement is a key impact to tune and extend performance and scalability of next-generation MOSFETs, theoretical studies would pave the way for that purpose.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by Istanbul Medeniyet University Scientific Research Projects Office under Project No. FB169.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Ancona MG, 2011. Density-gradient theory: A macroscopic approach to quantum confinement and tunneling in semiconductor devices. *Journal of Computational Electronics*, 10(1–2), 65–97.
- Bangsaruntip S, Cohen GM, Majumdar A, Zhang Y, Engelmann SU, Fuller NCM, Gignac LM, Mittal S, Newbury JS, Guillorn M, Barwicz T, Sekaric L, Frank MM, Sleight JW, 2009. High performance and highly uniform gate-all-around silicon nanowire MOSFETs with wire size dependent scaling. 2009 IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), 1–4.
- Bollani M, Salvalaglio M, Benali A, Bouabdellaoui M, Naffouti M, Lodari M, Corato S, Fedorov A, Voigt A, Fraj I, Favre L, Claude J, Grosso D, Nicotra G, Mio A, Ronda A, Berbezier I, Abbarchi M, 2019. Templated dewetting of single-crystal sub-millimeter-long nanowires and on-chip silicon circuits”, *Nature Communications*, 10(1): 5632.
- Buin AK, Verma A, Svizhenko A, Anantram MP, 2008. Significant Enhancement of Hole Mobility in [110] Silicon Nanowires Compared to Electrons and Bulk Silicon. *Nano Letters*, 8(2): 760–765.
- Chhowalla M Jena, D, ZhangH, 2016. Two-dimensional semiconductors for transistors. <https://doi.org/10.1038/natrevmats2016.52>
- Cho KH, Yeo KH, Yeoh YY, Suk SD, Li M, Lee JM, Kim MS, Kim DW, Park D, Hong BH, Jung Y, Hwang SW, 2008. Experimental evidence of ballistic transport in cylindrical gate-all-around twin silicon nanowire metal-oxide-semiconductor field-effect transistors. *Applied Physics Letters*, 92(5): 052102.
- Colinge JP, (2004). Multiple-gate SOI MOSFETs. *Solid-State Electronics*, 48(6): 897–905.
- Ferain I, Colinge CA, Colinge JP, 2011. Multigate transistors as the future of classical metal–oxide–semiconductor field-effect transistors. *Nature*, 479(7373): 310–316.
- Jin S, Fischetti Mv, Tang T, 2007. Modeling of electron mobility in gated silicon nanowires at room temperature: Surface roughness scattering, dielectric screening, and band nonparabolicity. *Journal of Applied Physics*, 102(8): 83715.
- Jönsson A, Svensson J, Fiordaliso E, Lind E, Hellenbrand M, Wernersson L, 2021. Doping Profiles in Ultrathin Vertical VLS-Grown InAs Nanowire MOSFETs with High Performance. *ACS Applied Electronic Materials*, 3(12): 5240-5247.
- Jung HE, Shin M, 2013. Surface-Roughness-Limited Mean Free Path in Si Nanowire FETs. <http://arxiv.org/abs/1304.5597>
- Kim R, Lundstrom MS, 2008. Characteristic features of 1-D ballistic transport in nanowire MOSFETs. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 7(6): 787–794.
- Li Z, Chen Y, Li X, Kamins TI, Nauka K, Williams RS, 2004. Sequence-Specific Label-Free DNA Sensors Based on Silicon Nanowires. *Nano Letters*, 4(2): 245–247.
- Lim D, Kim M, Kim Y, Kim S, 2017. Memory characteristics of silicon nanowire transistors generated by weak impact ionization. *Scientific Reports*, 7(1): 12436.
- Luisier M, Klimeck G, 2010. Simulation of nanowire tunneling transistors: From the Wentzel–Kramers–Brillouin approximation to full-band phonon-assisted tunneling. *Journal of Applied Physics*, 107(8): 084507.
- Luisier M, Schenk A, Fichtner W, Klimeck G, 2006. Atomistic simulation of nanowires in the $sp^3d^5s^*$ tight-binding formalism: From boundary conditions to strain calculations. *Physical Review B*, 74(20): 205323.
- Nair PR, Alam MA, 2007. Design Considerations of Silicon Nanowire Biosensors. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 54(12): 3400–3408.
- Nehari K, Cavassilas N, Autran JL, Bescond M, Munteanu D, Lannoo M, (2005). Influence of Band-Structure on Electron Ballistic Transport in Silicon Nanowire MOSFET's: an Atomistic Study, in *Proceedings of 35th European Solid-State Device Research Conference, ESSDERC 2005*, 229-232, doi: 10.1109/ESSDER.2005.1546627.

- Neophytou N, Paul A, Klimeck G, 2008. Bandstructure Effects in Silicon Nanowire Hole Transport. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 7(6): 710–719.
- Neophytou N, Paul A, Lundstrom MS, Klimeck G, 2008. Bandstructure Effects in Silicon Nanowire Electron Transport. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 55(6): 1286–1297.
- Ng RMY, Wang T, Liu F, Zuo X, He J, Chan M, 2009. Vertically Stacked Silicon Nanowire Transistors Fabricated by Inductive Plasma Etching and Stress-Limited Oxidation. *IEEE Electron Device Letters*, 30(5): 520–522.
- Peng K, Huang Z, Zhu J, 2004. Fabrication of Large-Area Silicon Nanowire p–n Junction Diode Arrays. *Advanced Materials*, 16(1): 73–76.
- Peng K, Xu Y, Wu Y, Yan Y, Lee ST, Zhu J, 2005. Aligned Single-Crystalline Si Nanowire Arrays for Photovoltaic Applications. *Small*, 1(11): 1062–1067.
- Singh N, Buddharaju KD, Manhas SK, Agarwal A, Rustagi SC, Lo GQ, Balasubramanian N, Kwong D, 2008. Si, SiGe Nanowire Devices by Top–Down Technology and Their Applications. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 55(11): 3107–3118.
- Singh N, Lim FY, Fang WW, Rustagi SC, Bera LK, Agarwal A, Tung CH, Hoe KM, Omampuliyur SR, Tripathi D, Adeyeye AO, Lo GQ, Balasubramanian N, Kwong DL, 2006. Ultra-Narrow Silicon Nanowire Gate-All-Around CMOS Devices: Impact of Diameter, Channel-Oriented and Low Temperature on Device Performance. 2006 International Electron Devices Meeting, 1–4. <https://doi.org/10.1109/IEDM.2006.346840>
- Stanojević Z, Baumgartner O, Sverdlov V, Kosina H, 2010. Electronic band structure modeling in strained Si-nanowires: Two band k p versus tight binding. 2010 14th International Workshop on Computational Electronics, 1–4. <https://doi.org/10.1109/IWCE.2010.5677927>
- Thingujam T, Son D, Kim J, Cristoloveanu S, Lee J, 2020. Effects of Interface Traps and Self-Heating on the Performance of GAA GaN Vertical Nanowire MOSFET”, *IEEE Transactions on Electron Devices*, 67(3): 816-821
- Trivedi K, Yuk H, Floresca HC, Kim MJ, Hu W, 2011. Quantum Confinement Induced Performance Enhancement in Sub-5-nm Lithographic Si Nanowire Transistors. *Nano Letters*, 11(4): 1412–1417.
- Tsuchiya H, Fujii K, Mori T, Miyoshi T, 2006. A quantum-corrected Monte Carlo study on quasi-ballistic transport in nanoscale MOSFETs. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 53(12): 2965–2971.
- Voisin B, Maurand R, Barraud S, Vinet M, Jehl X, Sanquer M, Renard J, De Franceschi S, 2016. Electrical Control of g-Factor in a Few-Hole Silicon Nanowire MOSFET. *Nano Letters*, 16(1): 88-92.
- Yi KS, Trivedi K, Floresca HC, Yuk H, Hu W, Kim MJ, 2011. Room-temperature quantum confinement effects in transport properties of ultrathin si nanowire field-effect transistors. *Nano Letters*, 11(12): 5465–5470.
- Zhang Q, Yin H, Meng L, Yao J, Li J, Wang G, Li Y, Wu Z, Xiong W, Yang H, Tu H, Li J, Zhao C, Wang W, Ye T, 2018. Novel GAA Si Nanowire p-MOSFETs With Excellent Short-Channel Effect Immunity via an Advanced Forming Process. *IEEE Electron Device Letters*, 39(4): 464-467.
- Zhu H, 2017. *Semiconductor Nanowire MOSFETs and Applications*, InTech.

Atıf İçin: Dinçer F, Karadağ F, 2022. Tekstil Fabrikalarında Öz Tüketim Modeli Güneş Enerjisi Santralinde Enerji Kalitesi Analizi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 704-714.

To Cite: Dinçer F, Karadağ F, 2022. Energy Quality Analysis in Self Consumption Model Solar Power Plant in Textile Factories. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 704-714.

Tekstil Fabrikalarında Öz Tüketim Modeli Güneş Enerjisi Santralinde Enerji Kalitesi Analizi

Furkan DİNÇER^{1*}, Fatih KARADAĞ¹

ÖZET: Gelişen teknoloji ve sanayileşme ile birlikte elektrik enerjisi tüketimi her yıl artış göstermektedir. Artan talebe karşı üretilen elektrik enerjisinin de yeni ve yenilenebilir enerji kaynakları arasından olması önem arz etmektedir. Fabrikalar kendi elektrik enerjisini kendi üretim yoluna giderken aynı zamanda bu durumlar enerji kalitesini de olumsuz olarak etkileyebilmektedir. Bu çalışmada bir tekstil fabrikasının öz tüketim modeli ile kurmuş olduğu güneş enerjisi santralinde enerji kalitesi ile ilgili yaşadığı sorunlar detaylı olarak analiz edilmiş ve ölçümler gerçekleştirilmiştir. Ölçüm metodu ve ölçümün nasıl gerçekleştirildiği konuları ile ilgili detaylı bilgiler de paylaşılmıştır. Enerji kalitesindeki sorun güneş enerjisi santralinin üretim performansını da olumsuz olarak etkilemekte ve düşük üretim yapmasına neden olmaktadır. Üretim performansın iyileştirilmesi, enerji kalitesinin düzeltilmesine bağlı olduğu için enerji kalitesinin iyileştirilmesi konusunda da çözüm önerileri sunulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Enerji kalitesi, Tekstil, Güneş Enerjisi, Kırpışma

Energy Quality Analysis in Self Consumption Model Solar Power Plant in Textile Factories

ABSTRACT: With the developing technology and industrialization, electrical energy consumption is increasing every year. It is important that the electrical energy produced against the increasing demand is among the new and renewable energy sources. While factories go to produce their own electrical energy, these situations can also negatively affect energy quality. In this study, the problems related to energy quality in the solar power plant that a textile factory built with a self-consumption model were analyzed in detail and measurements were made. Detailed information about the measurement method and how the measurement is carried out is also shared. The problem in energy quality also negatively affects the production performance of the solar power plant and causes low production. Since the improvement of the production performance depends on the improvement of the energy quality, solution suggestions are also presented for the improvement of the energy quality.

Keywords: Energy quality, Textile, Solar Energy, Flecker

¹Furkan DİNÇER ([Orcid ID: 0000-0001-6787-0850](https://orcid.org/0000-0001-6787-0850)), Fatih KARADAĞ ([Orcid ID: 0000-0002-0272-1376](https://orcid.org/0000-0002-0272-1376)) Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Furkan DİNÇER, e-mail: furkandincer@ksu.edu.tr

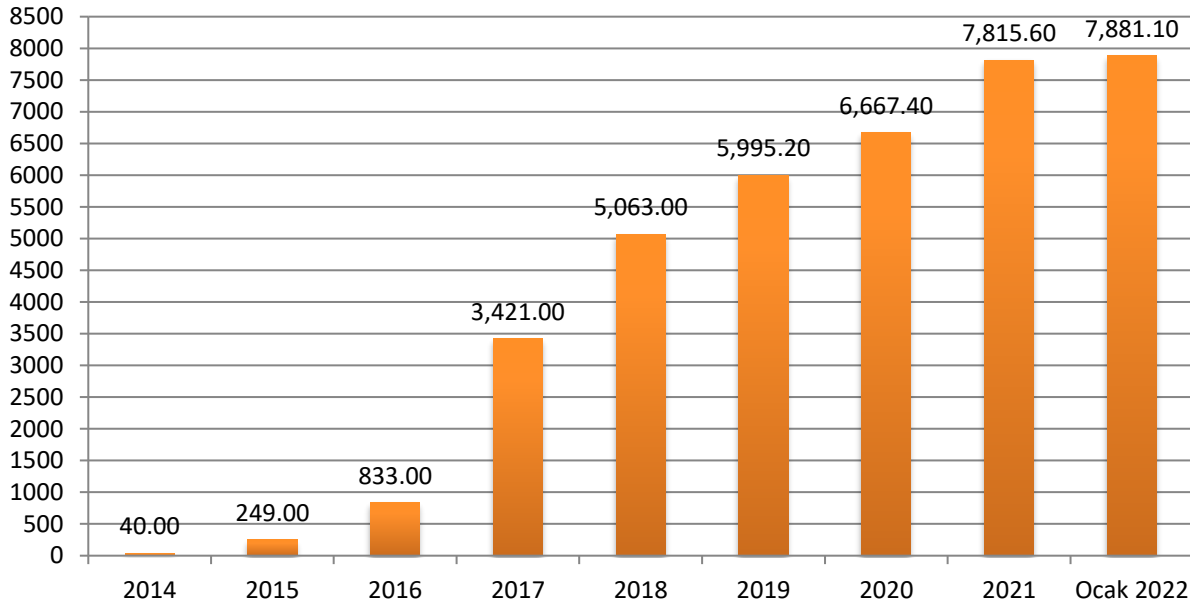
Bu çalışma, Fatih KARADAĞ'ın Yüksek Lisans Tez çalışmasından üretilmiştir.

GİRİŞ

Elektrik enerjisine olan ihtiyaç hızlı bir şekilde artmaktadır. Artan enerji talebini karşılamak için yeni ve yenilenebilir enerji kaynaklarına sahip elektrik enerjisi üreten santrallere ihtiyaç bulunmaktadır (Kahraman, 2019). Yeni ve yenilenebilir enerji kaynakları arasında en bol bulunan, sınırsız ve sürdürülebilir olan kaynak güneş enerjisidir. Güneş enerjisinden elektrik enerjisi üretiminde fotovoltaik panellerden yararlanılmaktadır. Fotovoltaik güneş enerjisi santrallerinin kurulu gücü hızlı bir şekilde artmaktadır (Rüstemli ve Ateş, 2012; Rüstemli ve ark., 2013a, Rüstemli ve ark., 2013b).

Ülkemizdeki elektrik enerjisi üretim santrallerinin toplam kurulu güç değeri Haziran 2021 TEİAŞ Kurulu Güç Raporuna göre (Teiaş, 2021) 98.162,4 MW olup, bu santrallerin 7.922 adedi ve 7.219,7 MW'lık kısmını güneş enerjisi santralleri oluşturmaktadır. Ülkemiz güneş enerjisinden elektrik enerjisi üretimi konusunda iyi bir konumda olmaktadır. Zamanla düşen maliyetlerle orantılı olarak kurulu güçlerde artış olmuştur ve olmaya devam etmektedir. Ülkemizin güneş enerjisinden elektrik üretimi için kurulu olan güç değerleri değişimi ve Ocak 2022 tarihli değerleri Şekil 1'de verilmiştir.

Kurulu Güç (MW)



Şekil 1. Ülkemizin güneş enerjisinden elektrik üretimi için kurulu olan güç değerleri değişimi ve Ocak 2022 tarihli değerleri (Teiaş, 2022)

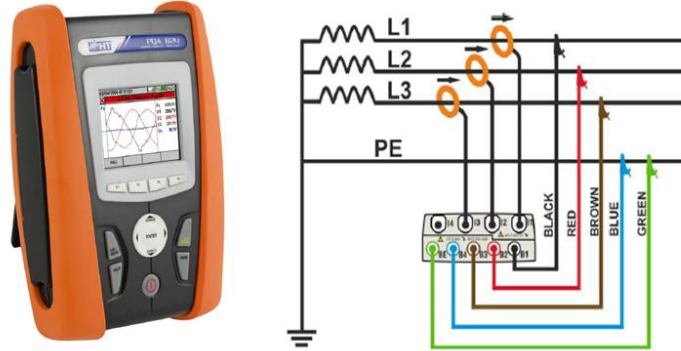
Güneş enerjisi santralleri kurulu gücü hızlı bir şekilde artarken enerji kalitesi konusunda çeşitli sorunları da beraberinde getirmektedir. Güneş enerjisi santralleri buldukları bölgenin elektrik enerjisi tüketim durumu, bağlı buldukları elektrik enerji dağıtım hatlarının karakteristik durumları, hat uzunluğu vb. faktörlere göre enerji kalitesi üzerinde çeşitli etkiler göstermektedir (Akkurt ve Taşdemir, 2021; Dikili ve ark., 2021). Bu etkenler genellikle; hatlarda gerilim yükselmesi, dalgalanma, fliker, ani geçişler vb. olarak üretici ve tüketiciler için sorun olarak ortaya çıkmaktadır.

Bu çalışmada bir güneş enerjisi santralinde enerji kalitesinde yaşanan bir sorun üzerine santralin enerji kalitesi deneysel olarak detaylı bir şekilde analiz edilmiş ve değerlendirilmiştir. Ölçüm metodu ve ölçümün nasıl gerçekleştirildiği konuları ile ilgili detaylı bilgiler de paylaşılmıştır. Enerji kalitesindeki sorun güneş enerjisi santralinin üretim performansını da olumsuz olarak etkilemekte ve düşük üretim yapmasına neden olmaktadır. Üretim performansın iyileştirilmesi, enerji kalitesinin

düzeltilmesine bağlı olduğu için enerji kalitesinin iyileştirilmesi konusunda da çözüm önerileri sunulmuştur.

MATERYAL VE METOT

Gerçekleştirilen güç kalitesi ölçümünde kullanılan güç kalitesi analizörü HT PQA824 mobil tip güç kalitesi analizörüdür. Şekil 2’de HT PQA824 güç kalitesi analizörü ve tesis için kullanılan ölçüm bağlantısı şeması gösterilmektedir. Bu model şebekede meydana gelebilecek güç kalitesi olaylarını da kayıt edebilen yüksek örnekleme frekansına sahip bir güç kalitesi kaydedicisi ve enerji analizörüdür. HT PQA824, IEC 61000-4-30 Ed.3’e göre Class B sınıfı güçlü ve güvenilir bir analizördür.



Şekil 2. HT PQA824 Güç Kalitesi Analizörü ve Tesis için Kullanılan Ölçüm Bağlantısı Şeması

Enerjinin üretilmesinden tüketilmesine kadar olan tüm süreçlerde harmonikler konusunda uyulması gereken kuralları belirleyen ulusal yönetmeliklerimiz ve uluslararası standartlar vardır. Bunlardan başlıcaları; Elektrik Dağıtım ve Perakende Satışına İlişkin Hizmet Kalitesi Yönetmeliği, Elektrik Şebeke Yönetmeliği, EN 50160-1999 Standardı, IEC 61000-4-30 Standardı, IEEE Std 519-2014 Standardı şeklindedir (Ünlüsoy, 2019).

Hizmet kalitesi yönetmeliği özellikle dağıtım tesisleri ve tüketicilerle ilgili, şebeke yönetmeliği ise her seviyede iletim tesisleriyle ilgili konuları ele almaktadır. EN 50160 şebeke enerji kalitesi konusunu ele alan Avrupa Standardı’dır. IEC 61000-4-30 standardı güç kalitesi parametrelerinin ölçümü ile ilgili kural ve teknikleri belirlemektedir. IEEE 519-2014 ise özellikle güç sistemlerinde harmonikler konusunu tüm yönleriyle ele alan standarttır. Ulusal yönetmeliklerimiz genellikle bu standartlar referans alınarak hazırlanmıştır. TS EN 50160 Enerji Kalite Standardı göz önünde bulundurulmuştur (Orucu, 2020).

Elektrik enerjisinin gerilim frekansı açısından kaliteli olarak değerlendirilebilmesi için, TS EN 50160 standardına göre enterkonnekte sisteme bağlı sistemlerin besleme gerilimi anma frekansının normal çalışma şartları altında 1 yıl boyunca ölçülen ve 10 saniyelik ortalama değerlerinin % 99.5’i, şebeke frekansı 50 Hz’in \pm % 1 (49.5 Hz-50.5 Hz) aralığında olmalıdır (Elektrik Piyasası Şebeke Yönetmeliği, 2021).

Elektrik enerjisinin gerilim genliği açısından kaliteli olarak değerlendirilebilmesi için, enterkonnekte sisteme bağlı sistemlerin besleme gerilim genliğinin normal çalışma şartları altında 1 hafta boyunca ölçülen ve 10 dakikalık ortalama değerlerinin % 95’i, şebeke gerilim genliğinin \pm % 10, tamamının +% 10 - % 15 aralığında olması gerekmektedir.

TS EN 50160 standardına göre elektrik enerjisinin dengeli bir gerilim olarak değerlendirilebilmesi için, besleme gerilimi negatif faz sıralı bileşenin 1 hafta boyunca ölçülen ve 10 dakikalık ortalama değerlerinin % 95’i, pozitif faz sıralı bileşenin % 2’sini aşmamalıdır (Elektrik Piyasası Bağlantı ve Sistem Kullanım Yönetmeliği, 2022).

Elektrik enerjisi besleme gerilimi dalga şeklinin kaliteli olarak değerlendirilebilmesi için, 1 hafta boyunca ölçülen harmonik gerilimlerinin 10 dakikalık ortalama değerlerinin % 95'i Tablo 1'de belirtilen değerlere eşit ya da daha az olmalıdır. Akım dalga değerlerinin ve şeklinin kaliteli enerji olarak değerlendirilebilmesi için ölçüm süresi boyunca ölçümü yapılan her bir akım harmoniğinin etkin değerinin Çizelge 1'de belirtilen değerlerden küçük veya bu değerlere eşit olması gerekmektedir.

Toplam harmonik bozulma (THB): Gerilim harmonik bileşenlerinin etkin değerlerinin kareleri toplamının karekökünün, ana bileşenin etkin değerine oranı olan ve dalga şeklindeki bozulmayı yüzde olarak ifade eder (Kürker ve ark., 2018). U_h , harmonik bileşenlerin gerilim etkin değerleri (V), U_1 , Gerilimin kaynağının etkin değeri (V) ifade eder (Maraşlıoğlu, 2018);

$$THB_V = \frac{\sqrt{\sum_{h=2}^{40} (U_h)^2}}{U_1} \times 100 \quad (1)$$

şeklindedir. Toplam Harmonik Bozulma (THB) Limit Değerler, Çizelge 1'de sunulmuştur (Kürker ve ark., 2018).

Çizelge 1. 34,5 kV ve altındaki gerilim seviyesinde uygulanan gerilim harmonikleri sınır değerleri

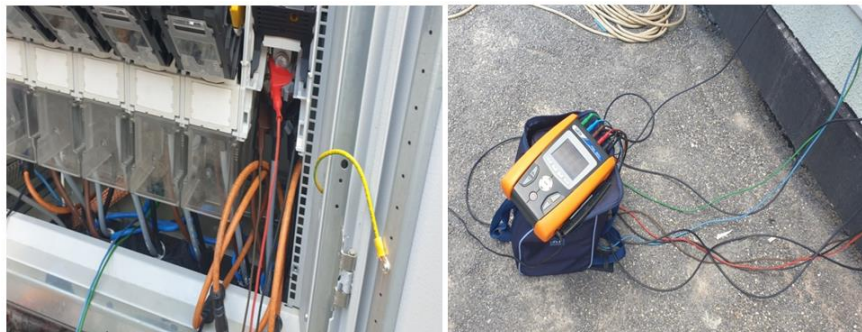
Tek Harmonikler				Çift Harmonikler	
Harmonik Sırası (h)	Sınır Değer (%)	Harmonik Sırası (h)	Sınır Değer (%)	Harmonik Sırası (h)	Sınır Değer (%)
3	5	15	0,5	2	2
5	6	17	2	4	1
7	5	19	1,5	6-24	0,5
9	1,5	21	0,5		
11	3,5	23	1,5		
13	3	25	1,5		

THB için sınır değer 34.5 kV'a kadar olan tesislerde % 5 altında değerler güvenilirdir. THB için % 8 'in üzeri değerler maksimum sınır değeridir. Ayrıca 3. harmonik % 5'in, 5. harmonik % 6 değerinin, 7. harmonik % 5'in altında olmalıdır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, 22.05.2021 saat 11:30 ile 27.05.2021 saat 15:00 arasında gerçekleştirilen ölçümlerde kayıt edilen veriler ile bilgisayar destekli sayısal analiz programlarında gerçekleştirilen analiz sonuçlarına ait değerler paylaşılmıştır. Ölçümler; TESİS-2, 3 ve 4 adlı tesisler için yapılmıştır. Belirtilen bu üç tesis de güneş enerjisi santralidir. Her bir santralin gücü 999 kWe şeklindedir. Analiz çalışmalarında Topview 2.2.0.8. paket programı kullanılmıştır. Şekil 3'te HT PQA824 güç kalitesi analizörü ölçüm bağlantısı – Monoblok gösterilmiştir.

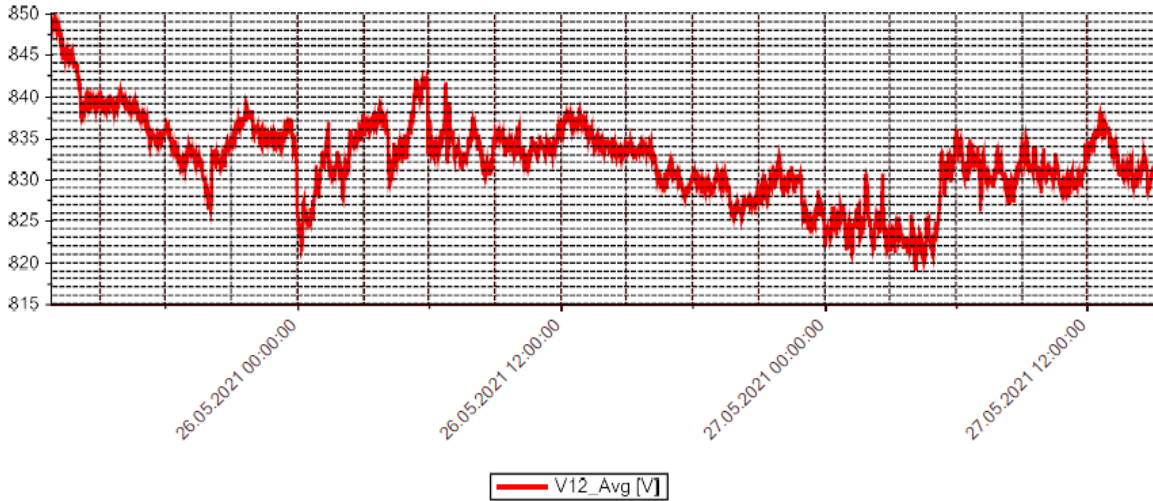
Tesis çalışma gerilimi faz-faz 800 V AC olarak ölçülmüştür. Yükseltici bir trafo ile 800 V AC gerilim değeri 31,5-33 kV seviyesine yükseltilmektedir.



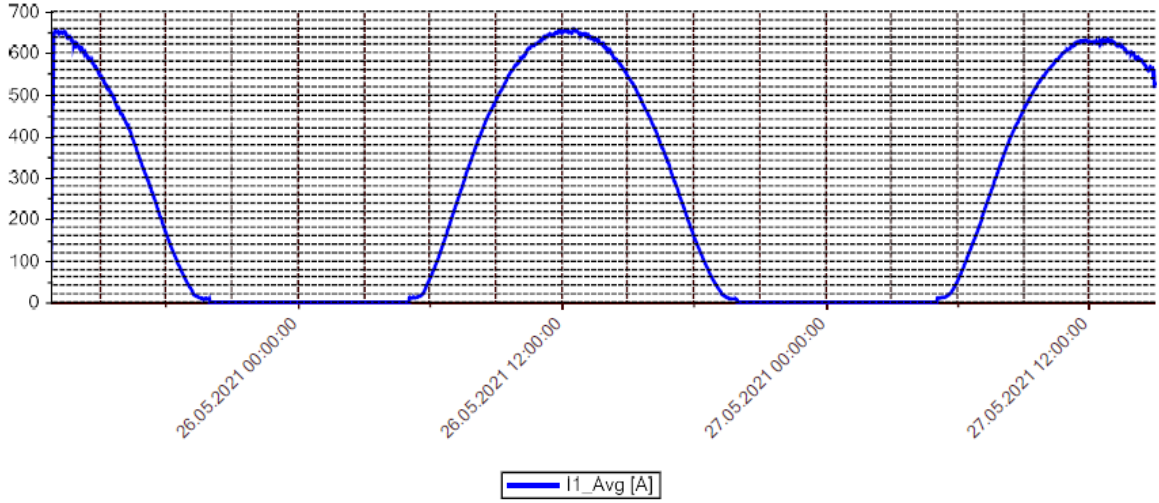
Şekil 3. HT PQA824 Güç Kalitesi Analizörü Ölçüm Bağlantısı – Monoblok

Yapılan ölçümlerde, Toplam Harmonik Bozulma (THB)'nin yüksek olduğu görülmüştür. Gerilim Harmonik değeri güvenli değer olan % 5'in üzerinde ölçülmüştür. Gerilim Harmoniği için THB % 5.91 olarak ölçülmüştür. Güneş Enerjisi Santrali Devredeyken Gerilim değeri daha yüksek ve daha çok sapmalıdır.

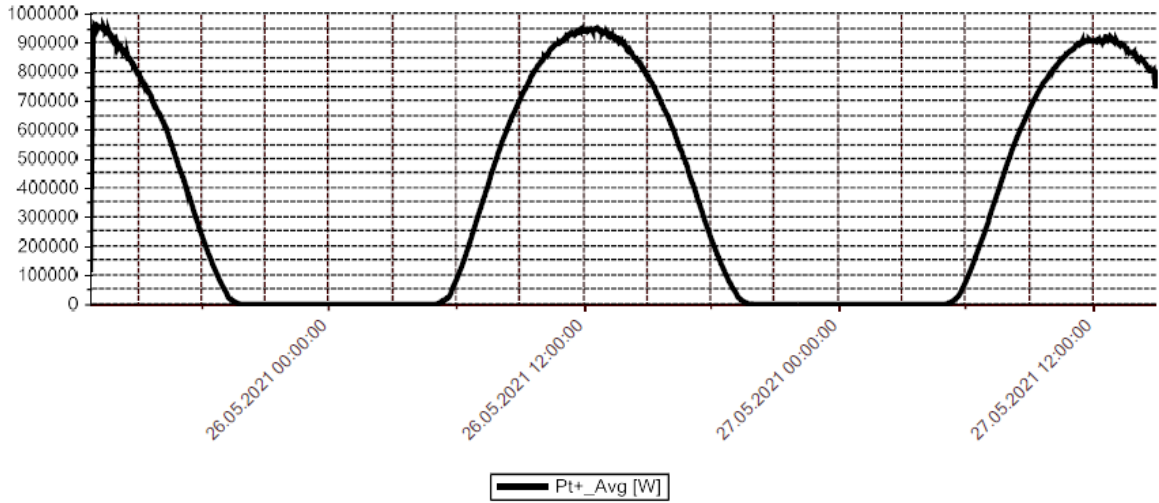
25.05.2021 Salı günü saat 12:47 ile 27.05.2021 Perşembe günü saat 14:59 zaman aralığında TESİS-4 Monoblok Ana TMSŞ de Güç Kalitesi, HT PQA824 Güç Kalitesi Analizörü ile ölçüm yapılmıştır. Şekil 4-6'da sırasıyla TESİS-4 için ölçülen gerilim, akım ve aktif güç değerlerinin değişimi verilmiştir. Gerilim değerlerinin ortalama 830 VAC değerinde olduğu görülmektedir. Akım değerleri ise güneş ışınımına bağlı olarak öğle vakitlerinde 650 A civarlarında olup gün batımına doğru düşmektedir. Aynı şekilde akıma bağlı olarak da güç değerleri de değişmiştir. Gerilim seviyesi yaklaşık aynı kalsa da akım değeri düştüğünden güç de düşmüştür. TESİS-4 Monoblokta yapılan ölçümlerde, Gerilim Harmoniği için ortalama THB % 6.081, en yüksek THB % 6.676 olarak ölçülmüştür. 5. Gerilim Harmoniği için en yüksek 50.91 Volt, akım harmoniği için en yüksek THB % 306.9 olarak ölçülmüştür. Faz faz arası en yüksek gerilim ise 849.9 Volt ölçülmüştür. Şekil 7'de gerilim harmonik değeri, thdV, Şekil 8'de 5. gerilim harmonik değeri, thdV ve Şekil 9'da akım harmonik değeri, thdI gösterilmiştir. Güneş ışınımının özellikle iyi olduğu bulutlanmanın olmadığı, havanın açık olduğu durumlarda dahi aktif güç parazit oluşturur şekilde dalgalanma meydana getirmiştir. Bu durum enerji kalitesinden kaynaklanmakta olup özellikle 5. gerilim harmoniklerinden kaynaklanmıştır. Bu durumun nedeni; ölçümü yapılan güneş enerjisi santrallerinin bağlantı noktasında çok sayıda tekstil işletmesi bulunmaktadır. Bu işletmeler mevcut şebekeyi kirletmekte, kirlenen bu şebekeden güneş enerjisi santralleri de zarar görmektedir. Aynı bağlantı noktasında çok sayıda tekstil işletmesi bulunmaktadır. Bu güneş enerjisi santrallerinde üretilen enerji tüketilmeden direkt olarak şebekeye verilmektedir. 5. gerilim harmoniğinin yüksek olmasının ana nedeni budur.



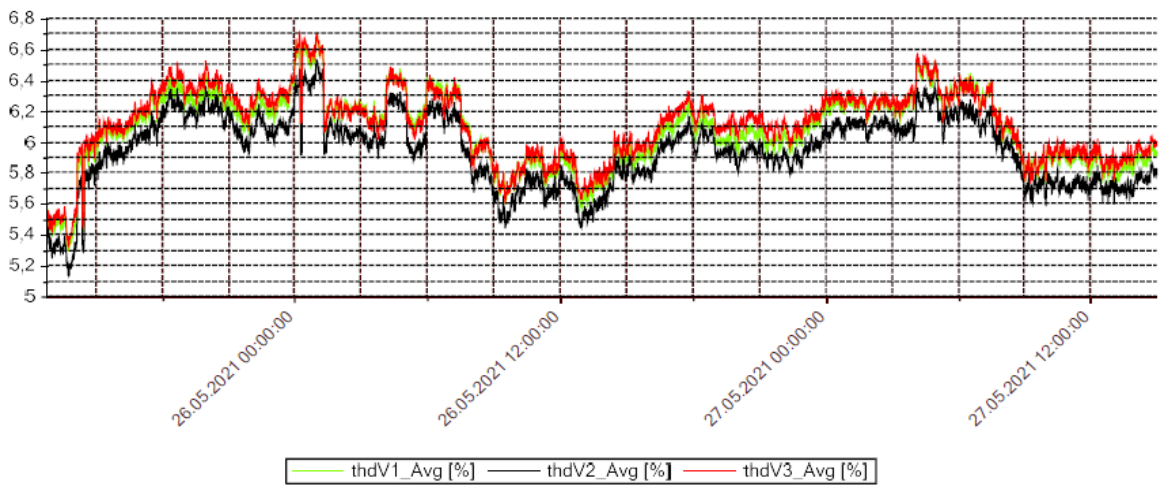
Şekil 4. Gerilim Değerlerinin Değişimi



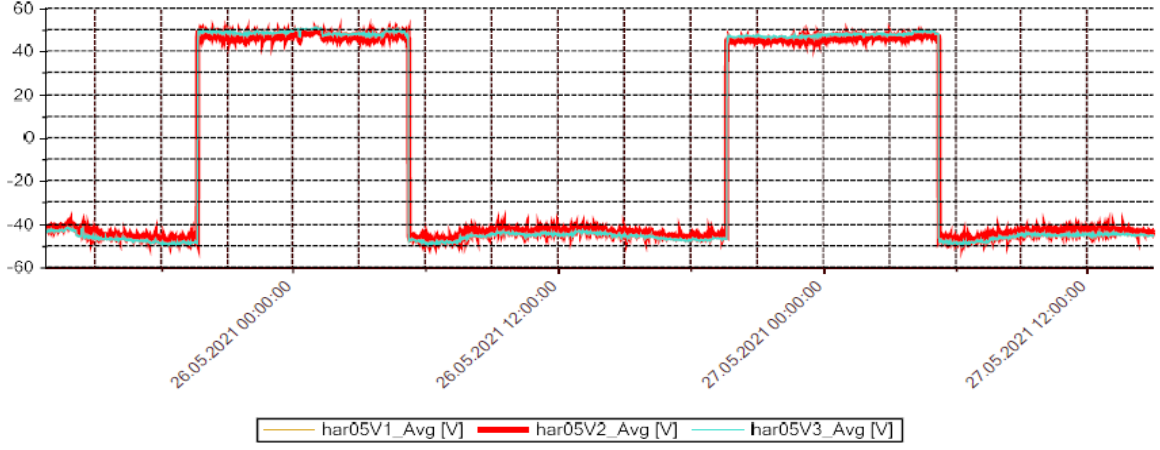
Şekil 5. Akım Değerlerinin Değişimi



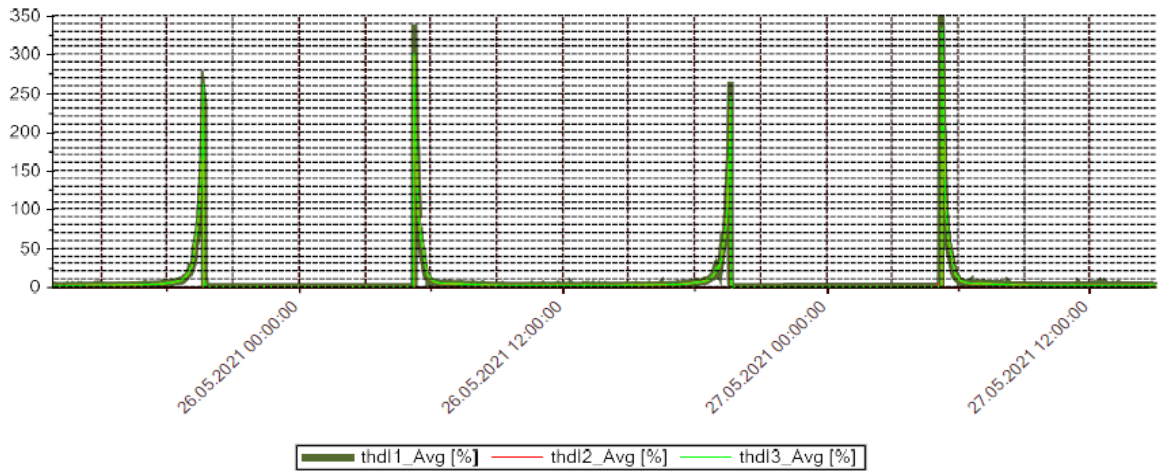
Şekil 6. Aktif Güç Değişimi



Şekil 71. Gerilim Harmonik Değeri, thdV

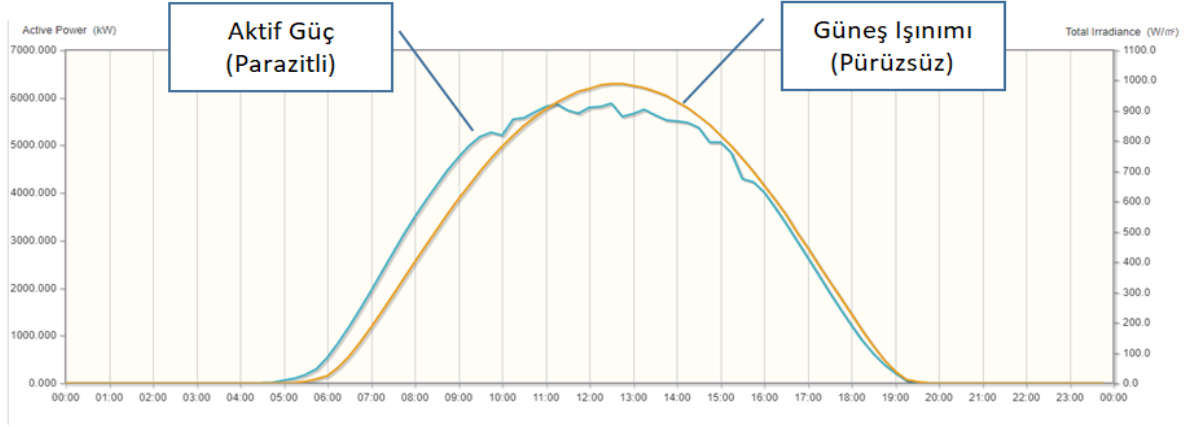


Şekil 8. 5. Gerilim Harmonik Değeri, thdV

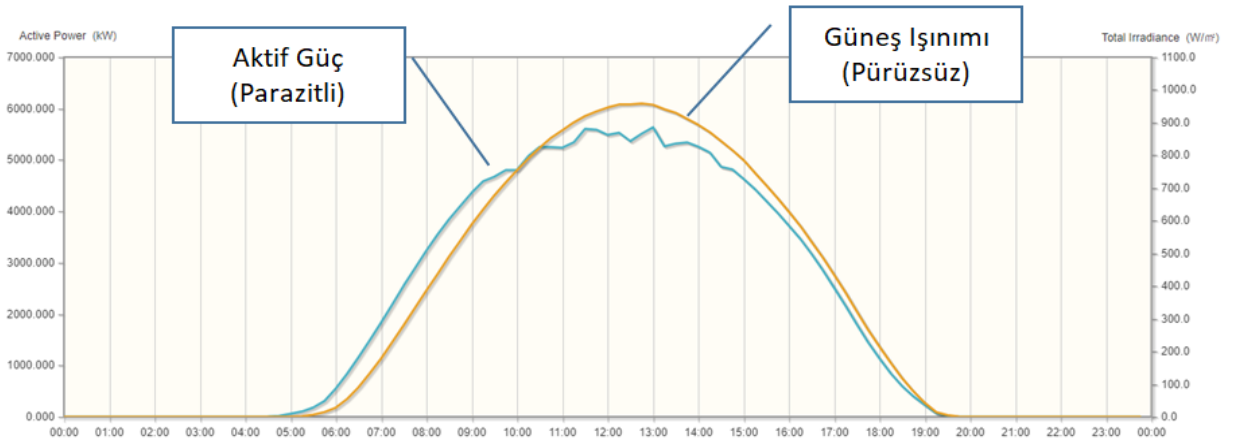


Şekil 92. Akım Harmonik Değeri, thdI

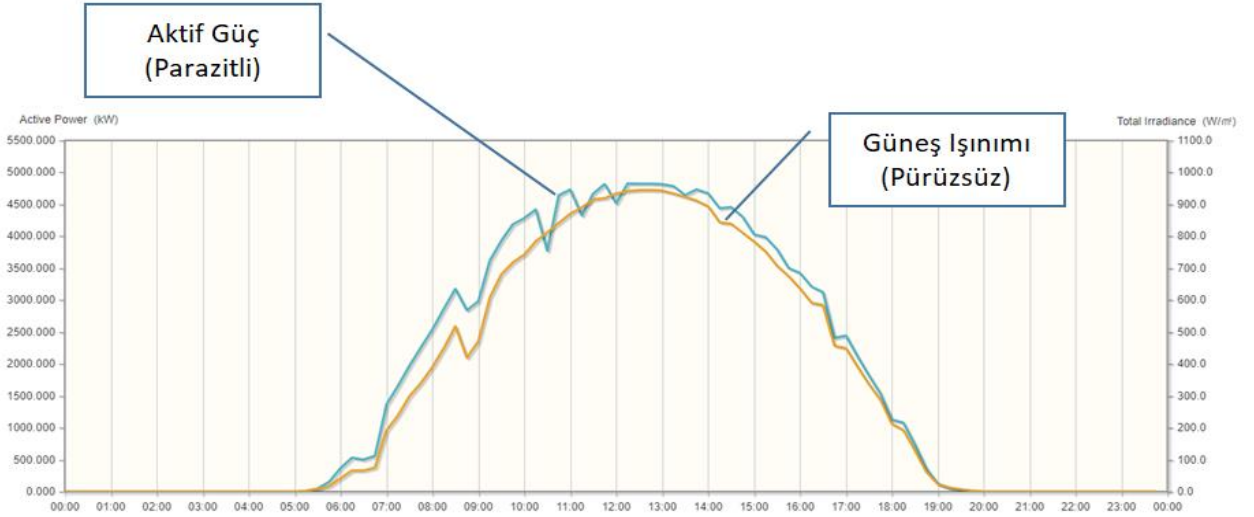
NetEco uzaktan izleme sisteminde tüm Güneş enerjisi santralının aktif güç değişimi ve Güneş ışınımı karşılaştırıldığında, güneş ışınımında dalgalanma olmamasına rağmen aktif güçte dalgalanma görülmektedir. Şekil 10; 10.05.2021 tarihindeki aktif güç değişimini, Şekil 11; 12.05.2021 tarihindeki aktif güç değişimini, Şekil 12; 23.05.2021 tarihindeki aktif güç değişimini göstermektedir. Buradaki dalgalanmalar enerji kalitesinde meydana gelen sorunlardan ötürü kaynaklanmaktadır. Farklı tarihlerde güneş ışınımının iyi olduğu günlerde ölçümler yapılarak karşılaştırma yapılması sağlanmıştır. Güneş ışınımının özellikle iyi olduğu bulutlanmanın olmadığı, havanın açık olduğu durumlarda dahi aktif güç parazit oluşturur şekilde dalgalanma meydana getirmiştir. Bu durum enerji kalitesinden kaynaklanmakta olup özellikle 5. gerilim harmoniklerinden kaynaklanmıştır. Bu durumun nedeni; ölçümü yapılan güneş enerjisi santrallerinin bağlantı noktasında çok sayıda tekstil işletmesi bulunmaktadır. Bu işletmeler mevcut şebekeyi kirlenmekte, kirlenen bu şebekeden güneş enerjisi santralleri de zarar görmektedir.



Şekil 10. 10.05.2021 tarihinde Aktif Güç Değişimi



Şekil 11. 12.05.2021 tarihinde Aktif Güç Değişimi



Şekil 12. 23.05.2021 tarihinde Aktif Güç Değişimi

NetEco uzaktan izleme sisteminde tüm Güneş enerjisi santralının aktif güç değişimi ve Güneş ışınımı karşılaştırıldığında, güneş ışınımında dalgalanma olmamasına rağmen aktif güçte dalgalanma görülmektedir. Buradaki dalgalanmalar direkt olarak enerji kalitesindeki sorundan kaynaklanmakta olup gerilim harmoniklerinin yüksek olmasından ötürüdür.

SONUÇ

Fotovoltaik tabanlı dağıtılmış enerji üretim sistemlerinin şebekeye bağlanması durumunda, güneş ışınımındaki değişimlerin şebekedeki harmonik kaynaklı etkilerinin göz önünde bulundurulması, güç sistemi planlaması ve güvenilirliği açısından büyük önem taşımaktadır.

NetEco uzaktan izleme sisteminde tüm güneş enerjisi santrallerinin aktif güç değişimi ve güneş ışınımı karşılaştırıldığında, güneş ışınımında dalgalanma olmamasına rağmen aktif güçte dalgalanma görülmektedir. Buradaki dalgalanmalar geçmiş tecrübelerimize göre enerji kalitesiyle ilgilidir. Şebekedeki 5. Gerilim harmonik değeri sınır değerindeyken, güneş enerjisi santrallerinin de devreye girmesi ile bu sınır değeri aşılmaktadır.

26.05.2021 Çarşamba günü NetEco ve HT PQA824 ile ölçülen aktif güçler örtüşmektedir. Uzun ölçüm sürecinde NetEco'da görülen dalgalanma bulunmamaktadır. 25.05.2021 Salı günü saat 12:47 ile 27.05.2021 Perşembe günü saat 14:59 zaman aralığında TESİS-4 monoblokta yapılan ölçümlerde, Gerilim harmoniği için THB % 6.081 ortalama ölçülmüştür. Gerilim harmoniği için en yüksek THB % 6.676, 5. Gerilim harmoniği için en yüksek 50.91 Volt, akım harmoniği için en yüksek THB % 306.9, faz faz arası en yüksek gerilim 849.9 Volt ölçülmüştür.

TESİS-4 için ölçülen gerilim, akım ve aktif güç değerlerinin değişimi verilmiştir. Gerilim değerlerinin ortalama 830 VAC değerlerinde olduğu görülmektedir. Akım değerleri ise güneş ışınımına bağlı olarak öğle vakitlerinde 650 A civarlarında olup gün batımına doğru düşmektedir. Aynı şekilde akıma bağlı olarak da güç değerleri de değişmiştir. Gerilim seviyesi yaklaşık aynı kalsa da akım değeri düştüğünden güç de düşmüştür.

25.05.2021 Salı günü TESİS-3 İntvertör 1 AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, Gerilim harmonik değeri için THB güneş enerjisi devredeyken daha değişken davranmaktadır. Güneş enerjisi santrali devreye girdiğinde vektörel bozulma olmaktadır. TESİS-2 İntvertör 2 AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, gerilim harmoniği için THB % 5.22 ortalama ve TESİS-3 İntvertör 1 AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, gerilim harmoniği için THB % 5.597 ortalama ölçülmüştür. Sorun yaşayan TESİS-3 İntvertör 1 AC giriş klemenslerinde, gerilim harmoniği için THB değeri, sorun yaşanmayan TESİS-2 İntvertör 2'ye göre daha yüksektir.

25.05.2021 Salı günü İntvertör AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, sorun yaşayan TESİS-3 İntvertör 1'de, Gerilim Harmoniği için THB değeri, sorun yaşanmayan TESİS-2 İntvertör 2'ye göre % 0.377 daha yüksektir. 25.05.2021 Salı günü TESİS-3 İntvertör 1 AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, Gerilim Harmoniği için THB % 5.597 ortalama olarak ölçülmüştür. 25.05.2021 Salı günü TESİS-3 İntvertör 1 AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, Güneş Enerjisi Santrali Devredeyken Gerilim Harmoniği için THB % 5.507 ortalama olarak ölçülmüştür. Güneş Enerjisi Santrali Devrede değilken Gerilim Harmoniği için THB % 5.605 ortalama ölçülmüştür. Gerilim Harmoniği için en yüksek THB % 5.65, 5. Gerilim Harmoniği için en yüksek 45.04 Volt, akım Harmoniği için en yüksek THB % 13.31, faz faz arası en yüksek gerilim 856.8 Volt ölçülmüştür. 25.05.2021 Salı günü TESİS-2 İntvertör 2 AC giriş klemenslerinden yapılan ölçümlerde, Gerilim Harmoniği için THB güneş enerjisi devredeyken daha değişken davranmaktadır. Gerilim Harmoniği için THB % 5.22, güneş enerjisi santrali devredeyken gerilim harmoniği için THB % 5.231 ortalama ölçülmüştür. Güneş Enerjisi Santrali Devre değilken Gerilim Harmoniği için THB % 5.225 ortalama ölçülmüştür. Gerilim Harmoniği için en yüksek THB % 5.484, 5. Gerilim Harmoniği için en yüksek 42.79 volt, akım Harmoniği için en yüksek THB % 15.96, faz faz arası en yüksek gerilim 851 Volt ölçülmüştür.

Yapılan ölçümlerde, Gerilim Harmoniği için THB güneş enerjisi devredeyken daha değişken davranmaktadır. Güneş enerjisi santrali devreye girdiğinde vektörel bozulma olmaktadır. Fotovoltaik Güneş santralleri % 3 değerinin altında harmonik üretirler. Yapılan ölçümlerde, Toplam Harmonik Bozulma (THB)'nin yüksek olduğu görülmüştür. Gerilim Harmoniği güvenli değer olan % 5'in üzerinde ölçülmüştür. Gerilim Harmoniği için THB % 5.91 olarak ölçülmüştür. Güneş Enerjisi Santrali Devredeyken Gerilim değeri daha yüksek ve daha çok sapmalıdır.

NetEco uzaktan izleme sistemi, 01.03.2021 tarihinden itibaren incelendiğinde invertörlerde 1800 adetten fazla "Abnormal Residual Current" hatası verildiği gözlemlenmiştir. Özellikle bu hataların yaklaşık yarısı TESİS-3 adlı güneş enerjisi santralinde meydana geldiği gözlemlenmiştir. Farklı bir güneş enerjisi santralinde çok az görülen bu hata, diğer santrallerde yaklaşık olarak her santralde 300 kere gözlemlenmiştir.

NetEco ve HT PQA824 ile yapılan ölçümlerde enerji kalitesinden dolayı güneş enerjisi santralinin üretiminin düştüğü tespit edilmiştir. Sorunların çok yaşandığı söylenen invertörlerde harmonik bozulmanın daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

HT PQA824 ile yapılan ölçümlerde gerilim harmoniğinin kritik sınırdaki olduğu tespit edilmiştir. Gerilim Harmoniği için THB % 5 değerinin üzerindedir. 5. gerilim harmoniğinin kritik sınırdaki olduğu tespit edilmiştir. Özellikle 5. gerilim harmoniği % 5 - % 6 değerleri arasındadır.

Güneş ışınımının özellikle iyi olduğu bulutlanmanın olmadığı, havanın açık olduğu durumlarda dahi aktif güç parazit oluşturur şekilde dalgalanma meydana getirmiştir. Bu durum enerji kalitesinden kaynaklanmakta olup özellikle 5. gerilim harmoniklerinden kaynaklanmıştır. Bu durumun nedeni; ölçümü yapılan güneş enerjisi santrallerinin bağlantı noktasında çok sayıda tekstil işletmesi bulunmaktadır. Bu işletmeler mevcut şebekeyi kirletmekte, kirlenen bu şebekeden güneş enerjisi santralleri de zarar görmektedir. Aynı bağlantı noktasında çok sayıda tekstil işletmesi bulunmaktadır. Bu güneş enerjisi santrallerinde üretilen enerji tüketilmeden direkt olarak şebekeye verilmektedir. 5. gerilim harmoniğinin yüksek olmasının ana nedeni budur.

Fotovoltaik Güneş santralleri % 3 altında harmonik üretirler. Yakın civarda bulunan diğer fotovoltaik güneş enerjisi santralleri de şebekede harmonik artışına neden olabilmektedir. Yapılan ölçümler sırasında invertörü kapatacak kadar yüksek harmonik değerleri ölçülmemiştir. Ancak, invertörlerin çokça "abnormal residual current" hatası vermesi izolasyon empedansı ile ilgili sorun olduğunu açık bir şekilde göstermektedir. İzolasyon empedansının çok düşmesi artık akım hatasını meydana getirmektedir. Bundan ötürü üretim kaybı da yaşanmaktadır. Harmonik filtre yapılması ve özellikle 5. gerilim harmoniğinin düşürülmesi sistem için faydalı olacaktır. Ayrıca toprak izolasyon empedansı da takip edilmelidir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Doç. Dr. Furkan DİNÇER danışmanlığında, Fatih KARADAĞ'ın Yüksek Lisans Tez çalışmasından üretilmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

Akkurt F, Taşdemir B, 2021. Muhtelif Altyapı Ürünleri Üreten Bir Döküm Fabrikasının Enerji Etüdü. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(1): 512 – 525.

- Dikili K, Kopaç M, Erdoğan B, Topuz A, 2021. Doğalgaz Yakıtlı Kombine Çevrim Santralinde Enerji ve Ekserji Analizi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 11(3): 2268 – 2277.
- Elektrik Şebeke Yönetmeliği, 2021. Enerji Piyasası Düzenleme Kurumu, <https://www.epdk.gov.tr/Detay/Icerik/3-6730/elektrik--sebeke-> (Erişim Tarihi: 11.02.2022).
- Elektrik Piyasası Bağlantı ve Sistem Kullanım Yönetmeliği, 2022. Enerji Piyasası Düzenleme Kurumu, <https://www.epdk.gov.tr/Detay/Icerik/23-2-3/mevzuat> (Erişim Tarihi: 11.02.2022).
- Kürker F, Taştın R, Karadağ K, 2018. Elektrik Tesisinde Harmonik İncelemesi ve Harmonik Filtreli Kompanzasyon. *Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi*, 3 (3): 43-51.
- Kahraman G, 2019. Türkiye’de Kentleşmenin Enerji Tüketimi ve Karbon Salınımı Üzerine Etkisi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9(3): 1559 – 1566.
- Maraşlıoğlu B, 2018. Open-End İplik Tesislerinde Enerji Kalitesinin İncelenmesi. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi*: 1-73.
- Orucu E, 2020. Endüstriyel Tesislerde Aktif Harmonik Filtre Uygulaması İle Elektrik Güç Kalitesinin Düzenlenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi*: 1-81.
- Rüstemli S, Ates M, 2012. Measurement and Simulation of Power Factor using PIC16F877. *Przełąd Elektrotechniczny (Electrical Review)*, 88(6): 290-294.
- Rüstemli S, Cengiz MS, Dinçer F, 2013a. Elektrik Tesislerinde Harmoniklerin Aktif Filtre Kullanılarak Yok Edilmesi ve Simülasyonu. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 2(1): 30–38.
- Rüstemli S, Dinçer F, Unal E, Karaaslan M, Sabah C, 2013b. The analysis on sun tracking and cooling systems for photovoltaic panels. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 22: 598-603.
- Teiaş, 2022. Kurulu Güç Raporu-Ocak 2022, <https://www.teias.gov.tr/tr-TR/kurulu-guc-raporlari>, (Erişim Tarihi: 02.03.2022).
- Ünlüsoy, B., 2019. Enerji Kalitesi, TS EN50160 Standardı ve Ülkemizdeki Uygulamaları”, *Schneider Elektrik San. ve Tic. A.Ş.*, İstanbul.

Hardware Design of Low Cost Myoelectric Controlled Prosthetic Hand For Engineering Laboratory

Mehmet Serdar ÇELİK^{1*}, Cengiz TEPE¹, İlyas EMİNOĞLU¹

ABSTRACT: This study presents a low cost, two-channel, on-off type, constant speed myo-electric controlled prosthetic hand project as an educational tool for Biomedical/Control/Mechatronic Engineering. Surface Electromyogram (sEMG) signals were recorded from the muscles of flexor carpi ulnaris and extensor digitorum on the forearm. Signal conditioning of these signals is performed in the analog stages of the system, before passing it on to a microcontroller for further filtering and implementation of control. The control logic is simplified to represent the muscles as being active or inactive, resulting in a very simple on/off control based on the two signals. The on/off control signals are used to drive a myo-electric controlled prosthetic hand-powered by a hobby RC servo motor. A printed circuit board has been designed for the analog stages of the system, and a simple Arduino Microcontroller is used for the digital stages. Other commercial off-the-shelf components were used to keep the cost of the hardware and the software components as low as possible. This project was used as a teaching aid for the final year undergraduate students to demonstrate the use of simple myo-electric signal processing and control techniques.

Keywords: Surface EMG, prosthetic hand, signal processing, signal conditioning, biomedical education

¹Mehmet Serdar ÇELİK ([Orcid ID: 0000-0003-2050-6378](https://orcid.org/0000-0003-2050-6378)), Cengiz TEPE ([Orcid ID: 0000-0003-4065-5207](https://orcid.org/0000-0003-4065-5207)), İlyas EMİNOĞLU ([Orcid ID: 0000-0003-4143-1395](https://orcid.org/0000-0003-4143-1395)), Ondokuz Mayıs University, Faculty of Engineering, Department of Electrical and Electronics Engineering, Samsun, Turkey

*Corresponding Author: Mehmet Serdar ÇELİK, e-mail: mehmetserdarcelik@gmail.com

This study was produced from Cengiz TEPE's doctoral thesis.

INTRODUCTION

sEMG is a non-invasive technique used in biomedical engineering to detect, record and process the electric activity of muscle groups. It is traditionally used for diagnostics purposes, but interest has been shown by researchers to use it to control prosthetics also (Oskoei et al., 2007; Hubbard et al., 2004; Pan et al., 2004; Akgün et al., 2013; Akirmak et al., 2017). sEMG signal is formed with the contraction of muscles. Depending on the muscle group and the position of electrodes, sEMG signal amplitude is between 20–2000 μ V. sEMG signals are preferred in the control of prosthesis because of reasons such as being non-invasive, being closer to human nature and having reliable features (Oskoei et al., 2007; Hubbard et al., 2004; Pan et al., 2004).

Generally speaking, a literature search reveals that prosthetic hand control with EMG signal consists of three main parts: EMG data acquisition, control signal generation and prosthetic hand mechanism. EMG data acquisition section consists of surface electrodes, pre-amplifier, low pass filter, high pass filter, noise reduction, rectification, amplification and ADC units. EMG data acquisition can be performed as a single channel (Hubbard et al., 2004; Akirmak et al., 2017; Cinal et al., 2016, De Moura et al., 2014, Hussain et al., 2018) or as multi-channel (Oskoei et al., 2007; Pan et al., 2004; Akgün et al., 2013; Çelik et al., 2016) by using single-use Ag / AgCl surface electrodes.

The control signal part of the prosthetic hand consists of smoothening, threshold adjustment, logic and control output sections (Asghari et al., 2007; Çelik et al., 2016; Park et al., 2003; Seguna et al., 2018; Sharmila et al., 2016; Kobayashi et al., 2010). The last part, the prosthetic hand mechanism, can be a physical/mechanical hand (Asghari et al., 2007; Çelik et al., 2016; Cinal et al., 2016; Hussain et al., 2018; Park et al., 2003; Seguna et al., 2018) or a virtual hand (Akgün et al., 2013; Çelik et al., 2016; Sharmila et al., 2016; Kobayashi et al., 2010). The control of the virtual and prosthetic hand is performed using a microcontroller or computer and data acquisition card, according to the design approach. The commercial prosthetic hand setup consists of single-channel, single threshold level and a servo motor (Suzuki et al., 2017).

When existing commercial prosthetic hands are investigated, it can be observed that opening control is made from one muscle while closing control is made from another muscle. The threshold amplitude level and gain value can be determined by two miniature potentiometers separately for each channel. In addition, a feedback circuit is employed on this commercial hand through the reference electrode (Özdemir et al., 2010).

When the literature was reviewed, no cost-effective experimental design that could represent commercial prosthetic hands opening and closing with constant speed was found. The main purpose of this study is to generate a cost-effective hardware and software substructure or experimental mechanism that can represent commercial constant speed prosthetic hand with on-off type control (Tepe et al., 2014). That mimics a commercial prosthesis in many ways.

In addition, there are studies in the literature that provide virtual prosthetic hand movement with sEMG signals obtained from the user. In one of the studies, the virtual hand designed in the MATLAB program was opened and closed with the sEMG signals obtained with a commercial sEMG amplifier (Taşar et al., 2014). In another study, the virtual hand movement designed in the Blender 3D computer graphics software was controlled by the designed two-channel sEMG amplifier (Cinal et al., 2016).

A brief summary of the literature is presented in the Table 1. In Table 1, a setup presented in the academic research, a commercial setup (Quanser, 2017) and the setup which is presented in this paper is compared.

Table 1. A brief summary of the literature about low-cost experimental prosthesis setups

	Channel	Feedback Circuit	Adjustable Gain	Adjustable Threshold	Actuators	DoF
Pan et al., 2004	1	No	No	No	1 Servo	1
Quanser, 2017	1	Yes	N/A	N/A	1 Servo	1
This paper experimental setup	2	Yes	Yes	Yes	2 Servos	2

As for electrodes, single-use AgCl/Cl electrodes were used. Opening prosthetic hand is driven by sEMG signal taken from extensor digitorum while closing movement is driven by sEMG signal taken from flexor carpi ulnaris. Arduino Uno kit containing Atmel Atmega328 microcontroller was used. A cost-effective robot arm driven by an RC servo motor is used to represent the prosthetic hand. Secondly, how to generate a control signal is clearly described. The source code of the implementation is given in Appendix.

MATERIALS AND METHODS

Experimental Setup and Data Acquisition

The cost-effective prosthetic hand mechanism that was designed is shown in Figure 1. and Figure 2. The experiment mechanism is made up of electrodes, data cable, amplifier, filter, rectifying and feedback circuits while the hardware unit is made up of a microcontroller and prosthetic hand.

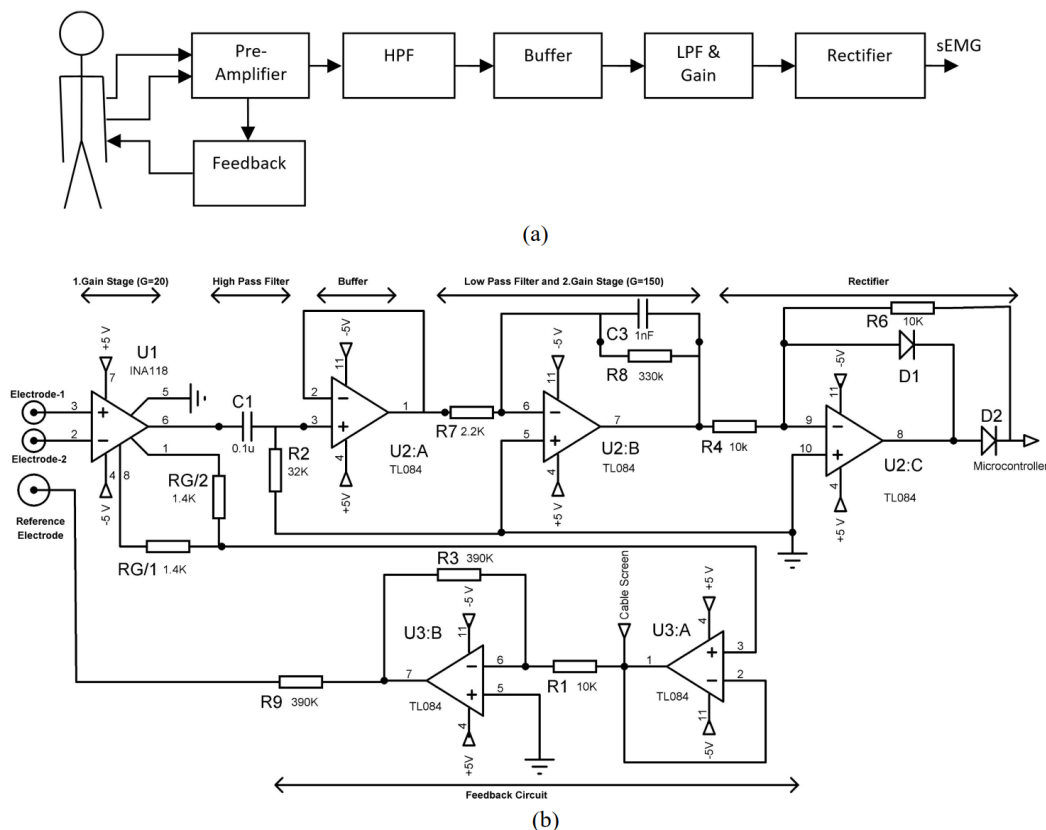


Figure 1. (a) Block diagram of single channel amplifier circuit with feedback, (b) two channels amplifier circuit with feedback circuit (single channel is given)

Single-use AgCl/Cl electrodes also used in clinical applications were preferred for high quality sEMG signal acquisition. Mesh-caged shield and screen cable was used to protect from undesired interference and noise without disrupting the signal quality of sEMG signal measured from electrodes

to the amplifier circuit. As can be seen from Figure 1.(a) and (b), because of its sufficient common mode rejection ratios (CMRR) and being cost-efficient, INA118 is used in the pre-amplifier unit as the instrumentation amplifier (Zecca et al., 2002) and TL084 (Texas Instruments) is used in the layers of amplifier, buffer and rectifying as the operational amplifier (Sedra et al., 1998). Instrumentation amplifiers from other manufacturers (Linear Technology, Analog Devices) can also be used.

As can be seen from Figure 2.(a), sEMG signal was measured over the muscles of flexor carpi ulnaris and extensor digitorum on the forearm in two channels. The experiment board can be seen in Figure 2.(b). As can be seen from Figure 3., this signal was amplified approximately 20 times on the first gain layer (pre-amplifier). The gain of bandpass filter (BPF), which is made up of high pass (HPF) and low pass (LPF) filters designed with low power consumption, cost-effective TL084 operational amplifier (JFET type), is 150. HPF cut-off frequency is approximately 50 Hz, while LPF cut-off frequency is approximately 500 Hz. The total gain of the instrumentation amplifier and BGS is roughly $20 \times 150 = 3000$. This gain is enough to amplify sEMG signal and to transmit it to the microcontroller stage through the rectifier.

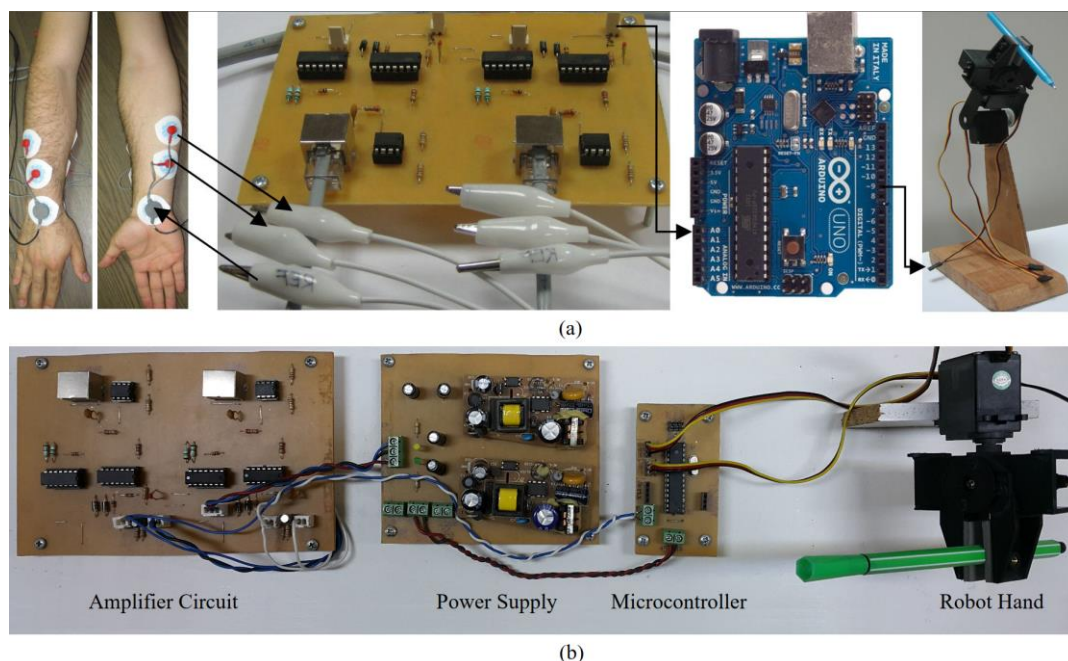


Figure 2. (a) Low cost myo-electric controlled prosthetic hand test setup, (b) prosthetic hand experimental setup

Arduino Uno kit that uses Atmel Atmega328 microcontroller is preferred for being open-source (Margolis et al., 2011), cost-efficient and having enough capacity for signal processing (sEMG data processing) and data acquisition for this application. Atmel Atmega328 has six analog-to-digital converters (ADC) inputs with a resolution of 10 bits, and a total sampling frequency of 10 kHz. The sampling frequency for each channel was chosen as 1 kHz for this project.

Servo motor is used to power the prosthetic hand for accurate position control. Servo motor is controlled by pulse width (PWM) modulation. Hitec HS-421 was chosen as the servo motor Figure 3. shows the locations of the servo motor shaft depending on the timing of pulse. At the given pulse width times interval of 0,5 - 2,5 ms, the position of the servo motor shaft moves from -90° to $+90^\circ$ clockwise.

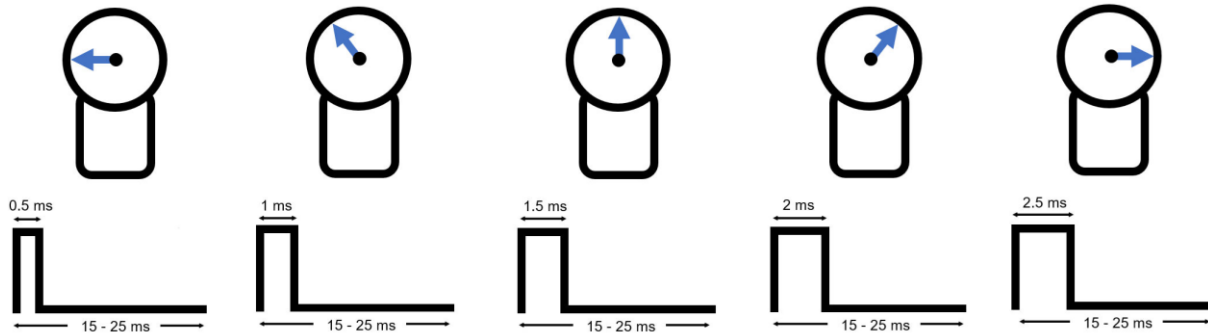


Figure 3. Position of servo motor shaft according to pulse width time

Signal Processing of sEMG and Control of Prosthetic Hand

LPF with a cut-off frequency of 2 Hz is implemented within the microcontroller. LPF transfer function in z domain is given in Equation 1 and related difference equation in discrete time is also given in Equation 2.

$$H(z) = \frac{B(z)}{A(z)} = \frac{b_1 + b_2 z^{-1} + b_3 z^{-2}}{1 + a_2 z^{-1} + a_3 z^{-2}} \quad (1)$$

The coefficients of numerator and dominator are respectively given $b_1=0.0983 \times 10^{-4}$, $b_2=0.1965 \times 10^{-4}$, $b_3=0.098 \times 10^{-4}$, $a_2= -1.9911$, $a_3=0.9912$. The coefficients of Equation 1 are obtained with Matlab Butterworth filter function $[b,a]=butter(n,Wn)$ and used in digital LPF.

$$B(k) = b_1 A(k) + b_2 A(k-1) + b_3 A(k-2) + a_2 B(k-1) + a_3 B(k-2) \quad (2)$$

Here, $B(k)$: System output (or filter output), $A(k)$: Signal to be filtered (input signal). Source code (Arduino Uno script) that implements digital LPF is given in the Appendix.

As can be seen from Figure 4., an analog LPF whose cut-off frequency of two Hz was designed to help students understand LPF better. LPF transfer process was shown in Equation 3. for $R=830 \Omega$ and $C = 100 \mu\text{F}$.

$$H(j\omega) = \frac{1}{1 + j\omega RC} \quad (3)$$

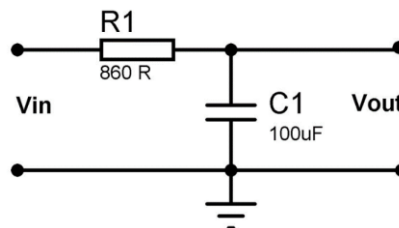


Figure 4. Analog circuit implementation of LPF

As can be seen from Figure 5., the signal envelope measured from output of LPF (given in Figure 4.) is to be shown practically through an oscilloscope. As can be seen from Figure 6., rectified sEMG signal is exposed to LPF filter and signal envelope is derived. After the envelope of sEMG signal is generated, a threshold is selected and compared with the envelope of sEMG and after the comparison, digital logic levels given in Figure 7. are obtained.



Figure 5. The rectified sEMG and envelope (top to bottom)

The output of the analog filter is shown in Figure 5. Digital filtering and thresholding is implemented digitally by microprocessor and obtained digital control signal is shown in Figure 7.

As can be seen in Figure 7., digital logic is "00" when flexor carpi ulnaris and extensor digitorum are during rest while digital logic is "11" when two muscles contract at the same moment and digital logic is "10" when the flexor carpi ulnaris is dominant while digital logic is "01" when extensor digitorum is dominant.

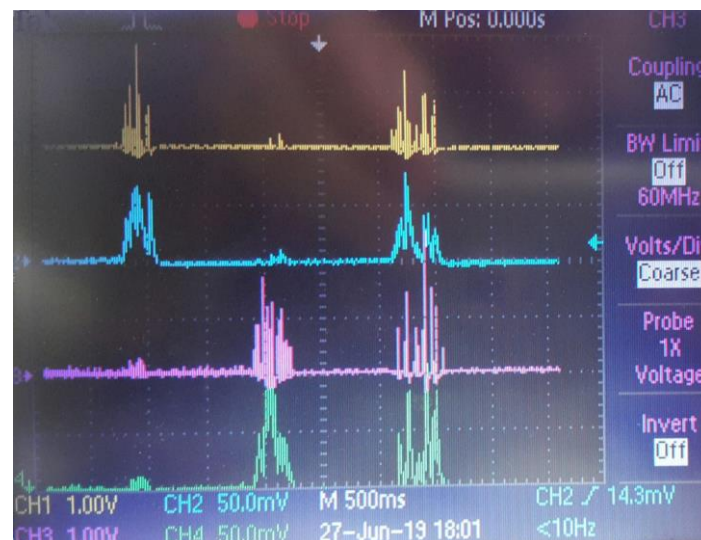


Figure 6. Two channels sEMG signals and their envelopes

As can be seen from Figure 7., when the first channel sEMG is "00" and second channel sEMG is "11" in terms of digital logic, it means "hold the prosthetic hand position wherever it is" and the prosthetic hand will continue to wait as open if it is already open and hand will remain closed if it is already closed. When the first and second channel sEMG is "01" in terms of logic representation, the prosthetic hand will be opened and when digital logic sEMG is "10" the hand will be closed. Figure 8.(a), (b) and (c) show the positions of the prosthetic hands as fully closed, fully open and holding a pen.

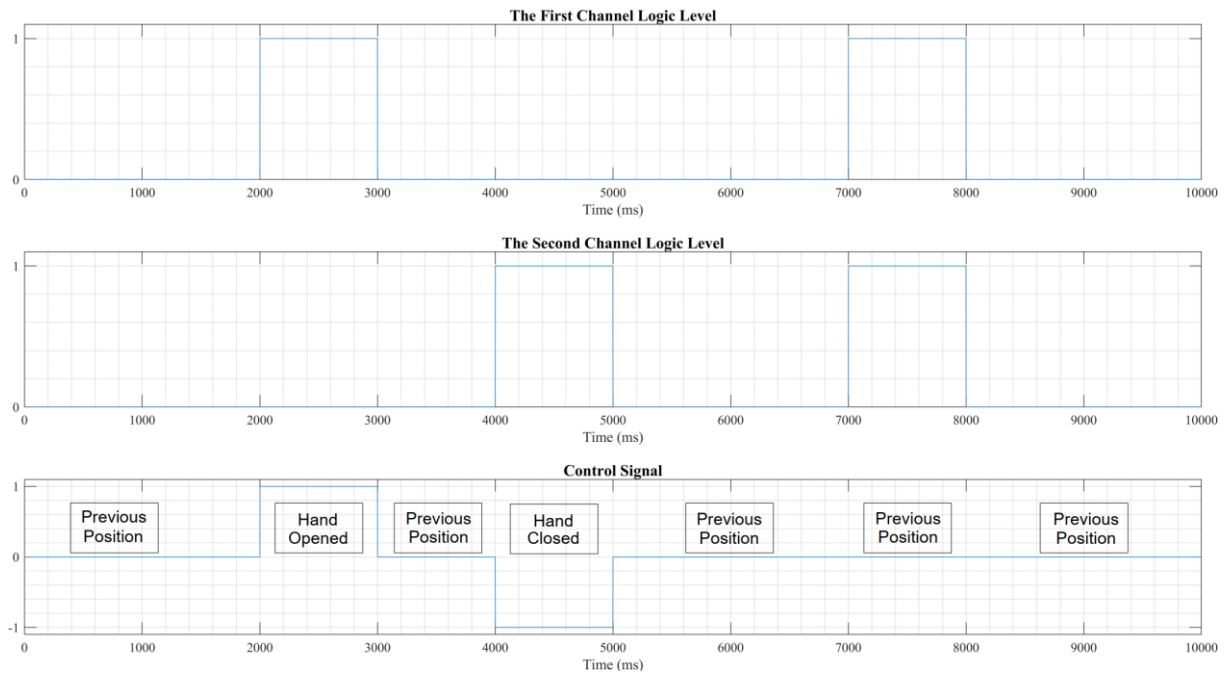


Figure 7. Digital representation of sEMG and control signal (on or off type)

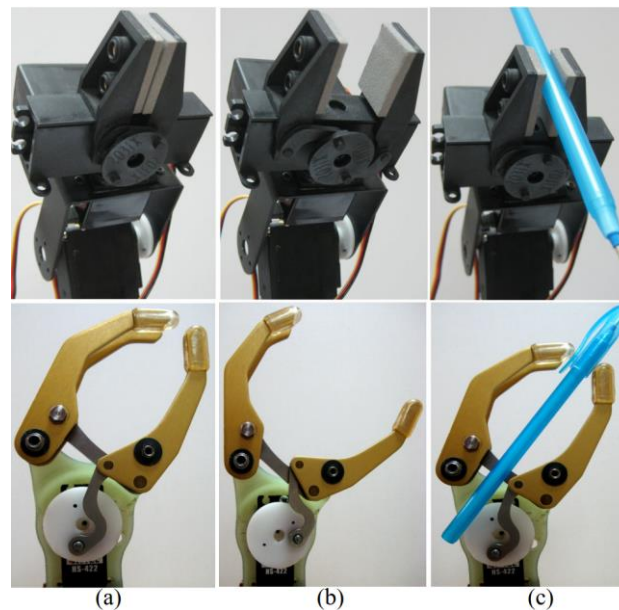


Figure 8. Controlled robotic hands: (a) closed, (b) open, (c) while holding the pen

RESULTS AND DISCUSSION

In this study, an on-off type two-channel EMG controlled constant speed prosthetic hand system was designed, implemented and used in lab experiments to give students hands-on experience on the technology and techniques used. The opening prosthetic hand is controlled by sEMG signal measured from the extensor digitorum while the closing is commanded by sEMG signal recorded from flexor carpi ulnaris. In some studies (Hussain et al., 2018; Jamal et al., 2012; Jamaluddin et al., 2014; Park et al., 2003; Rahman et al., 2015) sEMG signal obtained from biceps, opening or closing of the hand was observed when biceps was at rest or when there was no sEMG signal. In other words, the prosthetic hand opens when the sEMG signal taken from the biceps exceeds a specific threshold and it closes when the sEMG signal taken from the same muscle is lower than a predefined threshold. This single-channel

control is not suitable for human nature because when human physiology is examined, the opening of the hand is controlled by the forearm extensor and closing the hand is controlled by the forearm flexor. Although there are other on-off control methods presented, a simple two-channel single threshold level method (Hubbard et al., 2004) is used in this study. Figure 9. shows a commercial prosthetic hand (De Moura et al., 2014).

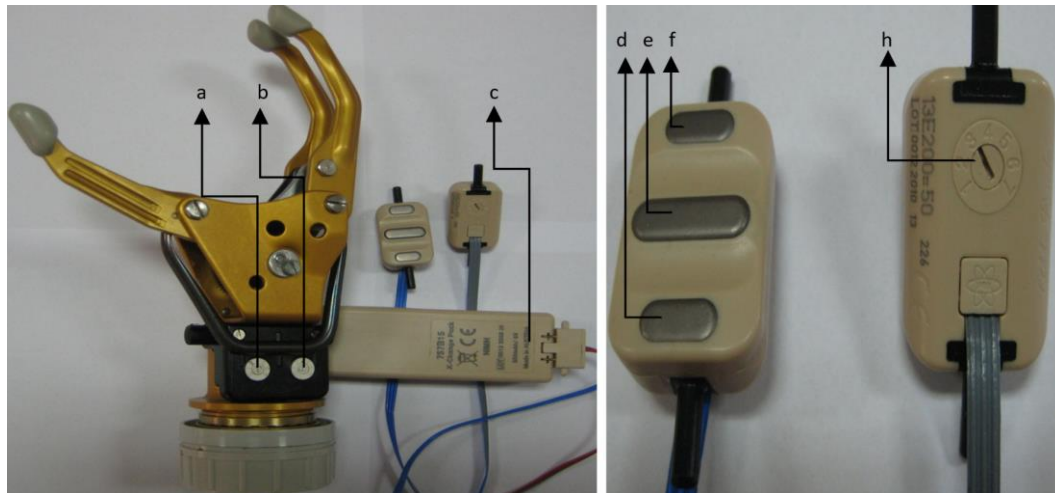


Figure 9. Commercial prosthetic hand: (a) setting of the first channel threshold, (b) setting of the second channel threshold, (c) battery, (d) the first electrode, (e) reference electrode, (f) the second electrode, (h) amplifier gain set potentiometer

In the commercial prosthetic hand shown in Figure 9., the amplifier gain and threshold level of each channel can be customized with miniature potentiometers specifically for the end-user. The electrodes are not for single use. sEMG data can be taken from the related muscles of the user of the prosthesis through a band or a special strap. These types of electrodes are called active electrodes and are shown in Figure 9.(d), (e) and (f).

In this study, single-use, sticky Ag/AgCl electrodes, which are routinely used in clinical applications, are used. Since it is sticky, the discomfort it might cause to the skin such as irritation may seem like a disadvantage. However, during the actual experiments, it was observed that this was not an issue, since the duration for which the students used the electrodes to carry out the experiment was not long enough in duration for this to become significant.

Since sEMG signal levels are unique to individuals, threshold levels of the two-channel sEMG signals are set specifically for the end-user. In this study, this threshold level is determined for each person performing the experiments, and in the commercial hand they are determined with potentiometers which set the related channel threshold level in Figure 9.(a) and (b). In this commercial hand, amplifier gain can be adjusted with a potentiometer (hardware wise) shown in Figure 9.(h).

In this study, this amplifier gain is constant ($G=3000$). As a result of the experimental studies, it has been seen that the total gain of 3000 gives enough results and the amplifier does not go into saturation. The total gain of the amplifier can be adjusted with RG in Figure 1.(b). RG determines the gain of the first stage amplifier, and it is set to 20. Each channel thresholding level is selected and implemented in the microprocessor (software-wise). Therefore, changing the overall gain (RG) of the amplifier and changing each channel thresholding level play a significant role in terms of outcome.

One of the goals of this study was to keep the cost as low as possible. sEMG signal conditioning was made from a printed circuit board that was designed and implemented using low-cost components. Data acquisition was made through cost-effective analog-to-digital converter of Atmel Atmega328 microcontroller instead of a commercial data acquisition board and C programming language was used

on this microcontroller. A physical hand was driven instead of a virtual hand in the experiments. The cost was kept low by designing the physical hand using low-cost hobby RC Servos, instead of buying a commercial prosthetic hand.

CONCLUSION

In this study, a low cost, two channels, on-off type myoelectric controlled prosthetic hand with constant speed is designed and implemented. This study turned out to be a routine coursework project in the Electrical Engineering department. They gained the experience to process sampled signals, change the overall gain of the analog amplifier, produce control output, implement a digital filter and determine threshold levels. The digital filter was implemented, and the source code is given in Appendix. With this study, the students had the chance to observe and apply experimentally how to control output is derived from the logical representation of sEMG channels. The experimental implementation was also compared with a commercial implementation. The experimental setup can be constructed and run with a relatively low budget. Set-up represents a two-channel, on-off type prosthetic hand with a constant speed (opening and closing), and its application to classroom teaching.

Çıkar Çatışması veya Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Yazar Katkısı veya Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

APPENDIX

/*

Low Pass Filter:

Cut off frequency : 2 Hz

Degree : 2

Difference equation :

$$y[n] = (1 * x[n- 2]) + (2 * x[n- 1])... \\ + (1 * x[n- 0]) + (-0.9823854506 * y[n- 2])... \\ + (1.9822289298 * y[n- 1])$$

*/

int xv, yv;

void setup() {

// initialize serial communication at 9600 bits per second:

Serial.begin(9600);

// initial values of low pass filter constant

for (i=0;i<5;i++){

xv[i]=0;

}

for (j=0;j<5;j++){

yv[j]=0;

}

}

// the loop routine runs over and over again forever:

```

void loop() {
  // read the input on analog pin 0
  ch1 = analogRead(A0);
  // Convert the analog reading (which goes from 0 - //1023) to a voltage (0 - 5V):
  emg = ch1 * (5.0 / 1023.0);
  // Low Pass Filter
  xv(0) = xv(1);
  xv(1) = xv(2) ;
  xv(2) = emg(i) / 2.555570536e+04;
  yv(0) = yv(1) ;
  yv(1) = yv(2);
  yv(2) = xv(0) + xv(2) + 2* xv(1)...
  -0.9823854506 * yv(0) + 1.9822289298 * yv(0);
  data_AGS = yv(2);
  Serial.println(data_AGS);
}

```

REFERENCES

- Akirmak OO, Tatar C, Altun ZG, Mishchenko Y, 2017. Design of an Accessible, Powered Myoelectrically Controlled Hand Prosthesis. *Tem Journal-Technology Education Management Informatics*, 6(3): 479-483.
- Akgün G, Alveroğlu A, Kaplanoğlu E, 2013. Sonlu Durum Makine Yöntemi ile Protez El Kontrolü. *Otomatik Kontrol Ulusal Toplantısı (TOK)*, 26-28 Eylül, Malatya, Türkiye.
- Asghari OM, Hu H, 2007. Myoelectric Control Systems - A Survey. *Biomedical Signal Processing and Control*. 2(4): 275-294.
- Cinal Ş, Çelik MS, Şahin İ, Tepe C, Eminoğlu İ, 2016. "Design of Prosthetic Hand Simulator. *Medical Technologies National Congress (TIPTEKNO)*, Antalya, October 27-29, pp:241-244.
- Çelik MS, Tepe C, Baş H, Eminoğlu İ, 2016. Multifunctional Hand Prosthesis Setup Design. *Medical Technologies National Congress (TIPTEKNO)*, Antalya, October 27-29, pp:245-248.
- Hubbard S, Heim W, 2004. Powered Upper Limb Prosthetic Practice In Paediatrics. *Powered Upper Limb Prostheses*, Muzumdar A (Ed.), pp:85-115, Springer.
- Jamal MZ, 2012. Signal Acquisition Using Surface EMG And Circuit Design Considerations For Robotic Prosthesis. *Computational Intelligence In Electromyography Analysis - A Perspective on Current Applications and Future Challenges*, Naik GK (Ed.), London.
- Jamaluddin FN, Ahmad SA Noor SBM, Hasan WZW, 2014. Flexible Bio-Signals Channels Acquisition System for ECG and EMG Application. *IEEE Student Conference on Research and Development*, Penang, December 16-17, pp:1-4.
- Kobayashi H, Sasakura T, Ishidzuka M, 2010. Development of an EMG Acquisition System of Universal Bio-Signal Interface for High-Quality Life. *The SICE Annual Conference*, Taipei, August 18-21, pp:539-542.
- Moura I, Ozelim L, Soares F, 2014. Low Cost Surface Electromyographic Signal Amplifier Based on Arduino Microcontroller. *International Journal of Electrical and Information Engineering*, 8(2):303 - 307.
- Özdemir AE Kayhan G, Usta H, Gharooni SC, Tokhi MO, Eminoğlu I, 2010. A Real-Time EMG Driven Virtual Prosthesis Hand. *International Conference on Climbing and Walking Robots and the Support Technologies for Mobile Machines (CLAWAR)*, Istanbul, September 9-11, pp:250-257.
- Pan T-T, Ping-Lin F, Chiang HK, Rong-Seng C, Jiang J-A, 2004. Mechatronic Experiments Course Design: A Myoelectric Controlled Partial-Hand Prosthesis Project. *IEEE Transactions on Education*, 47(3):348-355.
- Park J, John Park A, Mackay S, 2003. *Practical Data Acquisition For Instrumentation And Control Systems*, Newnes.
- Quanser, 2017. QNET Myoelectric Datasheet. <https://www.quanser.com/wp-content/uploads/2017/03/QNET-Myoelectric-Datasheet-v1.0.pdf> (Date of access: 3 March 2022)

- Rahman KKM, Nasor M, 2015. Multipurpose Low Cost Bio-Daq System For Real Time Biomedical Applications. International Conference on Information and Communication Technology Research (ICTRC), Birmingham, May 17-19, pp:286-289.
- Seguna C, Von Brockdorff A, Scerri J, Scicluna K, 2018. Development of a New Low-Cost EMG Monitoring System for the Classification of Finger Movement. New Generation of Circuits and Systems Conference (NGCAS), Valletta, November 20-23, pp:126-129.
- Sedra AS, Smith KC, 1998. Microelectronic Circuits, Oxford University Press, New York.
- Sharmila K, Sarath TV, Ramachandran KI, 2016. EMG Controlled Low Cost Prosthetic Arm. IEEE Distributed Computing, VLSI, Electrical Circuits and Robotics (DISCOVER), Mangalore, August 13-14, pp:169-172.
- Suzuki R, Okazaki S, Kuniya M, Muraoka Y, 2017. Low-Cost 2-Channel Electromyography Telemeter using a Personal Computer Microphone Port. International Journal of Physical Medicine&Rehabilitation, 5(386), doi:10.4172/2329-9096.1000386
- Taşar B, Kaya T, Gülten A, 2014. EMG Tabanlı El Hareketinin Analizi Aracılığı İle Robot El Simülatörünün Kontrolü. IEEE Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU), Trabzon, April 23-25, pp:389-392.
- Tepe C, Eminoğlu İ, 2014. Düşük Maliyetli Mayo-Elektrik Denetimli Protez El Projesi: Kontrol Mühendisliği Laboratuvarı Deney Düzeneği Tasarımı. Otomatik Kontrol Ulusal Toplantısı (TOK), 11-13 Eylül 2014, Kocaeli.
- Zecca M, Micera S, Carrozza MC, Dario P, 2002. Control of Multifunctional Prosthetic Hands by Processing the Electromyographic Signal. Critical Reviews In Biomedical Engineering, 30(4-6):459-485.

Atf İçin: Ak M, 2022. 4 Boyutlu Fermiyonik Modelde Kaosun Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi Yöntemiyle İncelenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 726-734.

To Cite: Ak M, 2022. Investigation of Chaos in 4D Fermionic Model by the Generalized Alignment Index Method. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 726-734.

4 Boyutlu Fermiyonik Modelde Kaosun Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi Yöntemiyle İncelenmesi

Mine AK^{1*}

ÖZET: İntantonlar, soliton tipi çözümler olup, konformal simetrisinin kırılması sonucu elde edilmişlerdir. Uzay zaman açılımına sahip olup, kuantum karakteri taşımalarından dolayı kuarkların vakum durumu olarak tanımlanırlar. Heisenberg'in sunduğu sadece fermiyonlardan oluşan modele alternatif olarak sunulan modellerden biri de 4 boyutlu konformal invariant saf fermiyonik Gürsey Modeldir. Bu çalışmanın amacı, Gürsey instantonlarının çözümlerinin kaotikliğini ve sistemin dinamiğini Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi (GALI) yönteminden yararlanarak incelemektir. Yörüngelerdeki kaosu ve düzenli hareketi hızlı ve güvenli bir şekilde tespit edebilmesi, yarı periyodik hareketin meydana geldiği torusun boyutsallığını belirleyebilmesi Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi (GALI) yöntemini önemli kılmaktadır. Bu çalışmada, Gürsey instanton çözümlerinin kaotikliği Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi (GALI) yöntemiyle araştırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Kaos, instanton, spinör, genelleştirilmiş hizalama indeksi, doğrusal olmayan sistemler

Investigation of Chaos in 4D Fermionic Model by the Generalized Alignment Index Method

ABSTRACT: Instantons are soliton-type solutions and are obtained as a result of breaking the conformal symmetry. They have space-time expansion and are defined as the vacuum state of quarks due to their quantum character. One of the models offered as an alternative to the model consisting of only fermions offered by Heisenberg is the 4-dimensional conformal invariant pure fermionic Gursev Model. The aim of this study is to examine the chaoticity of the solutions of Gursev instantons and the dynamics of the system by using the Generalized Alignment Index (GALI) method. The fact that it can detect the chaos and regular motion in the orbits quickly and safely and determine the dimensionality of the torus in which the quasi-periodic motion occurs makes the Generalized Alignment Index (GALI) method important. In this study, the chaoticity of Gursev instanton solutions was investigated by the Generalized Alignment Index (GALI) method.

Keywords: Chaos, instanton, spinor, generalized alignment index, nonlinear systems

¹Mine AK ([Orcid ID: 0000-0003-1131-5529](https://orcid.org/0000-0003-1131-5529))

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mine AK, e-mail: mineak83@yahoo.com

GİRİŞ

Son yıllarda hem süpersimetrik alan teorilerinde hem de süpersicim teorilerinde pertürbatif olmayan etkilerin anlaşılmasında oldukça fazla ilerleme kaydedilmiştir. Bu etkiler, kütleleri ve eylemleri kuplaj sabitinin karesiyle ters orantılı olan solitonlar ve instantonlardan kaynaklanan etkilerdir (Belitsky ve ark., 2000). Instantonlar, bir Öklid uzay-zamanı üzerinde klasik alan teorilerindeki hareket denklemlerinin çözümleridir. Kuantum tünellemede birçok uygulamaları olduğu için kuantum teorilerinde her yerde bulunur (Paranjape, 2018).

Genel olarak, pertürbatif olmayan davranış hakkında bize güçlü bir fikir veren, parçacık benzeri davranış sergileyen klasik, doğrusal olmayan hareket denklemlerinin çözümleri vardır. Bu çözümler arasında solitonlar, monopoller ve instantonlar bulunur. Instantonlar, Öklid uzay-zamanında hareket denklemlerinin sonlu etkili çözümleridir. Klasik düzeyde, instantonlar Minkowski denklemlerinin statik çözümlerinden çok farklı değildir. Bunun nedeni, statik çözümlerin yalnızca uzamsal koordinatları, yani Minkowski uzay-zamanının Öklid alt uzayını içermesidir (Olive ve ark., 1979). Instantonlar, farklı topoloji ile klasik minimumlar arasında enterpolasyon yapan bir tünelleme yörüngesini tanımlarlar. Instanton alan konfigürasyonunun eylemi sonludur (Shifman, 1994).

Deterministik dinamik sistemlerde kaotikliği düzenlilikten ayırt edebilmek ve kararsızlıkların oluşması beklenen faz uzayının alt uzayını belirleyebilmek, fiziğin birçok alanında oldukça önemlidir. N-boyutlu ve 2N-boyutlu sistemlerde kaotik ve düzenli yörüngeler, faz uzayında çok karmaşık şekillerde dağıldığından dolayı aralarında ayırım yapmayı oldukça güçleştirir. Bu sebeple dinamik sistemlerde kaosu ve düzenli yörüngeleri birbirinden ayırabilmek için birçok yöntem geliştirilmiştir. Bu yöntemlerden biri de Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi (GALI) yöntemidir (Skokos ve ark., 2007). Bu çalışmada, yörüngelerin düzenli veya kaotik davranışlarının tanımlanmasını ve bu durumların ayırımını incelemek için Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi (GALI) yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemi tercih etmemizdeki amaç, bir yörüngenin kaotikliği veya düzenliliği hakkında bize hızlı ve hassas bilgi verebilecek bir yöntem olmasından kaynaklanmaktadır.

Bu çalışmada, spinör tipi instantonların başlangıç koşulları incelenerek düzenli bir hareket bölgesinden kaotik bir hareket bölgesine geçişi GALI yöntemiyle araştırdık ve denge durumuna yakın yerlerden başlayarak, farklı yerlerde başlangıç koşulları belirleyerek sistemin kaotikliği hakkında bilgi edinmeyi amaçladık.

MATERYAL VE METOT

Gürsey Model

4 boyutlu Gürsey modelinde Lagrange, 3/2 ölçek boyutundaki fermiyon alanlarına dayanmaktadır ve (Gurse, 1956)

$$L = i\bar{\psi}\partial\psi + g(\bar{\psi}\psi)^{4/3} \quad (1)$$

denklemi ile verilir. Denklem (1)'den yola çıkarak hareket denklemi

$$i\partial\psi + g(\bar{\psi}\psi)^{1/3}\psi = 0 \quad (2)$$

ile tanımlanır. Burada g pozitif kuplaj sabitidir. Heisenberg anzatının (Heisenberg, 1954) Öklid konfigürasyonunun karmaşık biçimi

$$\psi = [ix_\mu\gamma_\mu\chi(s) + \varphi(s)]C \quad (3)$$

ile verilir. Burada C keyfi bir spinör sabitidir. $\chi(s)$ ve $\varphi(s)$ ise $s = x_\mu^2 = r^2 + t^2$ ($x_1 \equiv x, x_2 \equiv y, x_3 \equiv z, x_4 \equiv t$)'nin gerçek fonksiyonlarıdır. (3) denklemini (2) denkleminde yerine koyarsak,

$$4\chi(s) + 2s\frac{d\chi(s)}{ds} - \alpha[s\chi(s)^2 + \varphi(s)^2]^{1/3}\varphi(s) = 0 \quad (4a)$$

$$2 \frac{d\varphi(s)}{ds} + \alpha[s\chi(s)^2 + \varphi(s)^2]^{1/3} \chi(s) = 0 \quad (4b)$$

elde ederiz. Burada $\alpha = g(\bar{C}C)^{1/3}$ yazarsak,

$$i\gamma_\mu \partial_\mu \psi = \left[-4\chi(s) - 2s \frac{d\chi(s)}{ds} + 2ix_\mu \gamma_\mu \frac{d\varphi(s)}{ds} \right] \bar{C}C \quad (5)$$

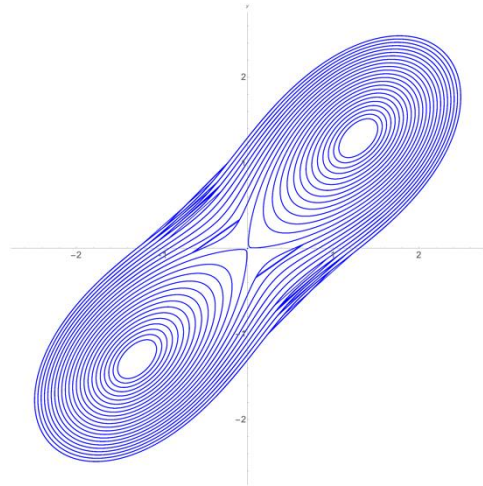
$$(\bar{\psi}\psi)^{1/3} = (s\chi^2(s) + \varphi^2(s))(\bar{C}C)^{1/3}$$

buluruz. $\chi = As^{-\sigma}p(t)$ ve $\varphi = Bs^{-\tau}q(t)$ ile $t \equiv \ln s$, $\sigma = \tau + 1/2$, $\tau = 3/4$ ve $A^2 = B^2$ (Kortel, 1956) yazarak, doğrusal olmayan basit diferansiyel denklem sistem çifti (4a) ve (4b)'nin boyutsuz formu,

$$2 \frac{dp(t)}{dt} + \frac{3}{2}p(t) - \alpha(AB)^{1/3}[p(t)^2 + q(t)^2]^{1/3}q(t) = 0 \quad (6a)$$

$$2 \frac{dq(t)}{dt} - \frac{3}{2}q(t) + \alpha(AB)^{1/3}[p(t)^2 + q(t)^2]^{1/3}p(t) = 0 \quad (6b)$$

elde edilir. Burada p ve q , t 'nin boyutsuz fonksiyonlarıdır ve A, B sabitlerdir (Kortel, 1956). Bu denklem sistemine Gürsey doğrusal olmayan diferansiyel denklem sistemi diyoruz. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ için bu denklem sisteminin çözümü (Akdeniz, 1982)'de verilen Gürsey instantonlarıdır. Yakın tarihte yapılan bir çalışmada, faz uzayında Gürsey instantonlarının evriminde kuplaj sabitinin rolü araştırılmıştır (Aydogmus ve ark., 2013).



Şekil 1. Gürsey instantonlarının çözümlerine karşılık gelen faz diyagramı (Aydogmus ve ark., 2013)

Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi (GALI) Yöntemi

N serbestlik dereceli Hamilton sistemlerini ele alalım. Düzenli yörüngeler için, $k \leq N$ lineer bağımsız başlangıç sapma vektörleri ile başlarsak, o zaman sapma vektörleri sonunda torusun N boyutlu teğet vektör uzayına düşer (Skokos ve ark., 2007). Bu durumda asimptotik GALI değeri pratikte sabit olacaktır. Oysa $N < k \leq 2N$ lineer bağımsız başlangıç sapma vektörleri ile başlarsak, o zaman asimptotik GALI değeri sıfır olacaktır çünkü bazı sapma vektörleri sonunda lineer bağımlı hale gelecek ve yine hepsi torusun N boyutlu teğet vektör uzayına düşecektir. Bir N boyutlu torus üzerinde bulunan düzenli yörüngeler için $GALI_k$ 'in genel davranışı (Moges, 2020)

$$GALI_k(t) \propto \begin{cases} \text{sabit} & 2 \leq k \leq N \\ t^{-2(k-N)} & N < k \leq 2N \end{cases} \quad (7)$$

ile verilmektedir. Öte yandan, kaotik ve kararsız periyodik yörüngeler için, tüm sapma vektörleri maksimum Lyapunov üsteli tarafından tanımlanan yönde hizalanır ve $GALI_k$ değeri, birkaç Lyapunov üstelinin (Skokos ve ark., 2007; Manos ve ark., 2012) değerlerine bağlı olan bir oranı takiben üstel olarak

hızlı bir şekilde sıfıra düşer (Skokos ve ark., 2007; Manos ve ark., 2012) burada $\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \dots \geq \sigma_k$, yörünge'nin en büyük k Lyapunov üstelinin yaklaşık değerleridir.

$$GALI_k(t) \propto e^{-[(\sigma_1 - \sigma_2) + (\sigma_1 - \sigma_3) + \dots + (\sigma_1 - \sigma_k)]t} \quad (8)$$

$2 \leq k \leq 2N$ ile birlikte k sapma vektörü $\hat{\omega}_1, \hat{\omega}_2, \dots, \hat{\omega}_k$ 'nin evrimini izliyoruz ve kenarlar olarak bu vektörlere sahip paralelyüzün 'hacminin' sıfıra gidip gitmediğini kontrol ederek, bunların nihayetinde lineer bağımlı hale gelip gelmediğini tespit ediyoruz. Bu hacim, bu vektörlerin vektörel çarpımının normu olarak hesaplanacaktır.

Christodoulidi ve Bountis (2006)'e göre doğrusal sistemin başlangıç koşulları olarak birim büyüklükteki k lineer bağımsız vektör $\bar{\omega}_i$, $i = 1, \dots, k$ 'yi, yani $\|\bar{\omega}_i(t)\|$, $i = 1, \dots, k$ 'yi seçiyoruz. Bu sistemin çözümleri, davranışı yörünge'nin kararlılığını belirleyen sapma vektörleri olarak adlandırılan (doğrusal olarak bağımsız kalması gerekmeyen) k vektörleri $\bar{\omega}_i(t)$, $i = 1, \dots, k$ 'dir.

$t = 0$ 'da lineer olarak bağımsız olan bu tür k normalize edilmiş sapma vektörleri verildiğinde,

$$\hat{\omega}_i(t) = \frac{\bar{\omega}_i(t)}{\|\bar{\omega}_i(t)\|}, \quad i = 1, \dots, k \quad (9)$$

k dereceli Genelleştirilmiş Hizalama İndeksini bu vektörler tarafından üretilen ve zaman içindeki evrimini takip etmek istediğimiz ifadeyle verilen k boyutlu paralelyüzün hacmi olarak tanımlarız (Christodoulidi ve Bountis, 2006).

$$GALI_k(t) = \|\hat{\omega}_1(t) \wedge \hat{\omega}_2(t) \wedge \dots \wedge \hat{\omega}_k(t)\| \quad (10)$$

Burada, $\|\cdot\|$ olağan klasik normu gösterir. Tüm normalize edilmiş sapma vektörleri $\hat{\omega}_i$, $i = 1, 2, \dots, k$, Hamilton akışının $2N$ boyutlu teğet vektör uzayına aittir. Bu uzayın temeli olarak alışımlı ortonormal vektörler kümesi kullanılarak, $\hat{e}_1 = (1, 0, 0, \dots, 0)$, $\hat{e}_2 = (0, 1, 0, \dots, 0)$, \dots , $\hat{e}_{2N} = (0, 0, 0, \dots, 1)$ herhangi bir sapma vektörü $\hat{\omega}_i$ şu şekilde yazılabilir:

$$\hat{\omega}_i = \sum_{j=1}^{2N} \omega_{ij} \hat{e}_j, \quad i = 1, 2, \dots, k \quad (11)$$

burada ω_{ij} denklemleri sağlayan gerçek sayılardır.

$$\sum_{j=1}^{2N} \omega_{ij}^2 = 1 \quad (12)$$

Böylece,

$$\begin{bmatrix} \hat{\omega}_1 \\ \hat{\omega}_2 \\ \vdots \\ \hat{\omega}_k \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \omega_{11} & \omega_{12} & \dots & \omega_{12N} \\ \omega_{21} & \omega_{22} & \dots & \omega_{22N} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ \omega_{k1} & \omega_{k2} & \dots & \omega_{k2N} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \hat{e}_1 \\ \hat{e}_2 \\ \vdots \\ \hat{e}_{2N} \end{bmatrix} \quad (13)$$

k sapma vektörlerinin vektörel çarpımı şu şekli alır:

$$\hat{\omega}_1 \wedge \hat{\omega}_2 \wedge \dots \wedge \hat{\omega}_k = \sum_{1 \leq i_1 < i_2 < \dots < i_k \leq 2N} \begin{vmatrix} \omega_{1i_1} & \omega_{1i_2} & \dots & \omega_{1i_k} \\ \omega_{2i_1} & \omega_{2i_2} & \dots & \omega_{2i_k} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ \omega_{ki_1} & \omega_{ki_2} & \dots & \omega_{ki_k} \end{vmatrix} \hat{e}_{i_1} \wedge \hat{e}_{i_2} \wedge \dots \wedge \hat{e}_{i_k} \quad (14)$$

burada toplam, $2N$ dışındaki tüm olası k indeks kombinasyonları üzerinden yapılır. $|\cdot|$ determinanı gösterir ve tüm niceliklerin t zamanına açıkça bağımlılığı, basitlik için ihmal edilmiştir.

$\hat{\omega}_i$, $i = 1, 2, \dots, k$ normalize edilmiş sapma vektörlerinden en az ikisi doğrusal olarak bağımlıysa, tüm $k \times k$ belirleyicileri sıfır olacak ve 'hacim' ortadan kalkacaktır. Eşdeğer olarak vektörel çarpımın normu diyeceğimiz miktar da (Skokos ve ark., 2007),

$$\|\hat{\omega}_1 \wedge \hat{\omega}_2 \wedge \dots \wedge \hat{\omega}_k\| = \left\{ \sum_{1 \leq i_1 < i_2 < \dots < i_k \leq 2N} \begin{vmatrix} \omega_{1i_1} & \omega_{1i_2} & \dots & \omega_{1i_k} \\ \omega_{2i_1} & \omega_{2i_2} & \dots & \omega_{2i_k} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ \omega_{ki_1} & \omega_{ki_2} & \dots & \omega_{ki_k} \end{vmatrix}^2 \right\}^{1/2} \quad (15)$$

sıfır olacaktır. Bu nedenle, bu önemli miktarı, k mertebesine ait Genelleştirilmiş Hizalama İndeksi

(GALI) olarak tanımlıyoruz (Denklem 10).

Bu nedenle, $GALI_k$ 'ı hesaplamak için, başlangıç koşulları $\vec{x}(0)$ olan bir yörüngenin evriminin yanı sıra, değişken $\frac{d\vec{\omega}}{dt} = M(\vec{x}(t))\vec{\omega}$ kullanılarak başlangıçta lineer olarak bağımsız birim sapma vektörleri olan $\hat{\omega}_i, i = 1, 2, \dots, k$ 'nin evrimini izlememiz gerekir. Her zaman adımında, bu sapma vektörlerini bire normalize ederiz ve denklem (15) kullanarak onların vektörel çarpımının normu olarak $GALI_k$ 'i hesaplarız.

Sonuç olarak, $GALI_k(t)$ sifıra eğilimliyse, bu, sapma vektörlerinden en az biri diğerlerine doğrusal olarak bağımlı hale geldiğinden, kenarlar olarak $\hat{\omega}_i$ vektörlerine sahip paralel yüzün hacminin de sifıra küçüldüğü anlamına gelir. Öte yandan, t keyfi olarak büyürken $GALI_k(t)$ sifırdan uzak kalırsa, bu sapma vektörlerinin doğrusal bağımsızlığını ve hacmi her zaman sifırdan farklı bir paralelyüzün varlığını gösterir.

Denklem (15), kaotik ve düzenli yörüngeler için GALI'lerin asimptotik davranışının teorik olarak belirlenmesi için idealdir. Bununla birlikte, pratik bir bakış açısından, çok sayıda determinantın hesaplanmasını gerektirebileceğinden, $GALI_k$ 'in sayısal değerlendirmesi için Denklem (15)'in uygulanması çok verimli değildir. Bu nedenle, W(t) matrisinin Tekil Değer Ayrışımına dayanan $GALI_k$ 'in hesaplanması için daha verimli bir sayısal teknik kullanılır ve $GALI_k$ 'in $W^T(t)$ 'nin $z_i \geq 0, i = 1, 2, \dots, k$ tekil değerlerinin çarpımına eşit olduğu gösterilmiştir (Antonopoulos ve Bountis, 2006; Skokos ve ark., 2008). Burada (T) transpoze matrisi gösterir.

$$GALI_k(t) = \prod_{i=1}^k z_i(t) \quad (16)$$

Daha açık bir şekilde ifade etmek gerekirse, s boyutlu torus ($s \leq N$) üzerinde uzanan düzenli yörüngeler için $GALI_k$ 'in davranışı şu şekilde verilir (Skokos ve ark., 2008):

$$GALI_k(t) \propto \begin{cases} \text{sabit} & 2 \leq k \leq s \\ \frac{1}{t^{k-s}} & s < k \leq 2N - s \\ \frac{1}{t^{2(k-N)}} & 2N - s < k \leq 2N \end{cases} \quad (17)$$

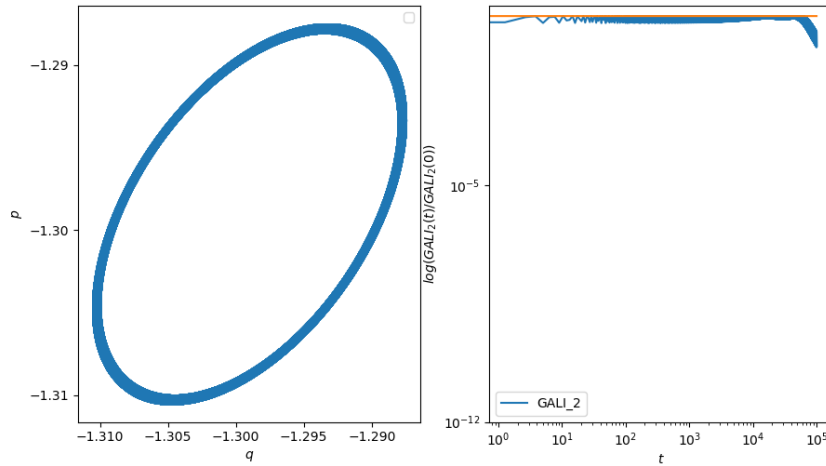
Kaotik yörüngeler için $GALI_k$, ilk k en büyük Lyapunov üsteline bağlı olan bir üsle üstel olarak hızlıca sifıra gider (Senyange ve Skokos, 2022).

$$GALI_k(t) \propto \exp(-t \sum_{i=2}^k (\sigma_1 - \sigma_i)) \approx \exp(-t \sum_{i=2}^k (\Lambda_1(t) - \Lambda_i(t))) \quad (18)$$

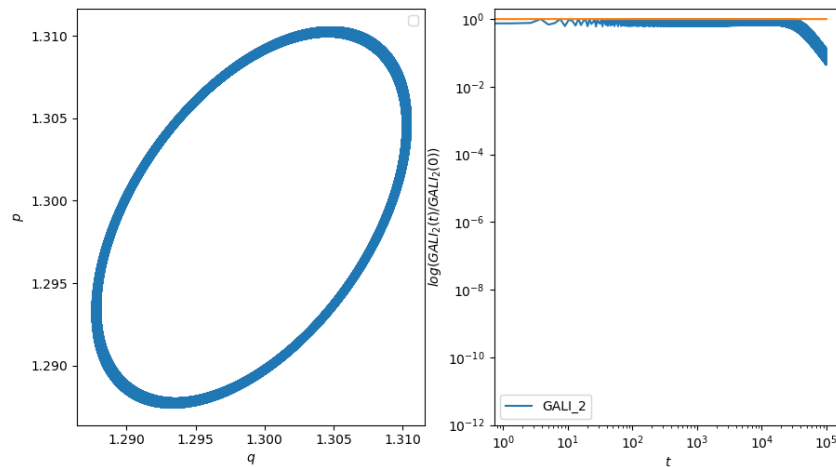
Burada maksimum Lyapunov üstellerin σ_i değerleri, ilgili sonlu zamanlı maksimum Lyapunov üsteller Λ_i tarafından yaklaşık olarak alınır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Heisenberg anzatının Gürsey modele uygulanmasıyla elde edilen spinör tipi instanton çözümleri kullanılarak GALI yöntemi ile yörüngelerin doğası araştırıldı. Şekil 1'deki faz diyagramında görüldüğü gibi denge noktaları $[-\frac{3\sqrt{3}}{4}, -\frac{3\sqrt{3}}{4}], [\frac{3\sqrt{3}}{4}, \frac{3\sqrt{3}}{4}]$ tür. Öncelikle kararlı noktalar civarındaki yörüngelerin davranışına bakıldı. Sonrasında kararlı noktalardan uzak başlangıç koşulları seçilerek oluşan yörüngelere bakıldı.

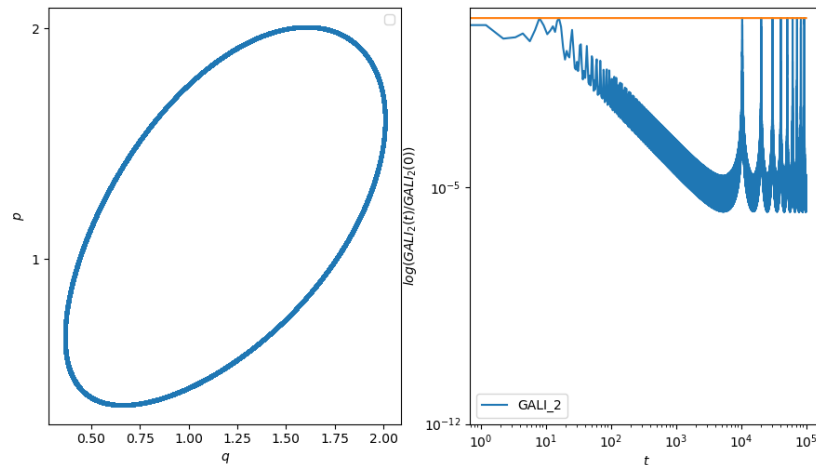


Şekil 2. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ ve $(-1.29, -1.30)$ başlangıç koşulu için faz diyagramı, 10^5 iterasyon sayısına göre $GALI_2$ 'nin eğrisi

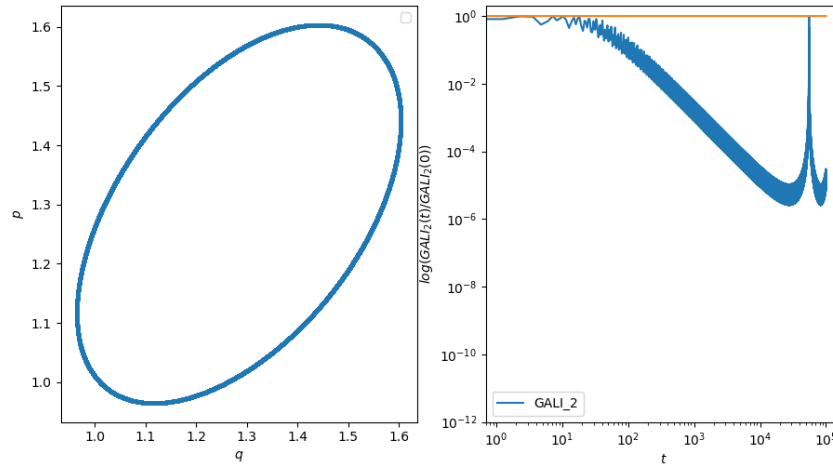


Şekil 3. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ ve $[1.29, 1.30]$ başlangıç koşulu için faz diyagramı, 10^5 iterasyon sayısına göre $GALI_2$ 'nin eğrisi

Şekil 2 ve Şekil 3'te görüldüğü üzere kararlı noktalara çok yakın durumlarda yörüngelerin düzenli olduğu görülmektedir. $GALI_2$ eğrisi paralel olarak sabit bir biçimde hareket etmektedir ve bu durum yörüngelerin düzenli olduğunu belirtmektedir. $GALI_2$ eğrisi ve faz diyagramı göz önüne alındığında kararlı noktalara yakın başlangıç koşullarında düzenli yörüngeler olduğu görülmektedir.

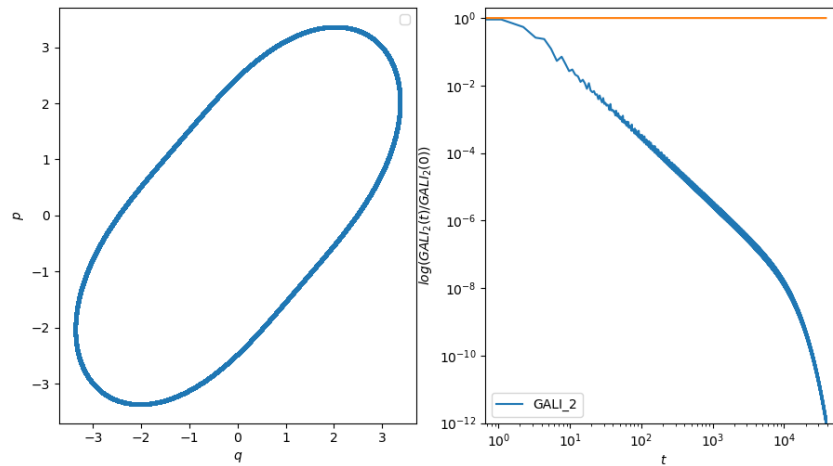


Şekil 4. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ ve $[0.3, 0.4]$ başlangıç koşulu için faz diyagramı, 10^5 iterasyon sayısına göre $GALI_2$ 'nin eğrisi

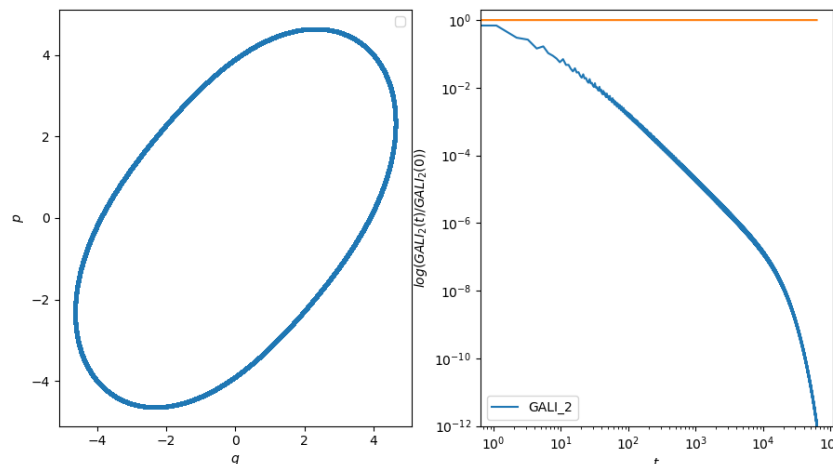


Şekil 5. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ ve $[1.4, 1.6]$ başlangıç koşulu için faz diyagramı, 10^5 iterasyon sayısına göre $GALI_2$ 'nin eğrisi

Şekil 4 ve Şekil 5'te görüldüğü üzere kararlı noktalardan biraz uzak durumlarda rastgele seçilmiş olan $(0.3, 0.4)$ ve $(1.4, 1.6)$ başlangıç durumlarına göre faz diyagramında düzenli yörüngeler görülmektedir. Ancak $GALI_2$ nin eğrisi incelendiğinde yörüngelerde kaotik durumlar gözlenmektedir. Şekil 4'te başlangıç koşulu orijine yakın seçildiği durumlarda yayılan kaos (Senyange ve Skokos, 2022) durumu mevcuttur. Şekil 5'te ise yerleşmiş ve yayılan kaos (Senyange ve Skokos, 2022) durumu ortaya çıkmaktadır. Başlangıç durumlarına göre kararlı noktalardan uzaklaştıkça yörüngelerde kaotik durumlar meydana gelmektedir. Faz diyagramında görünmeyen bu durum $GALI_2$ nin eğrisi sayesinde görülebilmektedir.



Şekil 6. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ ve $[3.0, 3.0]$ başlangıç koşulu için faz diyagramı, 10^5 iterasyon sayısına göre $GALI_2$ 'nin eğrisi



Şekil 7. $\alpha(AB)^{1/3} = 1$ ve $[4.0, 4.0]$ başlangıç koşulu için faz diyagramı, 10^5 iterasyon sayısına göre $GALI_2$ 'nin eğrisi

Şekil 6 ve Şekil 7’de görüldüğü gibi kararlı noktalardan uzak durumlarda rastgele seçilmiş olan (3, 3) ve (4, 4) başlangıç durumlarına göre faz diyagramında düzenli yörüngelere sahip olduğu görülmektedir. Fakat $GALI_2$ nin eğrisi incelendiğinde kaotik yörüngeler olduğu görülmektedir. Başlangıç durumlarına göre kararlı noktalardan daha fazla uzaklaşıldıkça yörüngeler kaotik olmaktadır. Faz diyagramında görünmeyen bu durum $GALI_2$ nin eğrisi sayesinde görülebilmektedir.

SONUÇ

Gürsey Model, 4 boyutlu konformal invaryant saf fermiyonik bir modeldir (Gursey, 1956). Bu çalışmada Gürsey instantonlarının Heisenberg yaklaşımına dayanarak spinör tipi instanton çözümlerinin dinamiğini ve yörüngelerinin doğasını anlamak amacıyla, yüksek boyutlu sistemlerde olduğu gibi düşük boyutlu sistemlerde de kaosu araştırmak için kullanılan GALI yöntemi tercih edilmiştir.

Daha önce yapılan çalışma (Aydogmus ve ark., 2013) faz uzayı çekicilerini göstermekte fakat yörüngelerin durumu hakkında detaylı bilgi vermediğinden, bu çalışmada GALI yöntemi kullanılarak yörüngelerde kaotiklik veya düzen araştırması yapıldı. GALI yöntemiyle Gürsey instantonlarının denge durumları $\left[-\frac{3\sqrt{3}}{4}, -\frac{3\sqrt{3}}{4}\right]$ ve $\left[\frac{3\sqrt{3}}{4}, \frac{3\sqrt{3}}{4}\right]$ civarında yörüngelerinin düzenli olduğunu, denge durumundan orijine yaklaşıldığı zaman yayılan kaotik durum, uzaklaşıldığında ise hem yayılan hem de yerleşmiş kaotik durum mevcuttur. Denge noktalarından daha fazla uzaklaşıldığında ise kaotik yörüngeler olduğu gözlemlendi.

Bu çalışmada, Gürsey instantonlarının yörüngeleri hakkında daha fazla bilgi sahibi olduk. Ayrıca, 4-boyutlu konformal invaryant saf fermiyonik spinör tipi instantonların başlangıç koşullarındaki en ufak bir değişikliğin sistemi değiştirdiğini, bu da instantonların başlangıç koşullarına hassas bir şekilde bağlı olduğunu göstermektedir.

TEŞEKKÜR

Bu makaleyi hazırlarken verdiği destek için değerli hocam Prof. Dr. K.Gediz AKDENİZ’e teşekkür ederim.

KAYNAKLAR

- Akdeniz KG, 1982. On classical solutions of Gursey’s conformal-invariant spinor model. *Lettere al Nuovo Cimento*, 33(2): 40–44.
- Antonopoulos C, Bountis T, 2006. Detecting order and chaos by the linear dependence index method. *Romai Journal*, 2(2): 1-13.
- Aydogmus F, Canbaz B, Onem C, Akdeniz KG, 2013. The behaviours of Gursey instantons in phase space. *Acta Physica Polonica B*, 44(9): 1837–1845.
- Belitsky AV, Vandoren S, Van Nieuwenhuizen P, 2000. Yang-Mills and D-instantons. *Classical and Quantum Gravity*, 17(17): 3521-3570.
- Christodoulidi H, Bountis T, 2006. Low-dimensional quasiperiodic motion in hamiltonian systems. *Romai Journal* 2(2): 37-44.
- Gursey F, 1956. On a conform-invariant spinor wave equation. *Il Nuovo Cimento*, 3(5): 988–1006.
- Heisenberg W, 1954. Zur quantentheorie nichtrenormierbarer wellengleichungen. *Zeitschrift für Naturforschung A*, 9, 292–303.
- Kortel F, 1956. On some solutions of Gursey’s conformal-invariant spinor wave equation. *Il Nuovo Cimento*, 4, 210–215.

- Manos T, Skokos C, Antonopoulos C, 2012. Probing the local dynamics of periodic orbits by the Generalized Alignment Index (GALI) method. *International Journal of Bifurcation and Chaos*, 22(9): 1250218.
- Moges HT, 2020. Investigating Chaos by the Generalized Alignment Index (GALI) Method. University of Cape Town.
- Olive D, Sciuto S, Crewther RJ, 1979. Instantons in field theory. *La Rivista del Nuovo Cimento*, 2(8): 1-117.
- Paranjape M, 2018. The theory and applications of instanton calculations. Cambridge University Press, England.
- Senyange B, Skokos C, 2022. Identifying localized and spreading chaos in nonlinear disordered lattices by the Generalized Alignment Index (GALI) method. *Physica D: Nonlinear Phenomena*, 432: 133154.
- Shifman M, 1994. Instantons in gauge theories. World Scientific, Singapore.
- Skokos C, Bountis T, Antonopoulos C, 2007. Geometrical properties of local dynamics in hamiltonian systems: the Generalized Alignment Index (GALI) method. *Physica D*, 231(1): 30-54.
- Skokos C, Bountis T, Antonopoulos C, 2008. Detecting chaos, determining the dimensions of tori and predicting slow diffusion in Fermi-Pasta-Ulam lattices by the Generalized Alignment Index method. *The European Physical Journal Special Topics*, 165(1): 5-14.

Atf İçin: Şahan M, 2022. Kepler Kataloğundan Seçilen Üç W UMa Tipi Değen Çift Yıldızın (KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917) Işık Eğrisi Analizleri. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 735-751.

To Cite: Sahan M, 2022. Photometric Analysis of Three W UMa Type Contact Binaries (KIC3732732, KIC3936357 and KIC10802917) from The Kepler Catalogue. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 735-751.

Kepler Kataloğundan Seçilen Üç W UMa Tipi Değen Çift Yıldızın (KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917) Işık Eğrisi Analizleri

Muhittin ŞAHAN^{1*}

ÖZET: Bu çalışma, Kepler kataloğundan seçilen daha önce çalışılmamış kısa dönemli ($0^{\text{d}}.27 < P < 0^{\text{d}}.39$) KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 W UMa tipi örten çift yıldız sistemlerinin fotometrik araştırma sonuçlarını vermektedir. Wilson-Devinney (WD) tabanlı (*Mod 3*) PHOEBE modelleme paket programı kullanılarak sistemlerin fotometrik ışık eğrileri analiz edilmiştir. Fotometrik ışık eğrisi analizlerinden kütle oranları (q), eğim açıları (i), ikinci bileşenin sıcaklığı (T_2), potansiyelleri ($\Omega_1 = \Omega_2$), Roche lobu doldurma faktörleri (f) ve ikincil bileşenlerinin üzerindeki lekeler belirlenmiştir. Sistemler için en iyi çözümlerin KIC3732732 için $q = 0.5$, $i = 57^{\circ}.0$, $T_2 = 5966$ K, $\Omega = 2.8$ ve $f = \%25.4$, KIC3936357 için $q = 0.41$, $i = 76^{\circ}.5$, $T_2 = 5940$ K, $\Omega = 2.6$ ve $f = \%39.4$ ve KIC10802917 için $q = 0.48$, $i = 82^{\circ}.0$, $T_2 = 5080$ K, $\Omega = 2.79$ ve $f = \%16.4$ olduğu bulunmuştur. Sistemlerin birinci ve ikinci bileşenlerin mutlak parametreleri ise sırasıyla, KIC3732732 sistemi için $M_1 = 1.575 M_{\odot}$, $M_2 = 0.785 M_{\odot}$, $R_1 = 1.383 R_{\odot}$, $R_2 = 1.019 R_{\odot}$, $a = 3.024 R_{\odot}$, $L_1 = 2.143 L_{\odot}$ ve $L_2 = 1.180 L_{\odot}$, KIC3936357 sistemi için $M_1 = 1.602 M_{\odot}$, $M_2 = 0.654 M_{\odot}$, $R_1 = 1.373 R_{\odot}$, $R_2 = 0.938 R_{\odot}$, $a = 2.842 R_{\odot}$, $L_1 = 2.093 L_{\odot}$ ve $L_2 = 0.982 L_{\odot}$ ve KIC10802917 sistemi için $M_1 = 1.078 M_{\odot}$, $M_2 = 0.516 M_{\odot}$, $R_1 = 0.940 R_{\odot}$, $R_2 = 0.675 R_{\odot}$, $a = 2.067 R_{\odot}$, $L_1 = 0.470 L_{\odot}$ ve $L_2 = 0.272 L_{\odot}$ olarak belirlenmiştir. Kütle oranlarına, Roche Lobu doldurma faktörlerine ve sıcaklıklarına ($T_2 > T_1$) göre her üç çift yıldız sisteminin aşırı değen W UMa ikili sistemlerinin W-alt türü oldukları görülmektedir. Bileşenlerin sıcaklıklarına göre KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 sistemlerinin sırasıyla G0V, G0V ve K2V tayf türünden oldukları tahmin edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: W UMa türü çift yıldız, Işık eğrisi analizi, Değen çift sistemler, KIC3732732, KIC3936357, KIC10802917

Photometric Analysis of Three W UMa Type Contact Binaries (KIC3732732, KIC3936357 and KIC10802917) from The Kepler Catalogue

ABSTRACT: This study presents the results of photometric studies of three previously unstudied short-period ($0^{\text{d}}.27 < P < 0^{\text{d}}.39$) W UMa type eclipsing binary systems from the Kepler Catalogue: KIC3732732, KIC3936357 and KIC10802917. The photometric light curves were analyzed using the PHOEBE modeling package program based on the Wilson-Devinney (WD) (with *Mode 3*). From photometric light curve analyses, the mass ratios (q), inclination angles (i), temperature of the secondary (T_2), potentials ($\Omega_1 = \Omega_2$), fill-out factors (f) and spots on the secondary components were determined. The best solution for systems were found to be $q = 0.5$, $i = 57^{\circ}.0$, $T_2 = 5966$ K, $\Omega = 2.8$ and $f = 25.4\%$, for KIC3732732, $q = 0.41$, $i = 76^{\circ}.5$, $T_2 = 5940$ K, $\Omega = 2.6$ and $f = 39.4\%$, for KIC3936357, $q = 0.48$, $i = 82^{\circ}.0$, $T_2 = 5080$ K, $\Omega = 2.79$ and $f = 16.4\%$ for KIC10802917. The absolute parameters of the systems' primary and secondary components have also been derived to be $M_1 = 1.575 M_{\odot}$, $M_2 = 0.785 M_{\odot}$, $R_1 = 1.383 R_{\odot}$, $R_2 = 1.019 R_{\odot}$, $a = 3.024 R_{\odot}$, $L_1 = 2.143 L_{\odot}$ and $L_2 = 1.180 L_{\odot}$ for KIC3732732 system, $M_1 = 1.602 M_{\odot}$, $M_2 = 0.654 M_{\odot}$, $R_1 = 1.373 R_{\odot}$, $R_2 = 0.938 R_{\odot}$, $a = 2.842 R_{\odot}$, $L_1 = 2.093 L_{\odot}$ and $L_2 = 0.982 L_{\odot}$ for KIC3936357 system and $M_1 = 1.078 M_{\odot}$, $M_2 = 0.516 M_{\odot}$, $R_1 = 0.940 R_{\odot}$, $R_2 = 0.675 R_{\odot}$, $a = 2.067 R_{\odot}$, $L_1 = 0.470 L_{\odot}$ and $L_2 = 0.272 L_{\odot}$ for KIC10802917 system, respectively. The mass ratios and Roche Lobe fill out factors along with temperature of ($T_2 > T_1$) suggest that three binary systems are W-subtype over-contact W UMa binary systems. Considering the temperatures of the components, spectral types of KIC3732732, KIC3936357 and KIC10802917 were estimated as G0V, G0V and K2V, respectively.

Keywords: UMa type binary stars, Light curve analysis, Contact binary systems, KIC3732732, KIC3936357, KIC10802917

¹ Muhittin ŞAHAN (Orcid ID: 0000-0001-6716-8463), Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Osmaniye, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Muhittin ŞAHAN, e-mail: muhittinsahan@osmaniye.edu.tr

GİRİŞ

Gökyüzündeki yıldızların çoğu kütle çekim kuvvetiyle birbirlerine bağlı olan ve bir ortak kütle merkezi etrafında yörünge hareketleri yapan, iki ya da daha fazla yıldız sistemlerinden oluşmaktadır. Çift yıldızlar, yıldızların kütle, yarıçap, ışınım gücü gibi belirli parametrelerin hesaplanmasında oldukça kullanışlıdır (Joshi ve ark., 2016).

Küresel yıldız bileşenlerine sahip olan yakın çift yıldız sistemlerinde, yıldızların birbirini dönemselsel olarak örtmesi sonucu tutulmalar meydana gelir. Dolayısıyla yıldızların ölçülen ışıklarında değişimler gözlenir. Bu çift yıldız sistemleri örten çift yıldızlar olarak adlandırılır ve gözlenen ışık eğrilerine göre Algol türü (EA: örneğin β Persei, ayrıık çiftler), β Lyr türü (EB: örneğin; β Lyrae, yarı ayrıık çiftler) ve W UMa türü (W Ursae Majoris: EW, örneğin; değen çiftler) olmak üzere üç gruba ayrılmaktadırlar (Skelton ve Smith, 2009; Li ve Liua, 2021). Algol türü sistemlerin ışık eğrilerinin, birinci ve ikinci minimumların derinliklerinde çok büyük farklılık vardır ve yörünge dönemleri bir günden daha uzundur. β Lyr türü sistemlerin ışık eğrilerinde birinci ve ikinci minimumlarının derinliklerinde belirgin olacak şekilde farklılık vardır ve tutulmaların dışında sürekli değişiklik gösterirler. Yörünge dönemleri genellikle bir günden daha uzundur (Skelton ve Smith, 2009).

W UMa türü çift yıldız sistemlerinde birinci (baş) ve ikinci (yoldaş) bileşen yıldızlar birbirlerine çok yakın olduklarından, tutulmaların dışında sürekli bir değişim gösteren anakol yıldızlarıdır. Bileşenlerin her ikisi de düşük ışınım güçlerine sahip olduğundan tayf tipleri A-K arasında değişen ve çekirdeklerinde hidrojen yakan küçük kütleli soğuk anakol yıldızlarıdır (Skelton ve Smith 2009; Terrell ve ark., 2012).

W UMa'larda yıldızlar arasındaki madde etkin bir şekilde paylaşıldığından, ışık eğrileri, yaklaşık eşit derinlikli belirgin maksimum ve minimumlara sahip olan ve sürekli parlaklık değişimleri gösteren yıldızlardır (Terrell ve ark., 2012; Joshi ve ark., 2016). Bileşen yıldızların kütleleri genellikle farklı olmasına rağmen, homojen bir sıcaklığa sahip olan bileşenler arasındaki sıcaklık farkı çok düşüktür (birkaç yüz Kelvin) (Eggen, 1967; Lucy, 1967; Skelton ve Smith, 2009). W UMa türü çift yıldızlardaki madde, Roche lobunun dışına taşarak her iki yıldızın etrafını saran ortak zarf oluşturduğunda bunlar aşırı değen (overcontact: OC) çiftler olarak sınıflandırılırlar. Karşılıklı olarak birbirlerine uyguladıkları aşırı derecede etkileşimden dolayı küresellikleri bozulmuştur (Lucy, 1968). Çoğu benzer etkin sıcaklığa sahip olmalarına rağmen, ışık eğrilerinin birincil ve ikincil maksimumları arasında O'Connell etkisi gösteriler (O'Connell, 1951).

W UMa çift yıldız sistemlerini oluşturan birinci ve ikinci bileşenlerin kütleleri birbirinden farklıdır ve kütle oranları ($q = M_2/M_1$) oldukça düşüktür (0.08 - 0.8 arası) (Skelton ve Smith, 2009). Algol ve β Lyr çift yıldız sistemleriyle karşılaştırıldığında, W UMa türü örten çift yıldızlar çok kısa yörünge dönemlerine ($0^{\text{e}}.2 < P < 0^{\text{e}}.8$) sahiptirler (Wadhwa, 2005; Skelton ve Smith, 2009). Dönemlerinin kısa olması gözlemsel olarak bu yıldızların gözlenmesinde bir avantaj sağlamaktadır.

W UMa türü çift yıldız sistemleri yörünge dönemleri, değme oranları, kütle oranları, sıcaklıkları gibi gösterdikleri bazı fiziksel özelliklerine göre W-alt türü ve A-alt türü olmak üzere iki alt gruba ayrılırlar (Binnendijk, 1970; Gazeas ve Stepjen, 2008). Eğer birinci bileşen ikinci bileşenden daha sıcak ise A-alt türünden bir W UMa çift yıldızdır. Bileşenler arasındaki sıcaklık farkı birkaç yüz Kelvin mertebesindedir fakat pek çok çiftler arasında sifıra yakın sıcaklık farkı da vardır (Gazeas ve Stepjen, 2008).

Genel olarak, W-alt türü çift yıldızlarla kıyaslandığında A-alt tipleri daha uzun yörünge dönemlerine (P), daha erken tayf tiplerine ve daha yüksek kütle oranlarına ($q > 0.3$) sahiptir. Yine de

A-alt ve W-alt türündeki çift yıldızlar arasında kesin ve belirgin ayırım yapmak çok kolay değildir (Wadhwa, 2005; Gazeas ve Stepien, 2008; Skelton ve Smith, 2009; Bulut ve Bulut, 2021).

A-alt türü sistemlerde büyük kütleli birinci bileşen daha yüksek sıcaklığa (T_1) sahipken, W-alt türü sistemlerde daha küçük kütleli ikinci bileşen daha yüksek sıcaklığa (T_2) sahiptir (Wadhwa, 2005). Genel olarak, A-alt türü sistemler düşük kütle oranlarına ($q < 0.3$) ve W-alt türü sistemler büyük kütle oranlarına ($q > 0.3$) sahip olmalarına rağmen her iki alt türünün $0.25 < q < 0.4$ aralığında olduğu görülmektedir (Csizmadia ve Klagyivik, 2004). A-alt türü yıldızların yörünge dönemleri genellikle 0.3 günden daha düşükken, W-alt türü sistemlerin yörünge dönemleri $0^{\circ}.22$ ile $0^{\circ}.40$ arasında değişmektedir (Wadhwa, 2005; Skelton ve Smith, 2009; Joshi ve ark., 2016). Kütle-yarıçap ve renk-parlaklık diyagramlarına dayalı olarak, A-F erken tayf tiplerine sahip olan A-alt türü yıldızlar, G-K geç tayf tiplerine sahip olan W-alt türüne göre daha gelişmişlerdir. Gazeas ve Niarchos (2006), toplam kütleleri ve toplam açısal momentumları daha büyük olduğu için A-türü sistemlerin W-alt türünden daha fazla evrimleşemeyeceğini göstermiştir. Değen ya da aşırı değen W-alt türü yıldızların her iki bileşeni de kritik Roche loblarını doldururlar ya da aşırı doldurup ortak bir konvektif zarfla çevrenirler.

Örten çift yıldızların fiziksel özelliklerinin belirlenmesi için fotometrik ve spektroskopik çalışmaların yapılması önemlidir (Joshi ve ark., 2016). Bu nedenle bu çalışmada, Kepler kataloğundan seçilen W UMa türü değen KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldızların Wilson-Devinney (WD) (Wilson ve Devinney, 1971; Wilson, 1990, 1994) yöntemi kullanarak PHOEBE (v.0.31a) (Prsa, 2011) programında fotometrik analizleri yapılmış ve bileşenlerin yarıçapları, kütleleri, kütle oranları, sıcaklıkları, ışınma gücü gibi bazı fiziksel parametreleri elde edilmiştir. Aşağıda yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar detaylı olarak verilmiştir.

MATERYAL VE METOT

Gözlemler

Kepler Uzay Teleskobu, Galaksimizin Cygnus Takımyıldızındaki yıldızların çevrelerindeki Dünya benzeri gezegenlerin varlığını keşfetmek ve gezegenlerin özelliklerini araştırmak amacıyla NASA tarafından Mart 2009 tarihinde uzaya fırlatılmıştır. 1.4 m çaplı birincil aynaya sahip olan Schmidt türü Kepler teleskobu, 0.95 m açıklığına ve 105 derece² görüş alanına sahip olacak şekilde tasarlanmıştır. Odak düzlemi üzerinde her bir pikseli 27 mikron boyutunda olan 42 adet 2200 x 1024 piksel boyutlu CCD düzeneği bulunmaktadır. Kepler Uzay Teleskobu, Galaksimizin Orion kolu boyunca Cygnus, Draco ve Lyra takımyıldızlarının bulunduğu ortak bölgeler gözlem hedefi olarak belirlenmiştir. Kepler teleskopunun kısa poz süreli (1 dk) (Short Cadence: SC) ve uzun poz süreli (30 dk) (Long Cadence: LC) olmak üzere iki adet gözlem seçeneği bulunmaktadır. Teleskopun gözlem süreleri üçer aylık dönemler halinde Quarter (Q_i) adı verilen gözlem sezonlarından oluşmaktadır (Kolenberg ve ark., 2010).

Bu çalışmada, kısa dönemli KIC3732732 ($P = 0^{\circ}.3961872$), KIC3936357 ($P = 0^{\circ}.3691536$) ve KIC10802917 ($P = 0^{\circ}.2724524$) W UMa türü ışık eğrilerine sahip örten çift yıldızlarının gözlenen fotometrik ışık eğrisi verileri Villanova Üniversitesi tarafından sağlanan Kepler veri arşivindeki Kepler Örten Çift Yıldız Kataloğu'ndan (Kepler Eclipsing Binary Catalogue) alınmıştır (Prsa ve ark., 2011; Slawson ve ark., 2011; Conroy ve ark., 2014; Kirk ve ark., 2016). Her üç sistem için Kepler kataloğundan elde edilen bilgiler kısaca şu şekilde özetlenebilir. Her üç sistem için Q1-Q17 olmak üzere toplam 17 gözlem sezonları bulunmakta ve gözlemlerin tamamı uzun poz sürelerinde (30 dk, LC) yapılmıştır.

KIC3732732 ($\alpha_{2000} = 19^{\text{sa}}07^{\text{dk}}31^{\text{sn}}.308$, $\delta_{2000} = +38^{\circ}53'34''.62$) çift yıldız sisteminin gözlemleri 02.05.2009 (2454953.5375579 JD) tarihinden başlayıp (Q1 sezonu) 11.05.2013 (2454963.2441088 JD) tarihinde biten (Q17 sezonu) toplam 1471 günlük veriden oluşmaktadır. Birinci bileşenin $T_{\text{eff}} = 5946$ K, Kepler parlaklığı (K_p) = $13^{\text{m}}.462$, fotometrik demir (metal) bolluğu $[Fe/H] = 0.041$ dex (Güneş = 0.0134), $\text{Log}(g) = 4.236$ cms^{-2} (\log_{10} yüzey çekimi), $E(B-V)$ renk artışı = $0^{\text{m}}.114$ ve $V = 13^{\text{m}}.913$ 'dir.

KIC3936357 ($\alpha_{2000} = +19^{\text{sa}}01^{\text{dk}}38^{\text{sn}}.604$, $\delta_{2000} = +39^{\circ}02'28''.14$) çift yıldız sisteminin gözlemlerine 05.02.2009 (1724466.5381481 JD) tarihinden başlayıp (Q1 sezonu) ve 11.05.2013 (2456424.0110185 JD) tarihinde biten (Q17 sezonu) toplam 1557 günlük veriden oluşmaktadır. Birinci bileşen için $T_{\text{eff}} = 5933$ K, $K_p = 13^{\text{m}}.437$, $[Fe/H] = -0.315$ dex, $\text{Log}(g) = 4.057$ cms^{-2} , $E(B-V) = 0^{\text{m}}.096$ ve $V = 11.99$ 'dir.

Çizelge 1. KIC3732732, KIC10802917 ve KIC3936357 için sistemlerin Kepler kataloğundan genel bilgiler

Parametre	KIC3732732 (1)	KIC3936357 (2)	KIC10802917 (3)
Kepler_ID	3732732	3936357	10802917
2MASS ID	J19073130+3853346	J19013860+3902281	J19362599+4811039
α (J2000) [sa dk sn]	19 07 31.308	19 01 38.604	19 36 25.999
δ (J2000) [$^{\circ}$ ' '']	+38 53 34.62	+39 02 28.14	+48 11 03.98
T_0 (HJD0+2400000)	54953.918666	54953.852697	54999.905793
periyod [g]	0.3961872	0.3691536	0.2724524
T_1 [K]	5946	5933	4937
K_p Kepler Parlaklığı [m]	13.462	12.437	15.867
$[Fe/H]$ metal bolluğu [dex]	0.041	-0.315	-0.347
$\text{Log}(g)$ [cms^{-2}]	4.236	4.057	4.505
$E(B-V)$ [m]	0.114	0.096	0.128
V Parlaklığı [m]	13.913	11.99	16.143

KIC10802917 ($\alpha_{2000} = 19^{\text{sa}}36^{\text{dk}}25^{\text{sn}}.999$, $\delta_{2000} = 48^{\circ}11'03''.98$) sisteminin gözlemlerine ise yıldız 20.06.2009 (2455002.5174653 JD) tarihinden başlayıp (Q1 sezonu) 11.05.2013 (2456424.0011458 JD) tarihinde biten (Q17 sezonu) toplam 1422 günlük veriden oluşmaktadır. Sistemin birinci bileşenin ektin sıcaklığı = 4937 K, $K_p = 15^{\text{m}}.867$, $[Fe/H]$ oranı = -0.347 dex, $\text{Log}(g) = 4.505$ cms^{-2} , $E(B-V) = 0^{\text{m}}.128$ ve $V = 16^{\text{m}}.143$ 'dir. Kepler veri tabanından elde edilen bu üç sistemin temel parametreleri Çizelge 1'de özetlenmiştir.

Her üç sistemde 64500'den fazla ham veri noktası bulunmaktadır. Ham veri noktası çok fazla olduğu için basit işlemde geçirerek her sistemin verileri birleştirilmiştir.

Kepler kataloğundan seçilen W UMa türü değen KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldızların gözlenmiş ışık eğrilerinin temsil ettikleri bazı parametreleri tahmin etmek amacıyla PHOEBE (v.0.31a) ara yüz yazılım modeli kullanılmış ve verilerin analizleri yapılmıştır. PHOEBE programı farklı türden örten değişen çift yıldız sistemlerinin ışık eğrilerinin (ayrık, yarı-ayrık, değen ve aşırı değen) modellemesi için Prsa ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir (Prsa, 2011; Prsa ve Zwitter, 2005; Prsa ve ark., 2011). PHOEBE programı, örten çift sistemlere ilişkin geometrik ve fiziksel parametreleri diferansiyel düzeltme yoluyla hesaplayan Wilson-Devinney (WD) kodunu temel almaktadır (Wilson ve Devinney, 1971; Prsa ve Zwitter, 2005; Prsa, 2011). Seçilen çift yıldız sistemlerinin tamamının ışık eğrileri genel olarak değen ya da aşırı değen W UMa türü olduklarından, her bir çift için Wilson-Devinney kodunun "Mod 3" (overcontact binary not in thermal contact) seçeneğini kullanılmıştır.

Binary Maker 3.0 (BM3) (Bradstreet, 2005) ile PHOEBE’de elde edilen fotometrik parametreler kullanılarak sistemlerin birinci ve ikinci bileşenlerin Roche loblarının geometrileri elde edilmiş ve ikili sistemlerin hangi türden (değen, aşırı değen) olup olmadıklarına bakılmıştır. BM3, kütle oranları belirlendikten sonra ayırık, değen ve aşırı değen çift sistemlerin eş potansiyellerinin belirlenmesi amacıyla Lucy ve Wilson (1979) tarafından önerilen parametrenin bir modifikasyonudur.

Işık Eğrisi Analizleri

KIC3732732, KIC10802917 ve KIC3936357 çift yıldız sistemlerinin temel fotometrik parametrelerini belirlemek için yukarıda belirtildiği gibi WD kodu kullanan PHOEBE program kodu (Prsa, 2011) kullanılmış ve fotometrik ışık eğrisi analizleri yapılmıştır. Çift yıldız sistemlerinin her biri için V-bandı (550 nm) lineer bolometrik ve logaritmik kenar kararım katsayıları doğrusal kosinüs yasası modelini temel alan Van Hamme (1993) tablolarından alınmıştır. Konvektif yıldızlar için çekim kararım ve bolometrik albedo katsayıları sırasıyla $g_1 = g_2 = 0.50$ (Rucinski, 1969) ve $A_1 = A_2 = 0.32$ (Lucy, 1967) olarak ayarlanmıştır. Izgara çözünürlük değerleri (PHOEBE’de DC parametreleri) sırasıyla 30, 30, 15, 15 olarak alınmıştır. Yörünge dış merkezliği (e) ve üçüncü ışık etkisinin (L_3) sıfır olduğu varsayılmıştır.

Işık eğrisi analizleri yapılırken fotometrik kütle oranı ($q = M_2/M_1$), yörünge eğim açısı (i), ikinci yıldızın ortalama sıcaklığı (T_2) ve birinci/baş ve ikinci/yoldaş yıldızın yüzey potansiyelleri ($\Omega_{1,2}$) gibi sistem parametrelerinin ayarlanmaları yapılmıştır. Bunun için girdi parametrelerinden yörünge eğim açısı (i), ikincil bileşenin ortalama yüzey sıcaklığı (T_2), birinci bileşenin boyutsuz yüzey potansiyeli ($\Omega_1 = \Omega_2$), birinci bileşenin ışımaya gücü (L_1) değişken olarak seçilirken (yani hiç bir kısıtlama yok), birinci bileşenin yüzey sıcaklığı (T_1), ikinci bileşenin ışımaya gücü (L_2) ve ikinci bileşenin yüzey potansiyeli (Ω_2) sabit tutulmuştur.

Çift yıldız sisteminde $q = M_2/M_1$, çift yıldızların orijinlerini ve evrimlerini anlamamızda oldukça önemli bir parametredir. Kütle oranına duyarlı olan çift yıldız sisteminin Roche geometrisine dayanan Wilson-Devinney (WD) yönteminde önemli bir parametredir. Bu nedenle, WD kodunda ilk girdi parametrelerini elde etmek için kütle oranı (q) tarama yöntemi kullanılmıştır.

Kütle oranı en iyi tayfsal analizlerle belirlenir. Fakat, radyal hız ölçümlerinin olmadığı durumlarda, yıldızların kütle oranlarını belirlemek yörünge eğim açısı (i), ikinci/yoldaş bileşenin sıcaklığı (T_2), birinci ve ikinci yıldızın yüzey potansiyeli ($\Omega_1 = \Omega_2$) ve baş/birinci yıldızın ışımaya gücü (L_1) parametreleri serbest bırakılarak en düşük $\Sigma(O-C)^2$ hata değerine ulaşıncaya kadar q taraması yapılır (Maceroni ve ark., 1983; Joshi ve ark., 2016). Bu nedenle, KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldızlarının kütle oranlarını belirlemek için tayfsal olarak belirlenmiş bir değer bulunmadığından, ilk olarak PHOEBE programında (Prsa, 2011) her sistem için yörünge i , $\Omega_{1,2}$, T_2 ve L_1 parametreleri serbest bırakılarak her bir sistem için detaylı q -taramaları yapılmıştır. KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 sistemlerin analizinde, Çizelge 1’de verildiği gibi baş yıldızların etkin sıcaklıkları (T_1) Kepler veri tabanından sırasıyla 5946 K, 5933 K ve 4937 K olarak alınmıştır.

KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 W UMa çift sistemlerinin q taraması yapılırken ve her sistem için en düşük $\Sigma(O-C)^2$ değeri elde edilinceye kadar bir dizi kütle oranları ile tekrarlanmıştır. KIC3732732 sistemi için q taraması yapılırken yörünge eğim açısının (i) $57^\circ.00 \pm 0.03$ olduğu durum için $0.4 \leq q \leq 0.6$ aralığında olacak şekilde 0.01 arttırmayla seçilen q değerleri ile tarama yapılmış ve en düşük $\Sigma(O-C)^2$ değeri $q = 0.500 \pm 0.002$ ’de ($1/q = 2.0$) ulaşılmıştır. KIC3936357 sistemi için q taraması yapılırken yörünge eğim açısının (i) 76.50 ± 0.22 olduğu durum için $0.30 \leq q \leq 0.51$ aralığında olacak şekilde 0.01 arttırmayla seçilen q değerleri ile tarama yapılmış ve en düşük $\Sigma(O-C)^2$ değeri $q = 0.41 \pm 0.01$ ’de ($1/q = 2.439$) ulaşılmıştır. Benzer şekilde, KIC10802917 sistemi için q

taraması yapılırken yörünge eğim açısının (i) $82^{\circ}.00 \pm 0.04$ olduğu durum için $0.38 \leq q \leq 0.58$ aralığında olacak şekilde 0.01 arttırmayla seçilen q değerleri ile tarama yapılmış ve en düşük $\Sigma(O-C)^2$ değerine $q = 0.48 \pm 0.01$ 'de ($I/q = 2.083$) ulaşılmıştır.

Burada verilen hata değerleri PHOEBE'den alınan değerlerdir. KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 sistemleri için 0.41 ile 0.51 aralığında ($q > 0.3$) ulaşılan q (M_2/M_1) kütle oranların bu değerleri kütle oranlarının için doğru seçim yapmaya karşılık gelmektedir. Çalışılan üç W UMa çift sistemi için q taraması sonucu (O-C) kareleri ($\Sigma(O-C)^2$) ile q kütle oranı arasındaki ilişki Şekil 1'de gösterilmektedir.

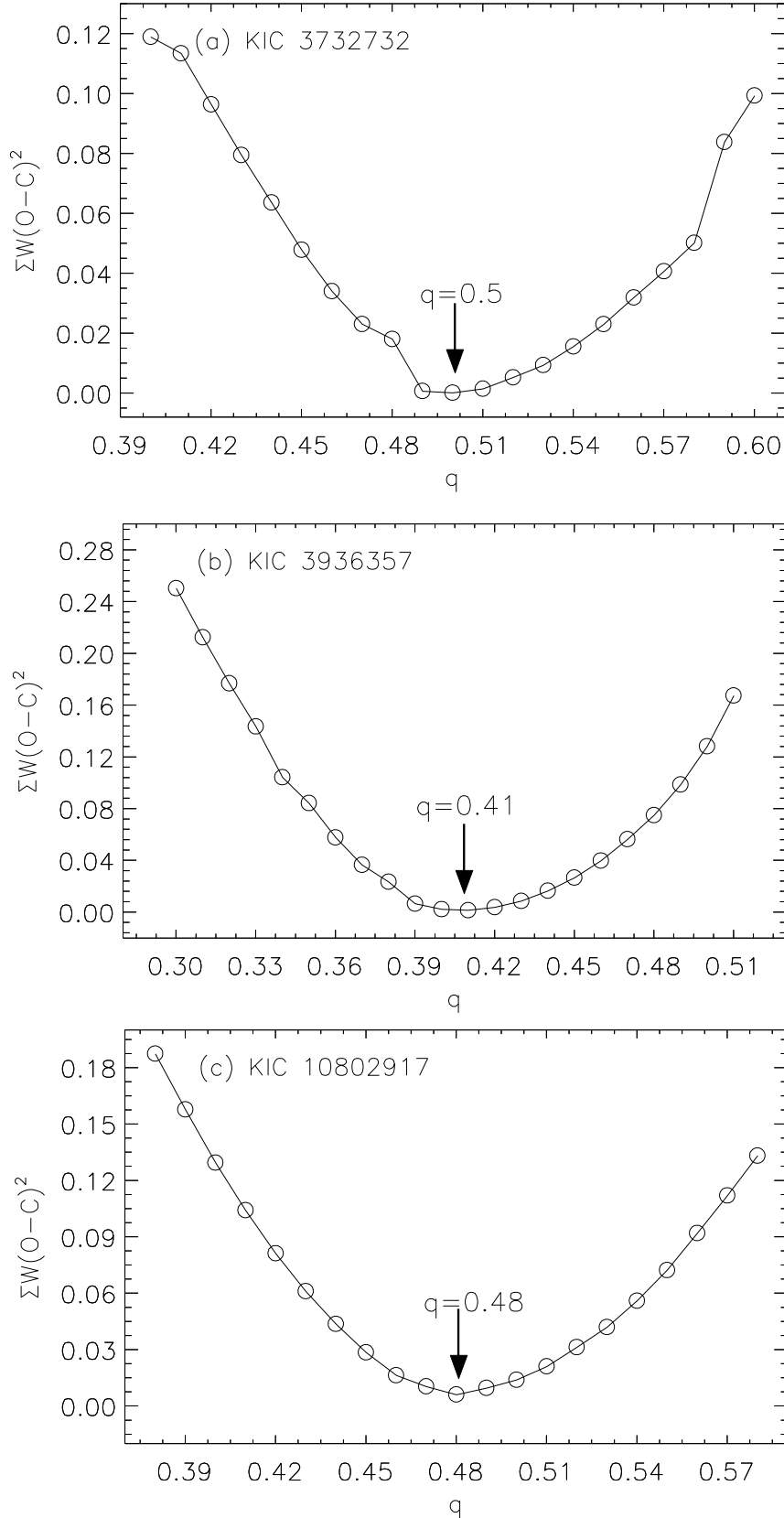
q -taraması sonucunda elde edilen fotometrik q değerleri Çizelge 2'de verilmiştir. Çizelge 2'de üç sistemin q taraması yapıp χ^2 değerine ulaşıldıktan sonra en iyi ışık eğrileri elde edilmiş ve çözümlerinin sonuçları verilmiştir. Çizelgede; P , $T_0(HJD 2454900+)$, i (derece), q , $T_{1,2}$ (K), $\Omega_{1,2}$ (boyutsuz), $A_{1,2}$ bileşenlerin yüzey bolometrik albedoları, $g_{1,2}$ bileşenlerin çekim kararım sabitleri, f , aşırı değen çift sistemler için doldurma faktörü, $x_{1,2}$ ve $y_{1,2}$ bileşenlerin van Hamme (1993) tablosundan alınan lineer kenar kararım katsayıları, (Ω_{L1} , Ω_{L2}) bileşenler arasında birbirini kesen iç (birinci) ve dış (ikinci) Lagrange noktaları, L_3 üçüncü ışık, e yörünge dış merkezliği (kesirsel), $r_{1,2}$ bileşenler arası uzaklıklar cinsinden kesirsel yarıçaplar ($r_{1,2} = R_{1,2}/a$), $\Delta\phi$ evre kayması, λ , β , α sırasıyla bileşenlerdeki lekelerin derece biriminde enlemi, boylamı ve açısız yarıçapı, $T_f(T_{leke}/T_{yüzey})$ leke sıcaklık faktörünü ve $\Sigma(O-C)^2$ ölçülen değerler ile kuramsal değerler arasındaki artık değerleri göstermektedir. Çizelge 2'deki parametrelerdeki hatalar, PHOEBE değerleridir.

Sonuç olarak, q ve i değerlerine ulaşıldığında sistemlerin son durumlarına karar verilmiştir. Buna göre KIC3732732 sisteminin yeni ışık eğrisi analiz sonuçları $q = 0.5$ kütle oranında birinci ve ikinci bileşenlerin sıcaklıkları $T_1 = 5946$ K ve $T_2 = 5966$ K, $i = 57^{\circ}.00 \pm 0.03$ ve %25.4 doluluk oranı olarak elde edilmiştir. KIC3936357 sisteminin yeni ışık eğrisi analiz sonuçları $q = 0.41 \pm 0.01$ kütle oranında birinci ve ikinci bileşenlerin sıcaklıkları $T_1 = 5933$ K ve $T_2 = 5940$ K, $i = 76^{\circ}.50 \pm 0.22$ ve %39.4 doluluk oranı olarak elde edilmiştir. Benzer şekilde, KIC10802917 sisteminin yeni ışık eğrisi analiz sonuçları $q = 0.48 \pm 0.01$ kütle oranında birinci ve ikinci bileşenlerin sıcaklıkları $T_1 = 4937$ K ve $T_2 = 5080$ K, $i = 82^{\circ}.00 \pm 0.04$ ve %16.40 doluluk oranı olarak elde edilmiştir.

Elde edilen sonuçlardan üç sistemin kütle oranları $q > 0.3$ olduğu görülmektedir. Üç sistemdeki birinci ve ikinci bileşenlerin T_1 ve T_2 sıcaklıkları yaklaşık olarak bir birlerine çok yakındır. KIC3732732 sistemindeki bileşenlerden birinci bileşen ($T_1 = 5946$ K) ikinci bileşene göre daha sıcak ($T_2 = 5966$ K) olduğu ($T_2 > T_1$) görülmektedir. KIC3936357 sistemindeki ikinci bileşenin sıcaklığı ($T_1 = 5933$ K) birinci bileşene ($T_2 = 5940$ K) göre daha yüksek ($T_2 > T_1$) olduğu ve benzer şekilde KIC10802917 sistemindeki bileşenlerden ikinci bileşenin ($T_1 = 4937$ K) sıcaklığı birinci bileşene göre daha sıcak ($T_2 = 5080$ K) ($T_2 > T_1$) olduğu görülmüştür. q kütle oranlarına ve bileşenlerin sıcaklıklarına bakıldığında W UMa örten çift sistemlerin W-alt türü çift sistem oldukları göstermektedir (Wadhwa, 2005; Skelton ve Smith, 2009). İlk kez bu çalışma ile elde edilen KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 verilerinin ışık eğrilerinin analizleri ve çözüm parametrelerine ait tüm sonuçlar Çizelge 2'de detaylı olarak verilmiştir.

KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 W UMa örten çift yıldız sistemlerinin her biri için Kepler veri tabanından alınan ve işlenen gözlemsel ışık eğrileri ile PHOEBE programıyla (Prsa, 2011) hesaplanan (kuramsal) ışık eğrileri (Çizelge 2'de) Şekil 2'de verilmiştir. Şekil 2'de içi boş mavi çemberler gözlenen ışık eğrilerini, düz kırmızı çizgiler ise kuramsal (sentetik) ışık eğrilerini temsil etmektedir. Beklendiği gibi üç sistemde kısa dönemli olduklarından değen ya da aşırı değen sistemlerdir. Gözlenen fotometrik eğriler ile elde edilen kuramsal eğriler arasındaki farkları gösteren

ve artık değerleri her eğrinin altında verilmiştir. Artık değerler grafiklerine bakıldığında hesaplanan ışık eğrilerinin gözlenen ışık eğrilerine hemen hemen uyduğu görülmektedir.

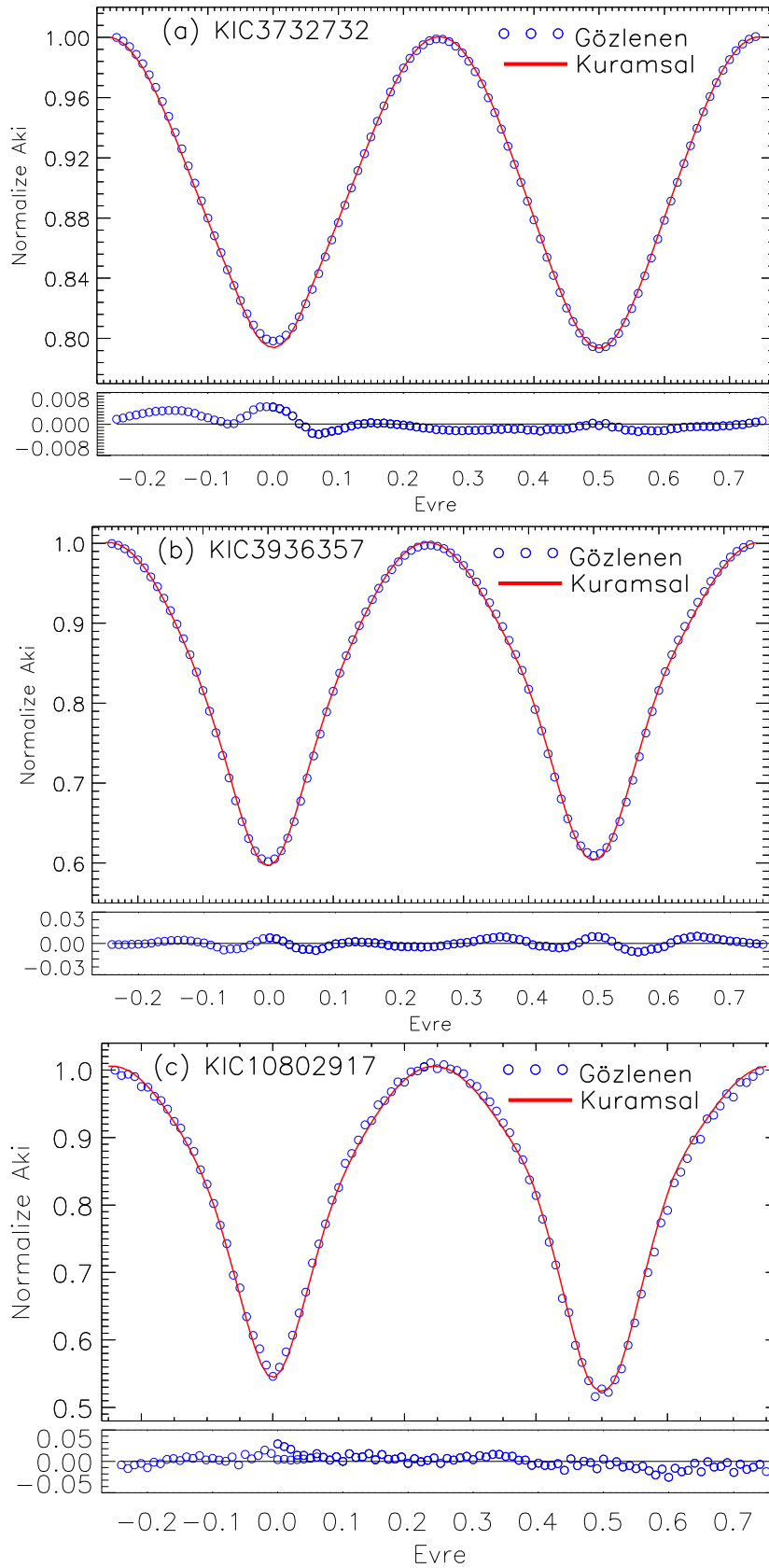


Şekil 1. KIC3732732 (a) KIC3936357 (b) ve KIC10802917 (c) örten çift yıldızları için q kütle oranlarıyla artıkların toplamları ($\Sigma w(O-C)^2$) arasındaki farkı gösteren q -tarama yöntemi

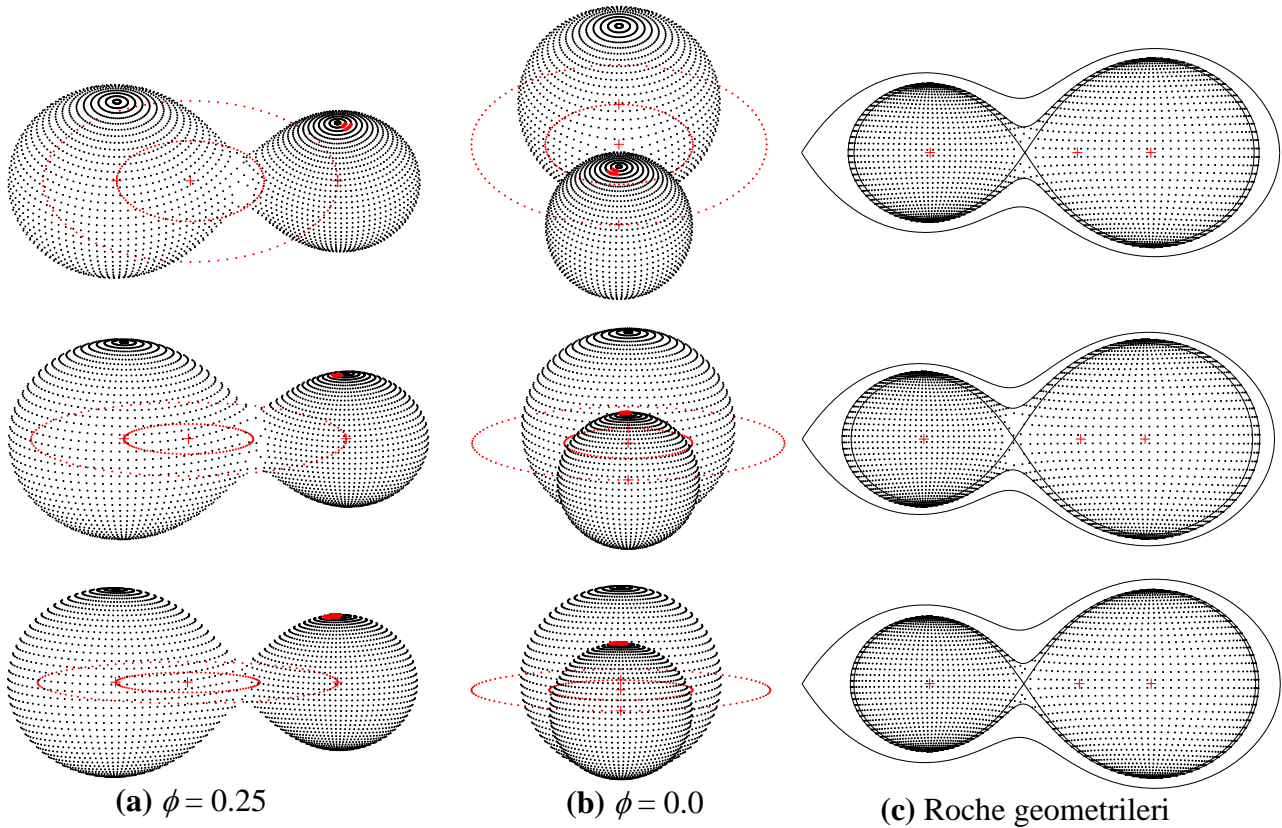
Çizelge 2. PHOEBE kullanılarak KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 sistemlerin ışık eğrisi analiz sonuçları

Parametre	KIC3732732 (1)	KIC3936357 (2)	KIC10802917 (3)
P [gün]	0.3961872	0.3691536	0.2724524
T ₀ (HDJ0)	2454953918666	2454953.852697	2454999.905793
i [°]	57.00 ± 0.03	76.50 ± 0.22	82.00 ± 0.04
q (M ₁ /M ₂)	0.500 ± 0.002	0.41 ± 0.01	0.48 ± 0.01
T ₁ [K]	5946 ± 18	5933 ± 47	4937 ± 58
T ₂ [K]	5966 ± 19	5940 ± 48	5080 ± 44
Ω ₁ = Ω ₂	2.800 ± 0.004	2.600 ± 0.013	2.790 ± 0.023
A ₁ = A ₂	0.5	0.5	0.5
g ₁ = g ₂	0.32	0.32	0.32
f= [%]	25.4	39.4	16.4
L ₁ /(L ₁ +L ₂)	0.6450±0.0002	0.6806±0.0010	0.6332±0.0055
L ₂ /(L ₁ +L ₂)	0.3550±0.0001	0.3194±0.0004	0.3668±0.0032
x ₁ [bolo]	0.4963	0.1673	0.4835
x ₂ [bolo]	0.4963	0.1670	0.4830
y ₁ [bolo]	0.2265	0.6242	0.3100
y ₂ [bolo]	0.2265	0.6242	0.3107
Ω _{L1}	2.8758±0.0009	2.6984±0.0038	2.8372±0.0246
Ω _{L2}	2.5773±0.0008	2.4489±0.0034	2.5494±0.0221
Δφ	-0.5	0.000	0.000
L ₃	0	0.0	0.0
e	0	0.0	0.0
r ₁ (kenar)	0.456902±0.000147	0.484084±0.000678	0.454515±0.003941
r ₁ (kutup)	0.427311±0.000137	0.449235±0.000629	0.425827±0.003692
r ₁ (arka)	0.490464±0.000157	0.518777±0.000727	0.485599±0.0036920
r ₁ (ortalama)	0.457500±0.000147	0.483198±0.000677	0.454659±0.003942
r ₂ (kenar)	0.329193±0.000106	0.320226±0.000449	0.319600±0.002771
r ₂ (kutup)	0.313333±0.000059	0.304096±0.000426	0.305050±0.002645
r ₂ (arka)	0.371513±0.000119	0.369776±0.000518	0.358000±0.003104
r ₂ (ortalama)	0.337140±0.000108	0.330219±0.000463	0.326804±0.002833
Leke Parametreleri			
Leke 2 (İkinci)			
Enlem [λ , °]	10	8	5
Boylam [β , °]	148	20	20
Açısal çap [α , °]	5	5	8
Sıcaklık Faktörü [T _f = T _{leke} /T _{yıldız}]	0.92	0.86	0.88
Σ(O-C) ²	0.000321	0.001401	0.008670

KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldız sistemlerinin geometrik şekillerine ve Roche loblarını doldurma durumlarına bakmak için PHOEBE programından elde edilen sentetik (kuramsal) ışık eğri parametrelerini Binary Maker 3.0 (BM3) programında (Bradstreet, 2005) giriş parametresi olarak kullanılmıştır. Böylece, her sistem için birinci ve ikinci bileşenlerin farklı evrelerde geometrik şekillerini elde edilerek doldurma faktörlerine bakılmıştır. Roche loblarının doluluğuna göre görünüşler ikili sistemlerin hangi türden olup olmadıklarına bakılmıştır. Şekil 3’de sistemlerinin 0.25 ve 0.0 evrelerindeki geometrik görüntüleri ve Roche geometrileri verilmiştir. Üç sistemin tamamı birinci ve ikinci bileşenlerinin Roche loblarını tam olarak doldurup dışarı taşarak ortak bir zarf oluşturdukları ve göreceli olarak, şekil ve boyutlarının elipsoidal bozuklara neden oldukları görülmektedir.



Şekil 2. a) KIC3732732, b) KIC3936357 c) KIC10802917 örten çift yıldız sistemlerinin gözlemsel ve kuramsal ışık eğrileri. Her eğrinin altında gözlenen değer ile kuramsal değerler arasındaki farkları gösteren artıklar.



Şekil 3. Yukarıdan aşağı doğru sırasıyla KIC3732732 (üst), KIC3936357 (orta) ve KIC10802917 (alt) çift yıldız sistemlerinin a) $\phi = 0.25$ b) $\phi = 0.0$ evrelerindeki üç boyutlu geometrik görüntüleri ve c) Roche geometrileri (en sağda). İkinci bileşenlerin yüzeylerindeki kırmızı alanlar lekelerin bulunduğu temsili konumları göstermektedir

Sistemlerin Roche geometrisi ile birlikte ikinci bileşen yıldızların üzerindeki lekelerin konumları Şekil 3’de kırmızı alanlarla gösterilmiştir. Buna göre, Çizelge 2’den de görüleceği gibi, KIC3732732 sisteminin ikinci bileşenin yüzeyi üzerinde bulunun leke enlemi (λ) = 10° ve boylamı (β) = 148° konumunda olup açılal çapı (α) = 5° ve yıldızın sıcaklığına göre %8 ($T_{leke}/T_{yıldız} = 0.92$) oranında daha soğuk etkin sıcaklığı sahip olduğu görülmüştür. KIC3936357 sisteminin ikinci bileşenin yüzeyi üzerinde $\lambda = 8^\circ$ ve $\beta = 20^\circ$ konumunda olan 5° açılal çapa sahip olan lekenin etkin sıcaklığı yıldızın sıcaklığına göre %14 ($T_{leke}/T_{yıldız} = 0.86$) oranında daha soğuk olduğu görülmüştür. Benzer şekilde, KIC10802917 sisteminin ikinci bileşenin yüzeyi üzerinde $\lambda = 5^\circ$ ve $\beta = 20^\circ$ konumunda olan 8° açılal çapa sahip olan lekenin etkin sıcaklığı yıldızın sıcaklığına göre %12 ($T_{leke}/T_{yıldız} = 0.88$) oranında daha soğuk olduğu görülmüştür. W UMa çift yıldız sistemlerin çoğunun bileşenleri yaklaşık olarak benzer sıcaklıklara olmalarına rağmen ışık eğrilerinin birincil ve ikincil maksimum parlaklıkları arasında O’Connell etkisi (O’Connell, 1951) olarak adlandırılan asimetric farklılıklar gözlenmektedir. Bu asimetricler genellikle bileşenlerin sadece birinde veya her ikisinde de lekelerin olmasından kaynaklanmaktadır. Bu tür farklılıklar birçok W UMa çift yıldız sistemlerinde bulunmaktadır (Joshi ve ark., 2016). Şekil 2’de verilen fotometrik ışık eğrilerinden de görüleceği gibi çift yıldız sistemlerin ikinci bileşenlerinde daha soğuk lekeler olmasına rağmen yukarıda belirtildiği gibi (Şekil 3) herhangi bir O’Connell etkisi gözlenmemiştir (O’Connell, 1951).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Kepler kataloğundan seçilen KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 W UMa türü çift yıldız sistemlerinin fotometrik analizleri Wilson–Devinney (W-D) programını temel alan PHOEBE yazılımı (Prsa, 2011) ilk kez elde edilmiştir. Kütle oranları ve yörünge eğim açıları KIC3732732

sistemi için $q = 0.5$, $i = 57^\circ.0$, KIC3936357 sistemi için $q = 0.41$, $i = 76^\circ.5$ ve KIC10802917 sistemi için de $q = 0.48$, $i = 82^\circ.0$ olarak belirlenmiştir. Birinci ve ikinci bileşenlerin sıcaklıkları ve sıcaklık farkları sırasıyla KIC3732732 için $T_1 = 5946$ K ve $T_2 = 5966$ K ($\Delta T = 20$ K, $T_2 > T_1$), KIC3936357 için $T_1 = 5933$ K ve $T_2 = 5940$ K ($\Delta T = 7$ K) ve KIC10802917 için $T_1 = 4937$ K ve $T_2 = 5080$ K ($\Delta T = 143$ K) olarak belirlenmiştir. Bunlara ek olarak bileşenlerin diğer fotometrik parametreleri Çizelge 2’de verilmiştir. Bileşenlerinin belirlenen bazı önemli fiziksel/mutlak parametreleri aşağıda verilmiştir.

Mutlak Parametreler

Fotometrik verilerin ışık eğrisi analizlerinden elde edilen değerler ve literatürden elde edilen yörünge dönemlerine (P) bağlı çözümler bulan eşitlikler kullanarak üç çift sistemin mutlak parametreleri türetilmiştir. Aşağıda çözümler detaylı olarak verilmiştir.

KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldız sistemlerinin bileşenleri arasındaki mesafeleri bulmak için yörünge periyodu-yarı büyük eksen uzunluğu ($P-a$) ilişkisi kullanılmıştır.

$$a = -1.154 + 14.633P - 10.319P^2 \quad (1)$$

Burada a güneş yarıçapı (R_\odot biriminde, 6.96×10^5 km) biriminde yörünge yarı-büyük eksen uzunluğunu (bileşenler arası uzaklık) ve P ise Kepler kataloğundan alınan ve çizelge 1 ve Çizelge 2’de verilen gün birimindeki yörünge dönemini göstermektedir (Dimitrov ve Kjurkchieva, 2015; Bulut ve Bulut, 2021). Buna göre, her sistemin bileşenleri arası uzaklık değerleri sırasıyla $3.024 R_\odot$, $2.842 R_\odot$ ve $2.067 R_\odot$ olarak hesaplanmıştır.

Sistemlerin güneş kütlesi cinsinden ($1 M_\odot = 1.99 \times 10^{33}$ gr), toplam kütleleri ($M_T = M_1 + M_2$) yörünge periyodu kütle ilişkisi ($P-M$) kullanarak

$$M_T = M_1 + M_2 = 0.0134 \frac{a^3}{P^2} \quad (2)$$

formülü ile hesaplanmıştır (Dimitrov ve Kjurkchieva, 2015). Eşitlik 2., yörünge döneminin (P) karesi ile yarı büyük eksen uzunluğunu (a) üçüncü dereceden kuvvetiyle ilişkili olan Kepler’in üçüncü yasasının Newton formülasyonudur ($4\pi^2 a^3 = G(M_1 + M_2)P^2$). Toplam kütlesi hesaplanan çift yıldız sistemlerinin bileşenlerinin kütleleri ise Rucinski (1994) tarafından verilen q (M_2/M_1) kütle oranları kullanılmıştır. q değerleri yukarıda açıklandığı gibi PHOEBE programından (Prsa, 2011) elde edilmiştir. Sistemin toplam kütlesi bileşenlerin her birinin kütleleri toplamından oluştuğundan bileşenlerin her birinin kütleleri

$$M_1 = \frac{M_T}{(1+q)}, \quad M_2 = M_T - M_1 \quad (3)$$

ifadesi kullanılarak güneş kütlesi (M_\odot) cinsinden tek tek hesaplanmıştır. Buna göre, KIC3732732 sisteminin birinci ve ikinci bileşenlerinin kütleleri sırasıyla $M_1 = 1.575 M_\odot$ ve $M_2 = 0.785 M_\odot$ ($M_T = 2.360 M_\odot$), KIC3936357 sisteminin $M_1 = 1.602 M_\odot$ ve $M_2 = 0.654 M_\odot$ ($M_T = 2.256 M_\odot$) ve KIC10802917 sisteminin ise $M_1 = 1.078 M_\odot$ ve $M_2 = 0.516 M_\odot$ ($M_T = 1.594 M_\odot$) olarak belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlardan görüldüğü gibi her üç sistemde birinci bileşenlerin kütleleri ikinci bileşenlerinden daha büyük ($M_1 > M_2$) olduğu (Şekil 3) görülmektedir.

Çift yıldız sistemlerin ortalama kesirsel yarıçapları

$$r_{1,2ort} = \left(r_{1,2 \text{ kenar}} \times r_{1,2 \text{ arka}} \times r_{1,2 \text{ kutup}} \right)^{1/3} \quad (4)$$

eşitliği ile hesaplanmıştır. Çizelge 2’de verilen $r_{1,2 \text{ kenar}}$, $r_{1,2 \text{ kutup}}$ ve $r_{1,2 \text{ arka}}$ değerlerine göre ortalama kesirsel yarıçapları sırasıyla KIC3732732 için $r_{1ort} = 0.45750$ ve $r_{2ort} = 0.33714$, KIC3936357 için r_{1ort}

= 0.48319 ve $r_{2ort} = 0.33022$ ve KIC10802917 için $r_{1ort} = 0.454659$ ve $r_{2ort} = 0.326804$ olarak hesaplanmıştır.

Hesaplanan ortalama kesirsel yarıçap-yarı büyük eksen uzunluğu ilişkisi ($r_{1,2ort}-a$) kullanarak sistemlerin bileşenlerinin yarıçapları (R_{\odot} cinsinden),

$$R_{1,2} = r_{1,2ort}a \quad (5)$$

ile hesaplanmıştır. Eşitlik 5, Kepler'in üçüncü yasaının basit matematiksel ifadesidir. Buna göre, KIC3732732 sisteminin birinci ve ikinci bileşenlerinin yarıçapları $R_1 = 1.383 R_{\odot}$ ve $R_2 = 1.019 R_{\odot}$, KIC3936357 sistemi için $R_1 = 1.373 R_{\odot}$ ve $R_2 = 0.938 R_{\odot}$ ve KIC10802917 sistemi için de $R_1 = 0.940 R_{\odot}$ ve $R_2 = 0.675 R_{\odot}$ olarak hesaplanmıştır. Buradan her sistemin birinci bileşenlerinin yarıçapları ikinci bileşenlerinden daha büyük ($R_1 > R_2$) olduğu görülmüştür.

Ana koldaki güneş benzeri yıldızlar için toplam ışım gücü (L) ifadesi bir yıldızın yarıçapının karesi ile yüzey sıcaklığının dördüncü kuvveti arasında bir ilişki olan Stefan yasasından

$$\frac{L_{1,2}}{L_{\odot}} = \left(\frac{R_{1,2}}{R_{\odot}}\right)^2 \left(\frac{T_{1,2}}{T_{\odot}}\right)^4 \quad (6)$$

kolaylıkla hesaplanabilir. Burada $R_{1,2}$, R_{\odot} cinsinden sistemlerin birinci ve ikinci bileşenlerinin bileşenlerin yarıçapları, $T_{1,2}$ ise güneş sıcaklığı ($T_{\odot} = 5780$ K) cinsinden bileşenlerin sıcaklıkları olmak üzere $L_{1,2}$ bileşenlerin ışınım güçleri güneş parlaklığı cinsinden (L_{\odot} biriminde, 3.827×10^{33} erg/s) hesaplanmıştır. Buna göre, sistemlerin birinci ve ikinci bileşenlerinin ışım güçleri sırasıyla KIC3732732 için $L_1 = 2.143 L_{\odot}$ ve $L_2 = 1.180 L_{\odot}$, KIC3936357 sistemi için $L_1 = 2.093 L_{\odot}$ ve $L_2 = 0.982 L_{\odot}$ ve KIC10802917 sistemi için de $L_1 = 0.470 L_{\odot}$ ve $L_2 = 0.272 L_{\odot}$ olarak hesaplanmıştır.

Bileşenlerin logaritmik yüzey çekim ivmeleri güneş birimleri cinsinden (M_{\odot} ve R_{\odot});

$$\log(g)_{1,2} = 4.438 + \log\left(\frac{M_{1,2}}{M_{\odot}}\right) - 2 \log\left(\frac{R_{1,2}}{R_{\odot}}\right) \quad (7)$$

ile hesaplanmaktadır. Buna göre, KIC3732732 sisteminin birinci ve ikinci bileşenleri için yüzey çekim ivme değerleri sırasıyla $\log(g)_1 = 4.353$ cm/s², $\log(g)_2 = 4.316$ cm/s² ve KIC3936357 için $\log(g)_1 = 4.367$ cm/s², $\log(g)_2 = 4.309$ cm/s² ve KIC10802917 için $\log(g)_1 = 4.525$ cm/s², $\log(g)_2 = 4.491$ cm/s² olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar, bileşen yıldızların ana koldan bir miktar ayrılmış olduklarını bize göstermektedir.

Bileşenlerin mutlak bolometrik parlaklıkları (kadir biriminde) $R_{1,2}$ bileşenlerin yarıçapları (R_{\odot}), $T_{1,2}$ güneş sıcaklığı ($T_{\odot} = 5780$ K) cinsinden

$$M_{bol1,2} = 4^m.77 - 5 \log\left(\frac{R_{1,2}}{R_{\odot}}\right) - 10 \log\left(\frac{T_{1,2}}{T_{\odot}}\right) \quad (8)$$

eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır (Wesselink, 1969). Buna göre, KIC3732732 çift sistemi için birinci ve ikinci bileşenlerinin bolometrik mutlak parlaklıkları sırasıyla $M_{bol1} = 3^m.942$ ve $M_{bol2} = 4^m.591$ olarak, KIC3936357 çift sistem için $M_{bol1} = 3^m.968$ ve $M_{bol2} = 4^m.790$ ve KIC10802917 çift sistem için $M_{bol1} = 5^m.590$ ve $M_{bol2} = 6^m.183$ olarak ve olarak hesaplanmıştır.

Wang (1994) tarafından A-alt ve W-alt türlerine sahip olan 22 W UMa türü çift yıldız sistemleri ile yapılan çalışmada ($(B-V)_0-P$) ilişkisi için

$$(B-V)_0 = 0.062 - 1.310 \log(P) \quad (9)$$

eşitliğini verilmiştir (Wang, 1994; Gazeas ve Stepień, 2008). Burada $(B-V)_0$ sistemin öz rengidir. Eşitlik 9 kullanılarak sistemin öz rengini kadir (m) biriminde hesaplanmıştır. Buna göre, KIC3732732,

KIC3936357 ve KIC10802917 aşırı değen W UMa çift sistemlerinin $(B-V)_0$ öz renkleri sırasıyla $0^m.589$ ($P = 0^s.396187$), $0^m.629$ ($P = 0^s.3691536$) ve $0^m.802$ ($P = 0^s.2724524$) olarak elde edilmiştir.

Gazeas ve Stepień (2008) tarafından verilen $(P-(B-V)_0)$ ilişkisinden W UMa-tip çift yıldızlar için mutlak parlaklık değerleri

$$M_V = -4.44 \log(P) + 3.02(B-V)_0 + 0.12 \quad (10)$$

eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır (Rucinski ve Duerbeck, 1997; Gazeas ve Stepień, 2008). Eşitlik 9'da verilen öz renk ifadesi mutlak parlaklık ifadesinde Eşitlik 10'da yerine yazıldığında W UMa türü çift yıldız sistemlerinin mutlak büyüklüğü doğrudan yörünge dönemi bilgisinden

$$M_V = -8.4 \log(P) + 0.31 \quad (11)$$

hesaplanabileceği görülmektedir (Gazeas ve Stepień, 2008). Buna göre KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift sistemlerinin mutlak parlaklık (M_V) sırasıyla $3^m.683$, $3^m.941$ ve $5^m.049$ olarak elde edilmiştir.

Mochacki (1981) tarafından önerilen çift yıldız bileşenlerin türetilmiş ortalama yoğunlukları ($\rho_{1,2}$)

$$\bar{\rho}_1 = \frac{0.189}{r_{1ort}^3 P^2 (1+q)} \quad ve \quad \bar{\rho}_2 = \frac{0.189q}{r_{1ort}^3 P^2 (1+q)} \quad (12)$$

eşitlikleri kullanılarak hesaplanmıştır. Buna göre, değen W UMa çift sistemlerinin birinci ve ikinci bileşenlerinin yoğunlukları ($\rho_{1,2}$) sırasıyla KIC3732732 için 0.838 gr/cm^3 ve 1.047 gr/cm^3 , KIC3936357 için 0.872 gr/cm^3 ve 1.120 gr/cm^3 ve KIC10802917 için 1.830 gr/cm^3 ve 2.366 gr/cm^3 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift sistemleri için yukarıda verilen mutlak parametreler Çizelge 3'de özetlenmiştir.

Çizelge 3. Işık eğrisi analizleri ile elde edilen KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 sistemlerinin mutlak fiziksel ve yörünge mutlak parametreleri

Parametre	Birim	KIC3732732	KIC3936357	KIC10802917
a	[R_\odot]	3.024	2.842	2.067
M_1	[M_\odot]	1.575	1.602	1.078
M_2	[M_\odot]	0.785	0.654	0.516
M_T	[M_\odot]	2.360	2.256	1.594
R_1	[R_\odot]	1.383	1.373	0.940
R_2	[R_\odot]	1.019	0.938	0.675
L_1	[L_\odot]	2.143	2.093	0.470
L_2	[L_\odot]	1.180	0.982	0.272
$\log(g)_1$	[cm/s^2]	4.353	4.367	4.525
$\log(g)_2$	[cm/s^2]	4.316	4.309	4.491
M_{bol1}	[m]	3.942	3.968	5.590
M_{bol2}	[m]	4.591	4.790	6.183
$(B-V)_0$	[m]	0.589	0.629	0.802
M_V	[m]	3.683	3.941	5.049
ρ_1	[gr/cm^3]	0.838	0.872	1.830
ρ_2	[gr/cm^3]	1.047	1.120	2.366

W UMa (EW) türü sistemler aşırı değen sistemler olup, birinci bileşen Roche lobununu tamamen doldurduktan sonra taşan madde ikinci Roche yüzeyine ulaşır ve bileşenler etraflarında ortak bir zarf oluşturarak tüm eşpotansiyel yüzeylerini doldurmuşlardır (Terrell, 2001). Çift yıldız sistemlerinde diğer önemli bir parametre de sistemlerin doldurma faktörüdür (f). Doldurma faktörü, aşırı değen çift yıldız sistemlerinin bileşenleri arasındaki değme boyutunu gösteren bir ölçüdür. Aşırı değen bir sistem için doldurma faktörü

$$f = \frac{\Omega - \Omega_{L1}}{\Omega_{L2} - \Omega_{L1}} \quad (14)$$

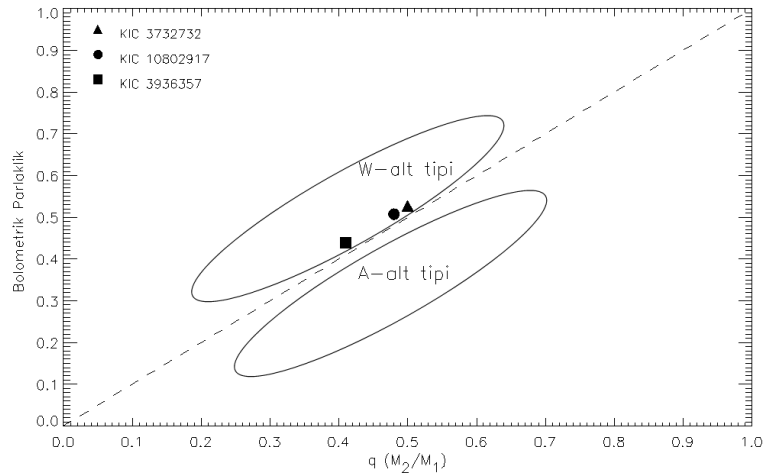
eşitliği ile verilir. Burada $\Omega = \Omega_{1,2}$, yıldız yüzey potansiyeli, Ω_{L1} ve Ω_{L2} sırasıyla içteki ($L1$) ve dıştaki ($L2$) Lagrange yüzeylerindeki kritik Roche potansiyel değerleridir (Lucy ve Wilson, 1979). Eşitlik 14'den görüleceği gibi, bileşen yıldızlar tam değme halindeyken yıldızların yüzeyindeki potansiyel, iç Lagrange yüzeyindeki potansiyele eşit olursa $f = 0$ (%0.0) ve dış Lagrange yüzeyindeki potansiyele eşit olursa $f = 1$ (%100) olur. Değen/aşırı değen çift sistemlerin bileşen yıldızları, Roche Loblarını doldurarak dışa taşarlar ve ortak bir zarfı paylaşırlar. Çift yıldızlar doldurma faktör derecelerine göre ayrık ($f < 0$), yarı-ayrık ($f = 0$) ve değen/aşırı değen ($0 < f < 1$) çiftler olarak üç şekilde sınıflandırılabilir (Skelton ve Smith, 2009; Deb ve Singh, 2011; Prsa, 2011).

Eşitlik 14 kullanılarak aşırı değen KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 sistemler için Ω_{L1} ve Ω_{L2} değerleri hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 2'de verilmiştir. Çizelge 2'den KIC3732732 sistemi için $\Omega_{L1} = 2.8758$, $\Omega_{L2} = 2.5773$ ($\Omega_1 = \Omega_2 = 2.8$), KIC3936357 sistemi için $\Omega_{L1} = 2.6984$, $\Omega_{L2} = 2.4489$ ($\Omega_1 = \Omega_2 = 2.6$) ve KIC3936357 sistemi için de $\Omega_{L1} = 2.8372$, $\Omega_{L2} = 2.5494$ ($\Omega_1 = \Omega_2 = 2.79$) olarak belirlenmiştir. Buradan da görüleceği gibi her üç sistem de birinci Roche Loblarını doldurup dışarı taşarak ortak bir zarfı paylaşırlar. Buna göre, KIC3732732 %25.4 ($f = 0.254$), KIC3936357'nin %39.4 ($f = 0.394$) ve KIC10802917'nin %16.40 ($f = 0.164$) dolum faktörlerine sahip oldukları için aşırı değen çift yıldız sistemleridirler (Çizelge 2).

Lucy (1968) gözlemlenebilir parlaklık oranı ile kütle oranı arasında

$$\frac{L_2}{L_1} = \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{0.92} \quad (15)$$

şeklinde bir orantı olduğunu göstermiştir. Csizmadia ve Klagyivik'in (2004) ise değen çift yıldızların kütle oranı ($q = M_2/M_1$) ile bolometrik parlaklık oranları (L_2/L_1) arasındaki ilişkiyi incelemek için grafik çizdiklerinde A-alt ve W-alt türü çift yıldızların belirli bir dağılımda olduklarını görmüşlerdir (Wadhwa, 2005). Eşitlik 15 kullanılarak KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldız sistemleri için Lucy (1968) tarafından verilen parlaklık oranı ile kütle oranı grafiği elde edilmiştir (Şekil 4). Şekil 4'de kesikli düz çizgi Lucy'nin (1968) bolometrik parlaklık ile kütle oran ilişkisini ($L_2/L_1 = (M_2/M_1)^{0.92}$) kullanarak A-alt ve W-alt türlerinin bir birinden ayrıldığı bölgeyi göstermektedir. A-alt türü çift yıldızlar genel olarak bu kesikli çizginin altına yerleşirken, W-alt türü çift yıldızlar ise bu çizginin üst bölgesinde yerleşirler. Şekil 4'den görüleceği gibi KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 çift yıldız sistemlerin üçü de kesikli çizginin üst bölgesinde bulduklarından W UMa türü çift yıldız sistemlerinin W-alt türüne sahip oldukları görülmüştür.



Şekil 4. Lucy (1968) tarafından verilen Bolometrik parlaklık oranına göre kütle oranı grafiği (Wadhwa, 2005)

SONUÇ

Bu çalışmada, Kepler Kataloğundan alınan üç farklı (KIC3732732, KIC10802917 ve KIC3936357) W Uma türü örten çift yıldızların fiziksel parametrelerini belirlemek için Wilson-Devinney kodu kullanan PHOEBE programı kullanılmıştır. Her sistem için yörünge dönemi (P), birinci bileşenin etkin yüzey sıcaklığı (T_1) değerleri Kepler veri arşivinden alınmıştır. Her sistem için V bandındaki (550 nm) fotometrik analizleri tek tek yapılarak modellenmiş ve ilk fotometrik analizleri yapılmıştır.

Fotometrik ışık eğrisi analizlerine dayalı olarak, her sistem için kütle oranı (q), yörünge eğim açısı (i), ikinci bileşenlerin sıcaklıkları (T_2), yüzey potansiyelleri ($\Omega_1 = \Omega_2$), doldurma faktörleri (f) ve ikinci bileşenlerin yüzeylerine yerleştirilen soğuk lekelerin parametreleri (koordinat, boyut, ve etkin leke sıcaklıkları), belirlenmiştir. Sistemlerin her biri için bileşenlerin literatürden elde edilen eşitlikler kullanılarak bileşenler arası uzaklık, yarıçap, kütle, ışınma gücü, bolometrik parlaklık, yoğunluk gibi bazı mutlak parametreler belirlenmiştir.

Buna göre, KIC3732732 sistemi için $q = 0.5$ ($1/q = 2.0$), $i = 57^\circ.0$, $T_2 = 5966$ K ve $\Omega_1 = \Omega_2 = 2.8$, KIC3936357 için $q = 0.41$ ($1/q = 2.439$), $i = 76^\circ.5$ ve $T_2 = 5940$ K ve $\Omega_1 = \Omega_2 = 2.6$ ve KIC10802917 için $q = 0.48$ ($1/q = 2.083$), $i = 82^\circ.0$, $T_2 = 5080$ K ve $\Omega_1 = \Omega_2 = 2.79$ olarak elde edilmiştir.

Bileşen arasındaki mesafe, KIC3732732 için $a = 3.024 R_\odot$, KIC3936357 için $a = 2.842 R_\odot$ ve KIC10802917 için $a = 2.067 R_\odot$ olarak tahmin edilmiştir.

KIC3732732 sisteminin birinci ve ikinci bileşenlerinin kütleleri ve yarıçapları $M_1 = 1.575 M_\odot$ ve $M_2 = 0.785 M_\odot$ ($M_T = 2.360 M_\odot$) ve $R_1 = 1.383 R_\odot$ ve $R_2 = 1.019 R_\odot$, KIC3936357 sisteminin birinci ve ikinci bileşenlerinin kütleleri ve yarıçapları $M_1 = 1.602 M_\odot$ ve $M_2 = 0.654 M_\odot$ ($M_T = 2.256 M_\odot$) ve $R_1 = 1.373 R_\odot$ ve $R_2 = 0.938 R_\odot$ ve KIC10802917 sisteminin birinci ve ikinci bileşenlerinin kütleleri ve yarıçapları $M_1 = 1.078 M_\odot$ ve $M_2 = 0.516 M_\odot$ ($M_T = 1.594 M_\odot$) ve $R_1 = 0.940 R_\odot$ ve $R_2 = 0.675 R_\odot$ olarak hesaplanmıştır.

KIC3732732 sisteminin birinci ve ikinci bileşenlerinin ışınma güçleri $L_1 = 2.143 L_\odot$ ve $L_2 = 1.180 L_\odot$, KIC3936357 sistemi için $L_1 = 2.093 L_\odot$ ve $L_2 = 0.982 L_\odot$ ve KIC10802917 sistemi için de $L_1 = 0.470 L_\odot$ ve $L_2 = 0.272 L_\odot$ olarak hesaplanmıştır.

Sistemlerin birinci ve ikinci bileşenlerinin yoğunlukları ise sırasıyla KIC3732732'nin $\rho_1 = 0.838$ gr/cm³, $\rho_2 = 1.047$ gr/cm³, KIC3936357'nin $\rho_1 = 0.872$ gr/cm³ ve $\rho_2 = 1.120$ gr/cm³ ve KIC10802917'nin $\rho_1 = 1.830$ gr/cm³ $\rho_2 = 2.366$ gr/cm³ olarak hesaplanmıştır.

Sonuç olarak, her üç sistemin de ikinci bileşenler daha küçük kütle ($M_2 < M_1$) ve yarıçapa ($R_2 < R_1$) sahipken ikinci bileşenleri daha yüksek sıcaklığa ($T_2 > T_1$) sahiptirler.

Doldurma parametresi ile tanımlanan geometrik değme/taşma dereceleri KIC3732732, KIC3936357 ve KIC10802917 için sırasıyla %25.4, %39.4, %16.4'dür. Bu değerler sistemlerin üçünün de aşırı değen W UMa türü örten çift sistemler olduğunu göstermektedir.

W-alt türü çift yıldızların genellikle $0.22 < P < 0.4$ gün aralığında yörünge dönemlerine ve $q > 0.3$ kütle oranlarına sahip olduklarından, incelenen KIC3732732 ($P = 0^{\text{e}}.3961872$ ve $q = 0.5$), KIC3936357 ($P = 0^{\text{e}}.3691536$ ve $q = 0.41$) ve KIC10802917 ($P = 0^{\text{e}}.2724524$ ve $q = 48$) çift yıldız sistemlerinin tamamı W UMa çift yıldızların W alt türü sistemlere uyduğu görülmektedir.

Ayrıca, sistemlerin sıcaklıkları göz önüne alındığında KIC3732732, KIC3936357 sistemlerinin birinci ve ikinci bileşenlerinin yaklaşık G0V tayf türlerine sahipken ve KIC10802917 sisteminin bileşenleri yaklaşık K2V tayf türünden anakol yıldızı olduklarını ortaya koymaktadır (Pecaut ve Mamajek, 2013).

TEŞEKKÜR

Bu çalışmada, Kepler uzay teleskobuyla gözlenen ve Villanova Üniversitesi tarafından hazırlanmış olan Kepler Örten Çift Yıldız Kataloğundan (Kepler Eclipsing Binary Catalogue: KEBC, <http://keplerebs.villanova.edu/>) elde edilen veriler kullanılmıştır.

KAYNAKLAR

- Binnendijk, L., 1970. The orbital elements of W Ursae Majoris systems, *Vistas in Astronomy*, 12: 217-226.
- Bradstreet DH, 2005. BINARY MAKER 3.0, Contact Software, 725 Stanbridge Street, Norristown, PA 19401-5505, USA. <http://www.binarymaker.com/>
- Conroy KE, Prsa A, Stassun, Orosz JA, Fabrycky DC, Welsh WF, 2014. Kepler eclipsing binary stars. IV. precise eclipse times for close binaries and identification of candidate three-body systems. *The Astronomical Journal* 147: 45 (15 sayfa).
- Csizmadia SZ, Klagyivik P, 2004. On the properties of contact binary stars, *Astronomy and Astrophysics*, 426 (3): 1001-1005.
- Deb S., Singh, H. P. 2011. Physical parameters of 62 eclipsing binary stars using the all sky automated survey-3 data – I. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 412 (3): 1787-1803.
- Dimitrov DP, Kjurkchieva DP, 2015. Ultrashort-period main-sequence eclipsing systems: new observations and light-curve solutions of six NSVS binaries, *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 448 (3): 2890-2899.
- Eggen, O. J., 1967, Contact binaries, II., *Memoirs of the Royal Astronomical Society*, 70: 111-164.
- Gazeas K, Stepien K, 2008. Angular momentum and mass evolution of contact binaries, *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 390: 1577-1586.
- Gazeas KD, Niarchos PG, 2006. Masses and angular momenta of contact binary stars, *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 370: L29-L32.
- Joshi YC, Jagirdar R, Joshi S, 2016. Photometric studies of two W UMa type variables in the field of distant open cluster NGC 6866, *Research in Astronomy and Astrophysics* 16 (4), 63 (10pp).
- Kirk B, Conroy K, Prsa A, Abdul-Masih M, Kochoska A, Matijević G, Hambleton K, Barclay T, Bloemen S, Boyajian T, Doyle LR, Fulton BJ, Hoekstra AJ, ve ark., 2016. Kepler eclipsing binary stars. VII. the catalog of eclipsing binaries found in the entire kepler data set. *The Astronomical Journal*, 151: 68 (21 sayfa).
- Kolenberg K, Szabo R, Kurtz DW, Gilliland RL, Christensen-Dalsgaard J, Kjeldsen H, Brown TM, Benko JM, Chadid M, Derekas A, Di Criscienzo M, Guggenberger E, Kinemuchi K, Kunder A, Kollath Z, Kopacki G, Moskalik P, Nemeč JM, Nusp J, Silvotti R, Suran MD, Borucki WJ, Koch D, Jenkins JM, 2010. First Kepler results on Rr Lyrae stars, *The Astrophysical Journal Letters*, 713: L198-L203.

- Li XZ, Liu L, 2021. KIC 4762887: A near-contact binary or an ellipsoidal variable star? *New Astronomy* 84: (101539), 1-4.
- Lucy LB, 1967. Gravity-darkening for stars with convective envelopes. *Zeitschrift für Astrophysik*, 65: 89-92.
- Lucy LB, 1968. The Structure of Contact Binaries. *Astrophysical Journal*, 151: 1123-1135.
- Lucy LB, Wilson RE, 1979. Observational tests of theories of contact binaries *Astrophysical Journal*, Part 1, 231:502-513.
- Maceroni C, Milano L, Russo, G, 1983. Determination of parameters of W UMa systems. IV - BV Dra, BW Dra, EM Lac, SW Lac, *Astronomy and Astrophysics Supplement Series*, 51: 435-442.
- Mochnicki SW, 1981. Contact binary stars, *Journal: Astrophysical Journal*, 245: 650-670.
- O'Connell DJK, 1951. The so-called periastron effect in close eclipsing binaries, *Riverview College Observatory publications*, 2: 85-100.
- Pecaut MJ; Mamajek EE, 2013. Intrinsic colors, temperatures, and bolometric corrections of pre-main-sequence stars, *The Astrophysical Journal Supplement*, 208 (1): 9, (22 sayfa).
- Prsa A, 2011. PHOEBE Scientific Reference PHOEBE version 0.30, Villanova University College of Arts and Sciences, Dept. of Astronomy And Astrophysics.
- Prsa A, Batalha N, Slawson RW, Doyle LR, Welsh WF, Orosz JA, Seager S, Rucker M, Mjaseth K, Engle SG, Conroy K, Jenkins J, Caldwell D, Koch D, Borucki W, 2011. Kepler eclipsing binary stars. I. catalog and principal characterization of 1879 eclipsing binaries in the first data release. *The Astronomical Journal*, 141 (3): 1-16.
- Prsa A, Zwitter T, 2005. A Computational guide to physics of eclipsing binaries. I. demonstrations and perspectives. *The Astrophysical Journal*, 628 (1): 426-438.
- Rucinski SM, 1969. The proximity effects in close binary systems. II. The bolometric reflection effect for stars with deep convective envelopes, *Acta Astronomica*, 19: 245-255.
- Rucinski SM, 1994. $M_V = M_V(\log P, \log T_e)$ Calibrations for W Ursae Majoris Systems, *Publications of the Astronomical Society of the Pacific*, 106: 462-471.
- Rucinski SM, Duerbeck HW, 1997. Absolute magnitude calibration for the W UMa-type systems based on Hipparcos data, *Publications of the Astronomical Society of the Pacific (PASP)*, 109 (109): 1340-1350.
- Skelton PL, Smith DP, 2009. Modelling of W UMa-type variable stars, *South African Journal of Science*, 105:120-126.
- Slawson RW, Prsa A, Welsh WF, Orosz JA, Rucker M, Batalha N, Doyle LR, Engle SG, Conroy K, Coughlin J, Gregg TA, Fetherolf T, Short DR, Windmiller G, Fabrycky DC, Howell SB, Jenkins JM, Uddin K, Mullally F, Seader SE, Thompson SE, Sanderfer DT, Borucki W, Koch D, 2011. Kepler eclipsing binary stars. II. 2165 eclipsing binaries in the second data release, *The Astronomical Journal*, 142:160 (14 sayfa).
- Terrell D, 2001. Eclipsing Binary Stars: Past, Present, and Future, *Journal of American Association of Variable Star Observer (JAVSO)*, 30: (15 sayfa).
- Terrell D, Gross J., Cooney Jr WR, 2012. A Bv Rc Ic Survey Of W Ursae Majoris Binaries, *The Astronomical Journal*, 143:99 (7 sayfa) .
- Van Hamme W, 1993. New limb-darkening coefficients for modeling binary star light curves. *Astronomical Journal*, 106 (5): 2096-2117.
- Wadhwa SS, 2005. Photometric analysis of southern contact binary stars, part 1: GZ Pup, AV Pup and II Aps. *Astrophys. Space Sci.* 300: 289–296.
- Wang JM, 1994. The Thermal relaxation oscillation states of contact binaries, *Astrophysical Journal*, 434: 277-282.
- Wesselink A J, 1969. Surface Brightnesses in the U, B, V system with applications of M_V and dimensions of stars, *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 144 (3):297–311.
- Wilson RE, 1990. Accuracy and efficiency in the binary star reflection effect, *Astrophysical Journal*, 356, 613.
- Wilson RE, 1994. Binary-star light-curve models, *Publications of the Astronomical Society of the Pacific*, 106 (703): 921-94.
- Wilson RE, Devinney EJ, 1971. Realization of accurate close-binary light curves: application to MR Cygni. *Astrophysical Journal*, 166: 605-619.

Atf İçin: Asıl Uğurlu H, 2022. Ti/ p-GaN Schottky Diyotunun Elektriksel Parametrelerinin İncelenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 752-760.

To Cite: Asıl Uğurlu H, 2022. Investigation of Electrical Parameters of Ti/ p-GaN Schottky Diode. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 752-760.

Ti/ p-GaN Schottky Diyotunun Elektriksel Parametrelerinin İncelenmesi

Hatice ASIL UĞURLU^{1*}

ÖZET: Ti/p-GaN Schottky diyotunun elektriksel özellikleri araştırıldı. İdealite faktörü (n), engel yüksekliği (Φ_b) ve seri direnç (R_s) gibi temel diyot parametreleri akım-gerilim ($I-V$) karakteristiği özelliklerinden faydalanarak geleneksel $I-V$ yöntemi, Cheung fonksiyonları ve Norde yöntemi ile incelendi. İdealite faktörü (n) $I-V$ yönteminde 1.62 ve Cheung fonksiyonlarından 3.54 olarak hesaplandı. Farklı yöntemlerden hesaplanan engel yüksekliği (Φ_b) değerlerinin birbirine yakın değerlerde olduğu bulundu. Ti / p-GaN Schottky diyotunun hesaplanan seri direnç (R_s) değerleri de kohm mertebesinde olduğu görüldü. Ti/p-GaN Schottky diyotunun arayüzey durum yoğunluğunun büyüklüğü $6.35 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$ ile $3.48 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$ arasında değiştiği belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Schottky diyot, engel yüksekliği, Norde yöntemi, Cheung fonksiyonları, $I-V$ yöntem

Investigation of Electrical Parameters of Ti/ p-GaN Schottky Diode

ABSTRACT: The electrical properties of the Ti/p-GaN Schottky diode were investigated. Fundamental diode parameters such as ideality factor (n), barrier height (Φ_b) and series resistance (R_s) were analyzed using the traditional $I-V$ method, Cheung functions and Norde method by utilizing current-voltage ($I-V$) characteristics. The ideality factor (n) was calculated as 1.62 in the $I-V$ method and 3.54 from the Cheung functions. It was found that the barrier height (Φ_b) values calculated from different methods were close to each other. The calculated serial resistance (R_s) values of the Ti / p-GaN Schottky diode were also found to be of the order of kohm. The magnitude of the interface state density of the Ti/p-GaN Schottky diode was determined to vary between $6.35 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$ and $3.48 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$.

Keywords: Schottky diode, barrier height, Norde method, Cheung functions, $I-V$ method

¹Hatice ASIL UĞURLU ([Orcid ID: 0000-0002-1114-3627](https://orcid.org/0000-0002-1114-3627)) Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Isparta OSB Meslek Yüksekokulu, Mekatronik Programı, Isparta, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Hatice ASIL UĞURLU, e-mail: haticeasil@isparta.edu.tr

Makalenin bir kısmı (seri direnç kısmı) 26-28 Temmuz 2021 tarihlerinde online düzenlenen "6. Uluslararası Bilimsel Çalışmalar Kongresi'nde (UBCAK)" özet bildiri olarak sunulmuştur.

GİRİŞ

Günümüzde, geniş bant aralıklı yarı iletken malzemeler, yüksek enerji verimliliğine sahip yeni nesil güç elektroniği cihazları ve optoelektronik cihazları için en iyi aday olarak kabul edilmektedir. Özellikle galyum nitrid (GaN), metal-yarıiletken alan etkili transistörler (MESFET), yüksek elektron hareketlilik transistörleri (HEMT'ler) (Zhou ve ark., 2021), morötesi ışık yayan cihazlar (Deng ve ark., 2020), güneş pilleri (Saron ve ark. 2021), heteroeklemler (Asıl ve ark., 2009) ve Schottky doğrultucular (Pearson ve ark., 2001) gibi yüksek güçlü, yüksek sıcaklık dayanımı gerektiren ve yüksek frekanslı elektronik cihazların geliştirilmesi için geniş bant aralıklı yarıiletkenler arasında gelecek vaat eden yarıiletken malzemelerden biridir.

Cihaz performansını iyileştirmek için metal/*p*-GaN Schottky diyotlarının elektriksel özelliklerinin analizi ile ilgili birçok deneysel ve teorik çalışmalar yapılmıştır. Fukushima ve ark. (2015), *p*-GaN yarıiletkeni üzerinde nadir toprak metalleri Dy, Er ve Gd ile Schottky kontaklarını üretmiş ve Schottky bariyer yükseklikleri değerlerini *I-V* ölçümlerinden sırasıyla 1.91 eV, 2.38 eV ve 2.16 eV ve kapasite-gerilim (*C-V*) ölçümlerinden 1.79 eV, 1.78 eV ve 1.70 eV olduğunu belirlemişlerdir. Tan ve ark. (2006), 27-100 °C sıcaklık aralığında akım-gerilim-sıcaklık (*I-V-T*) ölçümleri ile *p*-GaN yarıiletkeni üzerindeki Zr, Ti, Cr ve Pt Schottky kontaklarının elektriksel özelliklerini araştırmış ve oda sıcaklığında idealite faktörlerini sırasıyla 2.28, 1.82, 1.51 ve 2.63 olarak bulmuşlardır. Schottky bariyer yükseklikleri değerlerini de 0.84 eV, 0.82 eV, 0.77 eV ve 0.41 eV olarak Norde metodunu kullanarak hesaplamışlardır. Kim ve Lee (2005), bir Ti/Al/*p*-GaN Schottky bariyer diyotunun elektriksel özelliklerini araştırmışlar ve 1.5 kHz'deki *C-V* ölçümlerini kullanarak 300 K'da 1.43 eV ve 500 K'da 1.41 eV bariyer yükseklikleri değerlerini bulmuşlardır.

Nagaraju ve ark. (2015), Ti/*p*-GaN/Ni/Au Schottky diyotunun elektriksel, yapısal ve yüzey morfolojik özellikleri üzerinde hızlı termal tavlama etkilerini araştırmışlardır. Bu araştırmada Norde yöntemi ve Cheung fonksiyonlarını kullanarak, Ti/*p*-GaN Schottky diyotunun seri direnç, engel yüksekliği ve idealite faktörü değerlerini çeşitli tavlama sıcaklıklarında (200 °C, 300 °C ve 400 °C) hesaplamışlardır. Deneysel olarak bulunan elektriksel parametrelerin Ti/*p*-GaN diyotunun arayüzey mikro yapısı ile ilişkili olduğunu ve tavlama nedeniyle Ti/*p*-GaN diyotunun engel yüksekliğindeki artış veya azalmayı arayüzeyde Ti-N ve Ga-Ti arayüzey fazlarının oluşumundan olabileceğini ortaya koymuşlardır.

Metal-yarıiletken diyotlar elektronik cihazların önemli bir yönü olduğu için ve GaN-tabanlı cihazların elektronik özelliklerinin optimizasyonu, kararlı ve güvenilir omik ve Schottky diyotların detaylandırılmasını gerektirir. Metal-yarıiletken arayüzeyinin *I-V* ve *C-V* karakteristiği, yarı iletken malzemenin ve onun arayüzeyinin fiziksel ve elektriksel özellikleri hakkında çok fazla bilgi verir. Bu nedenle, elektriksel parametrelerin farklı yöntemlerle analizi, cihaz üretim teknolojisi için son derece gerekli olan akım taşıma mekanizmasının daha iyi anlaşılmasına yol açmaktadır. *I-V* yöntem (Rhoderick yöntemi) (Rhoderick ve Williams, 1988), Cheung yöntemi (Cheung ve Cheung, 1986) ve Norde yöntemi (Norde, 1979) gibi farklı yöntemlerle elektriksel parametrelerin çıkarılmasına yönelik çalışmalar oldukça önemlidir ve metal-yarıiletken Schottky arayüzeylerinin elektriksel özelliklerini daha iyi anlaşılmasına yardımcı olur.

Bu çalışmada, yüksek engel yüksekliğine ve 1'e yakın idealite faktörüne sahip diyotun üretilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla üretilen Ti / *p*-GaN Schottky diyotunun elektriksel karakterizasyonu için *I-V* ölçümleri karanlıkta ve oda sıcaklığında yapılmıştır. Schottky diyotun, idealite faktörü, engel yüksekliği ve seri direnç gibi elektriksel parametreleri *I-V*, Cheung ve Norde yöntemleri yardımıyla hesaplanmıştır. Farklı yöntemlerden elde edilen diyot parametreleri karşılaştırılmıştır.

MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada Mg katkılı p -GaN/ Al_2O_3 yarıiletkeni alttaş malzemesi olarak kullanılmıştır. Yarıiletkenin taşıyıcı konsantrasyonu yaklaşık $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ tür. p -GaN yarıiletkenin temizliği 5 dk aseton, 5 dk metanol, 5 dk etanolda bekletilerek yapılmıştır ve her aşamada yarıiletken malzeme deiyonize su ile durulanmıştır. Metaller buharlaştırılmadan önce, doğal oksit tabakasını yok etmek için; önce $NH_4OH: H_2O = 1:20$ çözeltisi sonra da $HF: H_2O = 1:50$ çözeltisine daldırılmıştır. p - GaN yarıiletkeni düzlemsel yapıda olduğu için omik kontak, p -GaN yarıiletkenin yarısına Al metali buharlaştırılarak elde edilmiştir. p -GaN yarıiletkeninin yüzeyinin diğer yarısına Ti metali buharlaştırılarak Schottky kontak üretilmiştir. Üretilen diyotlar 1.00 mm çapında ve yaklaşık 1500 Å kalınlığındadır. Bütün buharlaştırma işlemleri yaklaşık 10^{-6} Torr basınç altında vakum kaplama ünitesinde gerçekleştirilmiştir. I-V ölçümleri Keithley 487 Picoammeter/Voltage kaynağı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Şekil 1’de oda sıcaklığında ve karanlıkta Ti/ p -GaN Schottky diyota ait düz ve ters beslem I-V karakteristiği verilmiştir. Termiyonik emisyon (TE) teorisine göre, akım ve gerilim arasındaki ilişki şu şekilde ifade edilebilir (Rhoderick ve Williams, 1988):

$$I = I_0 \exp\left(\frac{q(V-IR_S)}{nkT}\right) \left[1 - \exp\left(\frac{-q(V-IR_S)}{kT}\right)\right] \quad (1)$$

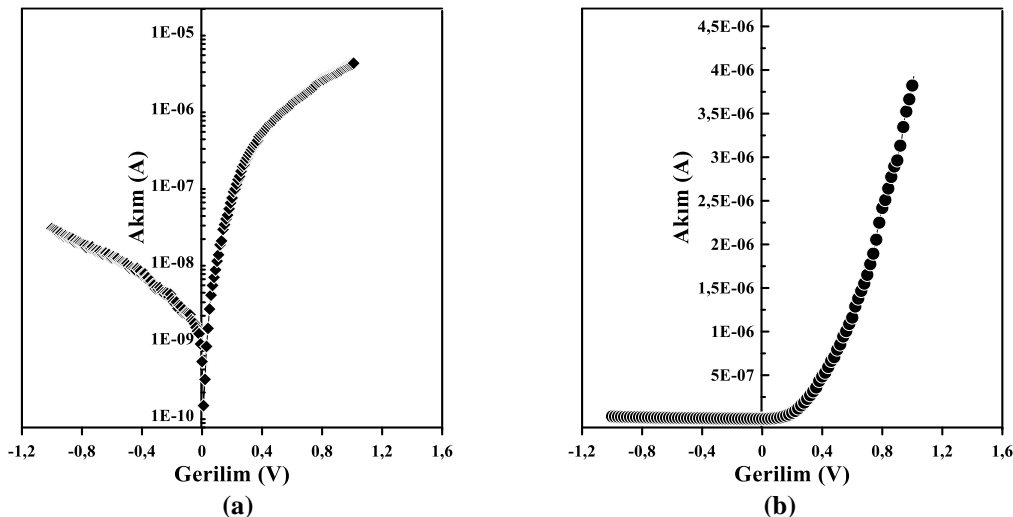
$$I_0 = AA^*T^2 \exp\left(-\frac{q\Phi_{b0}}{kT}\right) \quad (2)$$

Burada; I_0 doyma akımı, q elektronun yükü, k Boltzmann sabiti, T Kelvin cinsinden mutlak sıcaklık, IR_S seri direnç (R_S) üzerindeki potansiyel düşmesi, A diyot alanı, A^* Richardson sabiti ve p -GaN için $103.8 \text{ A/cm}^2\text{K}^2$ ’dir (Lin ve ark.,2008; Çınar ve ark., 2009), Φ_{b0} engel yüksekliği, n idealite faktörüdür. I_0 değeri $\ln(I)$ -V grafiğinin düz beslem kısmında $V=0$ da eksenini kestiği noktadan belirlenir. Eşitlik (2) tekrar yazılırsa sıfır beslem engel yüksekliği,

$$\Phi_{b0} = \frac{kT}{q} \ln\left(\frac{AA^*T^2}{I_0}\right) \quad (3)$$

eşitliği ile elde edilir. Eşitlik (1)’den idealite faktörü şu şekilde yazılabilir:

$$n = \frac{q}{kT} \left(\frac{dV}{d(\ln I)}\right) \quad (4)$$

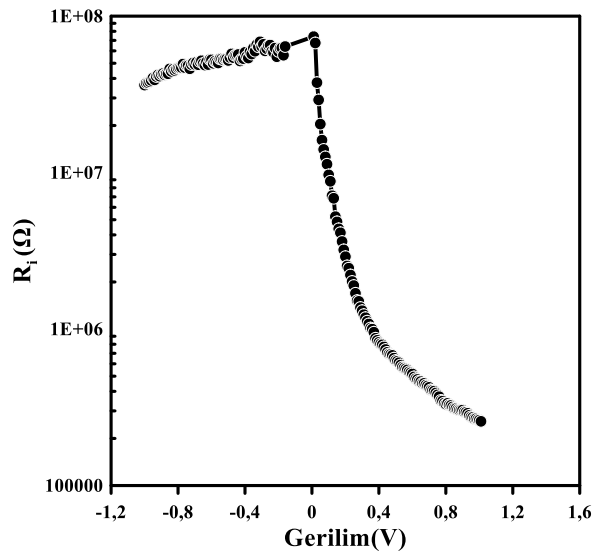


Şekil 1. Ti/ p -GaN Schottky diyotunun (a) yarılogaritmik (b) lineer I-V karakteristikleri

İdealite faktörü ve engel yüksekliğinin deneysel değerleri eşitlik (3) ve (4) kullanılarak belirlenmiştir ve Çizelge 1’de hesaplanan değerler verilmiştir. n ve Φ_b değerleri 1.62 ve 0.829 eV olarak hesaplanmıştır. Literatürdeki çalışmalarda Ti/p-GaN diyotu için n ve Φ_b değerleri 1.82 ve 0.77 eV (Tan ve ark. 2006), 1.65 ve 0.88 eV (Nagaraju ve ark. 2015) olarak bildirilmiştir. Hesaplanan n ve Φ_b değerleri literatürde bulunan değerlere yakındır. Aynı zamanda (Pt, Zr, Cr)/p-GaN (Tan ve ark. 2006), V/p-GaN (Padma ve ark. 2016) nadir toprak metalleri (Dy, Er, Gd)/p-GaN (Fukushima ve ark. 2009) gibi çeşitli metallerle de Schottky diyotlar oluşturulmuştur. Bu metallerle yapılan diyotların Φ_b değerleri hesapladığımız Φ_b değerleri ile uyumludur, ancak nadir toprak metalleri ile yapılan diyotların Φ_b değerleri bulduğumuz değerlerden daha büyüktür.

Lineer I-V karakteristiği kullanılarak çalışma voltajı bulunabilir. Şekil 1(b)’de verilen grafiğin düz beslem bölgesine lineer fit yapılarak x eksenini kestiği noktadan çalışma voltajı 0.452 V olarak belirlenmiştir. İdealite faktörünün yüksek değerinin arayüzey durumlarının, seri direncin ve arayüzey ince doğal oksit tabakasının etkilerinden ve metal-yarıiletken arayüzündeki bariyer homojensizliklerinden kaynaklandığı varsayılabilir (Asil ve ark., 2021).

Yüksek cihaz performansı için seri direnç mümkün olduğunca düşük ve şönt direnci (R_{sh}) yüksek olmalıdır. Ti/p-GaN diyotu için R_s ve R_{sh} değerleri Ohm Yasası kullanılarak I-V karakteristiğinden belirlenebilir. Şekil 2’de gösterildiği gibi I-V karakteristiği kullanılarak uygulanan gerilime karşılık yapının direnci ($R_i=dV_i/dI_i$) çizilerek bulunur. İdeal durumda, R_s ve R_{sh} değerleri sıfır ve 10^8 ’den büyük olmalıdır, ama gerçekte bu durum farklıdır (Çakıcı ve ark. 2015). Yeterince yüksek düz beslem bölgesi için yapının direnci (R_i), R_s ’nin gerçek değerine karşılık gelen sabit bir değere ve yeterince düşük ters beslem bölgesi için R_{sh} ’nin gerçek değerine karşılık gelir (Duman ve ark 2015; Çakıcı ve ark. 2015). I-V karakteristiğinden ve ohm kanunundan yararlanarak R_s değeri 257.23 k Ω ve R_{sh} değeri 36.25 M Ω olarak hesaplanmıştır. Bulunan sonuçlar literatür ile de uyumludur (Padma ve ark 2016). Ti/p-GaN diyotunun I-V karakteristiğinde görüldüğü üzere arayüzeyde bir potansiyel engeli vardır ve doğrultucu özellik göstermektedir (Güçlü ve ark., 2019; Tataroğlu, 2013). Doğrultma oranı ($RR= I_F/I_R$) 1 V’da ve ters ve düz beslem akımları arasındaki orandan 1.42×10^2 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 2. Ti/p-GaN Schottky diyotunun Ohm kanunundan elde edilen direnç değerleri

Schottky diyotlarda akım iletimini etkileyen parametrelerden biri seri dirençtir. Literatürde Schottky diyotların seri direnç değerlerini hesaplamak için birçok yöntem bulunmaktadır. Bunlardan en

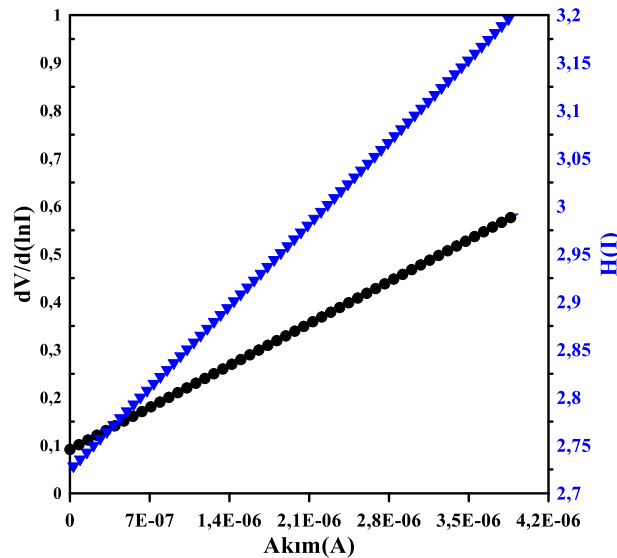
yaygın olanı Cheung yöntemidir (Cheung ve Cheung, 1986). Cheung yöntemi ile engel yüksekliği ve idealite faktörü de hesaplanabilir. Cheung fonksiyonları;

$$\frac{dV}{d(\ln I)} = \frac{nkT}{q} + IR_s \quad (5)$$

$$H(I) = V - \left(\frac{nkT}{q}\right) \ln\left(\frac{I}{AA^*T^2}\right) \quad (6)$$

$$H(I) = IR_s + n\Phi_b \quad (7)$$

şeklinde yazılabilir. Ti / p-GaN Schottky diyotu için $dV/d(\ln I) - I$ ve $H(I) - I$ deneysel grafikleri Şekil 3'te verilmiştir. $I-V$ karakteristiğinin yarılogaritmik düz beslem verileri, eşitlik (5) kullanılarak tekrar bir grafik elde edilir ve bu grafik lineer değişim şeklindedir. Grafiğin y eksenini kestiği noktadan ve eğiminden n ve R_s değerleri bulunur. $H(I)$ ve I grafiklerinden de y eksenini kestiği noktadan ve eğiminden Φ_b ve R_s değerleri elde edilir. Cheung fonksiyonlarından elde edilen parametrelerin değerleri Çizelge 1'de verilmiştir. $dV/d(\ln I)$ ve $H(I) - I$ grafiklerinden hesaplanan seri direnç değerleri sırasıyla 125.35 k Ω ve 122.44 k Ω 'dur. Cheung fonksiyonları kullanılarak n ve Φ_b değerleri 3.54 ve 0.768 eV olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3. Ti/p-GaN Schottky diyotun $dV/d(\ln I) - I$ ve $H(I) - I$ grafiği

Engel yüksekliğini ve seri direnç değerlerini belirlemek için alternatif bir yöntem de Norde (Norde, 1979) yöntemidir. Modifiye edilmiş Norde fonksiyonu şöyle yazılabilir.

$$F(V) = \frac{V}{\gamma} - \frac{kT}{q} \ln\left(\frac{I(V)}{AA^*T^2}\right) \quad (8)$$

Burada γ ideallik faktörü n 'den büyük olan ilk tam sayıdır, $I(V)$, $I-V$ eğrisinden elde edilen akım değerleridir. Ti / p-GaN Schottky diyotu için $F(V)$ ile V 'nin grafiği Şekil 4'te gösterilmektedir. $F(V)-V$ eğrisinden, Schottky diyotunun Φ_b değeri eşitlik (9)'dan belirlenir.

$$\Phi_b = F(V_{min}) + \frac{V_{min}}{\gamma} - \frac{kT}{q} \quad (9)$$

Ayrıca, bir Schottky diyotunun R_s ,

$$R_s = \frac{(\gamma-n)kT}{qI_{min}} \quad (10)$$

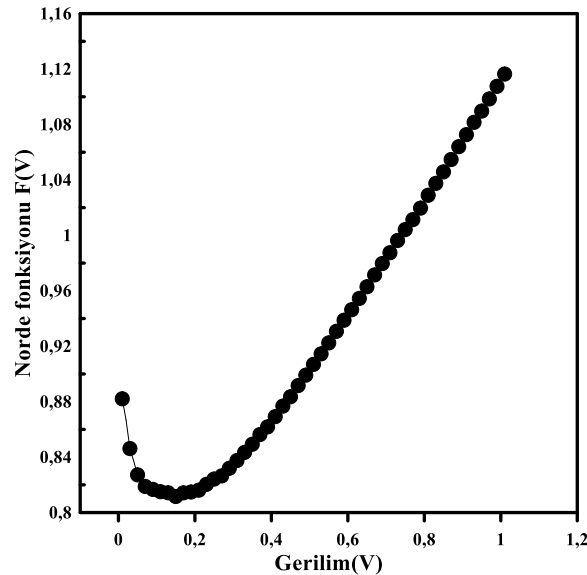
ifadesinden bulunabilir. $F(V)$ - V grafiğinin minimum noktasına karşılık gelen I_{min} ve V_{min} ve $F(V_{min})$ değerleri belirlenerek diyot parametreleri hesaplanmıştır.

R_s ve Φ_b parametreleri belirlenirken I - V yöntemden elde edilen n değeri kullanılmıştır. Modifiye edilmiş Norde fonksiyonlarına göre hesaplanan seri direnç ve engel yüksekliği değerleri Çizelge 1’de gösterilmektedir. $F(V)$ - V grafiklerinden Φ_b ve R_s değerleri 0.866 eV ve 269.01 k Ω olarak hesaplanmıştır.

Farklı yöntemler kullanılarak hesaplanan Φ_b değerleri arasında farklılıklar görülmüştür. Cheung fonksiyonlarından hesaplanan Φ_b değerleri, I - V ve Norde ve yöntemleri kullanılarak elde edilenlerden daha küçüktür. Schottky diyotların elektriksel parametrelerini belirlemek için kullanılan yöntemler I - V karakteristiğinin farklı bölgelerini dikkate alarak geliştirilmiştir. I - V yöntemi, I - V grafiğinin doğrusal bölgedeki verileri, Norde yöntemi yönteminde ise düz beslem verilerinin tümü kullanılarak diyot parametreleri hesaplanır. I - V grafiğinin lineer kısmının, seri direncin etkisinden ziyade arayüzey parametrelerinin etkisini içerir. Cheung yönteminden bulunan Φ_b değerleri, I - V karakteristiğinin doğrusal olmayan bölgeden alınan veriler kullanılarak elde edilir ki, burada R_s ’nin yanı sıra arayüzey durumları da etkisi olduğu bilinmektedir (Sağlam ve ark., 2004; Çakıcı ve ark., 2015).

Çizelge 1. Ti/p-GaN Schottky diyotunun farklı yöntemlerle edilen elektriksel parametreleri

	I_0 (A)	n	Φ_b (eV)	R_s (k Ω)
I-V metot	9.24E-10	1.62	0.829	
Norde Fonksiyonu F(V)			0.866	269.01
Cheung Fonksiyonları				
dV/d ln(I)		3.54		125.35
H(I)			0.768	122.44



Şekil 4. Ti/p-GaN Schottky diyotun $F(V)$ - V grafiği

Parametreleri hesaplamada kullanılan yöntemler, $\ln I$ - V karakteristiğinin farklı bölgelerini kullandığından, n ve Φ_b değerleri arasında da tutarsızlığa sebep olabilmektedir. I - V karakteristiklerinin doğrusal olmamasından dolayı, Cheung fonksiyonlarından elde edilen idealite faktörünün değerleri, I - V karakteristiklerinden elde edilen değerlerden daha yüksek olabilir. İdealite faktörlerinin değerleri arasındaki fark, doğrusal bölgede sadece arayüzey özelliklerinin etkili olmasına, doğrusal olmayan

bölgede ise hem arayüzey özelliklerinin hem de seri direncin etkisi altında olmasına bağlanabilir (Karataş ve ark., 2013).

Çizelge 1’de de görüldüğü gibi $dV/d\ln I-I$ ve $H(I)-I$ doğrularından elde edilen R_s değerleri birbirine yakın olduğu bulunmuştur ve bu Cheung fonksiyonlarının uyumluluğunu gösterir. Çoğunlukla, Norde ve Cheung fonksiyonlarından elde edilen parametreler birbiriyle uyumlu değildir. Genel olarak, Norde fonksiyonlarından elde edilen değerler Cheung yönteminden elde edilenler değerlerden daha büyüktür. Bunun nedenini, Cheung fonksiyonları, $\ln I -V$ grafiğinin düz beslemdeki yalnızca doğrusal olmayan bölgesine uygulanmasıyla ve Norde fonksiyonlarının da düz beslem $I-V$ grafiğinin tümüne uygulanmasıyla açıklanabilir (Asıl ve ark., 2021).

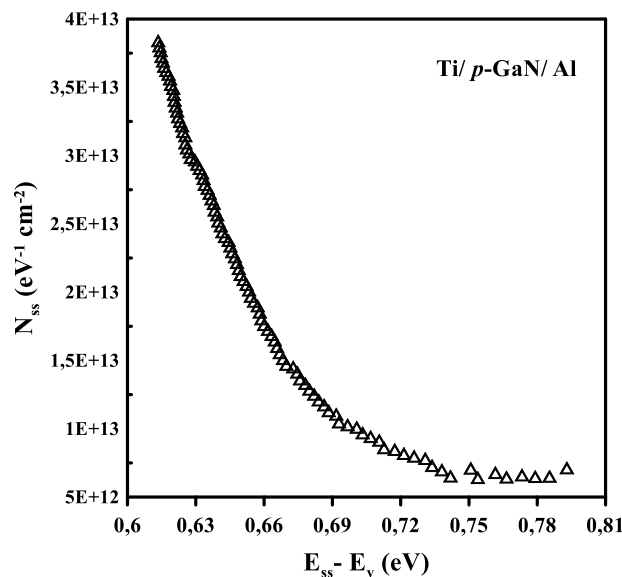
Arayüzey durum yoğunluğuna, bariyer yüksekliğine, seri dirence ve diğer karakteristik parametrelere bağlı olarak yüksek akımlarda idealite faktöründe bir sapma vardır (Padma ve ark., 2016). Arayüzey durumları metal-yarı iletken kontaklarda önemli bir rol oynar. Card ve Rhoderick'e (Card ve Rhoderick, 1971) göre, yarıiletken ile dengede arayüzey durumlarına sahip metal-yarıiletken diyot için idealite faktörü, birden büyük olur ve böylece arayüzey durum yoğunluğu N_{ss} şu şekilde ifade edilebilir:

$$N_{ss}(V) = \frac{1}{q} \left[\frac{\varepsilon_i}{\delta} (n(V) - 1) - \frac{\varepsilon_s}{W_D} \right] \quad (11)$$

ε_i ve ε_s sırasıyla arayüzey tabakasının ve yarı iletkenin geçirgenliği, δ arayüzey tabakasının kalınlığı, W_D uzay yükü genişliği ve $n(V) = [V/kT/q \ln(I/I_0)]$ gerilime bağlı idealite faktörüdür. p -tipi yarıiletkende, arayüzey durumlarının enerjisi (E_{ss}) yarıiletkenin yüzeyindeki değerlik bandının tepesine göre şu şekilde tanımlanır:

$$E_{ss} - E_v = q(\Phi_e - V) \quad (12)$$

Burada Φ_e etkin bariyer yüksekliği, V deplasyon (tükenme) tabakası boyunca uygulanan voltaj düşüşüdür. N_{ss} 'nin enerji dağılım eğrileri, düz beslem $I-V$ karakteristiklerinin deneysel verilerinden belirlenir. Ti/ p -GaN Schottky diyotu için N_{ss} 'ye karşı $E_{ss}-E_v$ grafiği Şekil 5’de verilmiştir. Açıkça, Şekil 5’den görüldüğü gibi, $E_{ss} - E_v$ değerindeki artışla N_{ss} değeri azalır ve N_{ss} değerleri bant aralığının ortasından valans bandının tepesine doğru artar. N_{ss} 'ye karşı $E_{ss}-E_v$ grafiğinden görüldüğü üzere arayüzey durum yoğunluğu değişimi $6.35 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$ ($0.78 - E_v$) ile $3.48 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$ ($0.62 - E_v$) aralığındadır.



Şekil 5. Ti/ p-GaN Schottky diyotunun $E_{ss}-E_v$ fonksiyonuna karşılık N_{ss} arayüzey durum yoğunluğu grafiği

SONUÇ

Bu çalışmada, Ti/p-GaN Schottky diyotlarının elektriksel karakterizasyonu oda sıcaklığında $I-V$ ölçümleri kullanılarak geliştirilen yöntemler yardımıyla araştırıldı ve bu yöntemlerin sınırlamaları karşılaştırıldı. Geleneksel ($I-V$), Norde ve Cheung yöntemleri ile n , Φ_b ve R_s gibi diyot parametreleri belirlendi. Schottky diyot parametrelerinin hesaplanan değerleri incelendiğinde kullanılan yönteme bağlı olduğu görülmektedir.

n 'nin değerinin farklı yöntemlerde 1.62 ile 3.54 arasında değiştiği ve ideal olmayan $I-V$ davranışı gösterdiği bulunmuştur. Φ_b değerinin kullanılan yöntemlerde 0.768 ile 0.866 eV arasında değiştiği hesaplanmıştır. Cheung fonksiyonları kullanılarak belirlenen seri direnç değerlerinin birbiriyle uyumlu olduğu görülmüştür. Norde yöntemi ve ohm kanunundan elde edilen seri direnç değerlerinin ise birbirleri ile küçük farklılıklar gösterdiği bulunmuştur.

Burada kullanılan yöntemlerden elde edilen sonuçlara göre standart yöntemin özellikle seri direnç değeri ile sınırlı olduğu görülmektedir. Diğer taraftan, Norde tarafından önerilen yöntem bazı iyileştirmelere yol açsa da doğruluğu seçilen γ değerine bağlıdır. Bununla birlikte, Cheung yönteminin bazı avantajları vardır ve bu avantajlar kullanımının basit ve hassas bir yöntem olmasıdır.

Bu yöntemlerden elde edilen Schottky diyot parametrelerinin değerlerindeki farklılıklar, düz beslem ($I-V$) grafiğinin farklı bölgelerindeki veri kullanılmasından kaynaklanabilir. Schottky diyot parametrelerinin değerlerinin büyük ölçüde kullanılan yönteme bağlı olduğu görülmüştür.

Ti/ p-GaN Schottky diyotunun $E_{ss}-E_v$ fonksiyonuna karşılık N_{ss} arayüzey durum yoğunluğu grafiği çizilmiştir. Bu grafiğe göre arayüzey durum yoğunluğunun (N_{ss}), valans bandının ortasından tepesine doğru sapma ile üstel bir artışa sahip olduğu görülmüştür.

GaN yarıiletkeninin özellikleri ve deneysel sonuçlar dikkate alındığında, Ti/p-GaN Schottky diyotu elektronik uygulamaların geliştirilmesi ve üretimi için umut verici olduğu ifade edilebilir.

Çıkar Çatışması

Makalenin planlanması, yürütülmesi ve yazılması sırasında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederim.

Yazar Katkısı

Makalenin planlanmasının, yürütülmesinin ve yazılmasının makalenin tek yazarı olarak tarafımdan yapıldığını beyan ederim.

KAYNAKLAR

- Asıl H, Gür E, Çınar K, Coşkun C, 2009. Electrochemical Growth of n-ZnO onto the p-type GaN Substrate: p-n Heterojunction Characteristics. Applied Physics Letters, 94: 253501, 1-3.
- Asıl Uğurlu H, Çınar Demir K, Coşkun C, 2021. The Effect of Thermal Annealing on Ti/p-Si Schottky Diodes. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 32:15343–15351.
- Card HC, Rhoderick EH, 1971. Studies of Tunnel MOS Diodes I. Interface Effects in Silicon Schottky Diodes. Journal of Physics D: Applied Physics, 4: 1589–1601.
- Cheung SK, Cheung NW, 1986. Extraction of Schottky Diode Parameters from Forward Current-Voltage Characteristics. Applied Physics Letters, 49: 85-87.
- Çakıcı T, Sağlam M, Güzeldir B, 2015. The Comparison of Electrical Characteristics of Au/n-InP/In and Au/In₂S₃/n-InP/In Junctions at Room Temperature. Materials Science and Engineering B, 193: 61–69.
- Çınar K, Yıldırım N, Coşkun C, Türüt A, 2009. Temperature Dependence of Current-Voltage Characteristics in Highly Doped Ag/p-GaN/In Schottky Diodes. Journal of Applied Physics, 106: 073717, 1-5.

- Deng G, Zhang Y, Yu Y, Han X, Wang Y, Shi Z, Dong X, Zhang B, Du G, Liu Y, 2020. High-Performance Ultraviolet Light-Emitting Diodes Using n-ZnO/p-hBN/p-GaN Contact Heterojunctions. *ACS Applied Materials Interfaces*, 12 (5): 6788–6792.
- Duman S, Özçelik FS, Gürbulak B, Gülnahar M, Türüt A, 2015. Current–Voltage and Capacitance–Conductance–Voltage Characteristics of Al/SiO₂/p-Si and Al/Methyl Green (MG)/p-Si Structures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(1): 347-353.
- Fukushima Y, Ogisu K, Kuzuhara M, Shiojima K, 2009. I-V and C-V Characteristics of Rare-Earth-Metal/p-GaN Schottky Contacts. *Physica Status Solidi C*, 6 (2): 856–859.
- Güçlü ÇŞ, Özdemir AF, Aldemir DA, 2019. Mo/n-Si Schottky Diyotların Akım-Voltaj ve Kapasite-Voltaj Karakteristiklerinin Analizi. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 7: 2142-2155.
- Karataş Ş, Yıldırım N, Türüt A, 2013. Electrical Properties and Interface State Energy Distributions of Cr/n-Si Schottky Barrier Diode. *Superlattices and Microstructures*, 64: 483–494.
- Kim JW, Lee JW, 2005. Ti/Al p-GaN Schottky Barrier Height Determined by C–V Measurements. *Applied Surface Science*, 250: 247–251.
- Lin YJ, Lee CT, Chang SS, Chang HC, 2008. Electronic Transport and Schottky Barrier Height of Ni Contact on p-type GaN. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41: 095107, 1-5.
- Nagaraju G, Dasaradha Rao L, Rajagopal Reddy V, 2015. Annealing Effects on the Electrical, Structural and Morphological Properties of Ti/p-GaN/Ni/Au Schottky Diode. *Applied Physics A*, 121:131–140.
- Norde H, 1979. A Modified Forward IV Plot for Schottky Diodes with High Series Resistance. *Journal of Applied Physics*, 50: 5052-5053.
- Padma R, Nagaraju G, Rajagopal Reddy V, Chel-Jong Choi, 2016. Effect of Annealing Temperature on the Electrical and Structural Properties of V/p-GaN Schottky Structures. *Thin Solid Films*, 598: 236–242.
- Pearson SJ, Ren F, Zhang AP, Dang G, Cao XA, Lee KP, Cho H, Gila BP, Johnson JW, Monier C, Abernathy CR, Han J, Baca AG, Chyi JI, Lee CM, Nee TE, Chuo CC, Chu SNG, 2001. GaN Electronics for High Power, High Temperature Applications. *Materials Science and Engineering B*, 82: 227–231.
- Rhoderick, EH, Williams, RH, 1988. *Metal-Semiconductor Contacts*, Second Edition pp. 257-267, Clarendon Press, Oxford.
- Sağlam M, Biber M, Çakar M, Türüt A, 2004. The Effects of the Ageing on the Characteristic Parameters of Polyaniline/p-type Si/Al Structure. *Applied Surface Science*, 230: 404–410.
- Saron KMA, Ibrahim M, Hashim MR, Taha TA, Elfadill NG, Mkawi EM, Allam NK, 2021. Leakage Current Reduction in n-GaN/p-Si (100) Heterojunction Solar Cells. *Applied Physics Letters*, 118: 023902, 1-7.
- Tan CK, Abdul Aziz A, Yam FK, 2006. Schottky Barrier Properties of Various Metal (Zr, Ti, Cr, Pt) Contact on p-GaN Revealed from I–V–T Measurement. *Applied Surface Science*, 252: 5930–5935.
- Tataroğlu A, 2013. Comparative Study of the Electrical Properties of Au/n-Si (MS) and Au/Si₃N₄/n-Si (MIS) Schottky Diodes. *Chinese Physics B*, vol. 22(6): 068402, 1-6.
- Zhou G, Jiang Y, Yang G, Wang Q, Fan M, Jiang L, Yu H, Xia G, 2021. Formation of Ultra-High-Resistance Au/Ti/p-GaN Junctions and the Applications in AlGaIn/GaN HEMTs. *AIP Advances*, 11: 045207, 1-6.

To Cite: Demir B, Gurses M, 2022. Determination of Antioxidant Activities of Rosehip Marmalade Added Kefir During Its Storage Process. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 761-768.

Determination of Antioxidant Activities of Rosehip Marmalade Added Kefir During Its Storage Process

Burcunur DEMİR¹, Mustafa GÜRSES^{2*}

ABSTRACT: Herein, the effect of rosehip marmalade addition to kefir on its antioxidant activities was investigated. Firstly, the production of kefir, having the supplements of semi-skimmed milk, powder kefir ferment, and rosehip marmalade at different proportions (0% (control), 10%, and 15%) was made. Kefirs were stored in the refrigerator on days 1, 7, 14 and 21 at $4 \pm 1^\circ\text{C}$. It has been determined that it has a highly significant ($p < 0.01$) effect on TPC during the storage period. In addition, it has been determined that storage period has a significant ($p < 0.05$) effect on Vitamin C, while has an insignificant ($p > 0.05$) effect on DPPH. The rosehip marmalade kefir and control kefir vitamin C and total phenolic content values were in the range of 7.85-9.04 mg 100g^{-1} and 1931,18-2447,11 mg GAE L^{-1} , respectively. On the other hand, the 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl values of the samples were determined up to 67.85 $\mu\text{g ml}^{-1}$ (EC_{50}). With this research, it was concluded that the low Vitamin C content of kefir, which stands out in dairy products especially with its probiotic character, can be increased and it can be transformed into a fermented product with different sensory characteristics, both probiotic and prebiotic.

Keywords: Kefir, Antioksidant, Vitamin C, TPC, DPPH

¹Burcunur DEMİR ([Orcid ID: 0000-0001-5025-7304](https://orcid.org/0000-0001-5025-7304)), Ataturk University, Faculty of Agriculture, Department of Food Engineering, Erzurum, Turkey.

²Mustafa GÜRSES ([Orcid ID: 0000-0001-6859-4085](https://orcid.org/0000-0001-6859-4085)), Ataturk University, Faculty of Agriculture, Department of Food Engineering, Erzurum, Turkey.

*Corresponding Author: Prof. Dr. Mustafa GÜRSES, e-mail: mgurses@atauni.edu.tr

This study was produced from Burcunur Demir's Master's thesis.

INTRODUCTION

Milk, defined as a porcelain-white liquid, secreted at different times according to the species of female mammals, has sufficient nutritional content to feed the offspring. The main purpose of milk is to ensure that the offspring develop, and protect themselves by gaining immunity against external influences (Metin, 2013). Besides being the source of minerals such as calcium and phosphorus; milk and its products are also an important source of group B vitamins. Hence, milk is a convenient source for obtaining sufficient macro and micro components necessary for human nutrition (Ünal and Besler, 2008). It is stated that the components that increase the biological value of milk and dairy products are essential amino acids and fat composition. Besides, minerals found in milk have been reported to have significant functions such as stimulating muscles and nerves, controlling osmotic pressure and pH (Demirci, 1981).

Kefir, a fermented dairy product, is a slightly acidic product usually obtained by fermentation of cow, sheep, goat, camel or buffalo milk by adding kefir grain (Karaçıl and Tek, 2013; Bengoa et al., 2019; Larosa et al., 2021). As a result of research conducted by Russian scientists in the 1920s, kefir, which dates back to the Caucasus, was found to be more richer than yogurt in terms of probiotic bacteria. Kefir is a significant source of protein, probiotic and prebiotic as well as a source of many vitamins and minerals (Ötleş and Çağındı, 2003; Güzel-Seydim et al., 2021). Many factors affect the chemical, microbiological and sensory properties of kefir. Especially, milk type, fat content of milk, kefir yeast, fermentation temperature and time directly affect these (Farnworth and Mainville, 2008; Bulat and Topçu, 2021). Kefir, which is available in many regions of the world today, differs in that it is loved and consumed due to its sour taste. On the other hand, kefir, which is a substantial food in terms of health, has many advantages (Tomar et al., 2017). Especially in studies with kefir; it is reported to have antimicrobial, anti-inflammatory and anticarcinogenic effects. In addition, kefir strengthens the immune system and has an anti-microbial effect on some pathogens (*Bacillus cereus*, *Escherichia coli*, *Salmonella* spp. and *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*) (Ötleş and Çağındı, 2003; Koyu and Demirel, 2018; Sindi et al., 2020; Vimercati et al., 2020; Buran et al., 2021; Larosa et al., 2021).

Many studies have shown that milk and dairy products have antioxidant activity (Chen et al., 2015; Yılmaz-Ersan et al., 2018). Antioxidants is defined as a substance that directly scavenges ROS or inhibit ROS production. Antioxidants play a vital role in both food systems and the human body. In particular, antioxidants reduce the oxidative processes and harmful effects of ROS, as well as help preserve the flavor, color and texture of food products during storage. Consumption of fruits and vegetables has been associated with a reduced risk of many diseases (Gulçin, 2020). Therefore, today, many studies have been conducted in which fruits, fruit sauces and juices have been used to increase the consumption of functional products such as kefir (Yılmaz-Ersan et al., 2018; Kabakcı et al., 2020) One of the foods added to kefir is rosehip fruit.

Rosehip, a fruit belonging to the *Rosaceae* family, is used in varied areas as well as growing naturally in our country. In our country, rosehip, which is one of the indispensable fruits of the winter months, is consumed by marmalade, herbal tea, nectar, dried, and frozen. Rosehip is a fruit rich in phenolic substances and carotenoids as well as high vitamin C content. Carotenoids such as lycopene, β -carotene, and xanthophyll in their texture play a role in the formation of the unique color of rosehips. It also contains various phenolic substances such as hydroxycinnamic acid, catechin, quercetin, and kaempferol (Ercişli, 2007; Koca et al., 2008; Sarıcaoğlu et al., 2019; Atalar et al., 2020). In addition, rosehips are used in the treatment and prevention of many diseases (cold, gastrointestinal disorders, infections and diabetes) due to their rich bioactive compounds (Ercişli, 2007; Sarıcaoğlu et al., 2019).

In order to improve and enhance the quality of health, people should consume nutrients in their dosage, in a certain order and consciously. Because, in recent studies, it is predicted that nutrition is directly pertinent to human health, some diseases can be prevented and some can be cured by regulating the diet. On the other hand, there is no doubt that inadequate and unbalanced nutrition causes many diseases and distracts human beings from quality life. In recent years, there has been a tendency to foods such as kefir, which are natural and have positive effects on health. In this context, there are various studies on the kefir in the literature. However, in our literature review, we did not come across any study on the addition of rosehip marmalade to kefir. For this reason, in our study, it was aimed to determine of kefir prepared by adding rosehip marmalade in different proportions (%10 and %15) vitamin C ve antioxidant activities.

MATERIALS AND METHODS

Materials and Chemicals

Milk and powdered kefir yeast used in the study were obtained from a national market in Erzurum province and fermentation was carried out in a laboratory environment. Rosehip fruits were purchased in dry from a herbalist in Erzurum. Semi-skimmed cow milk (Ultra High Temperature milk) was used in the research. For DPPH; 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (Sigma-Aldrich), ethanol (Sigma-Aldrich), TPC for; Gallic acid 3,4,5-Trihydroxy benzoic acid (Sigma Aldrich), sodium carbonate (Merck), folin & ciocalteu's phenol reagent (Sigma Aldrich) and Vitamin C; Vitamin C (Sigma Aldrich), 2,6-Dichlorophenolindophenol sodium salt hydrate (Sigma Aldrich), Oxalic acid dihydrate (Merck) was used. In addition, DPPH and TPC analysis were performed in spectrophotometry (T60V Spectrometer, PG Instruments Ltd.) while vitamin C analysis was carried out by titrimetric method.

Preparation of Kefir and Rosehip Marmalade

Kefir was prepared by adding powdered kefir yeast (1g powder kefir yeast to 1 liter of semi-skimmed milk) to sterilized semi-skimmed milk obtained from a local market in Erzurum and keeping it under room conditions for 16-24 hours. Rosehip marmalade was prepared by adding sugar (water/sugar, 2/1 w/w) after the rosehip fruit was boiled and separated from its pulp. The present process continued until the rosehip marmalade consistency. Then, the prepared rosehip marmalade was added to kefir in different proportions. Fruit kefirs were produced by adding 10 % and 15 % rosehip marmalade to control kefir.

Extraction for Antioxidant Content of Samples

The extract was prepared according to Gülçin et al. (2002), Gülçin (2005) and Şengül et al. (2020). To determine the total amount of total phenolic content (TPC) and 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), 25 g of each sample was mixed with 75 ml of ethanol-water (90:10, v/v) using a magnetic stirrer in the dark. Then the mixture was filtered through the filtrate was evaporated at 50°C, the solution was completed to 25 ml with distilled water, and the stock solution was prepared.

DPPH Free Radical Scavenging Activity

DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) was diluted to 3 ml with ethanol for sample extracts (10-30 $\mu\text{g ml}^{-1}$) for free radical scavenging activity. Then, 1 ml of prepared DPPH solution (1 mM) was added to the samples and mixed thoroughly with the help of vortex and left for 30 minutes incubation at 30 °C in the dark. Absorbance was measured against blank at 517 nm in the spectrophotometer (Ozcelik et al., 2021; Binici et al., 2021).

Total Phenolic Content

1 ml of the samples was taken and 46 ml of distilled water and 1 ml of FCR (Folin–Ciocalteu reagent) were added. After the mixture was retained for 3 minutes, 3 ml of 2 % sodium carbonate (Na_2CO_3) solution was added and mixed in a magnetic stirrer for 2 hours. Then, absorbance values were found in a spectrophotometer at 760 nm wavelength. The phenolic content of the samples was calculated in gallic acid equivalent (mg GAE L^{-1}) with the help of graphics using standards prepared using gallic acid (Ozcelik et al., 2021; Binici et al., 2021).

Vitamin C Content

Vitamin C content of samples, 10 ml of the samples were taken and 10 ml of oxalic acid was added and filtered through a simple filter paper (Whatman No1). Oxalic acid was added (1:10 w/w, % 2) again to the filtrate and extraction continued. From the filtrate obtained from the extraction process, 5-25 ml was taken into a 50 ml Erlenmeyer flask. After that, it was titrated with 2.6 dichlorophenolindophenol solution (% 0.05). The dye solution was standardized by titration with 20 mg/100 ml ascorbic acid standard solution. The titration process was continued until the pinkish color was achieved. Then, the amount spent was recorded and the amount of vitamin C ($\text{mg } 100\text{g}^{-1}$) was determined (Cemeroğlu, 2007; Cemeroğlu, 2010).

$$\text{Vitamin C, mg } 100\text{g}^{-1} = (V \times f \times 100) / m_2 \quad (1)$$

V: Amount of 2.6-Dichlorophenolindophenol solution spent in titration, ml

f: The factor of 2.6-Dichlorophenolindophenol solution, that is, the amount of vitamin c equivalent to 1 ml of this solution, mg

m_2 : Amount of original sample in titrated filtrate, g.

Statistical Analysis

All of the data were represented as mean \pm standard deviation. Statistical analysis was performed with two-way ANOVA and Duncan's multiple range test by using SPSS 20 software.

RESULTS AND DISCUSSION

Vitamin C Content

Vitamin C is one of the most powerful natural antioxidants, as well as being a water-soluble vitamin (Gulçin, 2020). The vitamin C values determined during the storage period of rosehip marmalade added kefir and control kefir are given in Table 1. It was concluded that the amount of ascorbic acid varied between 7.80 and 9.04 ($\text{mg } 100\text{g}^{-1}$) and the effect of storage time on the amount of ascorbic acid is significant ($p < 0.05$). Also, it was determined that the effect of the marmalade rate was highly significant ($p < 0.01$). The ascorbic acid amount of rosehip marmalade added kefir (8.66-14.55 $\text{mg } 100\text{g}^{-1}$) was found higher than the control kefir (1.33 $\text{mg } 100\text{g}^{-1}$). It is stated that ascorbic acid undergoes degradation depending on aerobic, anaerobic, temperature and storage time (Kırca and Cemeroğlu, 2001) There is scarcely any research in the literature to support the current research. In this context, Yıldız and Alpaslan (2012) determined the ascorbic acid content 25.05 $\text{mg } 100\text{g}^{-1}$ in marmalades produced by the classical method. In the study conducted by Zeytun (2007), the level was detected as follows; 8.7 $\text{mg } 100\text{g}^{-1}$ in rosehip marmalade, 2.30 on the 1st day, and 2.00 $\text{mg } 100\text{g}^{-1}$ on the 14th day in plain BiYogurts, 4.21 and 4.09 $\text{mg } 100\text{g}^{-1}$ in the rosehip marmalade BiYogurts.

Table 1. The Vitamin C value of rosehip marmalade added kefir and control kefir

	Vitamin C (mg 100g ⁻¹)
<i>Storage time</i>	
1.day	7.85 ± 5.63 ^a
7.day	9.04 ± 6.25 ^b
14.day	7.85 ± 5.43 ^a
21.day	7.80 ± 5.93 ^a
Sign	*
<i>Marmalade rate %</i>	
% 0 (control)	1.33 ± 0.00 ^a
% 10	8.66 ± 1.56 ^b
% 15	14.55 ± 1.06 ^c
Sign	**
<i>Interaction</i>	
<i>ST x MR</i>	ns

a-c: means with different letters in the same column are significantly different ($p < 0.05$); Sign: Significance; ns: not significant ($p > 0.05$); * $p < 0.05$; ** $p < 0.01$. (% 0: Control (plain) kefir, %10: Kefir with ten percent rosehip marmalade added, %15: Kefir with fifteen percent rosehip marmalade added).

Total Phenolic Content

The phenolic compounds values determined during the storage period of rosehip marmalade added kefir and control kefir are given in Table 2. As seen in the table, it was concluded that the amount of phenolic varied between 1931.18 and 2447.11 mg GAE L⁻¹ and the effect of storage time on the amount of phenolic was highly significant ($p < 0.01$). TPC values of the samples decreased during storage compared to day 1. Also, it was determined that the effect of the marmalade rate was highly significant ($p < 0.01$) and the lowest phenolic content was determined in control kefir. It is understood that the amount of phenolic content are high especially in the samples with rosehip marmalade. It is stated that phenolic content are found in milk with proteins and in soluble form. In addition, pH, type of protein, type and structure of phenolic content, heat treatment temperature and duration can cause protein-polyphenolic to degradation (Yılmaz-Ersan et al., 2018). As for the total amount of phenolic content, many studies have been conducted on kefir using different formulations (fruit, juice and fruit sauces) (Kabakcı et al., 2020; Ozcelik et al., 2021). However, the number of studies using rosehip marmalade is limited. While Satir and Güzel-Seydim (2015) stated that the total amount of phenolic substance in kefir samples made from goat's milk varied between 726.08-1359.32 mg GAE L⁻¹; Çınar (2019) determined as 66.15 mg GAE g⁻¹ in plain kefir, 107.49, 127.49, 174.60, 203.05 mg GAE g⁻¹ in 5%, 10%, 15% and 20% blueberry kefir samples, respectively. In this context, Yıldız and Alpaslan (2012) determined the total phenolic content 912.4 mg 100g⁻¹ in rose hip marmalades produced by the classical method. Ozcelik et al. (2021) determined that the total phenolic content of water kefir produced using different fruit juices (Cornelian cherry, hawthorn, rosehip, pomegranate and red plum) decreased during storage. On the other hand, Yılmaz-Ersan et al. (2018) found that the mean total phenolic content in cow and sheep kefir samples increased during storage and the TPC ranged between 59.09 and 85.69 mg GAE/100 mL and 77.74 and 84.79 mg GAE/100 mL, respectively.

Table 2. The TPC value of rosehip marmalade added kefir and control kefir

	TPC (mg GAE L ⁻¹)
Storage time	
1.day	2447.11 ± 1244.03 ^b
7.day	2089.89 ± 982.17 ^a
14.day	1931.18 ± 289.53 ^a
21.day	1998.59 ± 1097.22 ^a
Sign	**
Marmalade rate %	
% 0 (control)	994.1 ± 404.6 ^a
% 10	2621.1 ± 627.5 ^b
% 15	2734.9 ± 576.5 ^c
Sign	**
Interaction	
<i>ST x MR</i>	**

a-c: means with different letters in the same column are significantly different ($p < 0.05$); Sign: Significance; ns: not significant ($p > 0.05$); * $p < 0.05$; ** $p < 0.01$. (% 0: Control (plain) kefir, %10: Kefir with ten percent rosehip marmalade added, %15: Kefir with fifteen percent rosehip marmalade added).

DPPH Free Radical Scavenging Activity Values

DPPH radical scavenging activity is one of the most widely used methods to measure antioxidant activity (Ozelik et al., 2021). While DPPH free radical scavenging activity (EC_{50}) of the samples was determined in the lowest antioxidant activity control sample, it was determined that the antioxidant activity increased as the fruit ratio increased. As seen in the Table 3, it was concluded that the amount of DPPH varied between 41.64 and 67.85 $\mu\text{g ml}^{-1}$ and the effect of storage time on the amount of DPPH was not highly significant ($p > 0.05$). It is stated that the change during storage may be due to post-acidification proteolysis and increased organic acid content (Yılmaz-Ersan et al., 2018). Also, it was determined that the effect of the usage rate was highly significant ($p < 0.01$). When the EC_{50} values are examined, it is seen that the highest value belongs to the control kefir samples with 148.3 $\mu\text{g ml}^{-1}$ and the lowest value belongs to the kefir samples with 15% rosehip marmalade with 11.8 $\mu\text{g ml}^{-1}$. In other words, while the highest DPPH radical scavenging activity was detected in kefir samples 15% rosehip marmalade, control kefir samples had the lowest antioxidant activity as expected. Turker et al. (2014), was determined that cow milk DPPH value 188.35 mg ml^{-1} . In the study, Çınar (2019) found the EC_{50} value of plain kefir as 3230.67 $\mu\text{g ml}^{-1}$ on day 1; and reported that in blueberry added kefir samples, it was varied between 93.45–244.17 $\mu\text{g/ml}$ on the 1st day and 93.45–205.67 $\mu\text{g ml}^{-1}$ on the 21st day of storage. In another study, DPPH values of cow and sheep milk kefir were determined as 9.57 $\text{mg TE } 100 \text{ mL}^{-1}$ (Yılmaz-Ersan et al., 2018). Kavaz (2019) determined the EC_{50} value of fresh black rosehip fruit as 9.63 $\mu\text{g ml}^{-1}$.

Table 3. The DPPH value of rosehip marmalade added kefir and control kefir

	DPPH (EC_{50} , $\mu\text{g ml}^{-1}$)
Storage time	
1.day	63.26 ± 82.76 ^a
7.day	67.85 ± 87.60 ^a
14.day	57.15 ± 77.80 ^a
21.day	41.64 ± 73.13 ^a
Sign	ns
Marmalade rate %	
% 0 (control)	148.3 ± 59.6 ^a
% 10	12.4 ± 1.84 ^b
% 15	11.8 ± 1.59 ^b
Sign	**
Interaction	
<i>ST x MR</i>	ns

a-b : means with different letters in the same column are significantly different ($p < 0.05$); Sign: Significance; ns: not significant ($p > 0.05$); * $p < 0.05$; ** $p < 0.01$. (% 0: Control (plain) kefir, %10: Kefir with ten percent rosehip marmalade added, %15: Kefir with fifteen percent rosehip marmalade added).

CONCLUSION

As a result, the antioxidant capacities of kefir with different proportions of rosehip marmalade added to kefir obtained by using semi-skimmed UHT milk and culture yeast were determined. According to the data obtained, it was determined that the antioxidant activity of kefir increased as the addition of rosehip marmalade increased. In addition, it was statistically determined that antioxidant capacities (Vitamin C, TPC) decreased and DPPH values increased during storage. In the present study, it is thought that rosehip marmalade added to kefir increases antioxidant activity and is an important product in terms of new functional products. It was determined that the addition of rosehip marmalade had a positive effect on the taste and appearance of kefir. In addition, as a result of the preliminary trials, it is thought that kefir prepared with the addition of 10% rosehip marmalade can be commercially produced.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by Atatürk University Research Center with project no: FBA-2019-7495. The financial support of Atatürk University is gratefully acknowledged.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Atalar I, Saricaoglu FT, Odabas HI, Yilmaz VA, Gul O, 2020. Effect of ultrasonication treatment on structural, physicochemical and bioactive properties of pasteurized rosehip (*Rosa canina L.*) nectar. LWT, 118, 108850.
- Bengoa AA, Iraporda C, Garrote GL, Abraham AG, 2019. Kefir micro-organisms: their role in grain assembly and health properties of fermented milk. Journal of Applied Microbiology, 126(3): 686-700.
- Binici HI, ŞAT İG, Aoudeh E, 2021. The effect of different drying methods on nutritional composition and antioxidant activity of purslane (*Portulaca oleracea*). Turkish Journal of Agriculture and Forestry, 45(5): 680-689.
- Bulat T, Topcu A, 2021. Influences of oxidation-reduction potential on kefir: Microbial counts, organic acids, volatile compounds and sensory properties. LWT, 144, 111195.
- Buran İ, Akal C, Ozturkoglu-Budak S, Yetisemiyen A, 2021. Rheological, sensorial and volatile profiles of synbiotic kefir produced from cow and goat milk containing varied probiotics in combination with fructooligosaccharide. LWT, 148, 111591.
- Cemeroğlu B, 2007. Gıda analizleri. Gıda Teknolojileri Derneği Yayınları, No: 34.
- Cemeroğlu B, 2010. Gıda analizleri. Gıda Teknolojileri Derneği Yayınları, No: 34. s 13-41-102-225.
- Chen Z, Shi J, Yang X, Nan B, Liu Y, Wang Z, 2015. Chemical and physical characteristics and antioxidant activities of the exopolysaccharide produced by Tibetan kefir grains during milk fermentation. International Dairy Journal, 43: 15-21.
- Çınar K, 2019. Farklı konsantrasyonlarda maviyemiş ilavesiyle üretilen kefirlerin depolama süresince mikrobiyolojik, fizikokimyasal ve *in vitro* antioksidan kapasitesindeki değişimin tespiti. Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Nevşehir.
- Demirci M, 1981. Sütün mineral maddeleri ve insan beslenmesindeki önemi. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 12(1).
- Ercisli S, 2007. Chemical composition of fruits in some rose (*Rosa spp.*) species. Food Chemistry, 104(4): 1379-1384.
- Farnworth ER, Mainville I, 2008. Kefir-a fermented milk product In: Farnworth E. R., editor. Handbook of fermented functional foods. 2nd ed. CRC Press Taylor & Francis Group; Boca Raton, London, New York: pp. 89-127.
- Gulcin İ, 2005. The antioxidant and radical scavenging activities of black pepper (*Piper nigrum*) seeds. International Journal of Food Sciences and Nutrition, 56(7): 491-499.
- Gulcin İ, 2020. Antioxidants and antioxidant methods: An updated overview. Archives of Toxicology, 94(3): 651-715.
- Gulcin İ, Oktay M, Küfrevioğlu Öİ, Aslan A, 2002. Determination of antioxidant activity of lichen *Cetraria islandica* (L) Ach. Journal of Ethnopharmacology, 79(3): 325-329.

- Guzel-Seydim ZB, Gökırmaklı Ç, Greene AK, 2021. A comparison of milk kefir and water kefir: Physical, chemical, microbiological and functional properties. *Trends in Food Science & Technology*.
- Kabakcı SA, Türkyılmaz M, Özkan M, 2020. Changes in the quality of kefir fortified with anthocyanin-rich juices during storage. *Food Chemistry*, 326, 126977.
- Karaçıl MŞ, Tek Acar N, 2013. Dünyada üretilen fermente ürünler: tarihsel süreç ve sağlık ile ilişkileri. *Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 27(2): 163-174.
- Kavaz N, 2019. Kara kuşburnu çayının antioksidan aktivitesi ve antosiyanin miktarı üzerine infüzyon süresinin etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Kırca A, Cemeroglu B, 2001. Askorbik asidin segradasyon mekanizması. *Gıda*, 26(4).
- Koca İ, Koca AF, Yolcu H, 2008. Fonksiyonel gıda olarak kuşburnu. *Türkiye 10. Gıda Kongresi*.10, 295-298.
- Koyu EB, Demirel ZB, 2018. Fonksiyonel bir besin: kefir. *Beslenme ve Diyet Dergisi*, 46(2): 166-175.
- Larosa CP, Balthazar CF, Guimarães JT, Margalho LP, Lemos FS, Oliveira FL, ... Cruz AG, 2021. Can sucrose-substitutes increase the antagonistic activity against foodborne pathogens, and improve the technological and functional properties of sheep milk kefir? *Food Chemistry*, 351, 129290.
- Metin M, 2013. Süt Teknolojisi. Ege Üniversitesi Yayınları No:8, 802 s, İzmir.
- Ozcelik F, Akan E, Kinik O, 2021. Use of Cornelian cherry, hawthorn, red plum, roship and pomegranate juices in the production of water kefir beverages. *Food Bioscience*, 42: 101219.
- Ötleş S, Çağında O, 2003. Kefir: A probiotic dairy-composition, nutritional and therapeutic aspects. *Pakistan Journal of Nutrition*, 2(2): 54-59.
- Saricaoğlu FT, Atalar I, Yılmaz VA, Odabas HI, Gul O, 2019. Application of multi pass high pressure homogenization to improve stability, physical and bioactive properties of rosehip (*Rosa canina L.*) nectar. *Food Chemistry*, 282, 67-75.
- Satir G, Guzel-Seydim ZB, 2015. Influence of Kefir fermentation on the bioactive substances of different breed goat milks. *LWT-Food Science and Technology*, 63(2): 852-858.
- Sindi A, Badsha M, Nielsen B, Ünlü G, 2020. Antimicrobial activity of six international artisanal kefir against *Bacillus cereus*, *Listeria monocytogenes*, *Salmonella enterica* serovar enteritidis, and *Staphylococcus aureus*. *Microorganisms*, 8(6): 849.
- Şengül M, Karataş N, Zor M, Topdas EF, Yılmaz B, 2020. Screening of the chemical composition and antioxidant activity of the *Prunus salicina* Pestil. *Erzincan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 13(3): 1317-1333.
- Tomar O, Çağlar A, Akarca G, 2017. Kefir ve sağlık açısından önemi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 17(2): 834-853.
- Turker G, Kizilkaya B, Arifoglu N, 2014. Determination of organic acid composition and free radical scavenging capacity of kefir. *Asian Journal of Chemistry*, 26(8): 2443.
- Ünal, RN, Besler HT, 2008. Beslenmede sütün önemi. Sağlık Bakanlığı Yayın, 727.
- Vimercati WC, da Silva Araújo C, Macedo LL, Fonseca HC, Guimarães JS, de Abreu LR Pinto SM, 2020. Physicochemical, rheological, microbiological and sensory properties of newly developed coffee flavored kefir. *LWT-Food Science and Technology*, 123, 109069.
- Yildiz O, Alpaslan M, 2012. Properties of rose hip marmalades. *Food Technology and Biotechnology*, 50(1), 98-106.
- Yılmaz-Ersan L, Ozcan T, Akpınar-Bayazit A, Sahin S, 2018. Comparison of antioxidant capacity of cow and ewe milk kefir. *Journal of Dairy Science*, 101(5), 3788-3798.
- Zeytun E, 2007. Kuşburnu marmelatı ilavesiyle üretilen probiyotik biyoğurdun depolama süresince bazı özelliklerinin belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.

Atf İçin: Topdaş EF, 2022. Bazı Bitkilerden Elde Edilen Liyofilize İnfüzyonlarda Demleme Süresi Faktörünün Antioksidan Özellikler ve Ağır Metal Kompozisyonu Üzerine Etkisi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 769-790.

To Cite: Topdas EF, 2022. Effect of Brewing Time Factor on Antioxidant Properties and Heavy Metal Composition in Lyophilized Infusions Obtained from Some Plants. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 769-790.

Bazı Bitkilerden Elde Edilen Liyofilize İnfüzyonlarda Demleme Süresi Faktörünün Antioksidan Özellikler ve Ağır Metal Kompozisyonu Üzerine Etkisi

Elif Feyza TOPDAŞ^{1*}

ÖZET: Bitki infüzyonları, genellikle polifenol içeriklerinden kaynaklanan faydalı özelliklerinden dolayı dünya çapında yaygın olarak tüketilen içeceklerdir. Bu çalışmada, ülkemizde halk tarafından yaygın olarak kullanılan ve genelde infüzyonları tüketilen; ayva (*Cydonia oblonga*) yaprağı, ıhlamur (*Tilia cordata*) çiçeği ve yaprağı, altın otu (*Helichrysum arenarium*), karabaş otu (*Lavandula stoechas*) çiçeği, hatmi (*Althaea officinalis*) çiçeği ve böğürtlen (*Rubus fruticosus*) yaprağından oluşan yedi farklı bitki ile çalışılmıştır. Bitkilerin 3, 9, 15 ve 21 dk demleme sürelerinde elde edilen liyofilize infüzyonların verim, renk, toplam fenolik ve toplam flavonoid madde, antiradikal aktivite ve ağır metal içerikleri (Hg, Pb, Cu, Mn, Zn, Cr, Ni, Al ve Cd) değerlendirilmiştir. Hatmi çiçeği ve böğürtlen yaprağının ekstraksiyon verimleri diğer bitkilere kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Demleme süresindeki artışın numunelerin L^* değerini azalttığı, a^* değerini artırdığı, b^* değerini ise genel olarak azalttığı tespit edilmiştir. Liyofilize infüzyonların Folin-Ciocalteu prosedürü ile belirlenen toplam fenolik madde içerikleri 8.05 ile 53.92 mg GAE g^{-1} aralığında değişim göstermiştir. En yüksek toplam flavonoid madde miktarı karabaş otu infüzyonunda 21. dakikada 22.40 mg KE g^{-1} olarak tespit edilmiştir. Antiradikal aktivite, ABTS ve DPPH radikal giderme aktivite analizleri ile belirlenmiştir. Tüm bitki infüzyonları toplam fenolik ve flavonoid içerikleri ile güçlü bir şekilde ilişkili olarak antiradikal aktivite sergilemiştir. DPPH radikali giderme aktivitesi analizinde liyofilize infüzyonların IC_{50} değerleri 20.42-40.65 $\mu g mL^{-1}$ aralığında değişim göstermiştir. DPPH ve ABTS serbest radikallerine karşı en yüksek antiradikal aktivite karabaş otu tarafından sergilenmiştir. Liyofilize infüzyonların ICP-MS ile belirlenen ağır metal içerikleri $Mn > Zn > Al > Ni > Cu > Cr$ şeklinde sıralanmış ve demleme süresi faktörü mineral geçişi üzerinde $p < 0.05$ düzeyinde etkili olmuştur. Hg, Pb ve Cd ağır metalleri ise hiçbir örnekte tespit edilememiştir. Bu çalışmada elde edilen bulgular, gerçek antioksidan özellikler ve ağır metal içeriğini belirlemek için son ürünü (tüketici tarafından hazırlanan infüzyonlar) analiz etmenin faydalı olacağını göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Antioksidan, ağır metal, bitki infüzyonu, demleme, renk

Effect of Brewing Time Factor on Antioxidant Properties and Heavy Metal Composition in Lyophilized Infusions Obtained from Some Plants

ABSTRACT: Herbal infusions are widely consumed beverages worldwide due to the beneficial properties provided by their polyphenol ingredients. In this study, seven different plants, consisting of quince (*Cydonia oblonga*) leaf, linden (*Tilia cordata*) flower and leaves, golden grass (*Helichrysum arenarium*), French lavender (*Lavandula stoechas*) flower, marshmallow (*Althaea officinalis*) flower, and blackberry (*Rubus fruticosus*) leaves were studied, which are widely used and their infusions are prepared by people in our country. Extraction yields, color, total phenolic and total flavonoid contents, antiradical activities, and heavy metal contents (Hg, Pb, Cu, Mn, Zn, Cr, Ni, Al, and Cd) of lyophilized infusions obtained at 3, 9, 15 and 21 minutes of brewing times were evaluated. Extraction yields of marshmallow flower and blackberry leaves were higher than other plants. The increase in brewing time caused a decrease in the L^* value, an increase in the a^* value, and a general decrease in the b^* value of the samples. Total phenolic content of lyophilized infusions determined by the Folin-Ciocalteu procedure ranged from 8.05 to 53.92 mg GAE g^{-1} . The highest total flavonoid amount was detected as 22.40 mg QE g^{-1} in lyophilized French lavender infusion at the 21st minute. The antiradical activity was determined by ABTS and DPPH radical scavenging activity analyses. All herbal infusions exhibited antiradical activity, strongly correlated with total phenolic and flavonoid contents. In DPPH radical scavenging activity analysis, IC_{50} values of lyophilized infusions varied between 20.42 and 40.65 $\mu g mL^{-1}$. The French lavender herb exhibited the highest antiradical activity against DPPH and ABTS free radicals. Heavy metal contents of lyophilized infusions determined by ICP-MS were listed as $Mn > Zn > Al > Ni > Cu > Cr$, and the brewing time factor was influential on the mineral transfer at $p < 0.05$ level. Hg, Pb, and Cd heavy metals were not detected in any samples. The findings in this study suggest that it would be useful to analyze the end product (consumer-prepared infusions) to determine the actual antioxidant properties and heavy metal contents.

Keywords: Antioxidant, heavy metal, herbal infusion, brewing, color

¹ Elif Feyza TOPDAŞ (Orcid ID: 0000-0003-3778-3654), Atatürk Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Elif Feyza TOPDAŞ, e-mail: efeyza.topdas@atauni.edu.tr

GİRİŞ

Dünyada sudan sonra en çok tüketilen içecek grubu çaylardır. ‘Çay’ kelimesinin zihinde uyandırdığı ilk anlam, *Camellia sinensis* L. (Theaceae) yaprakları kullanılarak hazırlanan içecek olsa da; bitki çayı olarak bilinen bitki infüzyonları da (Statista, 2018) tüm dünyada farklı kültürlerde çay adı altında tüketilmektedir (Attard 2011a; Malik ve ark., 2013; Razic ve Kuntic, 2013). Bitki infüzyonları bitkilerin taze ve/veya kurutulmuş yaprak, çiçek, kök, sürgün, meyve veya tohumlarının kaynar suda demlenmesi ile hazırlanmaktadır (Lasekan ve Lasekan, 2012; Preedy, 2013). Günümüzde papatya, melisa, limon otu, nane, fesleğen, lavanta, tarçın, zencefil, adaçayı ve rezene gibi birçok bitkinin infüzyonlarının evlerde hazırlanabilmesi için piyasada paketlenmiş halde satışa sunulan ürünleri bulunmaktadır.

Bitki infüzyonları, doğal ve ferahlatıcı tatlarının yanında diğer duyuşal özellikleri nedeniyle tüketiciler tarafından beğenilmekte (Koch ve ark., 2012) ve doğal olarak içerdikleri antioksidan etki gösteren bileşenler sayesinde sağlıklı olarak kabul görmektedir (Monbaliu ve ark., 2010). Yapılan araştırmalar bitki infüzyonlarının antioksidan etki gösteren polifenolik bileşiklerin önemli kaynakları olduklarını göstermektedir (Dimitrios, 2006; Riehle ve ark., 2013; Jeszka-Skowron ve ark., 2018). Polifenolik bileşikler, serbest radikalleri nötralle etmeleri ve yağ asitleri gibi bileşiklerin oksidasyonunu önlemeleri sebebiyle önemlidir (Olivier ve ark., 2012). Bu bileşikler sergiledikleri antioksidan aktivite sayesinde hem çeşitli hastalıkların önlenmesini (Mojzer ve ark., 2016), hem de mevcut hastalıkların baskılanmasını sağlamakta ve iyileşme sürecine katkıda bulunmaktadır (González-Vallinas ve ark., 2013).

Ülkemizde yaygın olarak infüzyon şeklinde tüketilen bitkilerden biri olan *Helichrysum arenarium* (altın otu)’un sergilediği antioksidan, antimikrobiyal ve antienflamatuar özelliklerin (Sagdic ve ark., 2003; Sala ve ark., 2003; Tepe ve ark., 2005) içerdikleri flavonoidlerden kaynaklandığı rapor edilmektedir (Albayrak ve ark., 2010a). Ayva (*Cydonia oblonga* Miller. = *Cydonia vulgaris* Pers, *Pyrus cydonia* L. (Ercan ve Ozkarakas, 2005)) yaprakları halk hekimliğinde yatıştırıcı, ateş düşürücü, ishal önleyici ve öksürük kesici özellikleri ve çeşitli cilt hastalıklarının tedavisi için kullanılmıştır (Oliveira ve ark., 2007). Ayva yapraklarının içerdği biyoaktif bileşenler sayesinde antifungal (Hamid ve ark., 2013), antioksidan (Costa ve ark., 2009) ve kolon kanserine karşı hücre büyümesini baskılayan (Carvalho ve ark., 2010) özellikleri rapor edilmiştir. In vitro çalışmalar, böğürtlenin (*Rubus fruticosus*) güçlü antioksidan, antiproliferatif ve antiinflamatuar aktivitelerini kanıtlamıştır (Dai ve ark., 2007; Zia-Ul-Haq ve ark., 2014). *Tilia cordata* (ıhlamur) yaprak ve çiçekleri yüksek düzeyde flavonoidler, fenolik asitler (kafeik, p-kumarik ve klorojenik asitler), amino asitler, tanenler ve proantosiyaninleri içermektedir (Toker ve ark., 2001; Cittan ve ark., 2018; Pavlović ve ark., 2020). Karabaşotu (*Lavandula stoechas*), zengin aromatik içeriği ile tüm dünyada tanınmakta ve kozmetik, parfümeri ve ilaç sektöründe yaygın olarak kullanılmaktadır (Benabdelkader ve ark., 2011; Carrasco ve ark., 2015). Gürdal ve Kültür (2013), *L. stoechas*’ın mide ağrısı, diyabet, hipertansiyon, kolesterol ve solunum yolu hastalıklarına karşı kullanıldığını bildirmişlerdir. *Althaea officinalis* (hatmi) tomurcuk ve çiçek infüzyonlarının influenza tedavisinde etkili olduğu (Demirci-Kayıran, 2019) ve çiçeklerinin hipolaetin glikozitler, kaempferol ve dihidrokaempferol içerdği rapor edilmiştir (Dzido ve ark., 1991).

Sağlık açısından faydalı etkileri nedeniyle tüketiciler açısından bitki infüzyonlarının tüketimi teşvik edici olsa da; bitkinin yetiştiği toprak, yağmur, atmosferik tozlar, bitki koruma ajanları ve gübreler aracılığıyla önce bitkiye ve ardından hazırlanan infüzyonlara transfer olabilen toksinler ve toksik metaller insan sağlığı açısından risk oluşturabilmektedir (Attard, 2011b; Łozak ve ark., 2002). Dünya

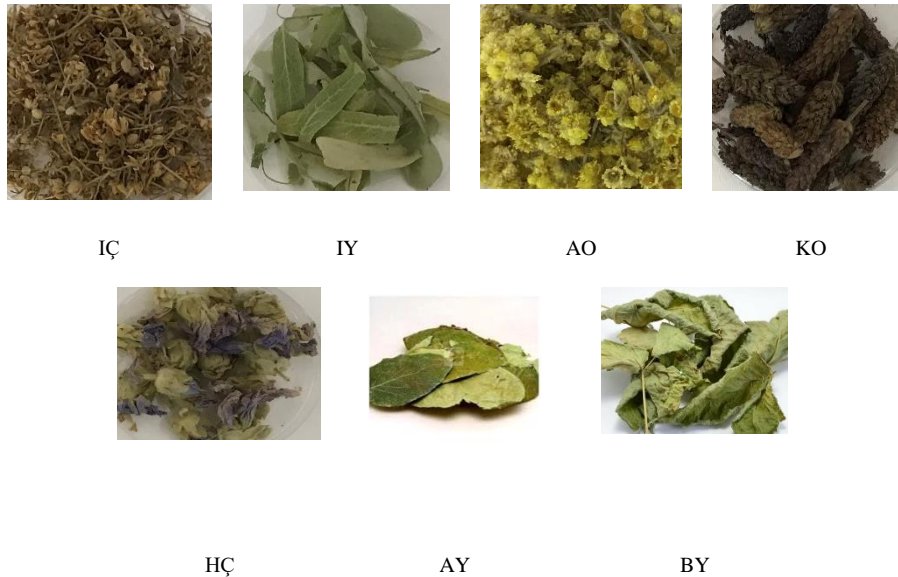
Sağlık Örgütü (WHO), bitki çayı tüketiminde güvenliği sağlamak için toksik olduğu düşünülen bitki çaylarındaki ağır metallerin kontrol edilmesi gerektiğini belirtmektedir (Limmatvapirat ve ark., 2012). Bitkinin içerdiği ağır metallerin işleme esnasında ürüne geçebilmesi sebebiyle özellikle tıbbi ve aromatik bitkilerin mineral madde kompozisyonlarının belirlenmesi oldukça önemlidir.

Bu çalışmanın amacı, Türkiye’ de yaygın şekilde kullanılan bazı bitkilerden farklı demleme sürelerinde elde edilen liyofilize infüzyonların renk, verim, toplam fenolik ve toplam flavonoid madde miktarları ile serbest radikal giderme aktivitelerinin belirlenmesine ilave olarak; bazıları çok düşük seviyelerde bile toksik etki gösterebilen ağır metaller açısından da araştırılmasıdır. Böylece ayva yaprağı, ıhlamur çiçeği ve yaprağı, altın otu, karabaş otu, hatmi çiçeği ve böğürtlen yaprağı infüzyonları evde hazırladığında bahsedilen özellikler açısından daha iyi bir ürün deneyimini sağlamak adına hangi sürenin daha etkili olduğu da belirlenmiş olacaktır.

MATERYAL VE METOT

Materyal

Bitki infüzyonlarının hazırlanmasında kullanılan bitkiler ayva (*Cydonia vulgaris*) yaprağı, ıhlamur (*Tilia cordata*) çiçeği ve yaprağı, altın otu (*Helichrysum arenarium*), karabaş otu (*Lavandula stoechas*) çiçeği, hatmi çiçeği (*Althaea officinalis*) ve böğürtlen (*Rubus fruticosus*) yaprağı yerel bir satıcıdan paketli olarak temin edilmiştir. Satın alınan bitkilerin tamamı aynı yıla ait mahsullerdir. Çalışmada kullanılan kuru bitkilere ait görseller Şekil 1’ de yer almaktadır. Bitki infüzyonlarının hazırlanması ve analizleri Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü Laboratuvarları’nda gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. Çalışmada kullanılan kuru bitki örnekleri

* Örnek kodlamalar; İÇ: ıhlamur çiçeği, IY: ıhlamur yaprağı, AO: altın otu, KO: karabaş otu, HÇ: hatmi çiçeği, AY: ayva yaprağı ve BY: böğürtlen yaprağı şeklindedir.

Bitki İnfüzyonlarının Hazırlanması

Bitki infüzyonları Karavoltos ve ark. (2014) tarafından belirtilen metotta bazı modifikasyonlar yapılarak hazırlanmıştır. Her bitkinin daha önce de bahsedilen çiçek ve/veya yaprak kısımları ayıklanarak; 3'er g'lık porsiyonlar halinde çelik demleme süzgeçlerine konmuş ve üzerlerine 250 mL

kaynar deiyonize su ilave edilerek 3, 9, 15 ve 21 dk boyunca önceden ısıtılmış sıcak bir plaka üzerinde infüze edilmiştir. Daha sonra infüzyonlar, 10 dk boyunca soğumaları için oda sıcaklığına bekletilmiş ve Whatman No:4 filtre kâğıdı ile süzülmüştür. Elde edilen süzüntüler evaporatör yardımıyla (Heidolph Laborata 4000, Germany) vakum altında 50 mL' ye kadar konsantre edilmiş ve 10^{-3} mTorr basınç ve -86 °C' de liyofilize edilmiştir (Operon FDU-8612, Korea). Kalıntılar tartılarak analizler yapılana dek -20 °C' de ağzı hava almayacak şekilde kapatılan cam kavanozlarda bekletilmiştir. Ekstraksiyon verimi, $V(\%)=(M \cdot m^{-1}) \times 100$ eşitliği yardımıyla hesaplanmıştır (Bezerra ve ark., 2021). Burada, M: liyofilize ekstrakt kütlesi (g) ve m: kuru bitki kütlesi (g)'dir.

Renk Ölçümü

Numunelerin renk yoğunlukları CIE (L^*, a^*, b^*) sisteminde üç boyutlu ölçüm yapan bir kolorimetre (Konica Minolta CR-400, Korea) ile belirlenmiştir. Kolorimetrenin kalibrasyonu cihaza ait standart beyaz plaka yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Her numune için 3' er kere tekrarlanan ölçümler; 20 ± 2 °C' de beyaz bir zemin üzerinde gerçekleştirilmiş ve örneklerin *L (parlak:100, koyu:0), a^* (kırmızı:+60, yeşil:-60) ve b^* (sarı: +60, mavi: -60) değerleri belirlenmiştir (Topdas ve ark., 2021).

Toplam Fenolik Madde Miktarı

Liyofilize infüzyonların toplam fenolik madde içerikleri Folin&Ciocalteu's reaktifi kullanılarak Singleton ve ark. (1999)'na göre belirlenmiştir. Bu amaçla, 1000 µg ekstrakt alınarak ultra saf su ile 23 mL'ye tamamlanmış ve üzerine 0.5 mL Folin&Ciocalteu reaktifi eklenmiştir. Oda sıcaklığında ve karanlıkta 3 dk bekletildikten sonra %2'lik Na_2CO_3 çözeltisinden 1.5 mL ilave edilmiş ve 2 saat karanlıkta ve oda sıcaklığında karıştırılan numunelerin absorbansları 760 nm'de VIS spektrofotometre (PG Instruments T60V, UK) yardımı ile belirlenmiştir. Ölçümler 3' er kere tekrarlanmıştır. Bitki infüzyonlarının toplam fenolik madde miktarları, gallik asit ile hazırlanan standart eğrinin denklemi ($y=0.0208x-0.2990$, $R^2=0.991$) yardımıyla hesaplanmış ve mg GAE (Gallik Asit Eşdeğeri) g^{-1} liyofilize ekstrakt olarak ifade edilmiştir.

Toplam Flavonoid Miktarı

Toplam flavonoid madde içeriği Park ve ark. (1997)' in yönteminde bazı modifikasyonlar yapılarak belirlenmiştir. Kısaca, liyofilize su infüzyonlarından 1000' er µg tartılarak 0.1 mL 1 M CH_3COOK ve 0.1 mL %10'luk $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ çözeltilerini içeren 4.3 mL etanol çözeltisi ile seyreltilmişlerdir. 40 dk boyunca karanlıkta ve oda sıcaklığında karıştırılan numunelerin absorbansları UV-VIS spektrofotometre ile 415 nm' de köre karşı kaydedilmiştir. Ölçümler 3' er kere tekrarlanmıştır. Bitki infüzyonlarının toplam flavonoid miktarları, kuersetin ile hazırlanan standart eğrinin denklemi ($y=35.325x-0.0225$, $R^2=0.995$) yardımıyla hesaplanmış ve mg KE (Kueretin Eşdeğeri) g^{-1} liyofilize ekstrakt olarak ifade edilmiştir.

Antiradikal Aktivite

DPPH serbest radikali giderme aktivitesi

Liyofilize infüzyonların DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) serbest radikal giderme aktiviteleri Balaydın ve ark. (2010)'nın yöntemine göre gerçekleştirilmiştir. Serbest radikal çözeltisi olarak DPPH'in etanolde hazırlanan 1 mM'lık çözeltisi kullanılmıştır. Stok ekstrakt çözeltilerden 10, 20 ve 30 µg μL^{-1} konsantrasyonlarda ve 3' er paralelli olarak tüplere aktarım yapıldıktan sonra toplam hacim etanol ile 3 mL'ye tamamlanmış ve üzerlerine 1'er mL DPPH serbest radikal çözeltisi eklenmiştir. Ardından tüpler vorteksenerek oda sıcaklığında ve karanlıkta 30 dk boyunca bekletilmişlerdir. Absorbanslar (A), VIS spektrofotometre ile 517 nm' de kaydedilmiştir. Ölçülen absorbans verileri

kullanılarak her bir örneğin % inhibisyon değerleri hesaplanmıştır (%İnhibisyon= $[(A_{DPPH} - A_{EKSTRAKT})/A_{DPPH}] \times 100$). Ardından % inhibisyon değerleri örnek konsantrasyonlarına karşı bir grafiğe aktarılmış ve lineer regrasyon yapılarak her bir örneğe ait IC₅₀ değerleri (radikalin %50'sinin inhibisyonunu sağlayan konsantrasyon) belirlenmiştir. Sonuçların kıyaslanması açısından BHA, BHT, Troloks ve α -Tokoferol standart antioksidanlar olarak kullanılmıştır.

ABTS serbest radikal giderme aktivitesi

Liyofilize infüzyonların ABTS radikali (2,2'-Azino-bis(3- etilbenzotiyazolin-6-sülfonik asit) giderme aktiviteleri Köksal ve ark. (2009)' nın metoduna göre gerçekleştirilmiştir. ABTS serbest radikal çözeltisi, ultra saf su ile hazırlanan 2 mM konsantrasyonda ABTS çözeltisine 2.45 nM potasyum persülfat çözeltisinin ilave edilmesinin ardından 12 saat karanlıkta ve oda sıcaklığında karıştırılması ile hazırlanmıştır. Stok ekstrakt çözeltilerden 10, 20 ve 30 $\mu\text{g } \mu\text{l}^{-1}$ konsantrasyonlarda ve 3' er paralelli olarak tüplere aktarım yapıldıktan sonra toplam hacim etanol ile 1.5 mL'ye tamamlanmış ve üzerlerine 0.5'er mL ABTS serbest radikal çözeltisi eklenmiştir. Ardından tüpler vorteksenerek oda sıcaklığında ve karanlıkta 30 dk boyunca bekletilmişlerdir. Absorbanslar (A), VIS spektrofotometre ile 734 nm' de kaydedilmiştir. Ölçülen absorbans verileri kullanılarak her bir örneğin % inhibisyon değerleri hesaplanmıştır (%İnhibisyon= $[(A_{DPPH} - A_{EKSTRAKT})/A_{DPPH}] \times 100$). % İnhibisyon değerleri örnek konsantrasyonlarına karşı bir grafiğe aktarılmış ve lineer regrasyon yapılarak her bir örneğe ait IC₅₀ değerleri (radikalin %50'sinin inhibisyonunu sağlayan konsantrasyon) belirlenmiştir. Sonuçların kıyaslanması açısından BHA, BHT, Troloks ve α -Tokoferol standart antioksidanlar olarak kullanılmıştır.

Ağır Metal Kompozisyonu

Numunelerin mineral madde miktarları İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi (ICP-MS) (Agilent 7800, UK) ile tespit edilmiştir. Öncelikle 0.5 g olarak tartılan liyofilize ekstraktların üzerine 8 mL %65'lik HNO₃ ve 2 mL %31'lik H₂O₂ ilave edilerek 15-20 dk beklenmiş ve bir mikrodalga sistemi (Milestone Ethos up SK-15) yardımıyla iki kademeli olarak 200 °C sıcaklık ve 1800 W güçte yaş yakma yapılmıştır. Yakma sonrası tüp içerikleri ultra saf su ile 50 mL'ye tamamlanıp 0.45 μm 'lik membran filtre ile süzölmüş ve süzütüden 0.5 mL alınarak 9.5 mL %2'lik HNO₃ ve %0.5'lik HCl karışımı ile seyreltilmiştir. Ardından ICP-MS cihazı ile standartlara karşı oluşturulan kalibrasyon eğrisinden faydalanılarak numunelerin element miktarları belirlenmiştir (Anonymous, 2007). Analiz edilen elementlerin ölçüm limitleri Çizelge 1' de görülmektedir.

Çizelge 1. Analiz edilen elementlere ait ölçüm limitleri (ppb)

Element	LOD*	LOQ**
Al	0.182	0.608
Cr	0.008	0.025
Mn	0.012	0.039
Ni	0.041	0.138
Cu	0.038	0.126
Zn	0.314	1.045
Cd	0.005	0.016
Hg	0.004	0.013
Pb	0.067	0.223

*LOD (Limit of detection): Gözlenebilme sınırı, **LOQ (Limit of quantification): Tayin alt sınırı.

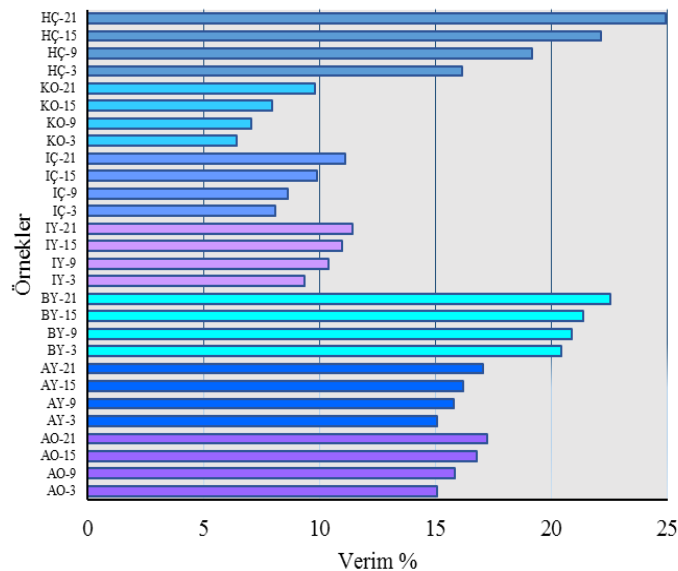
İstatistiksel Analiz

İstatistiksel analiz SPSS 17.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, ABD) programı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Veriler, varyans analizine tabi tutulmuş ve ortalama değerler Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi kullanılarak $p<0.05$ anlamlılık düzeyinde karşılaştırılmıştır. Ayrıca değişkenler arası ilişki korelasyon testi ile belirlenmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Liyofilize İnfüzyonlarda Verim

Katı:sıvı ekstraksiyonda verim; çözücü türü, pH, katı:sıvı oranları, partikül boyutu, sıcaklık ve süre gibi faktörlere bağlı olarak değişkenlik göstermektedir (İlbay, 2016). Mevcut çalışmada, kuru bitki örnekleri kaynar haldeki deiyonize su ile farklı sürelerde muamele edilerek bitki infüzyonları hazırlanmıştır. İnfüzyonların liyofilizasyonu sonrasında elde edilen ekstraktlara ait verim verileri Şekil 2’de sunulmuştur. En yüksek verim (%24.91) hatmi çiçeği infüzyonunda saptanmıştır. Hatmi çiçeği infüzyonunu sırasıyla; böğürtlen yaprağı, altın otu, ayva yaprağı, ıhlamur yaprağı, ıhlamur çiçeği ve karabaş otu infüzyonları takip etmiştir. Hatmi çiçeği liyofilize infüzyonlarında, 3. dk ile 21. dk arasında %54.11’lik verim artışı kaydedilmiştir. Böğürtlen yaprağı infüzyonunda uygulama boyunca elde edilen verim %20.42 ile %22.54 aralığında değişmiştir. Ayva yaprağı ve altın otu ekstraktlarında 21. dakikada yaklaşık %17 seviyesinde birbirlerine oldukça yakın verim verileri elde edilmiştir. İhlamur çiçeği ve ıhlamur yaprağı infüzyonlarında, verim 3.dakikada sırasıyla %8.10 ve %9.36 olsa da; 21. dakikada değerlerin birbirine oldukça yakın seviyelerde olduğu saptanmıştır (%11.11 ve %11.43). En düşük verimin elde edildiği karabaş otunda ise verim %6.43 ile %9.82 aralığında değişim göstermiştir. Sonuçlar, tüm ekstraktlarda demleme süresinin artışının çözücüye geçen hidrofilik bileşen miktarını artırdığını göstermektedir ($p<0.05$). Dolayısıyla süre faktörünün, bitki matrislerinden hidrofilik bileşiklerin ekstraksiyonunda önemli bir parametre oluşu tespit edilmiştir.



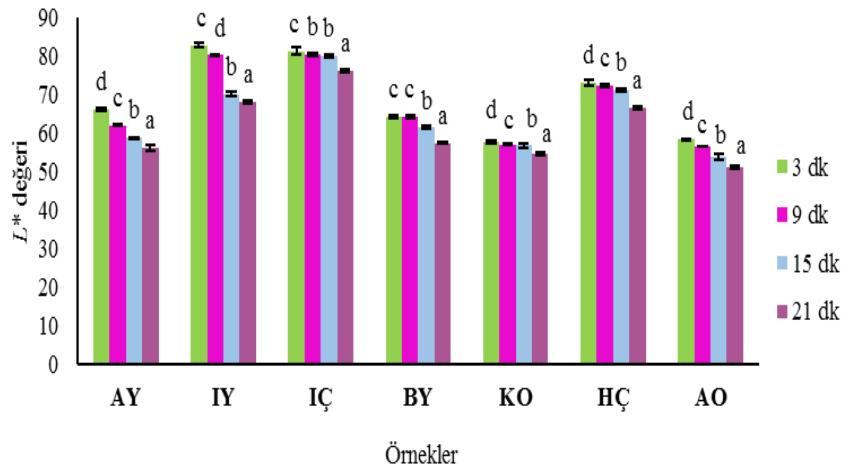
Şekil 2. Farklı demleme sürelerine tabi tutulan liyofilize örneklere ait ekstraksiyon verimleri

*Örnek kodlamaları: AY; ayva yaprağı, İY; ıhlamur yaprağı, İÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otu şeklindedir. 3,9,15,21; farklı demleme sürelerini (dk) ifade etmektedir.

Demleme Süresinin Renk Parametreleri Üzerine Etkisi

Renk, tüketicilerin yiyecek ve içecek algısı üzerindeki etkin rolüne ilaveten hayatımızı birçok yönden etkileyen bir özelliktir. Yiyecek ve içeceklerin doğal ve cazip renklere sahip olması onların kabul

edilebilirliklerini önemli düzeyde etkilemektedir. Bu çalışmada, farklı demleme sürelerinin liyofilize infüzyonlarda renk parametreleri üzerine etkileri değerlendirilmiştir. Liyofilize infüzyonlarda ölçülen renk parametrelerinden biri olan L^* değeri Şekil 3' de sunulmuştur. Lightness (parlaklık) olarak adlandırılan L^* değeri, siyah (0)- beyaz (100) rengin ölçüsüdür. Tüm numunelerde demleme süresindeki artış L^* değerini önemli düzeyde ($p<0.05$) azaltmış yani rengin koyulaşmasına sebep olmuştur. Benzer şekilde Saklar ve ark. (2015)' da demleme süresi arttıkça infüzyon renginin daha kahverengi olduğunu ifade etmiştir. Bu durumun demleme süresince meydana gelen çeşitli enzimatik reaksiyonlar, termal yıkım reaksiyonları (Brug ve Fralle, 1995; Yuan ve Chen, 1998) ve/veya bitki matrisinden infüzyona geçen hidrofilik bileşen miktarının artışından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Çalışmada genel olarak en yüksek L^* değerleri ıhlamur çiçeğinin farklı demleme sürelerindeki infüzyonlarında tespit edilmiş olup; 3. dakikadan 21. dakikaya kadar 81.40'dan 76.19'a kadar gerilemiştir. 3 dakikalık infüzyonda ıhlamur çiçeğinden daha açık renkte olan ($L^*:82.90$) ıhlamur yaprağı liyofilize infüzyonu 9. dakikadan sonra koyulaşarak 21. dakikada ıhlamur çiçeği infüzyonundan daha koyu bir hal almıştır ($L^*:68.25$). En koyu renk ise diğer numunelere kıyasla tüm infüzyon sürelerinde altın otundan elde edilen liyofilize infüzyonlara aittir (51.19-58.40).



Şekil 3. Liyofilize infüzyonlara ait L^* değerleri

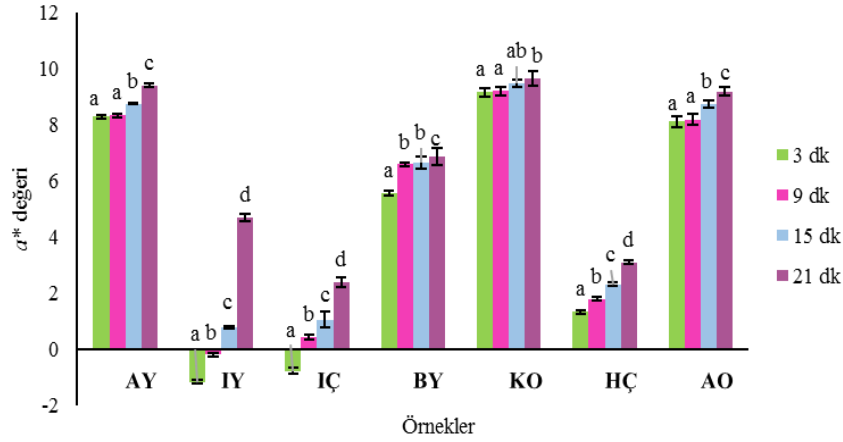
*Örnek kodlamaları: AY; ayva yaprağı, IY; ıhlamur yaprağı, İÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otu şeklindedir.

**a,b,c,d Sütunlar üzerindeki farklı harfler, dört farklı sürede demlenmiş infüzyonların L^* değerleri arasında önemli düzeyde fark olduğunu göstermektedir ($p < 0.05$).

Kırmızılık (a^*) parametresi kırmızı-yeşil eksenindeki örneklerin renklerini tanımlamaktadır. Liyofilize infüzyonlara ait a^* değerleri Şekil 4'de görülmektedir. Elde edilen verilere göre tüm örneklerde a^* değeri -1.15 ile 9.67 aralığında değişim göstermiştir. İnfüzyon süresindeki artış örneklerde a^* değerlerini önemli düzeyde artırmıştır ($p<0.05$). 3. dakikada elde edilen ıhlamur çiçeği ve ıhlamur yaprağı liyofilize infüzyonları ile 9. dakikada elde edilen ıhlamur yaprağı infüzyonlarının renklerinin diğer örneklere kıyasla daha yeşilimsi olduğu belirlenmiştir. İnfüzyonların 21. dakikasında en yüksek kırmızılık karabaş otunda (9.67) ve onu takiben ayva yaprağı (9.41) ile altın otu (9.20) ekstraktlarında ölçülmüştür. 3. dakikadan 21. dakikaya kadar sırasıyla -1.15, -0.18, 0.80, 4.71 değerleri ile a^* değerinde en fazla artışın gözlemlendiği örnek ıhlamur yaprağıdır.

Sarılık (b^*) parametresi, sarı-mavi aralığında renk değişimlerini ölçmekte ve değer büyüdükçe rengin daha sarımsı hale geldiğini ifade etmektedir. Liyofilize infüzyonlarda b^* değerleri 10.79 ile 37.20 arasında değişim göstermiştir (Şekil 5). Artan demleme süresi boyunca 3. dakikaya kıyasla 21. dakikada

ayva yaprağı, böğürtlen yaprağı, karabaş otu ve altın otu liyofilize infüzyonlarının b^* değerlerinde azalma meydana gelmiştir. Çalışılan bitkiler arasında en sarı örnek altın otu liyofilize infüzyonudur. Bu örnekte 3. dakikada 37.20 olan b^* değeri 21. dakikada 32.75' e gerilemiştir.

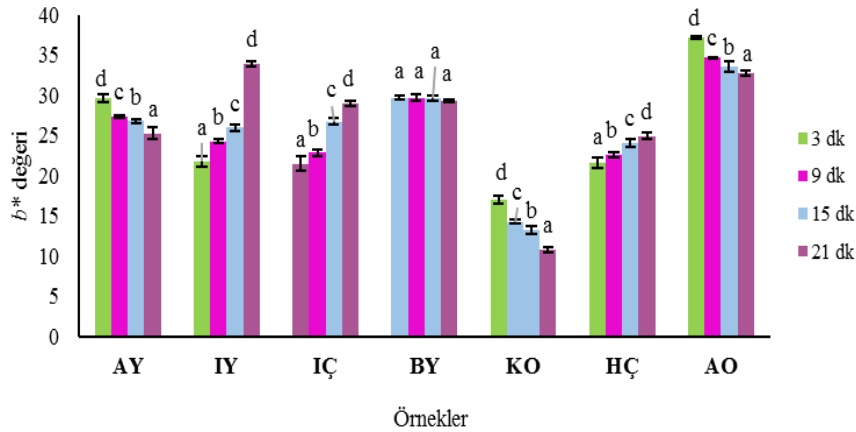


Şekil 4. Liyofilize infüzyonlara ait a^* değerleri

*Örnek kodlamaları: AY; ayva yaprağı, IY; ıhlamur yaprağı, IÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otu şeklindedir.

**a,b,c,d Sütunlar üzerindeki farklı harfler, dört farklı sürede demlenmiş infüzyonların a^* değerleri arasında önemli düzeyde fark olduğunu göstermektedir ($p < 0.05$).

Karabaş otu liyofilize infüzyonu ise, tüm infüzyon sürelerinde b^* değeri en düşük olan örnektir. Demleme süresindeki değişimden b^* değeri en az etkilenen örnek olan böğürtlen yaprağı infüzyonunda değerler 29.70 ile 29.35 aralığında değişim göstermiştir. Ihlamur yaprağı infüzyonu ise 3.dakikadan 21.dakikaya kadar sarılık değeri en çok yükselen numunedir (21.79-33.97).



Şekil 5. Liyofilize infüzyonlara ait b^* değerleri

*Örnek kodlamaları: AY; ayva yaprağı, IY; ıhlamur yaprağı, IÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otu şeklindedir.

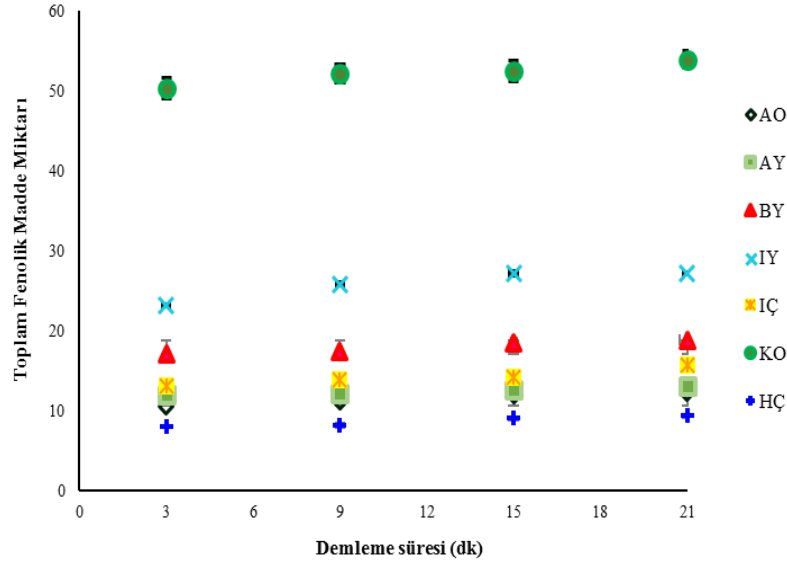
**a,b,c,d Sütunlar üzerindeki farklı harfler, dört farklı sürede demlenmiş infüzyonların b^* değerleri arasında önemli düzeyde fark olduğunu göstermektedir ($p < 0.05$).

Demleme Süresinin Toplam Fenolik ve Toplam Flavonoid Madde Miktarı ile Antiradikal Aktivite Üzerine Etkileri

Bitkiler aleminde geniş bir dağılıma sahip olan fenolik bileşikler, hidrojen verme ve kararlı radikal ara ürünler oluşturma yeteneklerinden dolayı önemli antioksidanlar olarak bilinmektedirler (Deligiannidou ve ark., 2018). Fenolik bileşikler bitkilerin ikincil metabolizma ürünleri olup; sergiledikleri antioksidan aktivite sayesinde geçiş metallerini şelatlama, bazı enzimleri inhibe etme ve

serbest radikalleri temizlemede önemli bir rol oynayabilmektedirler (Scaduto, 1995; Sacchetti ve ark., 2004; Keskes ve ark., 2017). Dolayısıyla bitkilerin antioksidan özellikleri ve radikal süpürücü özellikleri, doğrudan tıbbi değerleri ile ilişkilidir.

Bu çalışmada liyofilize infüzyonların toplam fenolik madde miktarı, toplam flavanoid madde miktarı ve ABTS ile DPPH serbest giderme aktiviteleri spektrofotometrik olarak belirlenmiştir.



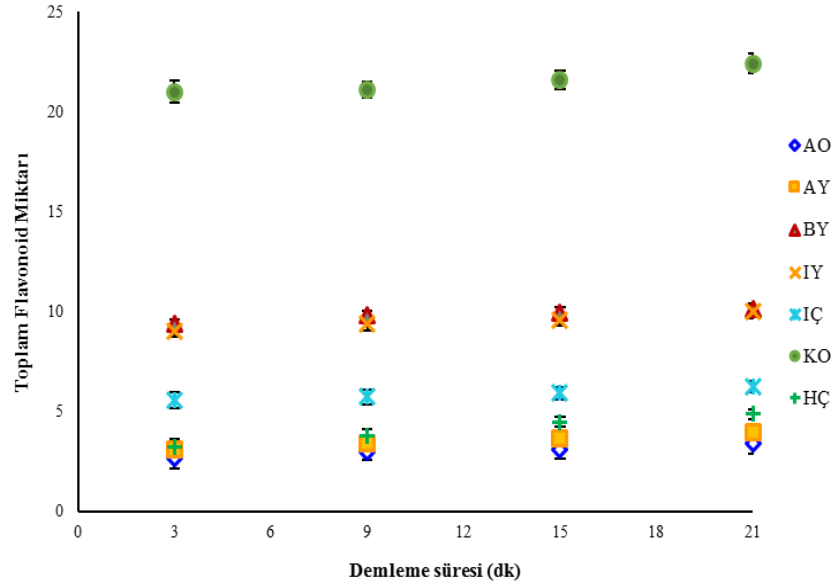
Şekil 6. Liyofilize infüzyonlara ait toplam fenolik madde miktarları

*Örnek kodlamaları: AY; ayva yaprağı, İY; ıhlamur yaprağı, İÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otu şeklindedir.

**Toplam fenolik madde miktarı mg GAE g⁻¹ liyofilize ekstrakt olarak ifade edilmiştir.

Liyofilize infüzyonların Folin-Ciocalteu yöntemi ile belirlenen toplam fenolik madde miktarları ile toplam flavonoid miktarları Şekil 6 ve Şekil 7' de görülmektedir. Çalışılan tüm bitkilerde demleme süresi artışının liyofilize infüzyonların toplam fenolik ve toplam flavonoid miktarını önemli düzeyde artırdığı ($p < 0.05$) tespit edilmiştir. Ayrıca, infüzyonların toplam fenolik ve toplam flavonoid miktarları arasında önemli düzeyde ($p < 0.01$) pozitif korelasyon belirlenmiştir ($r = 0.90$). En yüksek toplam fenolik madde miktarı, karabaş otu infüzyonlarında belirlenirken (50.33 ± 1.36 - 53.92 ± 1.12 mg GAE g⁻¹ liyofilize ekstrakt), en düşük değerler hatmi çiçeği grubunda (8.05 ± 0.04 - 9.36 ± 0.07 mg GAE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) gözlenmiştir. Toplam flavonoidler açısından liyofilize infüzyonlar değerlendirildiğinde sıralamanın karabaş otu (20.98 ± 0.75 - 22.40 ± 0.36 mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) > böğürtlen yaprağı (9.41 ± 0.06 - 10.13 ± 0.06 mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) > ıhlamur yaprağı (9.00 ± 0.05 - 9.98 ± 0.04 mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) > ıhlamur çiçeği (5.53 ± 0.03 - 6.23 ± 0.06 mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) > hatmi çiçeği (3.24 ± 0.05 - 4.85 ± 0.04 mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) > ayva yaprağı (3.08 ± 0.05 - 3.92 ± 0.05 mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt) > altın otu (2.66 ± 0.03 - 3.37 ± 0.02 mg KE g⁻¹ ekstrakt) şeklinde olduğu belirlenmiştir. Celep ve ark. (2018), karabaş otunun (*L. stoechas*) %80'lik metanol ekstraktlarında toplam fenolik ve toplam flavonoid madde içeriklerini sırasıyla, 81.58 ± 3.66 mg GAE g⁻¹ kuru ekstrakt ve 35.05 ± 1.22 mg KE g⁻¹ kuru ekstrakt olarak rapor etmiştir. Mevcut çalışmada en düşük fenolik ve flavonoid miktarlarının belirlendiği ekstraktlar açısından literatür incelendiğinde; *A. officinalis* (hatmi çiçeği) için fenolik ve flavonoid miktarları sırasıyla 7.38 mg GAE g⁻¹ ve 20 mg KE g⁻¹ (Paşca ve ark., 2016) iken, *H. arenarium* (altın otu) için 8.31 mg GAE g⁻¹ kuru ekstrakt (Gadjalova ve Mihaylova, 2019) ve 3.34 mg KE g⁻¹ kuru ağırlık (Stankov ve ark., 2020) olarak rapor edildiği görülmektedir. Çalışmamızda elde edilen verilerden,

karabaş otu liyofilize infüzyonlarının fenolik ve flavonoid madde verileri ile hatmi çiçeği liyofilize infüzyonlarının flavonoid miktarları bahsedilen çalışmalara göre düşüktür. Bu durum bitkinin bileşimini etkileyen faktörlere (coğrafi konum, toprak bileşimi, hasat zamanı, su kaynağı, sulama rejimi, gübre bileşenleri ve genotip) bağlı olabileceği gibi, çalışma şartları ve metod farklılıklardan da kaynaklanmış olabilir.



Şekil 7. Liyofilize infüzyonlara ait toplam flavonoid miktarları

*Örnek kodlamaları: AY; ayva yaprağı, İY; ıhlamur yaprağı, İÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otu şeklindedir.

**Toplam flavonoid miktarı mg KE g⁻¹ liyofilize ekstrakt olarak ifade edilmiştir.

DPPH ve ABTS serbest radikal giderme aktivitesi metodları numunenin kısa sürede analiz edilebilmesi ve düşük konsantrasyonlarda doğal ürünlere uygulanabilmeleri nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır (Floegel ve ark., 2011). Çizelge 2, çalışmamızda kullanılan bitkilerin farklı sürelerde elde edilen liyofilize infüzyonlarının ve BHA, BHT, Trolox ve α -Tokoferol standart antioksidanlarının serbest radikal giderme aktivitelerini göstermektedir. Liyofilize infüzyonların DPPH ve ABTS radikal giderme aktiviteleri arasında $p < 0.01$ düzeyinde çok güçlü bir korelasyon saptanmıştır ($r = 0.95$). Ayrıca, radikal giderme aktiviteleri arasındaki kadar yüksek olmasa da, toplam fenolik ve flavonoid madde miktarı ile IC₅₀ değerleri arasında sırasıyla DPPH için yüksek düzeyde ($r = 0.70$ ve 0.66 , $p < 0.01$) ve ABTS için orta düzeyde ($r = 0.53$ ve 0.48 , $p < 0.01$) negatif korelasyonlar mevcuttur. Benzer şekilde birçok çalışma bitki infüzyonlarının antioksidan aktiviteleri ile fenolik bileşimleri arasında korelasyon olduğunu ifade etmektedir (Katsube ve ark., 2004; Kumar, 2011; Vinha ve ark., 2012).

Çizelge 2' de görüldüğü gibi liyofilize infüzyonlar arasında en yüksek DPPH ve ABTS radikal süpürücü etki karabaş otu liyofilize ekstraktlarına aittir. İnfüzyon süresindeki artışın radikal giderme aktivitesini $p < 0.05$ düzeyinde artırdığı belirlenmiştir. Karabaş otu infüzyonlarında DPPH ve ABTS radikallerine karşı belirlenen IC₅₀ değerleri, 21. dakikada sırasıyla $20.42 \mu\text{g mL}^{-1}$ ve $29.97 \mu\text{g mL}^{-1}$ 'dir. Karabagias ve ark. (2019), *L. stoechas* su ekstraktlarının yüksek düzeyde antioksidan aktivite sergilediğini (7.05 mg mL^{-1}) ve bu durumun polar özellikte olan sulu ortamın diğer indirgeme ajanları arasında özellikle fenolik asitler ve flavonoidlerin etkin salınımını desteklediğinin göstergesi olduğunu bildirmiştir. Farklı bir çalışmada, *L. stoechas* ile aynı familyada olan *L. angustifolia*'nın infüzyon ve

Bazı Bitkilerden Elde Edilen Liyofilize İnfüzyonlarda Demleme Süresi Faktörünün Antioksidan Özellikler ve Ağır Metal Kompozisyonu Üzerine Etkisi

kaynatma yöntemleri ile hazırlanan içeceklerinin diğer çözücülere kıyasla daha yüksek fenolik içeriğe sahip oldukları belirtilmiştir (Deligiannidou ve ark., 2018)

Çizelge 2. Liyofilize infüzyonlar ve standart antioksidanlara ait antiradikal aktivite değerleri

Örnek*	Demleme süresi (dk)	IC ₅₀ (µg mL ⁻¹)	
		DPPH	ABTS
AO	3	40.65±0.07 ^{d,Z}	54.92±0.16 ^{c,X}
	9	40.26±0.03 ^{c,Y}	54.89±0.27 ^{c,X}
	15	39.00±0.12 ^{b,X}	51.24±0.09 ^{b,W}
	21	38.07±0.10 ^{a,W}	50.65±0.10 ^{a,V}
AY	3	28.74±0.18 ^{d,P}	32.58±0.20 ^{c,J}
	9	28.14±0.14 ^{c,O}	31.03±0.11 ^{b,G}
	15	26.55±0.17 ^{b,M}	30.26±0.11 ^{a,F}
	21	25.33±0.11 ^{a,J}	30.07±0.10 ^{a,EF}
BY	3	30.82±0.11 ^{d,S}	41.55±0.15 ^{d,Q}
	9	29.63±0.07 ^{c,R}	40.61±0.05 ^{c,P}
	15	29.29±0.08 ^{b,Q}	39.91±0.03 ^{b,O}
	21	28.27±0.09 ^{a,O}	39.01±0.15 ^{a,N}
IY	3	29.11±0.01 ^{d,Q}	35.85±0.08 ^{b,M}
	9	28.14±0.03 ^{c,O}	35.13±0.13 ^{a,L}
	15	27.10±0.11 ^{b,N}	35.11±0.12 ^{a,L}
	21	25.96±0.06 ^{a,L}	35.02±0.16 ^{a,L}
IÇ	3	25.71±0.11 ^{d,K}	33.05±0.19 ^{c,K}
	9	25.44±0.16 ^{c,J}	32.41±0.12 ^{b,J}
	15	24.13±0.04 ^{b,H}	32.21±0.07 ^{b,I}
	21	24.51±0.16 ^{a,I}	31.36±0.07 ^{a,H}
KO	3	22.85±0.17 ^{d,G}	31.52±0.16 ^{b,H}
	9	22.41±0.14 ^{c,F}	30.13±0.15 ^{a,EF}
	15	21.40±0.19 ^{b,E}	30.11±0.09 ^{a,EF}
	21	20.42±0.15 ^{a,D}	29.97±0.15 ^{a,E}
HÇ	3	38.11±0.15 ^{d,W}	46.88±0.06 ^{d,U}
	9	36.97±0.14 ^{c,V}	44.00±0.10 ^{c,T}
	15	36.71±0.07 ^{b,U}	43.67±0.13 ^{b,S}
	21	35.67±0.11 ^{a,T}	42.77±0.126 ^{a,R}
**BHA	-	9.81±0.08 ^B	10.25±0.11 ^B
BHT	-	14.33±0.10 ^C	18.36±0.10 ^D
Trolox	-	12.14±0.13 ^C	15.21±0.12 ^C
α-Tokoferol	-	9.04±0.07 ^A	9.78±0.07 ^A

* AY; ayva yaprağı, IY; ıhlamur yaprağı, IÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otuna ait liyofilize infüzyonları temsil etmektedir.

** BHA, BHT, Trolox ve α-tokoferol standart antioksidanlar olarak kullanılmıştır.

***Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiştir (n=3). Aynı sütundaki farklı ^{a-d} simgeleri (farklı infüzyon sürelerinde aynı örneğe ait) ve ^{A-Z} simgeleri (tüm örnekler ve standart antioksidanların) ortalamaların önemli düzeyde farklı olduğunu göstermektedir (p<0.05).

Mevcut çalışmada ikinci sırada en yüksek antiradikal aktivite sergileyen (24.51-25.71 µg mL⁻¹ ve 31.36-33.05 µg mL⁻¹) ıhlamur çiçekleri üzerine yapılan bir araştırmada, su ekstraktlarının gümüş nanopartiküllerinin DPPH ve ABTS radikal giderme aktiviteleri (IC₅₀) 9.40 µg mL⁻¹ ve 3.93 µg mL⁻¹ olarak rapor etmiştir (Saygi ve Cacan, 2021). Tespit edilen antiradikal aktivite, bahsedilen literatürden düşüktür. ıhlamur çiçeklerine kıyasla daha düşük radikal süpürme etkisinin gözlemlendiği ıhlamur yaprak infüzyonlarında ise veriler DPPH için 25.96-29.11 µg mL⁻¹ ve ABTS için 35.02- 35.85 µg mL⁻¹ aralığında değişim göstermiştir. Literatürde ıhlamur yaprak infüzyonları veya farklı çözücülerle ekstraksiyonları üzerine yapılan çalışmalarda mevcut çalışmadan düşük veya yüksek antiradikal aktivite değerlerinin rapor edildiği görülmektedir (Lucie ve Zuzana, 2008; Rashed ve ark., 2016; Farid ve ark., 2017). Araştırma bulguları arasındaki farklılıklar bitkinin toplandığı bölgenin rakımı, toprak yapısı, bitkinin hasat zamanı gibi faktörlere bağlı olarak bitki kompozisyonundaki değişiklikler ve/ veya ekstraksiyon yöntemi ve kullanılan çözücüler ile alakalı olabilir. ıhlamur bitkisinin liyofilize

infüzyonlarına yakın antiradikal aktivite değerleri sergileyen ayva yaprağı infüzyonlarında DPPH ve ABTS serbest radikallerine karşı 3.dakikada $28.74 \mu\text{g mL}^{-1}$ ve $32.58 \mu\text{g mL}^{-1}$ olan IC_{50} değerleri 21.dakikada $25.33 \mu\text{g mL}^{-1}$ ve $30.07 \mu\text{g mL}^{-1}$ seviyesine yükselmiştir. Elde edilen IC_{50} değerleri Costa ve ark. (2009) tarafından farklı zamanlarda farklı bölgelerden toplanan ayva yapraklarının metanol ekstraktlarında belirlenen sonuçlara ($14.5 \pm 1.5 \mu\text{g mL}^{-1}$ - $27.6 \pm 1.2 \mu\text{g mL}^{-1}$) yakın bulunmuştur. Muzykiewicz ve ark. (2015) tarafından yapılan bir çalışmada ise ayva yaprağının farklı çözücülerde (etanol, aseton ve metanol) ve 15-60 dk arasında değişen ekstraksiyon sürelerinde elde edilen ABTS serbest radikali giderme aktivitesi Trolox Eşdeğeri olarak 2.43 - 4.48 mg g^{-1} aralığında tespit edilmiştir.

Çizelge 2’de sunulan antiradikal aktivite verileri değerlendirildiğinde diğer infüzyonlar ve standart antioksidanlara kıyasla en düşük antiradikal aktiviteyi sergileyen altın otu liyofilize ekstraktlarının DPPH ve ABTS serbest radikallerine karşı elde edilen IC_{50} değerlerinin sırasıyla; 38.07 - $40.65 \mu\text{g mL}^{-1}$ ve 50.65 - $54.92 \mu\text{g mL}^{-1}$ aralığında olduğu görülmektedir. Ekstraktların antiradikal aktivite sonuçları standart antioksidanlardan (BHA, BHT, Trolox ve α -Tokoferol) önemli düzeyde düşüktür ($p < 0.05$). *H. arenarium*’un antioksidan özelliklerini belirlemek için yapılan çalışmalardan birisinde Albayrak ve ark. (2010a), *erzincanicum* ve *rubicundum* alt türlerinde DPPH serbest radikale karşı IC_{50} değerlerini $23.03 \mu\text{g mL}^{-1}$ ve $47.64 \mu\text{g mL}^{-1}$ olarak rapor etmiştir. Farklı bir çalışmada Albayrak ve ark. (2010b), IC_{50} değerini *H. arenarium* metanol ekstraktı için $37.52 \mu\text{g mL}^{-1}$ olarak belirlemiştir. Mevcut çalışmada böğürtlen yaprağı ekstraktlarında en yüksek IC_{50} değerlerinin DPPH radikale karşı $28.27 \mu\text{g mL}^{-1}$, ABTS radikale karşı ise $39.01 \mu\text{g mL}^{-1}$ ile 21.dakikada elde edilen infüzyonlara ait olduğu belirlenmiştir. Literatürde böğürtlen yaprağının antiradikal aktivite değerleri çalışmamızda bulunan sonuçlardan farklı düzeylerde; $0.17 \pm 0.001 \text{ mmol Trolox ekivalen g}^{-1}$ (DPPH), $0.25 \text{ mmol Trolox ekivalen g}^{-1}$ (ABTS) (Grochowski ve ark., 2013) $15.92 \pm 0.15 \mu\text{g mL}^{-1}$ (DPPH) , $6.51 \pm 0.05 \mu\text{g mL}^{-1}$ (ABTS) (Veličković ve ark., 2015), $125.2 \pm 2.9 \text{ mg askorbik asit g}^{-1}$ (DPPH) (Buřičová ve ark., 2011), $110.17 \pm 1.42 \mu\text{g mL}^{-1}$ - $199.18 \mu\text{g mL}^{-1}$ (DPPH) (Veljkovic ve ark., 2018) bildirilmiştir. Araştırma sonuçları arasındaki farklılıklar daha önce de belirtildiği gibi; bitkinin türü, yetiştiği toprak ve hasat zamanı gibi farklılıklara ilaveten; çözücü türü, süre veya çalışma şartlarındaki diğer farklılıklardan kaynaklanmış olabilir.

Liyofilize İnfüzyonların Ağır Metal Kompozisyonu

Farklı sürelerde infüzyona tabi tutulan liyofilize bitki infüzyonlarının çinko (Zn), kurşun (Pb), kadmiyum (Cd), bakır (Cu), alüminyum (Al), nikel (Ni), mangan (Mn), civa (Hg) ve krom (Cr)’ dan oluşan ağır metal içerikleri Çizelge 3’ de sunulmuştur. Bitki infüzyonlarında bakılan elementlerden Zn, Cu, Al, Mn ve Cr gibi bazı ağır metallerin insan fizyolojisinde önemli rol oynadıkları ve yalnızca yüksek konsantrasyonlarda toksik olduğu ancak, Pb, Hg ve Cd’un düşük konsantrasyonlarının hiçbir yararlı özelliği olmaksızın yalnızca toksik oldukları bildirilmiştir (Demirezen ve Aksoy, 2006; Razic ve Kuntic, 2013; Tokalioglu, 2012). Mansourri ve Madani (2016), maruz kalınan doz ve süreye bağlı olarak toksisiteyi değişkenlik gösterse de seçilen bazı metallerin genel olarak insanlar üzerine toksisite seviyesini $\text{Co} < \text{Al} < \text{Cr} < \text{Pb} < \text{Ni} < \text{Zn} < \text{Cu} < \text{Cd} < \text{Hg}$ olarak bildirmiştir.

Birçok enzim ve proteinin ana bileşeni olduğu için insanlar dahil tüm canlı organizmalar için vazgeçilmez bir eser element olan Cu’ ın (Anonymous, 2019) aşırı alımının Fenton tipi redoks reaksiyonlarına yol açtığı, oksidatif hücre hasarına ve hücre ölümüne neden olduğu bildirilmektedir (Bost ve ark., 2016). Liyofilize infüzyonlar Cu içerikleri açısından değerlendirildiğinde en düşük miktarın ihlamur çiçeğinin 3 dakikalık liyofilize infüzyonunda (0.14 ppm) en yüksek miktarın ise karabaş otunun 21 dakikalık liyofilize infüzyonunda (3.51 ppm) belirlendiği görülmektedir. Elde edilen

veriler, Altıntig ve ark (2014) tarafından içlerinde hatmi çiçeğinin de bulunduğu 18 farklı bitki infüzyonunda (*Achillea millefolium*, *Pimpinella anisum* L. ve *Famaria officinalis* infüzyonları hariç) rapor edilen Cu düzeylerinin ($2.0 \pm 0.1 - 32.0 \pm 0.2 \mu\text{g g}^{-1}$) genel olarak altındadır. Ayrıca, araştırmacılar demleme süresindeki artışın mineral içeriklerinde düşüşe sebep olduğunu bildirmektedir. Aksine mevcut çalışmada demleme süresindeki artış tespit edilen metallerin miktarını $p < 0.05$ düzeyinde artırmıştır. Dünya sağlık örgütü/ Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (WHO/FAO) teknik raporunda, günlük tolere edilebilir Cu maruziyet düzeyi 0.004 mg/kg olarak bildirilmiştir (Anonymous, 2013). En yüksek düzeyde Cu içeren liyofilize infüzyonun ön denemelerle belirlenen tüketilebileceği seviye olan 0.75 g/500 mL düzeyinde seyreltilerek tüketilmesi durumunda alınabilecek Cu düzeyi belirtilen tolere edilebilir düzeyin çok altında kalmaktadır.

Deneyisel kanıtlar, Hg' nın Alzheimer hastalığı gibi nörodejeneratif hastalıkların oluşumuna (Mutter ve ark., 2010); Cd' un böbrek ve karaciğer fonksiyon bozukluğu, pulmoner ödem, testis hasarı, osteomalazi ve adrenal ve hematopoietik sistemde hasara (Tinkov ve ark., 2018); Pb' un ise boşaltım, kardiyovasküler ve üreme sistemlerinde toksik etkiye (Kumar ve ark., 2020) neden olduğunu göstermektedir. Mevcut çalışmamızda analiz edilen infüzyonlarda Hg, Pb ve Cd ağır metallerine rastlanmamıştır.

Esansiyel olmayan bir element olan Cr'un bitkilere taşınım mekanizması henüz tam olarak aydınlatılamamıştır (Oliveira, 2012). Ancak çeşitli bitkilerde Cr düzeylerinin belirlendiği birçok çalışma mevcuttur (Shang ve ark., 2016; Olanrewaju ve ark., 2017; Kalubula ve ark., 2020). Liyofilize infüzyonların içerdiği Cr elementi düzeyleri böğürtlen yaprağının 21 dakikalık, ıhlamur yaprağının 15 ve 21 dakikalık ve karabaş otunun 21 dakikalık infüzyonlarında sırasıyla; 0.05, 0.03, 0.06 ve 0.04 ppm olarak belirlenmiştir. Diğer örneklerde ise Cr düzeyi tayin alt sınırının (LOQ) altında kalmıştır. Mevcut çalışmaya benzer şekilde, Ghuniem ve ark. (2019) ve Altıntig ve ark. (2014) çeşitli bitki infüzyonlarında Cr' un tespit edilemediğini bildirmişlerdir.

Zn insanlar için nispeten toksik olmayan bir element olarak görülse de, yüksek düzeyde maruziyetin mide bulantısı, kusma, epigastrik ağrı, uyuşukluk ve yorgunluk gibi toksisite semptomlarına neden olduğu bilinmektedir (Plum ve ark., 2010). ABD Ulusal Tıp Kütüphanesi'nin Toxnet veri tabanına göre, çinko için oral öldürücü doz (LD_{50}), 3 g kg^{-1} vücut ağırlığına yakındır. Bu değer Cd'dan 10 kat, Hg' dan ise 50 kat daha fazladır (Anonymous, 2020). Liyofilize infüzyonların Zn içerikleri 10.76 ppm ile 85.20 ppm aralığında değişim göstermekle birlikte, tespit edilen değerler bahsedilen LD_{50} değerinin çok altındadır. Altın otunun liyofilize infüzyonları en yüksek Zn içeriğine ($68.49 - 85.20 \text{ ppm}$) sahip iken; ayva yaprağı liyofilize infüzyonlarının nispeten düşük düzeyde ($10.76 - 21.88 \text{ ppm}$) Zn içerdiği saptanmıştır. Mevcut çalışmada elde edilen sonuçlar bitki infüzyonlarının liyofilize ekstraktlarına ait sonuçlar olduğu için Zn değerleri literatürde geçen farklı bitki infüzyonlarında bildirilen değerlerin (Altıntig ve ark., 2014; Ababneh, 2017; Długaszek ve Kaszczuk, 2020) çok üzerindedir. 0.75 g/500 mL konsantrasyonda hazırlanan iki fincan altın otu infüzyonu Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (EFSA) tarafından kadınlar (10.2 mg gün^{-1}) ve erkekler (12.7 mg gün^{-1}) için bildirilen günlük Zn ihtiyacının (Anonymous, 2019) sırasıyla yaklaşık %0.63 ve %0.50'sini karşılamaktadır.

Çeşitli enzimlerin aktif merkezlerinde kofaktör olarak görev yapan Mn, diğer işlevlerin yanı sıra normal gelişim, sinir ve bağışıklık hücresi işlevlerinin sürdürülmesi, kan şekeri ve vitaminlerin düzenlenmesi için gereklidir. Ancak bu metale aşırı maruziyet birçok organ sistemi için toksik olabilmektedir (O'Neal ve Zheng, 2015). Liyofilize infüzyonların Mn içerikleri 2.42 ppm (böğürtlen yaprağının 3 dakikalık liyofilize infüzyonu) ile 424.20 ppm (karabaş otunun 21 dakikalık liyofilize infüzyonu) arasında oldukça geniş bir aralıkta değişim göstermektedir. Demleme süresindeki artış

Bazı Bitkilerden Elde Edilen Liyofilize İnfüzyonlarda Demleme Süresi Faktörünün Antioksidan Özellikler ve Ağır Metal Kompozisyonu Üzerine Etkisi

liyofilize infüzyonların Mn değerleri üzerinde $p < 0.05$ düzeyinde etkili olmuştur. Batı diyetlerinde yetişkinler için Mn açısından herhangi bir yan etkinin gözlemlenmediği tolere edilebilir üst limit 11 mg gün^{-1} olarak belirlenmiştir (Anonymous, 2001). Mevcut araştırmada elde edilen liyofilize infüzyonlardan daha önce de belirtilen 0.75 g/500 ml konsantrasyonda seyreltilerek tüketilmesi durumunda alınan Mn miktarı ($\leq 0.32 \text{ mg}$) belirtilen tolere edilebilir seviyenin çok altında olmaktadır.

Çizelge 3. Liyofilize infüzyonların ICP-MS ile tespit edilen ağır metal içerikleri (ppm)

Örnek*	Demleme Süresi (dk)	Al	Zn	Cu	Ni	Mn	Cr
BY	3	<LOQ** a,A	20.18±1.10 a,D	<LOQ a,A	<LOQ a,A	2.42±0.10 ^{a,A}	<LOQ ^{a,A}
	9	1.10±0.03 b,C	25.27±1.16 b,E	<LOQ a,A	0.50±0.01 b,Ç	63.40±0.12 b,K	<LOQ ^{a,A}
	15	3.27±0.06 c,D	30.13±1.40 c,F	0.20±0.00 b,B	1.60±0.02 c,H	112.50±1.05 c,O	<LOQ ^{a,A}
	21	4.33±0.04 d,E	47.83±2.10 d,IJ	0.37±0.01 c,D	3.40±0.02 d,M	168.00±1.30 d,S	0.05±0.01 ^{b,D}
İÇ	3	12.25±0.06 a,M	42.36±2.35 a,G	0.14±0.00 a,A	<LOQ a,A	13.40±0.10 a,C	<LOQ ^{a,A}
	9	14.00±0.04 b,P	55.40±2.50 b,K	0.63±0.02 b,E	0.20±0.01 b,B	56.20±0.25 b,I	<LOQ ^{a,A}
	15	14.36±0.07 c,R	70.35±2.10 c,N	1.15±0.00 c,I	0.80±0.03 c,D	104.50±0.90 c,N	<LOQ ^{a,A}
	21	17.99±0.10 d,U	81.33±3.00 d,P	2.42±0.01 d,N	1.35±0.04 d,G	131.80±0.85 d,P	<LOQ ^{a,A}
İY	3	5.63±0.03 a,G	14.80±1.15 a,BC	0.40±0.00 a,D	0.15±0.02 a,A	20.00±0.11 a,D	<LOQ ^{a,A}
	9	10.80±0.12 b,L	31.27±2.20 b,F	1.10±0.031 b,H	0.26±0.02 b,C	24.00±0.13 b,E	<LOQ ^{a,A}
	15	15.42±0.20 c,S	50.85±2.50 c,J	1.76±0.02 c,K	0.52±0.02 c,Ç	52.10±0.10 c,H	0.03±0.00 ^{b,B}
	21	17.95±0.30 d,U	66.60±2.62 d,M	1.90±0.05 d,L	0.85±0.03 c,E	76.60±0.25 d,L	0.06±0.01 ^{c,E}
AY	3	0.88±0.05 a,B	10.76±1.10 a,A	1.13±0.02 a,HI	1.05±0.02 a,F	24.80±0.13 a,E	<LOQ ^{a,A}
	9	2.05±0.06 b,Ç	12.25±1.15 a,AB	2.10±0.04 b,M	1.38±0.04 b,G	42.60±0.11 b,G	<LOQ ^{a,A}
	15	4.27±0.05 c,E	16.32±1.80 b,C	2.56±0.02 c,O	2.00±0.03 c,I	62.20±0.20 c,JK	<LOQ ^{a,A}
	21	7.05±0.04 d,I	21.88±1.65 c,D	3.22±0.03 d,R	2.53±0.03 d,J	61.10±0.16 d,J	<LOQ ^{a,A}
HÇ	3	12.50±0.10 a,N	30.10±2.10 a,F	0.20±0.02 a,B	2.80±0.02 a,K	11.50±0.10 a,B	<LOQ ^{a,A}
	9	13.34±0.12 b,O	30.53±1.50 a,F	0.65±0.04 b,E	3.20±0.05 b,L	20.00±0.12 b,D	<LOQ ^{a,A}
	15	20.75±0.15 c,Y	44.20±1.80 b,GH	1.05±0.05 c,G	5.13±0.03 c,S	21.40±0.11 c,D	<LOQ ^{a,A}
	21	23.93±0.11 d,Z	65.87±2.05 c,M	2.11±0.06 d,M	5.94±0.04 d,U	32.20±0.15 d,F	<LOQ ^{a,A}
AO	3	3.40±0.08 a,D	68.49±2.10 a,MN	<LOQ a,A	4.80±0.02 a,P	76.00±0.22 a,L	<LOQ ^{a,A}
	9	5.14±0.03 b,F	76.80±1.20 b,O	<LOQ a,A	5.03±0.04 b,R	83.00±0.30 b,M	<LOQ ^{a,A}
	15	7.60±0.06 c,J	82.12±3.15 c,PR	0.85±0.02 b,F	5.21±0.02 c,T	142.70±1.60 c,R	<LOQ ^{a,A}
	21	9.84±0.10 d,K	85.20±2.30 c,S	2.67±0.04 c,P	6.80±0.03 d,Y	284.90±2.15 d,T	<LOQ ^{a,A}
KO	3	5.00±0.04 a,F	21.17±1.10 a,D	0.25±0.01 a,C	4.10±0.02 a,N	105.00±0.85 a,N	<LOQ ^{a,A}
	9	5.82±0.06 b,H	33.42±1.25 b,F	1.43±0.02 b,J	4.25±0.05 b,O	330.10±1.20 b,U	<LOQ ^{a,A}
	15	16.10±0.11 c,T	46.25±1.60 c,HI	2.60±0.01 c,O	6.38±0.05 c,V	380.56±2.40 c,V	<LOQ ^{a,A}
	21	20.18±0.15 d,V	60.29±2.40 d,L	3.51±0.02 d,S	8.64±0.02 d,Z	424.20±2.60 d,Y	0.04±0.01 ^{b,C}

* AY; ayva yaprağı, İY; ıhlamur yaprağı, İÇ; ıhlamur çiçeği, BY; böğürtlen yaprağı, KO; karabaş otu, HÇ; hatmi çiçeği ve AO; altın otuna ait liyofilize infüzyonları temsil etmektedir.

**LOQ (Limit of quantification): Tayin alt sınırı.

***Hg, Cd ve Pb metalleri tespit edilememiştir.

****Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiştir (n=3). Aynı sütundaki farklı a-d simgeleri (farklı infüzyon sürelerinde aynı örneğe ait) ve A-Z simgeleri (tüm örneklerin) ortalamaların önemli düzeyde farklı olduğunu göstermektedir ($p < 0.05$).

Ni metalinin immünotoksik ve kanserojen bir ajan olarak; kontakt dermatit, kardiyovasküler hastalık, astım, akciğer fibrozu ve solunum yolu kanseri gibi çeşitli sağlık sorunlarına neden olabilmektedir (Chen ve ark., 2017). Liyofilize infüzyonların Ni içerikleri karabaş otu ($4.10\text{-}8.64 \text{ ppm}$)> altın otu ($4.80\text{-}6.80 \text{ ppm}$)> hatmi çiçeği ($2.80\text{-}5.94 \text{ ppm}$)> böğürtlen yaprağı ($0.50\text{-}3.40 \text{ ppm}$)> ayva yaprağı ($1.05\text{-}2.53 \text{ ppm}$)> ıhlamur çiçeği ($0.20\text{-}1.35 \text{ ppm}$)> ıhlamur yaprağı ($0.15\text{-}0.85 \text{ ppm}$) şeklinde sıralanmaktadır. Böğürtlen yaprağı ve ıhlamur çiçeğinin 3 dakikalık infüzyonlarında Ni düzeyi LOQ değerinin altında kaldığından tespit edilememiştir. Yapılan çalışmalar, sıçanlarda Ni' in kronik oral maruziyet referans dozunun günde vücut ağırlığının kilogramı başına 0.02 mg olduğunu göstermektedir (Anonymous, 1998). Mevcut çalışmamızda elde edilen liyofilize infüzyonların 0.75 g/500 ml konsantrasyonda seyreltilerek tüketilmesi durumunda, Ni elementi açısından herhangi bir toksik maruziyet yaşanmayacağı düşünülmektedir.

Al, toprağın ana bileşenlerinden biridir. Toprakta çeşitli iyonik formlarda bulunur ve Al^{+3} en toksik formudur. Toprak pH'sı 5'in altına düşünce Al^{+3} çözülmeye ve bitki köklerine transfer olmaya başlar (Panda ve ark., 2009). Bitkiler tarafından alüminyum alımı nispeten hızlıdır (sağlam plazma zarı boyunca < 30 dk ve tonoplast boyunca < 1 sa). İnsan ve hayvanlarda ise Al'un absorpsiyonu düşük olmakla birlikte; sitrat, tartarat ve glutamat gibi organik ligandlar ile kompleks oluşturması dışında insan vücudunda günlük alınan miktarın sadece %1'i kalmaktadır (Rengel, 2004). Ancak yüksek doz ve uzun süreli maruziyet durumunda Al-sitrat ve Al-transferrin komplekslerinin kan-beyin bariyerini geçerek beyinde biriktiği ve nörotoksik etki gösterdiği bildirilmektedir (Poschenrieder, 2009). Liyofilize infüzyonların içerdiği Al miktarları 0.88 ppm ile 23.93 ppm arasında değişim göstermektedir. Demleme süresindeki artış infüzyonların Al miktarları üzerine $p<0.05$ düzeyinde etkili bulunmuştur. Diğer liyofilize infüzyonlarla kıyaslandığında hatmi çiçeği (23.93 ppm), karabaş otu (20.18 ppm), ıhlamur çiçeği (17.99 ppm) ve ıhlamur yaprağının (17.95 ppm) Al düzeyleri belirgin şekilde yüksektir. Belirlenen en düşük Al içeriği ayva yaprağının 3 dakikalık uygulamasına ait olup, böğürtlen yaprağının 3 dakikalık infüzyonunda Al düzeyi LOQ değerinin altında kaldığından tespit edilememiştir. Gıda Katkı Maddeleri Ortak FAO/WHO Uzman Komitesi (JECFA) Al' un herhangi bir yan etkinin gözlemlenmediği günlük alım düzeyini 30 mg kg^{-1} vücut ağırlığı olarak belirlemiştir (Anonymous, 2011). Yani 60 kg vücut ağırlığına sahip bir insanın günlük olarak 1800 mg Al alımı tolere edilebilir seviyedir. Bu durumda mevcut çalışmada elde edilen liyofilize infüzyonlar ile hazırlanacak bitki çayları Al metali açısından sorun teşkil etmeyecektir. Araştırmada belirlenen Al düzeylerinin literatürde bildirilen farklı çay ve bitki çayı infüzyonlarından düşüktür (Malik ve ark., 2013; Altıntığ ve ark., 2014).

SONUÇ

ıhlamur çiçek ve yaprakları, ayva yaprağı, böğürtlen yaprağı, hatmi çiçeği ve altın otu bitki infüzyonları halk arasında sağlık açısından faydalı etkileri nedeniyle çeşitli hastalıkların önlenmesi veya iyileştirilmesi amacıyla sıklıkla kullanılan bitkilerdir. Ev ortamında geleneksel yöntemlerle ve kişiden kişiye değişen farklı infüzyon sürelerinde hazırlanan bitki çaylarının süreye bağlı olarak özellikle antioksidan özellikleri, ağır metal içerikleri ve son ürünün albenisi açısından renk değişiminin bilimsel kanıtlarla desteklenmesi son derece önemlidir. Mevcut çalışmada günümüzde tüketicilerin kolay ve kısa sürede hazırlanan ürünlere rağbet etmesi sebebiyle hazırlanan infüzyonlar liyofilize edilerek suda çözünür formda toz haline getirilmiştir. Elde edilen son ürünlerin ekstraksiyon verimi, renk, toplam fenolik madde ve toplam flavonoid madde, antiradikal aktivite değerleri ve ağır metal içerikleri (Hg, Pb, Cu, Mn, Zn, Cr, Ni, Al ve Cd) belirlenmiştir.

Ekstraksiyon verimi en yüksek olan bitki hatmi çiçeği ve ardından böğürtlen yaprağıdır. Demleme süresindeki artış genel olarak liyofilize infüzyonların L^* değerleri azaltmış, a^* değerleri arttırmış, b^* değerleri ise azaltmıştır. Ayrıca, tüm bitkilerde infüzyon sürelerindeki artışın antioksidan özellikleri önemli düzeyde ($p<0.05$) artırdığı saptanmıştır. Toplam fenolik madde miktarı açısından infüzyonlar değerlendirildiğinde sıralama: karabaş otu > ıhlamur yaprağı > böğürtlen yaprağı > ıhlamur çiçeği > ayva yaprağı > altın otu > hatmi çiçeği şeklindedir. En yüksek toplam flavonoid miktarı ile DPPH ve ABTS serbest radikal giderme aktiviteleri karabaş otu liyofilize infüzyonlarında belirlenirken, en düşük değerler altın otu infüzyonlarında tespit edilmiştir. Sonuçlar, çalışılan bitki infüzyonlarının antioksidan özellikleri göz önüne alınarak değerlendirildiğinde en etkin verilerin 21. dakikada elde edildiğini göstermektedir.

Antioksidan aktivitenin dışında, liyofilize infüzyonların ağır metal içeriklerinin tespiti bitki çayı tüketen kişilerin sağlığı açısından önemli ve gereklidir. Nedeni ne olursa olsun ağır metallerin bitkilerde

birikmesi ve insanlara geçişi önemli bir problemdir. Mevcut çalışmada bitkilerden liyofilize infüzyonlara farklı demleme sürelerinde geçen ağır metallerin oldukça düşük düzeylerde olduğu ve bu metaller açısından hazırlanan bitki infüzyonlarının herhangi bir sağlık riski oluşturmadığı düşünülmektedir. Ancak, bitkinin içerdiği mineral madde kompozisyonu toprak, bitkinin türü, hasat zamanı ve diğer çevre şartları ile direk ilişkili olduğundan; farklı bölgelerden ve/veya farklı zamanlarda toplanan bitkilerden elde edilecek infüzyonların ağır metal içerikleri değişim gösterecektir.

TEŞEKKÜR

Liyofilize infüzyonların hazırlanması ve antioksidan özelliklerin belirlenebilmesi için araştırma laboratuvarı olanaklarını kullanmamı sağlayan Atatürk Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü'ne teşekkürlerimi sunarım.

Çıkar Çatışması

Makalenin planlanması, yürütülmesi ve yazılması sırasında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederim.

Yazar Katkısı

Makalenin planlanması, yürütülmesi ve yazılmasının makalenin tek yazarı olarak tarafımdan yapıldığını beyan ederim.

KAYNAKLAR

- Ababneh FA, 2017. The Hazard Content of Cadmium, Lead, and Other Trace Elements in Some Medicinal Herbs and Their Water Infusions. *International Journal of Analytical Chemistry*, 6971916.
- Albayrak S, Aksoy A, Sagdic O, Budak U, 2010a. Phenolic compounds and antioxidant and antimicrobial properties of *Helichrysum* species collected from eastern Anatolia, Turkey. *Turkish Journal of Biology*, 34: 463-473.
- Albayrak S, Aksoy A, Sagdic O, Hamzaoglu E, 2010b. Compositions, antioxidant and antimicrobial activities of *Helichrysum* (Asteraceae) species collected from Turkey. *Food Chemistry*, 119: 114-122.
- Altıntig E, Altundag H, Tuzen M, 2014. Determination of multi element levels in leaves and herbal teas from turkey by ICP-OES. *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia*, 28(1): 9-16.
- Anonymous, 1998. U.S. Environmental Protection Agency, Nickel Compounds, Chemical Assessment Summary. https://iris.epa.gov/static/pdfs/0271_summary.pdf. (Date of access: 25.11.2021).
- Anonymous, 2001. Institute of Medicine. Panel on Micronutrients. Dietary Reference Intakes for Vitamin A, Vitamin K, Arsenic, Boron, Chromium, Copper, Iodine, Iron, Manganese, Molybdenum, Nickel, Silicon, Vanadium, and Zinc. National Academies Press, Washington-US.
- Anonymous, 2007. Nordic Committee On Food Analysis. Trace elements As, Cd, Hg, Pb and other elements. Determination by ICP-MS after pressure digestion. No:186: 14.
- Anonymous, 2011. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA), 2011. Summary and conclusions of the seventy-fourth meeting, Rome, 14-23 June 2011, JECFA/74/SC.
- Anonymous, 2013. WHO/FAO (World Health Organization/Food and Agriculture Organization), 2013. Technical Report, "Guidelines for the safe use of wastewater and food stuff", Volume 2 no. 1, Geneva, Switzerland. (Date of access: 25.11.2021).

- Anonymous, 2019. European Food Safety Authority (EFSA), Dietary Reference Values for Nutrients (2019).<https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.2903/sp.efsa.2017.e15121>. (Date of access: 20.10.2021).
- Anonymous, 2020. U.S. National Library of Medicine, Toxnet Database. Available online: <http://toxnet.nlm.nih.gov> (Date of access: 21.10.2020).
- Attard E, 2011a. Herbal medicine: a legal perspective. Synapse, 1: 11.
- Attard, E., 2011b. The safety of herbal medicinal products. Synapse, 4: 9.
- Balaydın HT, Gülçin İ, Menzek A, Göksu S, Şahin E, 2010. Synthesis and antioxidant properties of diphenylmethane derivative bromophenols including a natural product. Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry, 25 (5): 685-695.
- Benabdelkader T, Zitouni A, Guitton Y, Jullien F, Maitre D, Casabianca H, Legendre L, Kameli A, 2011. Essential oils from wild populations of Algerian *Lavandula stoechas* L.: composition, chemical variability, and in vitro biological properties. Chemistry and Biodiversity, 8: 937-953.
- Bezerra KGO, Silva IGS, Almeida FCG, Rufino RD, Sarubbo LA, 2021. Plant-derived biosurfactants: Extraction, characteristics and properties for application in cosmetics. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, 34: 102036.
- Bost M, Houdart S, Oberli M, Kalonji E, Huneau JF, Margaritis I, 2016. Dietary copper and human health: Current evidence and unresolved issues. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology, 35: 107-115.
- Brug P, Fralle P, 1995. Vitamin C destruction during the cooking of a potato dish. Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie, 28: 506-514.
- Buřičová L, Andjelković M, Čermáková A, Réblová Z, Jurček O, Kolehmainen E, Verhé R, Kvasnička F, 2011. Antioxidant capacity and antioxidants of strawberry blackberry, and raspberry leaves. Czech Journal of Food Science, 29: 181-189.
- Carrasco A, Ortiz-Ruiz V, Martinez-Gutierrez R, Tomas V, Tudela J, 2015. Lavandula stoechas essential oil from Spain: aromatic profile determined by gas chromatography-mass spectrometry, antioxidant and lipoxygenase inhibitory bioactivities. Industrial Crops and Products, 73: 16-27.
- Carvalho M, Silva BM, Silva R, Valentao P, Andrade PB, Bastos ML, 2010. First report on Cydonia oblonga Miller anti cancer potential: differential antiproliferative effect against human kidney and colon cancer cells. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 58: 3366-3370.
- Celep E, Akyüz S, İnan Y, Yesilada E, 2018. Assessment of potential bioavailability of major phenolic compounds in Lavandula stoechas L. ssp. Stoechas. Industrial Crops and Products, 118: 111-117.
- Chen QY, Brocato J, Laulicht F, Costa M. Mechanisms of nickel carcinogenesis, 2017. Essential and Non-Essential metals. In Molecular and Integrative Toxicology, eds. Mudipalli A, Zelikoff JT., Springer International Publishing AG, pp. 181-197, New York- USA.
- Cittan M, Altuntaş E, Çelik A, 2018. Evaluation of antioxidant capacities and phenolic profiles in Tilia cordata fruit extracts: a comparative study to determine the efficiency of traditional hot water infusion method, Industrial Crops and Products, 122: 553-558.
- Costa RM, Magalhaes AS, Pereira JA, Andrade PB, Valentao P, Carvalho M, Silva B, 2009. Evaluation of free radical-scavenging and anti-hemolytic activities of quince (*Cydonia oblonga*) leaf: a comparative study with green tea (*Camellia sinensis*). Food and Chemical Toxicology, 47: 860-865.
- Dai J, Patel JD, Mumper RJ, 2007. Characterization of blackberry extract and its antiproliferative and anti-inflammatory properties. Journal of Medicinal Food, 10: 258-265.

- Deligiannidou GE, Kontogiorgis C, Hadjipavlou-Litina D, Lazari D, Konstantinidis TO, Papadopoulos A, 2018. Antioxidant Contribution of Lavender (*Lavandula angustifolia*), Sage (*Salvia officinalis*), Tilia (*Tilia tomentosa*) and Sideritis (*Sideritis perfoliata*) Beverages Prepared at Home. SDRP Journal of Food Science and Technology, 3(4):360-377.
- Demirci-Kayıran SD, 2019. A research on the present uses of the medicinal plants in De Materia Medica written by Dioscorides in eastern mediterranean region. Lokman Hekim Dergisi, 9 (2): 189-202.
- Demirezen D, Aksoy A, 2006. Heavy metal levels in vegetables in Turkey are within safe limits for Cu, Zn, Ni and exceeded for Cd and Pb. Journal of Food Quality, 29(3): 252-265.
- Dimitrios B, 2006. Sources of natural phenolic antioxidants. Trends in Food Science and Technology, 17: 505-512.
- Długaszek M, Kaszczuk M, 2020. Assessment of the nutritional value of various teas infusions in terms of themacro- and trace elements content. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology, 59: 126428.
- Dzido TH, Soczewinski E, Gudej J, 1991. Computer-aided optimization of high-performance liquid chromatographic analysis of flavonoids from some species of the genus Althaea. Journal of Chromatography, 550: 71-76.
- Ercan N, Ozkarakas İ, 2005. Ege Bölgesinden toplanan ayva (*Cydonia vulgaris* Pers.) materyalinin adaptasyonu ve değerlendirilmesi. Anadolu, 15(2): 27-42.
- Farid M, Hanaa FMA, Gehan FAM, Sherein SA, 2017. Biochemical Studies on Bio Extracts as Antioxidant and Antibacterial Activity. Journal of Agricultural, Environmental and Veterinary Sciences, 1: 45-69.
- Floegel A, Kim DO, Chung SJ, Koo SI, Chun OK, 2011. Comparison of ABTS/DPPH assays to measure antioxidant capacity in popular antioxidant-rich US foods. Journal of Food Composition and Analysis, 24(7): 1043-1048.
- Gadjalova AV, Mihaylova D, 2019. Ultrasound-assisted extraction of medicinal plants and evaluation of their biological activity. Food Research, 3(5): 530-536.
- Ghuniem MM, Khorshed MA, Reda M, Mahmoud SM, Hammad G, 2019. Assessment of the Potential Health Risk of Heavy Metal Exposure from the Consumption of Herbal, Black and Green Tea. Biomedical Journal of Scientific & Technical Research, 16 (1):11810-11817.
- González-Vallinas M, González-Castejón M, Rodríguez-Casado A, Ramírez De Molina A, 2013. Dietary phytochemicals in cancer prevention and therapy, a complementary approach with promising perspectives. Nutrition Reviews, 71: 585-599.
- Grochowski DM, Uysal S, Zengin G, Tomczyk M, 2019. In vitro antioxidant and enzyme inhibitory properties of *Rubus caesius* L, International Journal of Environmental Health Research, 29(3): 237-245.
- Gürdal B, Kültür S, 2013. An ethnobotanical study of medicinal plants in Marmaris (Muğla, Turkey). Journal of Ethnopharmacology, 146(1): 113-126.
- Hamid HF, Moezzi A, Khouzani MA, Mahmoud Janlou Y, Niknejad F, Faramarzi MA, 2013. Synthetic dye decolorization by three sources of fungal laccase. Research journal of Chemical and Environmental Sciences, 17: 76-81.
- İlbay Z, 2016. Turunçgil Meyve ve Yapraklarının Farklı Ekstraksiyon Yöntemleriyle Ekstraksiyonu ve Matematik Modellemesi. İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Jeszka-Skowron M, Zgola-Grześkowiak A, Frankowski R, 2018. *Cistus incanus* a promising herbal tea rich in bioactive compounds: LC–MS/MS determination of catechins, flavonols, phenolic acids

- and alkaloids—A comparison with *Camellia sinensis*, Rooibos and Hoan Ngoc herbal tea. *Journal of Food Composition and Analysis*, 74: 71-81.
- Kalubula M, Shen H, Khanam T, 2020. Assessment of carcinogenic and toxic substances in ‘Insunko’ herb. *Toxicology Reports*, 7: 468-474.
- Karabagias IK, Karabagias VK, Riganakos KA, 2019. Physico-Chemical Parameters, Phenolic Profile, In Vitro Antioxidant Activity and Volatile Compounds of *Ladastacho (Lavandula stoechas)* from the Region of Saidona. *Antioxidants*, 8: 80.
- Karavoltos S, Plavšic M, Kalogeropoulos N, Kogiannou DAA, Strmec`ki S, Sakellari A, Dassenakis M, Scoullou M, 2014. Copper complexing properties and physico-chemical characterisation of the organic matter in Greek herbal infusions. *Food Chemistry*, 160: 53-60.
- Katsube T, Tabata H, Ohta Y, Yamasaki Y, Anuurad E, Shiwaku K, Yamane Y, 2004. Screening for antioxidant activity in edible plant products: comparison of low density lipoprotein oxidation assay, DPPH radical scavenging assay, and Folin-Ciocalteu assay. *Journal Agricultural Food Chemistry*, 52: 2391-2396.
- Keskes H., Belhadj S, Jlail L, El Feki A, Damak M, Sayadi S, Allouche N, 2017. LC-MS–MS and GC-MS analyses of biologically active extracts and fractions from Tunisian *Juniperus phoenicea* leaves. *Pharmaceutical Biology*, 55: 88-95.
- Koch IS, Muller M, Joubert E, van der Rijst M, Næs T, 2012. Sensory characterization of rooibos tea and the development of a rooibos sensory wheel and lexicon. *Food Research International*, 46(1): 217-228.
- Köksal E, Gülçin İ, Öztürk SB, Bursal E, 2009. On the in vitro antioxidant activity of silymarin. *Journal of Enzym Inhibition Medicine Chemistry*, 24: 395-405.
- Kumar A, Kumar A, Cabral-Pinto MMS, Chaturvedi AK, Shabnam AA, Subrahmanyam G, Mondal R, Gupta DK, Malyan SK, Kumar SS, A. Khan S, Yadav KK, 2020. Lead Toxicity: Health Hazards, Influence on Food Chain, and Sustainable Remediation Approaches. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(7): 2179.
- Kumar S, 2011. Free radicals and antioxidants: Human and food system. *Advances Applied Sciences Research*, 2(1): 129-135.
- Lasekan O, Lasekan A, 2012. Flavour chemistry of mate and some common herbal teas. *Trends Food Science and Technology*, 1: 37-46.
- Limmatvapirat C, Charoentearaboon J, Phaechamud T, 2012. Determination of heavy metals in herbal teas by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 3: 952-958.
- Łozak A, Sołtyk K, Ostapczuk P, Fijałek Z, 2002. Determination of selected trace elements in herbs and their infusions. *Science of the Total Environment*, 289: 33-40.
- Lucie B, Zuzana R, 2008. Czech medicinal plants as possible sources of antioxidants. *Czech Journal of Food Sciences*, 26(2): 132-138.
- Malik J, Frankova A, Drabek O, Szakova J, Ash C, Kokoska L, 2013. Aluminium and other elements in selected herbal tea plant species and their infusions. *Food Chemistry*, 1(4): 728-734.
- Mansourri G, Madani M, 2016. Examination of the level of heavy metals in wastewater of Bandar Abbas Wastewater Treatment Plant. *Open Journal of Ecology*, 6: 55-61.
- Mojzer EB, Hrcic MK, Skerget M, Knez Z, Bren U, 2016. Polyphenols: extraction methods, antioxidative action, bioavailability and anticarcinogenic. *Molecules*, 21: 901- 939.

- Monbaliu S, Wu A, Zhang D, Van Peteghem C, De Saeger S. 2010. Multimycotoxin UPLC–MS/MS for tea, herbal infusions and the derived drinkable products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58(24): 12664-12671.
- Mutter J, Curth A, Naumann J, Deth R, Walach H, 2010. Does inorganic mercury play a role in Alzheimer's disease? A systematic review and a integrated molecular mechanism. *Journal of Alzheimer's Disease*, 22: 357-374.
- Muzykiewicz A, Zielonka-Brzezicka J, Klimowicz A, 2018. Quince (*Cydonia oblonga* Mill.) as a useful source of antioxidants – antioxidant activity evaluation. *Herba Polonica*, 64(4): 23-33.
- O'Neal SL, Zheng W, 2015. Manganese Toxicity Upon Overexposure: a Decade in Review. *Current Environmental Health Reports*, 2: 315-328.
- Olanrewaju OO, Olusegun NO, Adeleke TT, Temilade FA, Adeniyi AA, Kabir AO, 2017. Phyto-metals screening of selected anti-diabetic herbs and infused concoctions. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 7(10): 909-914.
- Oliveira AP, Pereira JA, Andrade PB, Valentao P, Seabra RM, Silva BM, 2007. Phenolic profile of *Cydonia oblonga* Miller leaves, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55: 7926-7930.
- Oliveira H, 2012. Chromium as an Environmental Pollutant: Insights on Induced Plant Toxicity. *Journal of Botany*, 375843: 8.
- Olivier J, Symington EA, Jonker CZ, Rampedi IT, van Eeden TS, 2012. Comparison of the mineral composition of leaves and infusions of traditional and herbal teas. *South African Journal of Science*, 108: 1-7.
- Panda SK, Baluska F, Matsumoto H, 2009. Aluminum stress signaling in plants. *Plant Signaling & Behavior*, 4(7): 592-597.
- Park YK, Koo MH, Ikegaki M, Contado JL, 1997. Comparison of the flavonoid aglycone contents of *Apis Mellifera* propolis from various regions of Brazil. *Arquivos De Biologiae Technologia*, 40: 97-106.
- Paşca C, Mărghitaş LA, Bobiş O, Dezmirean DS, Mărgăoan R, Mureşan C, 2016. Total Content of Polyphenols and Antioxidant Activity of Different Melliferous Plants. *Bulletin UASVM Animal Science and Biotechnologies*, 73(1).
- Pavlović T, Dimkić I, Andrić S, Milojković-Opsenica D, Stanković S, Janačković P, Gavrilović M, Ristivojević P, 2020. Linden tea from Serbia – an insight into the phenolic profile, radical scavenging and antimicrobial activities, *Industrial Crops and Products*, 154: 112639.
- Plum LM, Rink L, Haase H, 2010. The Essential Toxin: Impact of Zinc on Human Health. *International Journal of Environmental Research Public Health*, 7: 1342-1365.
- Poschenrieder C, Amenós M, Corrales I, Doncheva S, Barceló J, 2009. "Root behavior in response to aluminum toxicity," in *Plant–Environment Interactions*, ed. Baluška F. Springer-Verlag, pp. 21-43, Berlin-Germany.
- Preedy VR, 2013. *Tea in Health and Disease Prevention*. Academic Press, USA 1612pp.
- Rashed K, Medda R, Spano D, Pintus F, 2016. Evaluation of antioxidant, anti-tyrosinase potentials and phytochemical composition of four Egyptian plants. *International Food Research Journal*, 23(1): 203-210.
- Razic S, Kuntic V, 2013. Diverse elements in herbal tea products consumed in Serbia using inductively coupled plasma mass spectrometry. *International Journal of Food Properties*, 16: 1-8.
- Rengel Z, 2004. Aluminium cycling in the soil-plant-animal-human continuum. *Biometals*, 17(6): 669-89.

- Riehle P, Vollmer M, Rohn S, 2013. Phenolic compounds in *Cistus incanus* herbal infusions - Antioxidant capacity and thermal stability during the brewing process. *Food Research International*, 53 (2): 891-899.
- Sacchetti G, Medici A, Maietti S, Radice M, Muzzoli M, Manfredini S, Braccioli E, Bruni R, 2004. Composition and functional properties of the essential oil of Amazonian basil, *Ocimum micranthum* Willd., Labiatae in comparison with commercial essential oils, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52: 3486-3491.
- Sagdic O, Karahan AG, Ozcan M, Ozkan, G, 2003. Effect of some spice extracts on bacterial inhibition. *Food Science and Technology International*, 9: 353-356.
- Saklar S, Ertas E, Ozdemir IS, Karadeniz B, 2015. Effects of different brewing conditions on catechin content and sensory acceptance in Turkish green tea infusions. *Journal of Food Science and Technology*, 52(10): 6639-6646.
- Sala A, Recio MC, Schinella GR, Máñez S, Giner RM, Cerdá-Nicolás M, Rosí JL, 2003. Assessment of the antiinflammatory activity and free radical scavenger activity of tiliroside. *European Journal of Pharmacology*, 461: 53-61.
- Saygi KO, Cacan E, 2021. Antioxidant and cytotoxic activities of silver nanoparticles synthesized using *Tilia cordata* flowers extract. *Materials Today Communications*, 27: 102316.
- Scaduto Jr. RC, 1995. Oxidation of DMSO and methanesulfinic acid by the hydroxyl radical. *Free Radical Biology and Medicine*, 18: 271-277.
- Shang J, Pi J, Zong M, Wang Y, Wenhong L, Qianjiahua L, 2016. Chromium removal using magnetic biochar derived from herb-residue. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 68: 289-294.
- Singleton VL, Orthofer R, Lamuela-Raventos RM, 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-ciocalteu reagent. *Methods In Enzymology*, 299: 152-178.
- Stankov S, Fidan H, Petkova N, Stoyanova A, Dincheva I, Dogan H, Senkal BC, Uskutoglu T, Bas H, Yilmaz G, 2020. Phytochemical composition of *Helichrysum arenarium* (L.) Moench essential oil (aerial parts) from Turkey. *Ukrainian Food Journal*, 9(3):503-512.
- Statista, 2018. Beverage sales share worldwide by beverage type 2011-2016. In. www. statista.com: Statista Research Department. (Date of access: 5 October 2021).
- Tepe B, Sokmen M, Akpulat HA, Sokmen A, 2005. In vitro antioxidant activities of the methanol extracts of four *Helichrysum* species from Turkey. *Food Chemistry*, 90: 685-689.
- Tinkov AA, Filippini T, Ajsuvakova OP, Skalnaya MG, Aasethf J, Bjørklundh G, Gatiatulina ER, Popova EV, Nemereshina ON, Huangk PT, Vinceti M, Skalny AV, 2018. Cadmium and atherosclerosis: A review of toxicological mechanisms and a meta-analysis of epidemiologic studies. *Environmental Research*, 162: 240-260.
- Tokalioglu S, 2012. Determination of trace elements in commonly consumed medicinal herbs by ICP-MS and multivariate analysis. *Food Chemistry*, 134: 2504-2508.
- Toker G, Aslan M, Yeşilada E, Memişolu MS, 2001. Ito, Comparative evaluation of the flavonoid content in officinal *Tiliae flos* and Turkish lime species for quality assessment, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 26: 111-121.
- Topdas EF, Demirbaş M, Şengül M, Şat İG, 2021. Farklı Kurutma Tekniklerinin *Smilax excelsa* Genç Sürgünlerinin Antioksidan Aktivitesi ve Bazı Fizikokimyasal Özellikleri Üzerine Etkisi. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 52 (3): 314-324.

- Veličković I, Grujić S, Džamić A, Krivošej Z, Marin PD, 2015. In vitro antioxidant activity of dewberry (*Rubus caesius* L. var. *Aquaticus* Weihe. & Nees.) leaf extracts. Archives of Biological Science Belgrade, 67(4): 1323-1330.
- Veljkovic, B., Djordjevic, N., Dolicanin, Z., Licina, B., Topuzovic, M., Stankovic, M., Zlatic, N., & Dajic-Stevanovic, Z. (2018). Antioxidant and Anticancer Properties of Leaf and Fruit Extracts of the Wild Raspberry (*Rubus idaeus* L.). Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca, 47(2): 359-367.
- Vinha AF, Soares MO, Castro A, Santos A, Oliveira MBPP, Machado M, 2012. Phytochemical characterization and radical scavenging activity of aqueous extracts of medicinal plants from Portugal. European Journal Medicinal Plants, 2(4): 336-347.
- Yuan J, Chen F, 1998. Degradation of ascorbic acid in aqueous solution. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 46: 5078-5082.
- Zia-Ul-Haq M, Riaz M, De Feo V, Jaafar HZ, Moga M, 2014. *Rubus fruticosus* L.: Constituents, biological activities and health related uses. Molecules, 19: 10998-1029.

Atf İçin: Yıldız E, 2022. Espresso İçeren Kahve İçeceklerinin Antioksidan Kapasite, Toplam Fenolik Bileşen ve *In-vitro* Biyoerişilebilirliğinin Karşılaştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2):791-805, 2022.

To Cite: Yıldız E, 2022. Comparison of Antioxidant Capacity, Total Phenolic Content and *In-vitro* Bioaccessibility of Espresso Based Coffee Beverages. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2):791-805, 2022.

Espresso İçeren Kahve İçeceklerinin Antioksidan Kapasite, Toplam Fenolik Bileşen ve *In-vitro* Biyoerişilebilirliğinin Karşılaştırılması

Elif YILDIZ^{1*}

ÖZET: Kahve günlük yaşantımızda önemli bir yere sahip olan ve en sık tüketilen içeceklerden biridir. İçeriğindeki biyoaktif bileşenler sayesinde sağlık üzerinde antioksidan, antihipertansif, anti-inflamatuar, immünoprotektif, anti-karsinojen etkiler göstermektedir. Çalışma kapsamında, ticari olarak tüketime sunulan *Espresso*, *Americano*, *Macchiato*, *Latte*, *Cappuccino* ve *Mocha* kahve içeceklerinin antioksidan kapasite (ABTS ve DPPH Metotları) ve toplam fenolik bileşen miktarı (Folin-Ciocalteu Metodu) açısından analiz edilerek, içeceklerin biyoaktif potansiyellerinin kıyaslanması amaçlanmıştır. En yüksek değerler en yoğun kahve içeriğine sahip olan *Espresso* örneğinde belirlenmiş olup; ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir, biyoerişilebilir fenolik fraksiyonları sırasıyla TEAK_{ABTS} sonuçlarına göre 28.15, 35.04, 30.28 μmol Troloks mL^{-1} ; TEAK_{DPPH} sonuçlarına göre ise 14.69, 17.98, 9.84 μmol Troloks mL^{-1} olarak belirlenmiştir. Kahve örneklerinin içeriğindeki süt miktarı arttıkça antioksidan kapasite ve toplam fenolik bileşen değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Sütün buhar ile muamele edilerek köpük halinde eklenmesi, sıcak olarak eklenmesine göre nispeten daha yüksek değerler göstermiştir. Örneklerin % biyoerişilebilirlikleri ise, toplam fenolik bileşen içeriğine göre % 41-48 arasında değişmiştir.

Anahtar Kelimeler: kahve, Espresso, süt, antioksidan kapasite, toplam fenolik bileşen, biyoerişilebilirlik

Comparison of Antioxidant Capacity, Total Phenolic Content and *In-vitro* Bioaccessibility of Espresso Based Coffee Beverages

ABSTRACT: Coffee is one of the most frequently consumed beverage that has an important place in our daily life. Owing to bioactive components in its content, it has antioxidant, antihypertensive, anti-inflammatory, immunoprotective, anti-carcinogenic effects on health. Within the scope of the study, it is aimed to compare the bioactive potential of commercially available *Espresso*, *Americano*, *Macchiato*, *Latte*, *Cappuccino* and *Mocha* coffee drinks by analyzing the antioxidant capacity (ABTS and DPPH Methods) and the total phenolic compound (Folin-Ciocalteu Method). The highest values were determined in the *Espresso* sample, which has the most intense coffee content; extractable, hydrolyzable, bioaccessible phenolic fractions were determined respectively as 28.15, 35.04, 30.28 μmol Troloks mL^{-1} according to TEAC_{ABTS} and 14.69, 17.98, 9.84 μmol Troloks mL^{-1} according to TEAC_{DPPH}. By the increase of the milk amount in coffee samples, decrease was observed in the antioxidant capacity and total phenolic content results. Addition of steamed milk by steaming treatment showed relatively higher values compared to adding milk as hot. The bioaccessibility % of the samples varied between 41-48 % according to total phenolic content.

Keywords: coffee, Espresso, milk, antioxidant capacity, phenolic content, bioaccessibility

¹Elif YILDIZ ([Orcid ID: 0000-0003-1356-9012](https://orcid.org/0000-0003-1356-9012)), Bursa Uludağ Üniversitesi, Keles Meslek Yüksekokulu, Gıda Teknolojisi Bölümü, Bursa, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Elif YILDIZ, e-mail: elifyildiz@uludag.edu.tr

GİRİŞ

Kahve, toplumumuzda ve Dünya’da en sık tüketilen içeceklerin başında gelmektedir. Kahve içeceğine olan talebin ve tüketimin çok fazla olması sayesinde kahve çekirdeği, Dünya ticaretinin en değerli ürünleri arasında yer almaktadır. Kahve çekirdeğinin içeceğe dönüşümündeki yolculuğunda; kahvenin hazırlanma tekniğinin, içeceğin tadı, aroması ve içerdiği bileşenler üzerindeki etkisi ile bu tekniklerin teknolojik gelişmelerin ışığında her geçen gün değişmekte olduğu bilinmektedir. Önceleri, sadece kahve çekirdeklerinin kavrulması, öğütülmesi ve su ile demlenmesi ile başlayan yolculuk, 1900’lü yılların başında suda çözünebilir ‘granül’ kahvelerin hayatımıza girmesi ile 1. nesil kahvecilik olarak adlandırılan yeni bir sürece geçmiştir. Sonrasında Alfred Peet kahve kavurma tekniklerini geliştirmesi ile 2. nesil kahvecilik akımı oluşmuş Luigi Bazzera’nın *Espresso* makinesini tasarlaması ile bu akım yayılarak Dünya çapında kabul görmüştür. Ardından, günümüzce sıkça duyduğumuz, daha lezzetli ve zengin aromalı kahveler elde etmek amacı ile yeni demleme metotlarının geliştirildiği ve farklı kahve çekirdeklerinin harmanlandığı 3. Nesil kahvecilik süreci başlamıştır (Kaya ve Toker 2019).

İtalyan kahve kültürünün temelini oluşturan *Espresso*, 2. nesil kahvecilikte önemli bir yere sahip olan ve pek çok kahve içeceğinin alt gövdesini oluşturan bir başlangıç noktasıdır. Yaklaşık 7.5 gram kahvenin 9 bar su basıncı ve 84-95°C’deki su ile etkileşerek, 24-27 saniyelik akış (drip) zamanı sonucunda elde edilen, kahvenin özütünün basınç ile çıkarıldığı bir demlenme tekniğidir (Girginol 2018). *Espresso* bazlı kahve içecekleri ise; süt, süt köpüğü ve suyun farklı oranlarda bir araya getirilerek hazırlanması ve bunlara çikolata gibi içerikler eklenebilmesi ile servis edilmektedir. *Espresso*’nun sıcak su ilave edilerek seyreltilmesi ile *Americano* elde edilirken; sıcak süt eklenmesi ile *Latte*; süt köpüğü eklenmesi ile *Macchiato*; sıcak süt ve süt köpüğünün beraber eklenmesi ile *Cappuccino* elde edilmektedir. *Mocha* ise *Latte* gibi hazırlanmakta olup şurup ya da toz olarak çikolata eklenmesi ile servise hazır hale getirilmektedir (Baruönü ve Örs 2018). Kahve, içeriğinde yer alan kafein nedeniyle enerjiyi, zindeliği ve konsantre olma yeteneğini arttırmakta, toplumlarda sosyalleşmenin bir parçası olarak tüketiciler tarafından tercih edilmektedir. Bununla beraber, yapılan epidemiyolojik ve deneysel araştırmalardan elde edilen sonuçlar; kahvenin kardiyovasküler hastalıklara karşı koruyucu, anti-hipertansif, anti-inflamatuar, immünoprotektif, anti-karsinojen, yaşlanma karşıtı, nöroprotektif ve antidiyabetik etkilerini de ortaya koymaktadır (Alongi ve ark., 2019; Rashidinejad ve ark., 2021). Yoğun kahve tüketiminin sağlık üzerinde olumsuz etki yapacağı düşünülmese de rağmen, Rao ve Fuller (2018), yaptıkları literatür araştırmalarının ışığında, gastro-intestinal semptomların haricinde, yoğun kahve tüketiminin sağlık üzerindeki olumlu etkileri ile ilişkili birçok özelliğinin belirlendiği ifade etmiştir.

Kahvenin sağlık üzerindeki olumlu potansiyeli, içeriğindeki biyoaktif bileşenlerle sağlanmakta olup, bunlardan klorojenik asitler (hidroksisinnamik asitlerin kinil esterleri), kafeik asit, ferulik asit, *p*-kumarik asit ve proantosiyanidinler en fazla içeriğe sahip olanlardır (Clifford ve Knight, 2004). Kahve kuru ağırlığının % 6 ile % 10’u arasında değişen, ana yapısı kinik, kafeik, ferulik ve *p*-kumarik asit gibi hidroksisinnamik asitlerin konjugasyonuna dayanan klorojenik asitlerin üç ana grubunu içermektedir: kafeoilkinik asitler, feruloilkinik asitler, di-kafeoilkinik asitler (Clifford ve Knight, 2004). Ayrıca, yeşil kahve çekirdeğinde bulunan fenolik bileşiklerin aktivitesine ek olarak, çekirdeğin kavrulması sırasında ısıyla indüklenen Maillard reaksiyon ürünleri gibi bileşikler, kahvenin sağlık üzerindeki olumlu etkisinde rol oynamaktadır (Vignoli ve ark., 2011).

Kahve genellikle tadını iyileştirmek, burukluğunu azaltmak, hemen tüketilmek üzere sıcak infüzyonun sıcaklığını düşürmek ve kafein etkisini azaltmak gibi yaklaşımlardan ya da tüketicinin

beslenme alışkanlığından dolayı süt ilave edilerek tüketilmektedir. Süt proteinleri olarak bilinen kazeinler ve peynir altı suyu proteinleri, nihai üründe uygun dokusal ve işlevsel özellikleri geliştirmesinin yanı sıra emülsifiye edici, köpürtücü etkilere de sahiptir. Süt yağı ise doku ve kremalılık algısı ile fonksiyonel özelliklere katkı sağlamaktadır (Niseteo ve ark., 2012).

Kullanımının yaygın olması ve bireylerin süregelen tüketim alışkanlıklardan dolayı kahve içeceklerine, genellikle inek sütü eklenmekte olup; daha doymun bir tada sahip olması, aromaya katkı sağlaması ve sütün köpük oluşumunu desteklemesi nedeniyle de yağlı süt tercih edilmektedir. İnek sütü; süt kazeini ve α -kazein, β -kazein ve κ -kazein gibi alt birimleri ile antioksidan özelliklere sahip olmasının yanı sıra demir ile indüklenen peroksidasyonu inhibe edici etkiye de sahiptir (Zulueta ve ark., 2009). Ayrıca kazeinden (proteolitik enzim yoluyla) ve β -lactoglobulinden elde edilen peptitler de antioksidan potansiyeli güçlendirmektedir (Hernández-Ledesma ve ark., 2005). Sütün içeriğinde yer alan antioksidan olarak E vitamini, karotenoid ve ubikinol gibi bileşenler lipit fazda etkinlik gösterirken; C vitamini sulu fazda etkinlik göstermektedir. İçeriğinde yer alan flavonoid ve benzer biyoaktif bileşenler ise, hem lipit hem de sulu fazda etkinlik gösterebilmektedir (Lindmark-Månsson ve Åkesson, 2000). Sütün antioksidatif bileşenleri, lipit peroksidasyonunun önlenmesinde ve süt kalitesinin korunmasında rol oynarken, gıdalar ve farmasötiklerin içeriklerine sağlık üzerindeki etkilerini arttırmak amaçlı da eklenebilmektedir (Zulueta ve ark., 2009). Bununla birlikte literatürde yer alan çalışmalar, işleme ve süt matrislerinin kahvenin fenolik içeriği ile antioksidan kapasitesi üzerinde önemli bir etkiye sahip olabileceğini göstermiştir (Tagliazucchi ve ark., 2012; Alongi ve ark., 2019; Quan ve ark., 2020).

Antioksidanlar ve gıdaların antioksidan özellikleri, bireylerin sağlıklı yaşamının sürdürülmesi, sağlıklı gıda ürünleri elde edilmesi ve gıdaların sağlık üzerindeki potansiyellerinin ortaya koyulması ile ilgili olarak son zamanların dikkat çeken konuları arasında yer almaktadır. Antioksidanlar, vücutta oksidatif stres ile meydana gelen serbest radikal oluşumunu engelleyen veya serbest radikallerle reaksiyona girerek serbest radikallerin hücrelere zarar vermesini engelleyen biyoaktif bileşenlerdir. Bu bileşenlerin gıdalardaki içeriği belirlemek amacı ile antioksidan kapasite analizleri son yıllarda en çok çalışılan metotlar arasında olup; hidrojen atomu transferine (HAT) dayanan ve elektron transferine (ET) dayanan antioksidan kapasite analizleri olmak üzere iki ana başlıkta toplanmaktadır (Prior ve ark., 2005). Metotlar arasında en yaygın olanlar DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), ABTS (2,2'-azino-bis-(3-ethyl benzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt), CUPRAC (Cupric Reducing Antioxidant Capacity), FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) ve Toplam Fenolik Bileşen analizidir (Folin-Ciocalteu Metodu). Söz konusu metotlar; kolay uygulanabilir ve tekrar edilebilir olması nedeniyle tercih edilmekte olup mevcut literatürle kıyaslama açısından da öne çıkmaktadır.

Antioksidan özelliğe sahip olan fenolik bileşikler, kompleks yapılar halinde gıda içerisinde bulunmakta ve vücuda alındıktan sonra maruz kaldığı sindirim süreci sonucunda etkilerini metabolik sirkülasyon içerisinde gösterebilmektedir (Bermúdez-Soto ve ark., 2007). Vücuda alınan her fenolik bileşenin vücutta sindirilebilmesi, sindirilen her bileşenin de etkisini tamamen gösterebilmesi mümkün değildir. Polifenoller, gıda matrisinde karmaşık yapılar halinde bulunmaktadır. Bu noktada biyoerişilebilirlik ve biyoalınabilirlik kavramları dikkat çekmektedir. Biyoerişilebilir, biyolojik sirkülasyonda etkisini gösterebilen fenoliklerin vücutta sindirim enzimlerince sindirilen içeriğinin miktarını ifade etmekte olup, biyoalınabilirlik ise bağırsaktan emildikten sonra kanda ve idrarda bulunan biyoaktif bileşen içeriğinin miktarını ifade etmektedir (Bermúdez-Soto ve ark., 2007; Porrini ve Riso 2008). Biyolojik erişilebilirlik, bileşiklerin gıda matrislerinden salınmasına ve bu bileşiklerin gastro-intestinal sistemdeki stabilitesine bağlıdır. Fenolik bileşenlerin biyoerişilebilirliği üzerinde;

gıda matrisi, sindirim enzimleri, fenolikler bileşiklerin özellikleri ve kombinasyonlarının yanı sıra birey ile ilgili özellikler gibi birçok faktör etkilidir (Ekbatan ve ark., 2016). Biyoaktif bileşenlerin matristen salınım hızı, bunların mikro hücrelere dahil edilmesi ve ayrıca diğer reaktanlar ve gastro-intestinal sistemde birlikte alınan materyallerle reaksiyon kinetiği, biyoerişilebilirliği artırabilmekte veya azaltabilmektedir (McClements ve Xiao 2014). Gıdaların sahip olduğu biyoaktif bileşen potansiyelleri, sindirim enzimleri yardımıyla, *in-vitro* ortamda, yapay sindirim prosesi oluşturularak ekstraksiyon sağlanması ve antioksidan kapasite analizleri yardımıyla değerlendirilmesi ile belirlenebilmektedir.

Kahve içecekleri bileşenlerinin birbirleri ile olan etkileşimleri ve bu etkileşimlerin mekanizmalarını değerlendiren pek çok çalışma literatürde mevcuttur (Dupas ve ark. 2006; Quan ve ark. 2020). Fakat en çok tüketimi gerçekleştirilen kahve içeceklerinin, Dünya çapında kabul görmüş formülasyonlar sonucunda hazırladığında, elde edilen son ürünlerin biyoaktif potansiyellerinin belirlendiği ve karşılaştırmalarının yapıldığı bir çalışma henüz mevcut değildir. Bu çalışma kapsamında, tüketimi sıklıkla gerçekleştirilen, *Espresso* ve *Espresso* bazlı kahve içecekleri olan *Americano*, *Macchiato*, *Latte*, *Cappuccino* ve *Mocha*'nın ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik fraksiyonlarının antioksidan kapasite (ABTS ve DPPH metotlarına göre) ve toplam fenolik bileşen (Folin-Ciocalteu Methodu) değerleri ile analiz sonuçlarının % biyoerişilebilirlikleri belirlenerek kahve örneklerinin biyoaktif potansiyelleri değerlendirilmiştir.

MATERYAL ve METOT

Materyal

Kahve içeceği örnekleri, yerel bir 3. nesil kahve dükkânı olan Coffee Sinky Kahve Dükkanı'ndan (Osmangazi, Bursa) temin edilmiştir. Çalışma kapsamında, *Espresso*, *Americano*, *Macchiato*, *Latte*, *Cappuccino* ve *Mocha* kahve örnekleri incelenmiştir. Kahvelerin yapımında Arabica türüne ait Guatemala (% 50) ve Kolombiya (% 50) kahve çekirdekleri kullanılmıştır. Kahve çekirdekleri orta derecede kavrulmuş; kavrulma işleminin ardından 6-7 gün süre degaz süreci geçirmiş ve öğütülmesinin ardından taze çekilmiş (300-600 μm) olarak kahve içeceklerinin yapımında kullanılmıştır. Kahve içecekleri; Astoria marka, Gloria model, 11 L basınç kazanlı, çift port filtreli kahve makinesi ile hazırlanmıştır. Kahvelerin içeriğinde kullanılan *Espresso* shot'lar; 9 gram kahveden, 9 bar basınç ile 92 °C'deki suyun 30 sn. süre geçirilmesi ile 27-28 mL hacimle elde edilmiştir. *Macchiato*, *Latte*, *Cappuccino* ve *Mocha* kahve örneklerine tam yağlı inek sütü (% 3) ilave edilmiştir. *Mocha* yapımında çikolata şurubu (Caliente, Katsan Gıda San. ve Tic. Ltd. Şti., İstanbul) kullanılmıştır. Kahve örneklerinin içeriği Çizelge 1'de verilmiştir. Kahve örnekleri ticari olarak satışı yapılan işletmeden temin edildikten sonra, oda sıcaklığına getirilerek, örnek hazırlama işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 1. Kahve Örneklerinin İçerikleri

Örnek	Örnek Kodu	Kahve İçeriği (g)*	Su İçeriği (mL)	Süt İçeriği (mL)	Süt Köpüğü İçeriği (mL)
<i>Espresso</i>	<i>Esp</i>	9	28	0	0
<i>Americano</i>	<i>Amr</i>	9	200	0	0
<i>Macchiato</i>	<i>Mac</i>	9	28	0	20
<i>Latte</i>	<i>Lat</i>	9	28	200	0
<i>Cappuccino</i>	<i>Cap</i>	9	28	100	100
<i>Mocha**</i>	<i>Moc</i>	9	28	200	0

*Kahve içeriği için *Espresso* shot baz alınmıştır. 9 gram kahve içeriğine göre hazırlanmıştır. 1 shot; 28 mL olup, 9 gram öğütülmüş kahve içermektedir.

***Mocha*, 3 pump:15 mL çikolata şurubu içeriğine sahiptir.

Yöntemler

Fiziko-kimyasal ve kimyasal analizler

Fiziko-kimyasallar analizler kapsamında, ticari olarak satışı yapılmakta olan kahve içecekleri işletmeden temin edildikten sonra, oda sıcaklığına getirilerek toplam asitlik ve pH analizleri gerçekleştirilmiştir. pH analizi pH 211 model Hanna marka pH-metre (Hanna Instruments S.R.L., ABD) ile AOAC Metot No: 981.12 göre; toplam asitlik tayini ise AOAC Metot No:942.15'ya göre belirlenmiş ve klorojenik asit cinsinden hesaplanmıştır (AOAC, 1990).

Antioksidan kapasite ve toplam fenolik bileşen analizleri

Fenolik madde ekstraksiyonu

Kahve örnekleri, Vitali ve ark. (2009)'nın metotlarına göre ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik fraksiyonları elde edilerek analiz edilmiştir. 2 mL kahve örneği, HCl/metanol/su (1:80:10, v/v) eklenerek, 20°C'deki çalkalayıcı su banyosunda (250 rpm) (Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham, MA, ABD) ekstrakte edilmiştir. Ardından 3500 rpm devir ile santrifüj edilmiş (4°C, 10 dk) (3 K 30, Sigma Santrifüj, Almanya) ve sıvı ekstrakte edilebilir fenolik fraksiyonu olarak ayrılırken, kalıntının üzerine 20 mL metanol/H₂SO₄ (10:1, v/v) eklenerek 85°C'deki çalkalayıcı su banyosunda (250 rpm), 20 saat ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyonu takiben, içerikler 3500 rpm devir ile santrifüj edilmiş (4°C, 10 dk), ve sıvı kısım hidrolize edilebilir fenolik fraksiyonu olarak ayrılmıştır. *In-vitro* enzimatik ekstraksiyon prosedürü (Bouayed ve ark., 2012) göre uygulanmış olup, 2 mL kahve örneği alınmış ve pepsin enzimi (40 mg mL⁻¹, 0.1 M HCl, Sigma-Aldrich, Almanya) eklendikten sonra 37°C'deki çalkalayıcı su banyosunda (250 rpm) 2 saat inkübe edilmiştir. Ardından, pankreatin enzimi (2 mg mL⁻¹) ve 'bile (safra, Sigma-Aldrich, Almanya) karışımı' (12 mg mL⁻¹, Sigma-Aldrich, Almanya) eklenerek 2 saat daha çalkalama işlemine (37°C, 250 rpm) devam edilmiştir. Ekstraksiyon sonunda örnekler, santrifüj edilmiştir (15°C, 3500 rpm, 10 dk) ve sıvı kısım biyoerişilebilir fenolik fraksiyonu olarak ayrılmıştır. Kahve örneklerinin 3 farklı ekstraksiyonu, analizlere kadar -18°C'de depolanmıştır.

Antioksidan kapasite analizleri

Kahve örnekleri fenolik bileşenlerinin antioksidan kapasitesi; ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik fraksiyonları açısından ABTS ve DPPH metotları olmak üzere iki farklı yöntem kullanılarak belirlenmiştir. ABTS metodu için Apak ve ark. (2008)'in prosedürlerine göre; 7mM ABTS sulu çözeltisi, 2.45 mM K₂S₂O₈ sulu çözeltisi ile karıştırılarak 12-16 saat karanlıkta bekletilmiş, elde edilen çözelti 1:10 (v/v) oranında % 96'lık etanol ile seyreltilmiştir. Ekstraktlar ABTS çözeltisi ile muamele edildikten sonra, 6 dk karanlıkta bekletilmiş, absorbansları 734 nm'de spektrofotometrik (Optizen 3220UV, Mecays, Güney Kore) olarak belirlenmiştir. 0.02-0.08 µmol Troloks aralığındaki standart çözeltiler ile hazırlanan $y=2979.8x-1.9041$ ($R^2=0.9997$) kalibrasyon eğrisinden faydalanarak hesaplamalar yapılmış, sonuçlar µmol Troloks eşdeğeri (TE) mL⁻¹ örnek olarak ifade edilmiştir.

DPPH metodu için, Brand-Williams ve ark. (1995)'nin prosedürlerine göre, 6×10^{-5} M DPPH çözeltisi ile ekstraktların muamele edilmesi, 30 dk karanlıkta bekletilmesi ile absorbansları 515 nm'de spektrofotometrik (Optizen 3220UV, Mecays, Güney Kore) olarak belirlenmiştir. 0.02-0.08 µmol Troloks aralığındaki standart çözeltiler ile hazırlanan $y=4004.8x-1.0638$ ($R^2=0.9985$) kalibrasyon eğrisinden faydalanarak hesaplamalar yapılmış, sonuçlar µmol Troloks eşdeğeri (TE) mL⁻¹ örnek olarak ifade edilmiştir. Antioksidan kapasite verileri, üçlü analiz sonucunun ortalaması \pm standart sapma olarak verilmiştir.

Toplam fenolik bileşen analizi

Kahve örneklerinin toplam fenolik bileşen (TFB) analizi Folin-Ciocalteu metoduna göre Apak ve ark. (2008)'nin analitik prosedürleri uygulanarak yapılmıştır. % 2'lik Na₂CO₃, 0.1 mol L⁻¹ NaOH çözeltisi içinde çözündürülerek Lowry A çözeltisi; % 0.5'lik CuSO₄, % 1 NaKC₄H₄O₆ çözeltisi içerisinde çözündürülerek Lowry B çözeltisi hazırlanmıştır. Sonrasında Lowry A ve Lowry B çözeltileri, 50:1 (v/v) oranında homojen olarak karıştırılarak Lowry C çözeltisi elde edilmiştir. Analiz için, ekstraktlar Lowry C ve Folin reaktifi ile muamele edilmiş, 30 dk karanlıkta bekletilmiş, absorbansları 750 nm'de spektrofotometrik (Optizen 3220UV, Mecays, Güney Kore) olarak belirlenmiştir. 10-500 mg GAE (Gallik asit eşdeğeri) L⁻¹ aralığındaki standart gallik asit çözeltiler ile hazırlanan $y=0.006x-0.0055$ ($R^2=0.9996$) kalibrasyon eğrisinden faydalanarak hesaplamalar yapılmış, sonuçlar mg GAE mL⁻¹ olarak ifade edilmiştir. TFB verileri, üçlü analiz sonucunun ortalaması \pm standart sapma olarak verilmiştir.

Fenolik bileşenlerin % biyoerişilebilirliğinin belirlenmesi

Kahve örneklerinin fenoliklerinin % biyoerişilebilirliği Anson ve ark. (2009)'na göre hesaplanmıştır (Eşitlik 1). Hesaplamaya göre % biyoerişilebilirlik, toplam fenolik içerik ve antioksidan kapasite analizi sonuçlarına göre elde edilen; biyoerişilebilir fenolik fraksiyonların, ekstrakte edilebilir ve hidrolize edilebilir fenolik fraksiyonlarının toplamına oranının, '%' olarak ifadesidir.

$$\% \text{ Biyoerişilebilirlik: } \frac{\text{BFF}}{\text{EFF}+\text{HFF}} \times 100 \quad (1)$$

EFF: Ekstrakte edilebilir fenolik fraksiyonu; HFF: Hidrolize edilebilir fenolik fraksiyonu; BFF: Biyoerişilebilir fenolik fraksiyonu

İstatistiksel analizler

Kahve örneklerine ait analiz sonuçlarından elde edilen veriler istatistiksel olarak SPSS Versiyon 22 (SPSS Statistical Analysis Software, IBM, Newyork, Amerika Birleşik Devletleri) programı kullanılarak değerlendirilmiştir. Her bir veri seti için (Kahve içeceği seti) öncelikle normallik dağılımına değerlendirilmiş (Oneway Anova, Levene); homojenlik gösteren değerler Bonferroni Yöntemi, homojenlik göstermeyen değerler ise Welch-Test kullanılarak % 95 güven aralığında analiz sonuçları arasındaki farkların anlamlılığı değerlendirilmiştir ($P<0.05$).

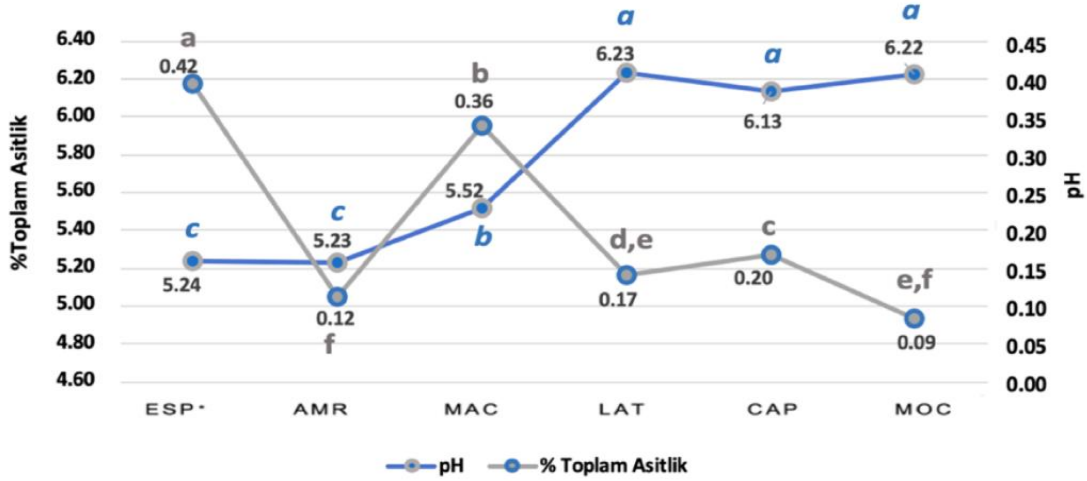
BULGULAR ve TARTIŞMA

Fiziko-kimyasal Değerlendirmeler

Kahvenin asit içeriği; kahvenin aromasını, lezzetini ve biyoaktif bileşenlerinin içeriğini belirleyen önemli bir unsurdur. Klorojenik asit, kahvenin acılığından sorumlu olup kahvenin asitliğini oluşturan ana bileşendir ve kahvenin kavrulma prosesi sırasında fenolik bileşenlerinin dekompozisyonunu sağlamaktadır (Moon ve ark., 2009). Kahvenin asitlik özelliğinden sitrik, malik, kinik, süksinik ve glukonik asit gibi suda çözünür özelliğe sahip düşük moleküler ağırlıklı birçok bileşik sorumludur (Rao ve Fuller, 2018). Çalışma kapsamında analiz edilen örneklere ait % toplam asitlik ve pH değerleri Şekil 1'de verilmiştir ($P<0.05$). Kahve örnekleri incelendiğinde; asitlik özelliği en yüksek olan örnek *Espresso* olarak belirlenmiştir. Örneklerin pH değerleri ise 5.23 ile 6.23 arasında değişirken, % toplam asitlik değerleri % 0.09 ve 0.42 arasında değişim göstermiştir.

İnek sütünün pH değeri genellikle 6.60-6.90 arasında değişmekte olup inek sütü ilavesi ile hazırlanan *Macchiato*, *Latte*, *Cappuccino* ve *Mocha* kahve örneklerinin pH değerlerinin 6.13 ve 6.23 arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Maier ve ark. (1983), kahvenin acılık algısında pH değerlerinin, titre edilebilir asitlik değerine göre acı tat ile daha iyi bir korelasyon sağladığını ifade etmiştir. Rao ve

Fuller (2018) ise; Brezilya, Etiyopya, Kolombiya, Myanmar ve Meksika olmak üzere farklı bölgelerden elde ettikleri kahve çekirdeklerini sıcak ve soğuk demleme metotlarına göre hazırlayarak örneklerin asitlik değerleri ile antioksidan kapasiteleri ve kafeoilkinik asit izomerleri içeriği arasında ilişkiyi incelemiştir. Hafif kavrulmuş kahve çekirdeklerini demleyerek yaptıkları hazırlama sonrasında, kahve örneklerinin pH değerlerinin 4.85-5.10 arasında değiştiğini belirlemiş ve ayrıca örneklere ait yüksek pH değerini, yüksek Troloks eşdeğer antioksidan kapasite (TEAK_{ABTS}) ile ilişkilendirmiştir. Aynı çalışmada diğer literatürlerle de uyumlu bir şekilde; kafeoilkinik içeriğinin, antioksidan aktivite ve düşük pH içeriği ile uyumluluk gösterdiği ifade edilmiştir.



Şekil 1. Kahve içecekleri % toplam asitlik ve pH değerleri

*ESP: Espresso; AMR: Americano; MAC: Macchiato; LAT: Latte; CAP: Cappuccino; MOC: Mocha

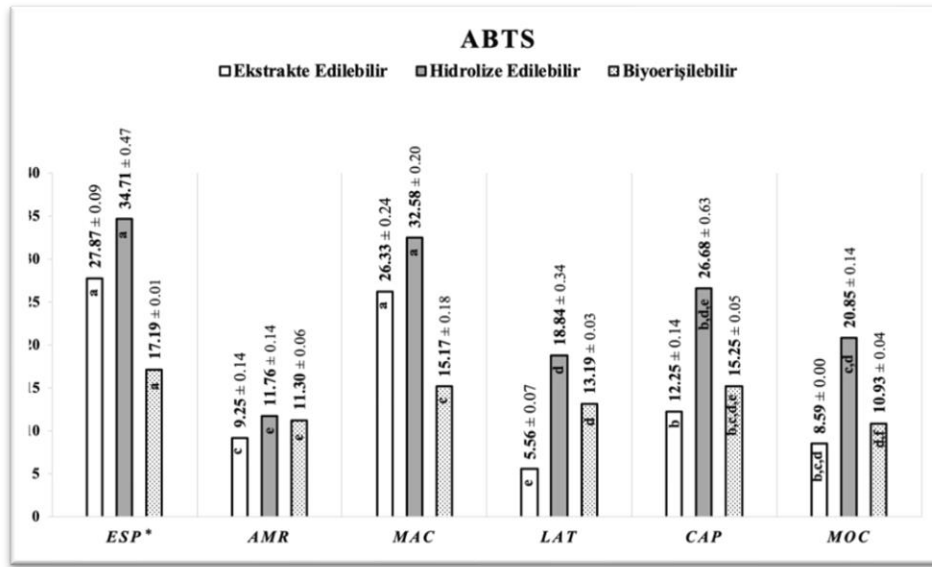
** Değerler grafikte ortalama olarak verilmiş olup, farklı harflerle (a-f) ifade edilen pH ve toplam asitlik değerleri istatistiksel olarak önemli ölçüde farklıdır (P<0.05)

Antioksidan kapasite ve toplam fenolik bileşen içeriği

Kahve içeceğinin hazırlanmasında tercih edilen demleme yöntemi; kavrulmuş-öğütülmüş kahve taneciklerinin su ile temasının kahve ekstraksiyonunda etkili olması nedeniyle; elde edilecek içeceğin antioksidatif potansiyelini belirleyen önemli bir aşamadır. Kullanılan demleme yönteminin yanı sıra kahve hazırlanırken kullanılan suyun sıcaklığı, basıncı, kahve/su oranı gibi demleme koşulları da etkilidir (Pérez-Martínez ve ark., 2010). Çalışmamızda, Espresso shot bazı ile hazırlanan kahve içeceklerinin, Espresso shot tüm örneklerde sabit olarak, hazırlama reçetelerine göre farklı oranlarda su, süt, süt köpüğü ve çikolata şurubu içeriğinin tüketimi gerçekleştirilen içeceklerin biyoaktif potansiyeline olan etkisi değerlendirilmiştir. Kahve örneklerine ait antioksidan kapasite (TEAK_{ABTS} ve TEAK_{DPPH}) ve TFB analiz sonuçları Şekil 2-4'de verilmiştir (P<0.05). Örnekler içerisinde bulunan kahve miktarları Espresso shot açısından değerlendirildiğinde, Espresso örneği en yoğun kahve içeren örnek olup, onu Espresso üzerine süt köpüğü ilave edilerek hazırlanan Macchiato takip etmektedir. Latte, Cappuccino ve Mocha üçlüsü incelendiğinde; Latte ve Cappuccino birim hacimde aynı orandan süt içermekte olup, Cappuccino'ya ilave edilen sütün yarısı buhar ile muamele edilmek suretiyle süt köpüğü haline getirilerek eklenmektedir. Bu nedenle Cappuccino bileşimindeki süt miktarının yarısı ısıyla nispeten daha fazla muamele edilmiştir. Mocha ise, Latte ile eş miktarda süt içermesinin yanı sıra çikolata şurubu içeriğine (15 mL) sahip olarak hazırlanmıştır. Americano ise Espresso'nun sıcak su ile seyreltilmesi ile elde edilmiştir.

Tüm analiz sonuçlar bir arada incelendiğinde; oransal içerik olarak kahve miktarları yakın olan Espresso ve Macchiato'nun antioksidan kapasite ve TFB verileri istatistiksel olarak benzerlik gösterirken; Latte, Mocha ve Cappuccino ise üçlü grup olarak benzerlik göstermiştir (P<0.05, Şekil 2-

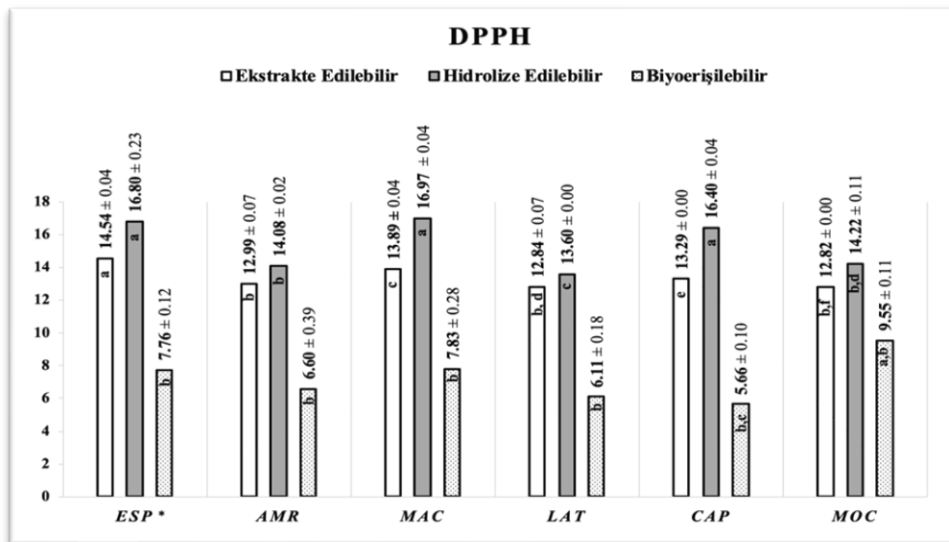
4). *Americano* ise; kahve içeriği birim hacimde en az olan örnek olarak diğer kahve içeceklerine kıyasla en düşük değerleri göstermiştir (Şekil 2-4). Tercih edilen metotlar değerlendirildiğinde; TEAK_{ABTS} ve TFB miktarı analizlerine göre örnekler benzer biyoaktif potansiyel deseni göstermekte olup, TEAK_{DPPH}'e göre daha iyi bir değerlendirme imkânı sunmuştur. Biyoerişilebilir fenolik fraksiyonları incelendiğinde ise; TEAK_{DPPH} ve TFB analizlerine göre *Macchiato* ve *Espresso* yakın değerler göstermiştir (TEAK_{DPPH}: *Espresso*: 7.83 $\mu\text{mol Troloks mL}^{-1}$, *Macchiato* 7.76 $\mu\text{mol Troloks mL}^{-1}$; TFB: *Espresso*: 87.43mg GAE mL^{-1} , *Macchiato*: 82.89 mg GAE mL^{-1}). *Latte*, *Mocha* ve *Cappuccino* üçlüsü ise; biyoaktif potansiyel olarak *Cappuccino*, *Mocha*, *Latte* olarak sıralanmış; biyoaktif potansiyel üzerinde süt köpüğünün sıcak süte göre daha etkili olduğu, çikolata şurubunun ise azaltıcı etki gösterdiği belirlenmiştir.



Şekil 2. Kahve içecekleri fenolik bileşenlerinin TEAK_{ABTS} değerleri

*ESP: Espresso; AMR: Americano; MAC: Macchiato; LAT: Latte; CAP: Cappuccino; MOC: Mocha

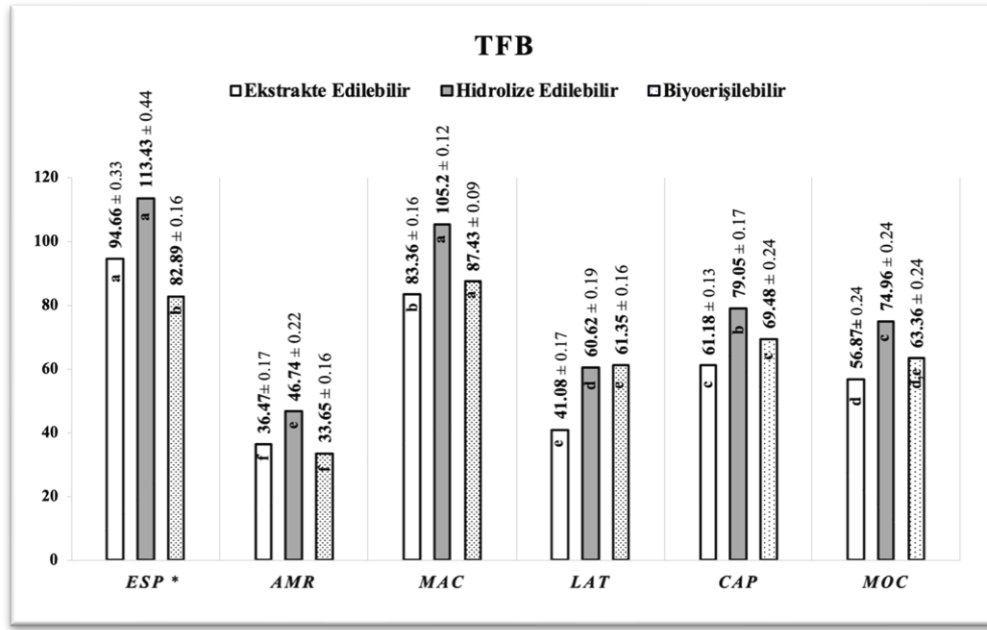
**Bar grafikler ile temsil edilen değerler ort±ss $\mu\text{mol Troloks mL}^{-1}$ olarak verilmiş olup, farklı harflerle (a-f) ifade edilen ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik fraksiyonlar istatistiksel olarak önemli ölçüde farklıdır (P<0.05)



Şekil 3. Kahve içecekleri fenolik bileşenlerinin TEAK_{DPPH} değerleri

*ESP: Espresso; AMR: Americano; MAC: Macchiato; LAT: Latte; CAP: Cappuccino; MOC: Mocha

**Bar grafikler ile temsil edilen değerler ort±ss $\mu\text{mol Troloks mL}^{-1}$ olarak verilmiş olup, farklı harflerle (a-f) ifade edilen ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik fraksiyonlar istatistiksel olarak önemli ölçüde farklıdır (P<0.05)



Şekil 4. Kahve içecekleri fenolik bileşenlerinin toplam fenolik bileşen değerleri

*ESP: Espresso; AMR: Americano; MAC: Macchiato; LAT: Latte; CAP: Cappuccino; MOC: Mocha

**Bar grafikler ile temsil edilen değerler ort±ss mg GAE mL⁻¹ olarak verilmiş olup, farklı harflerle (a-f) ifade edilen ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik fraksiyonlar istatistiksel olarak önemli ölçüde farklıdır (P<0.05)

Analiz sonuçları değerlendirildiğinde, tüm metotlara göre en yüksek değerler kahve örneklerinin hazırlanmasında baz olarak kullanılan *Espresso* örneğinde belirlenmiştir. TEAK_{ABTS} sonuçlarına göre *Espresso* ekstrakte edilebilir fenolik bileşen fraksiyonları 28.15±0.09 μmol Troloks mL⁻¹ olarak belirlenirken, hidrolize edilebilir fenolik fraksiyonları 35.04±0.14 μmol Troloks mL⁻¹ ve biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonları ise 30.28±0.08 μmol Troloks mL⁻¹ olarak belirlenmiştir. TEAK_{DPPH} sonuçlarına göre ise ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonları sırası ile 14.69±0.04, 17.98±0.02, 9.84±0.00 μmol Troloks mL⁻¹ belirlenmiştir. Hidrolize edilebilir fenolik bileşen fraksiyonları, ekstrakte edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonlarına göre daha yüksek değerler göstermesi, ekstraksiyon prosedürüne göre daha uzun süre daha yüksek sıcaklığa maruz kalması ile ilişkilendirilebilir. Kahve örneklerinde baz olarak kullanılan *Espresso*'ya buhar ile süt köpüğü haline getirilerek ya da ısıtılarak ilave edilen süt, antioksidan kapasite değerlerinde düşüşe sebep olmuştur. *Espresso*'yu, kahve miktarında olduğu gibi *Macchiato* takip etmektedir. *Latte*, *Cappuccino* ve *Mocha* üçlüsünde yapılan antioksidan kapasite ve TFB analizlerine göre; biyoaktif potansiyel olarak *Cappuccino*, *Latte*, *Mocha* sıralaması gözlemlenmiştir. Hazırlanış farklılıkları göze önünde bulundurulduğunda; sütün köpürtülmesi, ısıtılarak eklenmesine göre artırıcı etki gösterirken (*Latte-Cappuccino*); çikolata şurubu eklenerek hazırlanan *Mocha*, kahve miktarı nispeten daha fazla olmasına rağmen, *Latte*'den daha düşük değerler göstermiştir. *Espresso* ve *Americano*'ya kıyasla, kahve içeceklerindeki süt miktarı artışı ile antioksidan kapasite değerlerinde düşüş gözlemlenmiştir. Toplam asitlik ve pH değerleri incelendiğinde de örnekler arasında benzer davranış deseni gözlemlenmiştir.

TFB analizi sonuçlarına göre kahve örneklerinin hidrolize edilebilir, biyoerişilebilir ve ekstrakte edilebilir fraksiyonları sırası ile 48.49-95.61, 22.21-46.89, 10.48-22.97 mg GAE mL⁻¹ aralığında değerler göstermiş olup en yüksek değerler *Espresso* ve *Macchiato* örneklerinde belirlenmiştir. Örnekler kendi aralarında, antioksidan kapasite analiz sonuçlarına benzer biyoaktif potansiyel göstermiş olup, süt miktarı artışının, TFB değerlerinde düşüşe sebep olduğu; en yüksek TFB değerinin, en yoğun kahve içeriğine sahip olan *Espresso* örneğinde belirlendiği gözlemlenmiştir. Hidrolize edilebilir

fenolik bileşikler en yüksek değerleri gösterirken, antioksidan kapasite analizlerine göre farklı olarak biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonları, ekstrakte edilebilir fenolik bileşen ekstraksiyonlardan daha yüksektir. Metodolojik farklılıklar değerlerdeki farklılığın temel sebebi olarak görülmektedir. Folin-Ciocalteu metodu, TFB içeriğinin belirlenmesinde kullanılan ve bilinen bir yöntemdir. Folin-Ciocalteu metodu başlangıçta proteinlerde fenolik amino asitlerden (triptofan, tirozinden vb.) yararlanılan protein analizi için tasarlanmış olup (Folin ve Ciocalteu 1927) analiz prensibi; Mo^{6+} iyonunun, alkali ortamda fenolik antioksidanlardan bir elektron alınarak Mo^{5+} 'e indirgemesine dayanmaktadır. Folin-Ciocalteu ajanı; sütün lipid fazında radikal süpürücüler olarak kabul edilen vitamin (örn. C ve E vitaminleri), peptit ve karotenoid gibi bileşikler de indirgeyebilmekte (Shahidi ve Zhong 2015), analiz belirlenici özelliği olan mavi bir rengin oluşmasına neden olmaktadır (Sanchez-Rangel ve ark., 2013). Bu da TFB değerlerinin nispeten daha yüksek olma durumunu açıklamaktadır.

Süt proteinlerinin fenoliklerin baskınlığı nedeniyle süt ilavesinin polifenol içeriğinde ve dolayısıyla kahve antioksidan kapasitesinde önemli bir azalmaya neden olduğunu önceki çalışmalar göstermiştir (Niseteo ve ark., 2012). Kahve polifenollerinin antioksidan özellikleri ve biyoyararlanımının; süt bileşenleri, özellikle de süt proteinleri ile olası etkileşimlerden etkilenebileceğini belirlenmiştir (Quan ve ark., 2020). Sanchez-Gonzalez ve ark. (2005) İtalyan tarzı, filtre ve *Espresso* olarak 3 farklı şekilde demlenmiş kahve örneklerine farklı miktarda süt ilavesi ile beraber süt miktarı ile orantılı olarak örneklerin antioksidan kapasitesinin azaldığını belirlemiştir. Kahve polifenollerini, süt proteinleri ve diğer bileşenlerin yapısal özelliklerinin yanı sıra sıcaklık ve pH gibi diğer bazı koşullar da bağlama kuvvetlerini etkileyebilen ve dolayısıyla biyoaktif potansiyellerin değişmesine neden olan önemli faktörlerdir (Rashidinejad ve ark., 2021). Klorojenik asit ve türevlerinin kahvedeki başlıca antioksidanlar olması sebebi ile, kahve içeceklerinin antioksidan kapasitesinin birincil göstergeleri olarak kabul edilmektedir (Niseteo ve ark., 2012). Süt proteinleri ve kahve fenolikleri arasındaki olası ana etkileşim, kovalent bağlanma ile gerçekleşmekte olup esas olarak bunların kovalent etkileşimleri ve tiyol-disülfid değişimleri nedeniyle oluşmaktadır (Ali ve ark., 2013).

Niseteo ve ark. (2012) çalışmalarında, farklı demleme yöntemlerinin kahve örneklerinin fenolik bileşik, kafein ve klorojenik asit türevlerinin içeriğinin yanı sıra antioksidan kapasite üzerindeki etkilerini incelemiştir. Sütün, kahvenin biyoaktif bileşenlerinin içeriği üzerindeki etkisini incelemek için ise *Macchiato* ve *Latte* örneklerini analiz etmiştir. TFB analizine göre, süt ilave edilmeden hazırlanan kahve örnekleri, süt ilave edilen örneklere kıyasla, daha yüksek değerler göstermiştir ve araştırmacılar süt ilavesi ile kaynaklanan azalmayı polifenollerin polifenol-protein kompleksleri oluşturma eğilimi ile ilişkilendirmiştir. Sharma ve ark. (2008) sütün inhibitör etkisinin, polifenollerin kovalent ve kovalent olmayan etkileşimler yoluyla süt kazeinlerine bağlanmasıyla ilgili olabileceğini ifade etmiştir. Bu etkileşimler, bir proteine bağlı birden çok polifenol veya bir polifenole bir veya daha fazla proteinin, birden fazla bölgesine bağlanması ile de gerçekleşebilmektedir. İki farklı mekanizma da proteinin çökmesini ve bağlanan polifenollerin çözelti içindeki serbest oksidanlar ile etkileşimini sınırlandırmakta, bu yolla kahve içeceklerinin de antioksidan kapasitesinde düşüşe neden olmaktadır. Protein-polifenol afinitesinin polifenol tipine, çözünürlüğüne, moleküler boşluğa, ağırlığa ve glikosilat, hidroksilat ve metilat fonksiyonel gruplarının varlığına güçlü bir şekilde bağlı olduğu belirtilmektedir (Yıldırım-Elikoglu ve Erdem 2018). Kazeinlere ek olarak, peynir altı suyu proteinleri (özellikle β -laktoglobulin) de kahve polifenollerini etkileşime girebilir. Polifenollerin, β -laktoglobulin ve α -laktalbüminin serbest sistein grupları ile etkileşime girebilmektedir (Yıldırım-Elikoglu ve Erdem, 2018). Li ve ark. (2020) çalışmalarında β -kazeine karşı bağlanma afiniteleri incelenen altı farklı

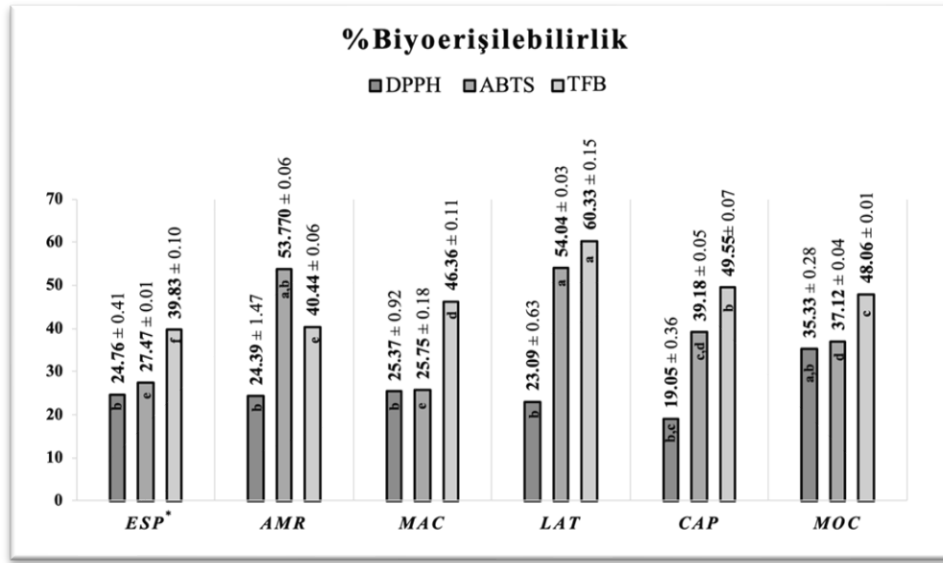
fenolik bileşiklerden kafeik asidin en yüksek afiniteye sahip olduğunu belirlemiş, kafeik asidi klorojenik asidin izlediğini ifade etmiş ve fenolik asitlerin tip, metilasyon, hidroksilasyon ve sterik engel gibi yapısal özelliklerinin β -kazeine bağlanma afinitelerini etkilediği bildirilmiştir. Dupas ve ark. (2006) ise kahvenin antioksidan içeriğinin temelini oluşturan klorojenik asidin, miktarının üçte biri kadar süt proteini ile reaksiyona girebildiğini belirlemiştir. Bu da kahve içeriğindeki klorojenik asidin bağlanmasına bağlı olarak, antioksidan kapasitenin düşüşü ile gözlemlenmiştir. Ayrıca, fenolik bileşiklerin antioksidan kapasitesi, aktif veya komşu -OH gruplarının moleküller arası veya moleküller arası hidrojen bağlanması yoluyla değişebilmektedir (Amorati ve Valgimigli, 2012). Süt proteinlerinin yanı sıra yağ ve minerallerin kahve polifenollerini ile hidrofobik, kovalent ve kovalent olmayan etkileşimler de antioksidan aktivite üzerinde önemli düzeyde maskeleyici etki göstermektedir (Dupas ve ark., 2006; Tagliazucchi ve ark., 2012; Stojadinovic ve ark., 2013). Güçlü bir şekilde meydana gelen protein-polifenol etkileşimleri, sütlü kahve içeceklerinin antioksidan potansiyelini sınırlayan faktörlerdir. Kahve içeceklerine eklenen sütün, TFB içeriğini etkilemenin yanı sıra, kahve fenolik bileşiklerinin biyoerişilebilirliğini ve biyoaktivitesini önemli ölçüde etkilediği belirlenmiştir (Dupas ve ark., 2006; Tagliazucchi ve ark., 2012).

Kahve örneklerinin *in-vitro* ortamda, gastrik ve intestinal sindirim enzimleri ile muamele edilerek elde edilen biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonları incelendiğinde, TEAK_{ABTS} sonuçları 10.93-17.19 $\mu\text{mol Trolox mL}^{-1}$ arasında değerler alırken; TEAK_{DPPH} sonuçları 5.66-9.55 $\mu\text{mol Trolox mL}^{-1}$ arasında değerler göstermiştir. Kahve içeceklerinin ekstrakte edilebilir ve hidrolize edilebilir fenolik fraksiyonlarında olduğu gibi, biyoerişilebilir fraksiyonların sonuçlarına göre süt miktarının artışı antioksidan kapasite değerlerinde düşüşe sebep olmuştur. Arts ve ark. (2002), polifenol-süt protein komplekslerinin oluşumunun, polifenollerin biyoyararlılığını ve *in-vivo* antioksidan potansiyelini azaltabileceğini öne sürerken; Yuksel ve ark. (2010) ise sütün, polifenollerinin antioksidan kapasitesi ve biyoyararlılığı üzerinde istatistiksel bir farklılık yaratmadığını belirlemiştir.

Biyoerişilebilir fenolik fraksiyon değerlerindeki değişkenlik, Rodriguez-Roque ve ark. (2014) tarafından, fenolik bileşenlerin gastro-intestinal sistemde asidik ve alkali koşullar altında oksidasyona, polimerizasyona veya transformasyona gösterdikleri stabilitesizlik ile ilişkilendirilmiştir. Sindirim enzimleri tarafından proteinlere ve karbonhidratlara bağlanan fenolik bileşiklerin hidrolize edilebileceğini, bu değişimden süt matrisinin etkilendiğini ve TFB içeriğinin değiştiği ifade edilmiştir. Ayrıca kahve fenoliklerinin süt yağı ile etkileşerek, sindirim sırasında misellere dahil olmalarını indüklemektedir. Böylece sindirim sırasında stabilitesizliklerini arttırdığını ve biyoerişilebilirliği arasında pozitif bir ilişki olduğunu belirlenmiştir (Otemuyiwa ve ark., 2017; Alongi ve ark., 2019). *İn-vitro* ve *in-vivo* analizler, süt proteinlerinin kovalent ve kovalent olmayan etkileşimlerle klorojenik asitlere bağlanabileceğini doğrularak, kahve ve sütün eşzamanlı tüketiminin bireylerde klorojenik asitlerin emilimini baskılayabileceğini göstermiştir (Duarte ve Farah, 2011).

Kahve örneklerinin ABTS, DPPH ve TFB analiz sonuçlarına göre % biyoerişilebilirlik değerleri Şekil 5'te verilmiştir ($P < 0.05$).

Örneklerin, biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonlarının potansiyelini ortaya koyan oransal değerlendirmeye göre; *Latte* örneği DPPH, ABTS ve TFB analizlerine göre sırasıyla % 23, % 54, % 60 ile en yüksek biyoerişilebilirlik değerine sahip örnek olarak belirlenmiştir. Oransal hesaplama, *Macchiato* hazırlanmasında elde edilen içeceğin biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonlarının potansiyelini ortaya koymaktadır. Kahvenin sindirimi ile ilgili yapılan çalışmalar incelendiğinde ise, Podio ve ark. (2015) fenolik bileşik % 30'dan azının biyoerişilebilirliğinin olduğunu ifade etmiştir.



Şekil 5. Kahve içecekleri % biyoerişilebilirlik değerleri

*ESP: Espresso; AMR: Americano; MAC: Macchiato; LAT: Latte; CAP: Cappuccino; MOC: Mocha

**Bar grafikler ile temsil edilen değerler ort±ss olarak verilmiş olup, farklı harflerle (a-f) ifade edilen DPPH, ABTS ve TFB değerleri istatistiksel olarak önemli ölçüde farklıdır (P<0.05)

SONUÇ

Çalışma kapsamında, satışı yapılmakta olan, 2. nesil kahvecilikte önemli bir yere sahip olan Espresso kahvesinin ve hazırlanmalarında Espresso'nun baz olarak kullanıldığı Americano, Macchiato, Latte, Cappuccino ve Mocha kahve içeceklerinin; ekstrakte edilebilir, hidrolize edilebilir ve biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonlarının TEAK_{ABTS} ve TEAK_{DPPH} yöntemlerine göre antioksidan kapasite ve Folin-Ciocalteu metoduna göre de TFB içeriği belirlenmiş ve metotlara göre örneklerin % biyoerişilebilirlik değerleri hesaplanmıştır. Biyoerişilebilir fenolik bileşen fraksiyonları TEAK_{ABTS}'ye göre 10.93-17.19 $\mu\text{mol Troloks mL}^{-1}$ arasında değerler alırken; TEAK_{DPPH}'ye göre 5.66-9.15 $\mu\text{mol Troloks mL}^{-1}$ arasında değerler aldığı belirlenmiştir. Metotların % biyoerişilebilirlik değerleri incelendiğinde ise, en yüksek değerlerin Latte örneğinde, TEAK_{DPPH}, TEAK_{ABTS} ve TFB analizlerine göre sırasıyla % 23, % 54, % 60 olarak belirlenmiştir. Örneklerin kahve miktarı arttıkça antioksidan kapasite ve TFB değerlerin yükseldiği, süt miktarı arttıkça azaldığı; sütün buharla muamele edilmesinin ısıtılarak ilave edilmesine kıyasla nispeten artırıcı etki gösterdiği gözlemlenmiştir. Bu etkinin süt-kahve etkileşiminin yanı sıra ilave edilen su, süt, süt köpüğü ile seyreltilmesinin de etkisi olduğu düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR

Çalışmanın yapılması için örneklerin teminini sağlayan, bilgi ve tecrübelerini paylaşan Burak Sinkiler'e ve Coffee Sinky (Bursa) ekibine teşekkür ederim.

KAYNAKLAR

- Ali M, Homann T, Khalil M, Kruse HP, Rawel H, 2013. Milk Whey Protein Modification by Coffee-Specific Phenolics: Effect on Structural and Functional Properties. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 61(28): 6911–6920.
- Alongi M, Calligaris S, Anese M, 2019. Fat Concentration and High-Pressure Homogenization Affect Chlorogenic Acid Bioaccessibility and α -glucosidase Inhibitory Capacity of Milk-Based Coffee Beverages. Journal of Functional Foods, 58: 130–137.

- Amorati R, Valgimigli L, 2012. Modulation of the Antioxidant Activity of Phenols by Non-Covalent Interactions. *Organic and Biomolecular Chemistry*, 10(21): 4147–4158.
- Anson NM, Selinheimo E, Havenaar R, Aura AM, Mattila I, Lehtinen P, Bast A, Poutanen K, Haenen GR, 2009. Bioprocessing of Wheat Bran Improves In Vitro Bioaccessibility and Colonic Metabolism of Phenolic Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(14): 6148–6155.
- AOAC. 1990. Official Methods of Analysis. Maryland, USA: Association of Official Analytical, Chemists International.
- Apak R, Guclu K, Ozyurek M, Celik SE, 2008. Mechanism of Antioxidant Capacity Assays and the CUPRAC (Cupric Ion Reducing Antioxidant Capacity) Assay. *Microchimica Acta*, 160(4): 413–419.
- Arts MJ, Haenen GR, Wilms LC, Beetstra SA, Heijnen CG, Voss HP, Bast A, 2002. Interactions Between Flavonoids and Proteins: Effect on the Total Antioxidant Capacity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(5): 1184–1187.
- Baruönü FÖ, Örs M, 2018. İkinci Dalga Kahve Tercihini Etkileyen Faktörler: İçtiğimiz Kahveleri Tanıyor Muyuz?. *Journal of Tourism and Gastronomy Studies*, 6(4): 150–173.
- Bermúdez-Soto MJ, Tomás-Barberán FA, García-Conesa MT, 2007. Stability of Polyphenols in Chokeberry (*Aronia melanocarpa*) Subjected to In Vitro Gastric and Pancreatic Digestion. *Food Chemistry*, 102(3): 865–874.
- Bouayed, J, Deußer, H, Hoffmann, L, Bohn T, 2012. Bioaccessible and Dialysable Polyphenols in Selected Apple Varieties Following In Vitro Digestion vs. Their Native Patterns. *Food Chemistry*, 131(4): 1466–1472.
- Brand-Williams W, Cuvelier ME, Berset CLWT, 1995. Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. *LWT - Food Science and Technology*, 28(1): 25–30.
- Clifford MN, Knight S, 2004. The Cinnamoyl-Amino Acid Conjugates of Green Robusta Coffee Beans. *Food Chemistry*, 87(3): 457–463.
- Duarte GS, Farah A, 2011. Effect of Simultaneous Consumption of Milk and Coffee on Chlorogenic Acids' Bioavailability in Humans. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(14): 7925–7931.
- Dupas CJ, Marsset-Baglieri AC, Ordonaud CS, Ducept FM, Maillard MN, 2006. Coffee Antioxidant Properties: Effects of Milk Addition and Processing Conditions. *Journal of Food Science*, 71(3): 253–258.
- Ekbatan SS, Sleno L, Sabally K, Khairallah J, Azadi B, Rodes L, Parakash S, Donnelly DJ, Kubow S, 2016. Biotransformation of Polyphenols in a Dynamic Multistage Gastrointestinal Model. *Food Chemistry*, 204: 453–462.
- Folin O, Ciocalteu V, 1927. On Tyrosine and Tryptophane Determinations in Proteins. *Journal of Biological Chemistry*, 73(2): 627–650.
- Girginol CR, 2018. Kahve Fincandan Lezzete, Oğlak Yayıncılık ve Reklamcılık Ltd. Şti., İstanbul, Türkiye, 208 s. ISBN: 9789753292757.
- Hernández-Ledesma B, Dávalos A, Bartolomé B, Amigo L, 2005. Preparation of Antioxidant Enzymatic Hydrolysates from α -lactalbumin and β -lactoglobulin. Identification of Active Peptides by HPLC-MS/MS. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(3): 588–593.
- Kaya G, Toker S, 2019. Kahve Tüketim Alışkanlıklarının İncelenmesi: İstanbul. *Uluslararası Ekonomi Siyaset İnsan ve Toplum Bilimleri Dergisi*, 2(3): 146–164.
- Li T, Li X, Dai T, Hu P, Niu X, Liu C, Chen J, 2020. Binding Mechanism and Antioxidant Capacity of Selected Phenolic Acid- β -casein Complexes. *Food Research International*, 129: 108802.
- Lindmark-Månsson H, Åkesson B, 2000. Antioxidative Factors in Milk. *British Journal of Nutrition*, 84(S1): 103–110.
- Maier HG, Balcke C, Thies FC, 1983. Die Säuren des Kaffees. VI. Abhängigkeit des Sauren Geschmacks von pH-Wert und Säuregrad. *Lebensmittelchemie Gericht Chemie*, 37: 81-83 (In German).
- McClements DJ, Xiao H, 2014. Excipient Foods: Designing Food Matrices That Improve the Oral Bioavailability of Pharmaceuticals and Nutraceuticals. *Food & Function*, 5(7): 1320–1333.

- Moon JK, Yoo HS, Shibamoto T, 2009. Role of Roasting Conditions in the Level of Chlorogenic Acid Content in Coffee Beans: Correlation with Coffee Acidity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(12): 5365–5369.
- Niseteo T, Komes D, Belščak-Cvitanović A, Horžić D, Budeč M, 2012. Bioactive Composition and Antioxidant Potential of Different Commonly Consumed Coffee Brews Affected by Their Preparation Technique and Milk Addition. *Food Chemistry*, 134(4): 1870–1877.
- Otemuyiwa IO, Williams MF, Adewusi SA, 2017. Antioxidant Activity of Health Tea Infusions and Effect of Sugar and Milk on In-Vitro Availability of Phenolics in Tea, Coffee and Cocoa Drinks. *Nutrition & Food Science*.
- Pérez-Martínez M, Caemmerer B, De Peña MP, Cid C, Kroh LW, 2010. Influence of Brewing Method and Acidity Regulators on the Antioxidant Capacity of Coffee Brews. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58(5): 2958–2965.
- Podio NS, López-Froilán R, Ramirez-Moreno E, Bertrand L, Baroni MV, Pérez-Rodríguez ML, Sánchez-Mata MC, Wunderlin DA, 2015. Matching In Vitro Bioaccessibility of Polyphenols and Antioxidant Capacity of Soluble Coffee by Boosted Regression Trees. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63(43): 9572–9582.
- Porrini M, Riso P, 2008. Factors Influencing the Bioavailability of Antioxidants in Foods: A Critical Appraisal.
- Prior RL, Wu X, Schaich K, 2005. Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(10): 4290–4302.
- Quan W, Qie X, Chen Y, Zen M, Qin F, Chen J, He Z, 2020. Effect of Milk Addition and Processing on the Antioxidant Capacity and Phenolic Bioaccessibility of Coffee by Using an In Vitro Gastrointestinal Digestion Model. *Food Chemistry*, 308: 125598.
- Rao NZ, Fuller M, 2018. Acidity and Antioxidant Activity of Cold Brew Coffee. *Scientific Reports*, 8(1): 1–9.
- Rashidinejad A, Tarhan O, Rezaei A, Capanoglu E, Boostani S, Khoshnoudi-Nia S, Samborska K, Garavand F, Shaddel R, Akbari-Alavijeh S, Jafari SM, 2021. Addition of Milk to Coffee Beverages; the Effect on Functional, Nutritional, and Sensorial Properties. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1–21.
- Rodríguez-Roque MJ, Rojas-Graü MA, Elez-Martínez P, Martín-Belloso O, 2014. In Vitro Bioaccessibility of Health-Related Compounds as Affected by the Formulation of Fruit Juice-and Milk-Based Beverages. *Food Research International*, 62: 771–778.
- Sanchez-Gonzalez I, Jiménez-Escrig A, Saura-Calixto F, 2005. In Vitro Antioxidant Activity of Coffees Brewed Using Different Procedures (Italian, espresso and filter). *Food Chemistry*, 90(1-2): 133–139.
- Sanchez-Rangel JC, Benavides J, Heredia JB, Cisneros-Zevallos L, Jacobo-Velázquez DA, 2013. The Folin-Ciocalteu Assay Revisited: Improvement of Its Specificity for Total Phenolic Content Determination. *Analytical Methods*, 5(21): 5990–5999.
- Shahidi F, Zhong Y, 2015. Measurement of Antioxidant Activity. *Journal of Functional Foods*, 18: 757–781.
- Sharma V, Kumar HV, Rao, LJM, 2008. Influence of Milk and Sugar on Antioxidant Potential of Black Tea. *Food Research International*, 41(2): 124–129.
- Stojadinovic M, Radosavljevic J, Ognjenovic J, Vesic J, Prodic I, Stanic-Vucinic D, Velickovic TC, 2013. Binding Affinity Between Dietary Polyphenols and β -lactoglobulin Negatively Correlates with the Protein Susceptibility to Digestion and Total Antioxidant Activity of Complexes Formed. *Food Chemistry*, 136(3-4): 1263–1271.
- Tagliazucchi D, Helal A, Verzelloni E, Conte A, 2012. The Type and Concentration of Milk Increase The In Vitro Bioaccessibility of Coffee Chlorogenic Acids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(44): 11056–11064.
- Vignoli JA, Bassoli DG, Benassi MDT, 2011. Antioxidant Activity, Polyphenols, Caffeine and Melanoidins in Soluble Coffee: The Influence of Processing Conditions and Raw Material. *Food Chemistry*, 124(3): 863–868.

- Vitali D, Dragojević IV, Šebečić B, 2009. Effects of Incorporation of Integral Raw Materials and Dietary Fibre on the Selected Nutritional and Functional Properties of Biscuits. *Food Chemistry*, 114(4): 1462–1469.
- Yildirim-Elikoglu S, Erdem YK, 2018. Interactions Between Milk Proteins and Polyphenols: Binding Mechanisms, Related Changes, and the Future Trends in the Dairy Industry. *Food Reviews International*, 34(7): 665–697.
- Yuksel Z, Avci E, Erdem YK, 2010. Characterization of Binding Interactions Between Green Tea Flavanoids and Milk Proteins. *Food Chemistry*, 121(2): 450–456.
- Zulueta A, Maurizi A, Frígola A, Esteve MJ, Coli R, Burini G, 2009. Antioxidant Capacity of Cow Milk, Whey and Deproteinized Milk. *International Dairy Journal*, 19(6-7): 380–385.

To Cite: Ensarioğlu M, Demirhan S, 2022. Effect of Calcite on Fresh and Hardened Properties of Expanded Perlite Blended Cement Mortars. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 806-819

Effect of Calcite on Fresh and Hardened Properties of Expanded Perlite Blended Cement Mortars

Mustafa ENSARİOĞLU¹, Serhat DEMİRHAN^{1*}

ABSTRACT: Expanded perlite, which is mostly used for purposes such as lightweight concrete and insulation, contains a high percentage of silica and alumina. Problems in early-term strength development occur with the high-volume substitution of normal weight and lightweight pozzolanic materials in the production of cement. It was thought that it would be important to examine the early period fresh and hardened properties of expanded perlite blended cement including nano and micronized calcite minerals with high reactivity and high specific surface area/volume ratio. For this purpose, a total of nine different mortar mixtures containing 0%, 6% and 18% expanded perlite and 5% nano and micronized calcite were designed for replacing by cement. For mortar samples modified with nano and micronized calcite and containing expanded perlite at different rates; mini slump flow test, standard consistency, setting times and soundness (Le Chatelier Method) tests/analyses were performed as fresh and early period properties. In addition to this, compressive strength and ultrasound pulse velocity tests were performed for the curing ages of 7, 28 and 120 days as hardened properties. Experimental results showed that expanded perlite negatively affects the early and hardened properties of mortars, and in general, improvements are achieved with nano/micronized calcite substitution. 23.2% and 45.4% of strength development has been achieved in the mixture including both calcite and expanded perlite within the curing ages of 7-28 days and 7-120 days, respectively. Also, a maximum of 5.7% of reduction was observed in EP blended cement mortars, including 18% of EP. Since nano-sized calcite has a higher surface area compared to micronized calcite, better contributions to the fresh and hardened properties were observed in the utilisation of nano-sized calcite.

Keywords: Expanded perlite, Nano and micronized calcite, Setting time, Unit weight, Ultrasonic pulse velocity

¹Mustafa ENSARİOĞLU ([Orcid ID: 0000-0001-7790-0742](https://orcid.org/0000-0001-7790-0742)), Serhat DEMİRHAN ([Orcid ID: 0000-0001-5448-9495](https://orcid.org/0000-0001-5448-9495)), Batman University, Engineering Faculty, Civil Engineering Department, Batman, Turkey

*Corresponding Author: Serhat DEMİRHAN, e-mail: drserhatdemirhan@gmail.com; serhat.demirhan@batman.edu.tr

The data used in this article was obtained from Mustafa ENSARİOĞLU's Master's thesis.

It was presented orally in the symposium titled "International Pumice and Perlite Symposium (PuPeS'21)" organized by Bitlis Eren University on 4-6 November 2021.

INTRODUCTION

Activities in mankind's life results in a worldwide CO₂ emission which is approximately 3.6 billion tons of CO₂ for each year (Long et al., 2019). A remarkable quantity of which (5-10%) belongs to the production process of cement clinker, namely ordinary Portland cement (Thwe et al., 2021). It is well-known that the utilization of mineral admixtures such as silica fume, fly ash, and blast furnace slag in the production of cement-based materials makes the hardened properties of cementitious material stronger and denser, namely better performance properties (Noaman et al., 2019). Performance contributions of pozzolans depends on its type and replacement fraction; but in general, pozzolans enhance fresh and hardened properties, i.e., strength and durability, and also decrease the fee of the cement-based material (Soydan et al., 2018). In terms of sustainability, they are great of importance and make some contributions such as enhanced durability which decreases repair charge and materials consumption, reduced energy and also cement production which lessens environmental impact of clinker production via decreased CO₂ emission (Erdem et al., 2007). Perlite is a naturally available glassy pozzolanic material widely available in lots of countries such as Turkey, Greece, Hungary and Japan (Rashad, 2016). Particularly this reserve is more abundant in Turkey, in which two-third of the world perlite reserve is available (El Mir et al., 2020). Owing to its glassy structure including high amount of silica and alumina, Perlite is categorized as a natural pozzolanic material. When Perlite is undergone to high amount of heat, it expands five to twenty times its raw volume and having too low specific gravity makes it more available for applications such as lightweight cementitious systems, both thermal and acoustic insulations and gardening (El Mir and Nehme, 2017; Detphan et al., 2018; Saraçoğlu et al., 2020). Expanded perlite is a useful pozzolanic material being utilized in lots of areas, mostly as a light filler or an insulation material (Pichór et al., 2015). In the case of expansion of perlite material, as well as processing of expanded perlite, a remarkable amount of waste perlite is obtained. Residual perlite a material having a finer particle of intensely low bulk density (generally between 60 kg/m³ and 120 kg/m³) (Erdem et al., 2007), which makes the utilization of the expanded perlite too hard in terms of storing and transporting. Thus, utilization of residual expanded perlite is an issue either. This issue is widespread for all the manufacturers and users of expanded perlite, resulting in an increment in operational charges. Hitherto, a lot of methods such as an insulation material, a lightweight aggregate and so on for the utilization of residual expanded perlite has been followed. Since the utilization of expanded perlite as a partially replaced mineral by cement results in a reduction in the compressive strength of the cementitious materials (Abed and Nemes, 2019), therefore, activating the expanded perlite by utilization of nano-sized and micronized calcite minerals is another method in order to balance the reduction in strength or to enhance fundamental mechanical properties of cementitious material. Of which, the synergy between aluminate phase of the expanded perlite and calcite minerals will result in additional hydration products (Demirhan, 2020; Demirhan, 2022; Çalışkan et al., 2022), since expanded perlite has a high amount of aluminate phase. Nanomaterials are new generation particles that have a particle size of one billionth of a meter and have a high reactivity due to their high surface area to volume ratio. Nowadays, many nanomaterials such as Nano Al₂O₃ (NA), Nano TiO₂ (NT), Nano SiO₂ (NS) and Nano CaCO₃ (NCC) are used to improve the microstructural properties of cement-based materials and also to increase their performance. The action mechanisms of nansized materials can be generally evaluated under three main headings as nucleation effect, chemical effect and dilution effect. While nucleation and filler effects are dominant in the hydration mechanism with nanoparticles such as NS and NA (Guo and Li, 2021), chemical effect is more dominant (in addition to the nucleation and filler effect) in nano-sized

limestone formations such as NCC and nano-sized calcite (NC) (Cao et al., 2019; Wu et al., 2021; Wang et al., 2018). In the production of nanomaterials, two types of production approaches are followed: Top-Down and Bottom-Up. In general, nanoparticles produced by the top-down approach are obtained with a well-graded grain distribution and relatively inexpensively. Nanoparticles produced by the bottom-up approach have a uniform particle size and are also relatively more expensive because a special application and production technique is required (Demirhan, 2020). Although general engineering properties of expanded perlite have been reported by lots of experimental studies (Khanna et al., 2018), no researches have been reported in the literature about the utilization of expanded perlite modified by nano-sized and micronized calcite minerals in manufacturing cements. Therefore, the main goal of the study was intended to examine the combination of expanded perlite and calcite minerals on the fundamental performance properties of cementitious mortar. Test results showed that the residual expanded perlite activated by calcite minerals could be used as a mineral admixture in the production of cementitious materials.

MATERIALS AND METHODS

Materials

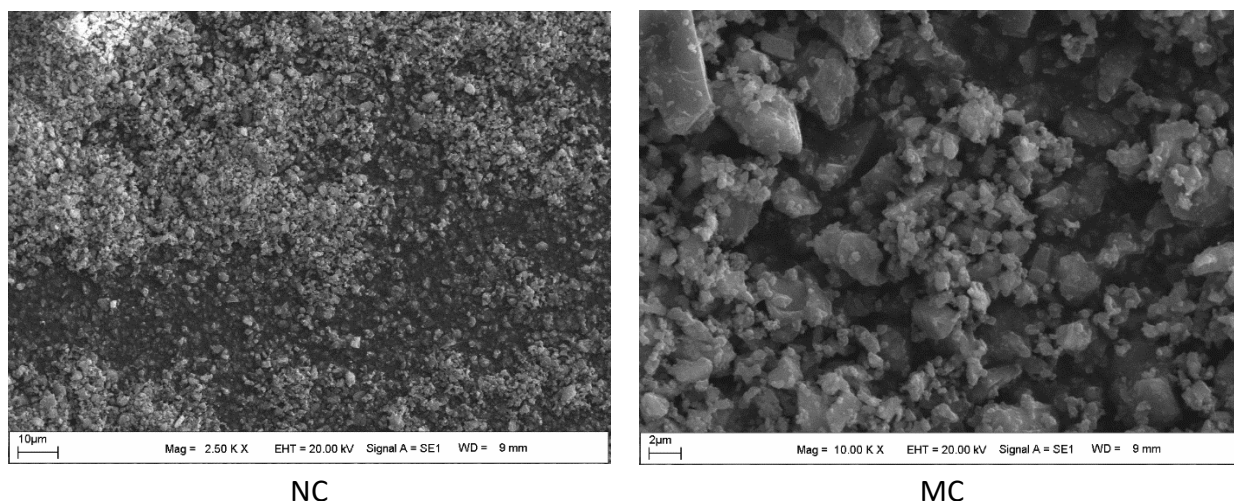
CEM I 52.5R white cement (PC) satisfying minimum requirements of TS EN 197-1 (2012), expanded perlite (EP), nano-sized calcite (NC), micronized calcite (MC), standard CEN Reference Sand with a maximum grain size of 2 mm satisfying requirements of TS EN 196-1 (2016) and also drinkable water were used in the production of mortar samples. Chemical compositions and physical properties of PC, EP, NC and MC are presented in Table 1. SEM images of NC and MC are given in Figure 1.

Experimental procedure

Since nano-sized minerals have a high “specific surface area to volume ratio”, in general, there is a tendency of agglomeration in the utilisation of them. Therefore, even though both ultrasonication and surfactant were also widely preferred to overcome this issue, the most commonly used method of mechanical intergrinding was followed for the blending process of each mixture since mechanical intergrinding is widely preferred and more appropriate in the field applications (Demirhan, 2020). Nine mixtures were tailored in accordance with TS EN 197-1 and each mixture was produced depending on the amount of the ingredients (kindly, see Table 1). The data for mini slump flow test conducted in accordance with ASTM C 1437-15 (2015), standard consistency and setting times were obtained as a fresh property. In addition, unit weight and soundness (Le Chatelier) properties for 1-day curing age and both compressive strength and ultrasonic pulse velocity for the curing ages of 7, 28 and 120 days were also determined as a hardened property. For this purpose, in order to determine standard consistency and setting times, Vicat test were used in accordance with TS EN 196-3 (2017). Also, standard mortar prisms with dimensions of 4 cm × 4 cm × 16 cm were cast and a compression machine with a capacity of 2000 kN was utilized with respect to TS EN 196-1 for determining compressive strength of prism samples. Finally, UPV values of specimens were determined in accordance with TS EN 12504-4 (2021) just before applying compressive strength test to the prism samples, herein, on the same sample both of UPV and compressive strength test were applied. In the designed nine mixtures, replacement levels of 6% and 18% for expanded perlite and replacement levels of 0.0% and 5.0% were selected for minerals (NC and MC). Ingredients for all mixtures are given in Table 2. Every mixture has an abbreviation including both numbers and letters. An example of definition for mixture #5 is given in Figure 2.

Table 1. Chemical composition and physical properties of mortar ingredients

Chemical Composition, %	PC	EP	NC	MC
SiO ₂	21.6	75.93	0.4	0.28
Al ₂ O ₃	4.05	9.67	0.03	0.19
Fe ₂ O ₃	0.26	1.16	0.05	0.02
MgO	1.3	0.04	0.5	0.75
CaO	65.7	0.55	55.4	55.98
SO ₃	3.3	0.05	0.04	0.03
Na ₂ O	0.77	3.3	0.03	-
K ₂ O	0.19	5.2	0.01	-
Loss on ignition	3.2	3.1	43.5	42.75
Physical Properties				
Specific gravity, gr/cm ³	3.09	0.7	2.69	2.69
Blaine, cm ² /gr	4412	4600	-	-
BET surface area, m ² /kg	-	-	7.4	3.45



NC

MC

Figure 1. SEM images of NC and MC**Table 2.** Mixture proportions of standard mortars

Mix #	Mix ID	PC, gr	EP, gr	Water/Binder	Sand, gr	NC, gr	MC, gr	Superplasticizer, gr
1	C100_PER0	450	0			-		-
2	C100_PER0_MC	427.5	0			-	22.5	-
3	C100_PER0_NC	427.5	0			22.5	-	-
4	C94_PER6	423	27			-		0.16
5	C94_PER6_MC	400.5	27	0.5	1350	-	22.5	0.19
6	C94_PER6_NC	400.5	27			22.5	-	0.23
7	C82_PER18	369	81			-		1.37
8	C82_PER18_MC	346.5	81			-	22.5	1.55
9	C82_PER18_NC	346.5	81			22.5	-	1.55

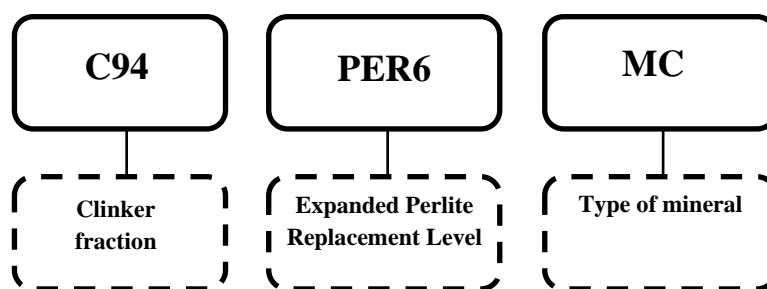


Figure 2. Representative labelling of the mixtures

RESULTS AND DISCUSSION

Soundness (Le Chatelier Method)

Measurements of soundness (Le Chatelier Method), consistency, initial and final setting times were conducted in accordance with TS EN 196-3 (2017), and the test results are given in Table 3, Figure 3, Figure 4 and Figure 5, respectively. As seen in Table 3, no expansion was observed in the mixtures including expanded perlite (EP) (Erdem et al., 2007), while an acceptable expansion within the standard range (maximum 1 cm) was observed in the control mixtures without EP. Therefore, it was revealed that the volume expansion in the mixtures produced with the EP replacement was within an allowable standard range, namely within 10 mm.

Table 3. Le Chatelier Measurements of the mixtures

Mixture ID	A (Initial, cm)	B (Final, cm)	B-A (Difference, cm)
C100_PER0	4.5	4.7	0.2
C100_PER0_MC	2.6	2.7	0.1
C100_PER0_NC	2.1	2.1	-
C94_PER6	2.5	2.5	-
C94_PER6_MC	2.6	2.6	-
C94_PER6_NC	1.1	1.1	-
C82_PER18	2.4	2.4	-
C82_PER18_MC	1.1	1.1	-
C82_PER18_NC	1.9	1.9	-

Consistency

The consistency (%) of the mixtures are given in Figure 3. As seen from the figure, the amount of water of the consistency was increased as the EP replacement level increased. This is a result of the high porosity of EP and the high specific surface area in the voids (Esfandiari and Loghmani, 2019). The consistency of the mixtures in which EP is substituted by 6% and the control mixtures without EP are very close to each other, and an increase in the water requirement was observed when the replacement ratio increased to 18%. Since calcite has a hydrophobic characteristic (Turgut, 2018; Turgut and Ogretmen, 2019; Demirhan, 2020), a partial decrease in consistency has been observed with the use of both nano and micronized calcite.

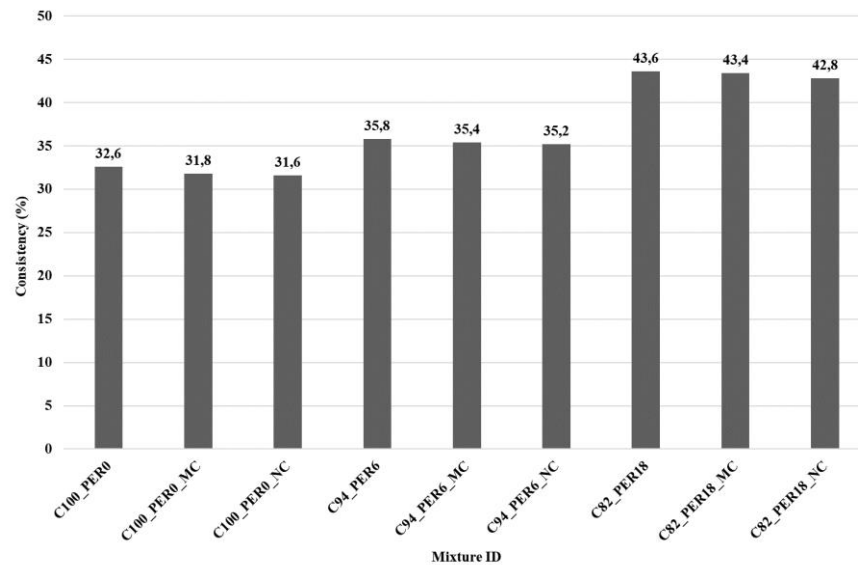


Figure 3. Consistency of mixtures (%)

Setting Times

Initial and final setting times of mixtures are given in Figure 4 and 5, respectively. As seen in the figures, since the clinker utilization rate decreased with the replacement EP, in general, delay in initial and final setting times was observed (Erdem et al., 2007). A partial decrease was observed in the setting times of the mixtures including nano and micronized calcite. This is because the promoted chemical reaction between calcite and aluminat phase of the binder, additional hydration products produced and therefore, a reduction in the setting times observed (Demirhan, 2020). Due to the low hydration mechanism of EP, which is explained in detail in the compressive strength section, an ignorable improvement was observed in both setting times with the use of calcite.

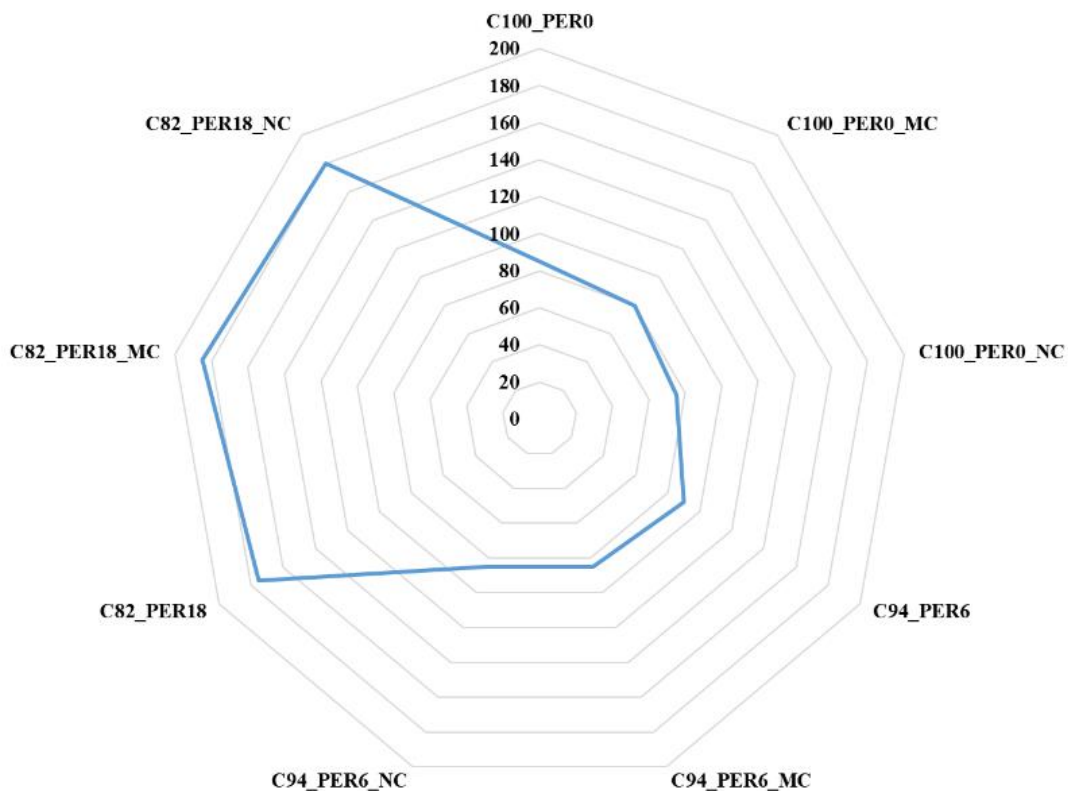


Figure 4. Initial setting times (min.)

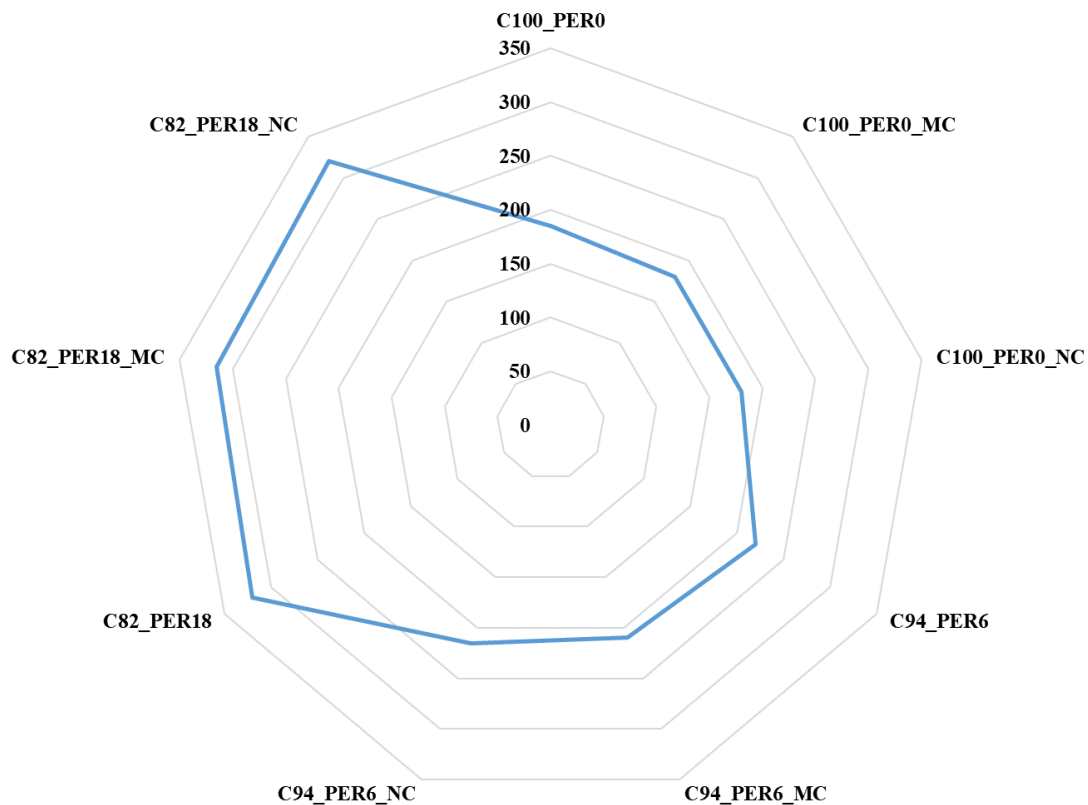


Figure 5. Final setting times (min.)

Mini Slump Flow and Amount of Superplasticizer

In the current experimental study, mini-slump flow diameters of fresh mortars were determined in accordance with ASTM C1437 (2013). In ASTM C1437, $\pm 10\%$ difference in the mini-slump flow diameter of the reference and modified mixtures is considered as the same workability. In this way, superplasticizer was used until the workability loss due to the utilization of EP was stayed within the limit values of $\pm 10\%$. Therefore, the mini-slump flow diameters of the mixtures and the amount of plasticizer used until $\pm 10\%$ limit values are reached are given in Table 4. As seen in Table 4, a decrease in flow diameters was obtained with the use of EP (Bageri et al., 2021; Lanzón and García-Ruiz, 2008), and thus an increase in water demand was observed with the use of EP (El Mir and Nehme, 2017). This is a result of the large surface area and porous structure of EP. In addition, the workability was got worse with the substitution of EP with higher rates (i.e., 18%), and therefore the need for water in mixtures including EP increased to achieve sufficient workability (Sabet et al., 2013; Karein et al., 2018). In other words, its water absorption capacity due to its porous structure and its water absorption ability similar to fine porous aggregate resulted in higher water requirement in the mixtures (Sabet et al., 2013; Esfandiari and Loghmani, 2019).

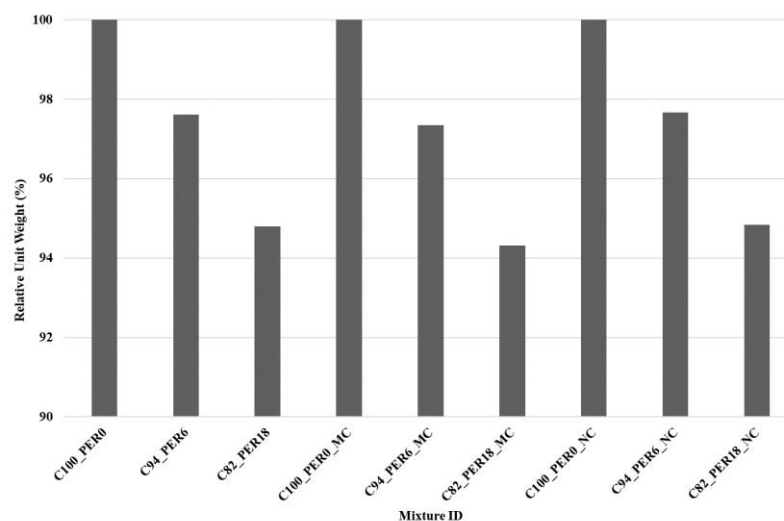
Table 4. Mini slump flow diameters and the amount of the superplasticizer (SP)

Mixture ID	Mini slump flow diameters, cm	SP, gr
C100_PER0*	11.94	0
C100_PER0_MC*	11.86	0
C100_PER0_NC*	11.79	0
C94_PER6	10.82	0.16
C94_PER6_MC	10.79	0.19
C94_PER6_NC	10.93	0.23
C82_PER18	10.75	1.37
C82_PER18_MC	10.78	1.55
C82_PER18_NC	10.74	1.55

*Control mixtures

Sample Unit Weights

Unit weight is a property that is directly dependent on the ingredients of cement-based materials, and it varies depending on whether the specific gravity of the ingredients is relatively low or high. If the cementitious material replaced by cement has a relatively lower specific gravity, a decrease in unit weight is observed, and vice versa. Relative (comparing to the control mixture) unit weight values of one-day prismatic mortar samples are given in Figure 6. As seen in the figure, a decrease in unit weight values was observed as EP replacement level was increased for all mixture groups, regardless of nano or micronized calcite contents. This is a result of relatively lower specific gravity value of EP (Esfandiari and Loghmani, 2019; Demirboğa et al., 2001). Thus, with the increase in the replacement level of EP substituted for cement, a decrease in unit weight was observed (Demir and Baspınar, 2008). In the blended mixtures, the lowest unit weight values were observed in the mixtures containing 18% of EP, while the highest unit weight values were observed in the mixtures containing 6% of EP substituted for cement. In addition, no significant change in unit weight was observed when nano and micronized calcite were compared with each other.

**Figure 6.** Relative unit weight values (comparing to the control mixture)

Compressive Strength

The average compressive strength values for the curing ages of 7, 28 and 120 days of the mixtures are given in Figure 7. A representative figure of the compressive strength development of the 120-day samples compared to the 7-day curing age is also given in Figure 8. Although significant increases in compressive strength were obtained with the use of EP in some studies (Kotwica et al., 2017), this was not valid for the current study. Thus, compressive strength of the mixtures including EP was decreased up to curing age of the 28 days. The reason for this decrease in compressive strength

with the increase in the replacement level of EP is due to the very low pozzolanic activity of EP in the early age (Torres and García-Ruiz, 2009; Demir and Baspinar, 2008). The 28-day compressive strengths of the mixtures containing EP varied in the range of 50.10 and 56.80 MPa, while the 120-day compressive strengths were varied in the range of 57.30 and 63.40 MPa. The lowest compressive strength values for the 28-day curing age were observed in the mixtures including 18% of EP. However, this decrease in compressive strength is not very high. For the 28-day cure age, a 7.4% reduction in compressive strength was observed compared to the control mixture. On the contrary, an increase in compressive strength of the mixtures at curing ages of 120 days was observed (Karein et al., 2018). El Mir and Nehme (2017) were reported that the contribution of EP to strength development was significant even at the 400th day of the curing age. In the mixtures without nano and micronized calcite, the reduction rate in the compressive strength at the curing ages of 7 and 28 days were determined as 3.0% and 2.6% for the replacement level of 6%, respectively. Also, these values were 14.8% and 7.4% for the replacement level of 18%, respectively. On the other hand, in the curing age of 120 day, an increment of 0.9% and 5.1% was observed for the replacement levels of 6% and 18%, respectively, in the mixtures without nano and micronized calcite. Mineral admixtures affect the compressive strength of cement-based materials with three basic mechanisms of action: filling effect, dilution effect and pozzolanic reactions. The results given in Figure 7 show that EP shows dilution effect at different levels until the 28-day cure age and contributes to the microstructural development with both filling effect and pozzolanic reactions after the 28-day cure age. On the other hand, based on the results given in the figure, it was revealed that the dilution effect was more dominant at curing age of 28-day regardless of replacement levels. As a result of this, the mixtures including EP could not reach and/or exceed the compressive strength of the control mixtures (Ramezani pour et al., 2014). In addition, as seen in Figure 7, the compressive strengths of the mortars including 6% of EP reach the control mixtures for the curing age of 28 day. This shows that the 6% substitution rate is the most suitable replacement level for the current designed mixtures. In a previously conducted study by Esfandiari and Loghmani (2019), the most appropriate replacement level was found to be 6%. This also confirms the results of the current experimental study. Both nano and micronized calcite increase the hydration mechanism of C₃S, known as nucleation effect/seeding effect. Nano-sized calcite is known for the accelerating the formation of hydration products as hydration reactions start (Sato and Beaudoin, 2011) primarily by promotion of C–S–H gels owing to nucleation effect. It has been stated that reaction between CaCO₃ and C₃S results in the production of C–S–H gels, CH, and calcium carboxylate hydrates (Demirhan, 2020). In addition, by reacting with the aluminate phase of the binder material known as chemical effect, it also produces additional hydration products and therefore contributes to the strength development of the cementitious materials (Demirhan, 2020). This situation, namely the synergy between the calcite and the aluminate phases of the binder material, is directly dependent on the crystal structure of the pozzolanic material in particular. Compressive strength development of curing age of 120 day compared to 7-day compressive strength is illustrated in Figure 8. In general, a contribution was made to the strength development in the mixtures including nano and micronized calcite, and the highest contribution was obtained with nanocalcite. Although the aluminate phase of EP is high, a low chemical effect, namely lower strength development, was detected in mixtures containing nano and micronized calcite. This may be due to the exposure of EP to high temperature during the production of perlite and as a result, reaction capability of EP has been affected. In addition, compared to micronized calcite, surface area/volume ratio of nanocalcite, namely its specific surface area, is much higher. Therefore, its contribution to the hydration mechanism was relatively higher. The slight increase observed in the compressive strength of the control mixtures

including perlite with nano and micronized calcite is most probably a result of the chemical effect arising from the presence of a low amount of aluminate phase in white normal portland cement utilized in the production of mixtures (See Table 1) (Çiftçi and Demirhan, 2021; Demirhan, 2020).

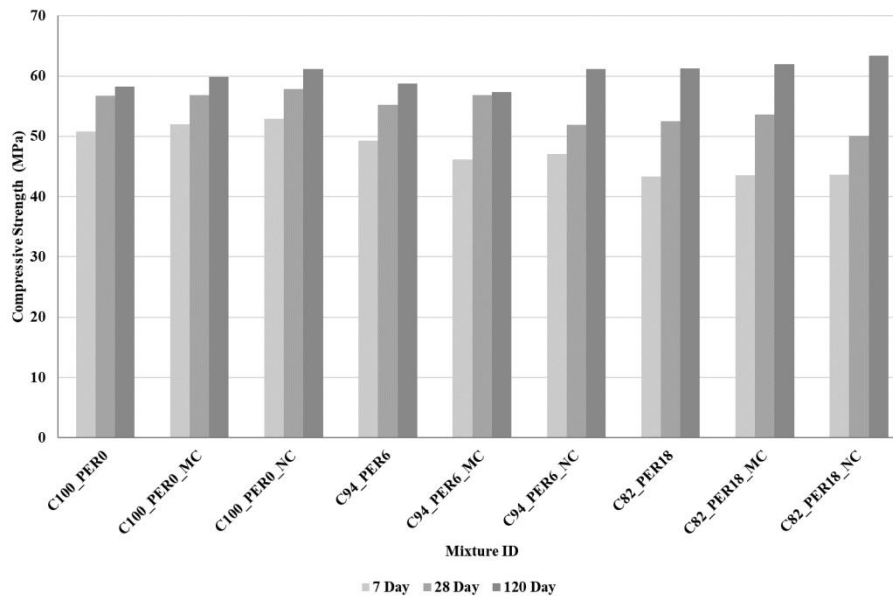


Figure 7. Compressive strength values for the curing ages of 7, 28 and 120 days

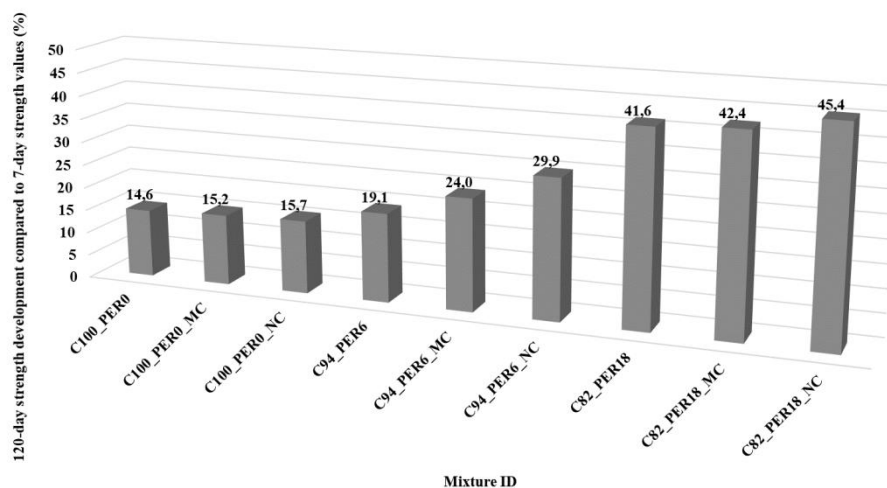


Figure 8. Compressive strength development in 120-day curing age compared to 7-day curing age

Ultrasonic Pulse Velocity (UPV)

UPV results of all the mixtures for the curing ages of 7, 28 and 120-day are given in Figure 9. As seen in the figure, as EP replacement level increased, a decrease in UPV values was observed. This was a probable result of the increased porosity and void structure. Regardless of EP and nano/micro calcite replacement levels, the UPV results of all mixtures were determined between 4.08 km/h and 4.45 km/h. According to Malhotra (1976) (Malhotra, 1976), the durability of cement-based materials with UPV results between 3.66-4.58 km/h is classified as “good” (Demirhan, 2020). Therefore,

depending on the UPV results, it could be concluded that all mixtures were “good” regardless of the perlite substitution ratio. UPV test results showed that in addition to the additional hydration products formed as a result of chemical action, nano and micro-sized calcite minerals also improve the microstructure of the voids. This is directly related to the filler effect because relatively higher UPV values are the result of a denser and more interlocked microstructure (El Mir and Nehme, 2017). In addition, higher UPV results were obtained in mixtures including nano and micro-calcite compared to the control mixtures (mixtures without calcite). Relatively higher values were obtained in mixtures including nano-calcite. This result could also be attributed to the reasons previously stated in the compressive strength section. Also, UPV values increased with increase in curing age. This can be explained by the filling of microstructural cracks and voids of the matrix due to (i) hydration products formed by the ongoing hydration development, (ii) filler effect of minerals, and (iii) additional hydration products (Demirhan, 2020). In addition, as seen in Figure 9, the UPV results of the 120-day mixtures were close to each other, while the UPV results of the mixtures including both 6% of EP and nano/micronized calcite were the highest. This result supports that 6% replacement level is the most appropriate substitution rate for microstructural development, as stated in the compressive strength section.

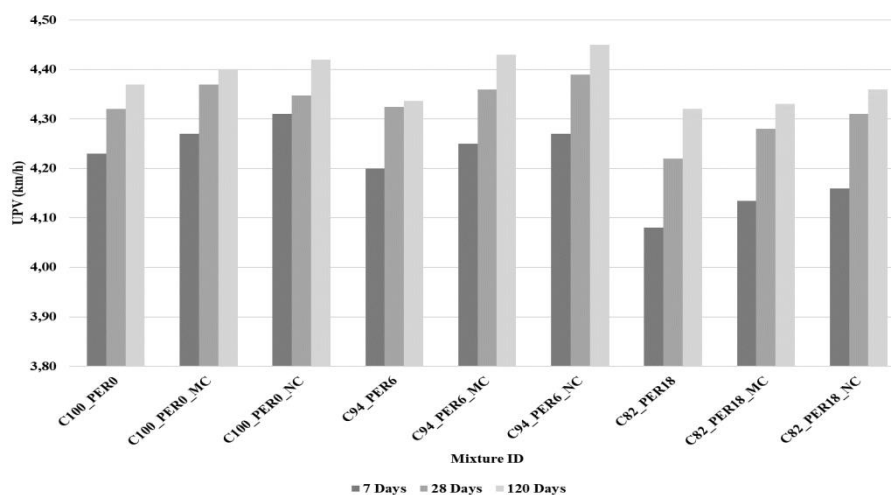


Figure 9. UPV values for the curing ages of 7, 28 and 120 days

CONCLUSION

Based on the results of the current experimental study, the following conclusions could be deduced: Regardless of replacement level, an allowable volume expansion up to 2 mm was determined in the mixtures including EP. Due to the high porosity and void ratio of EP, its specific surface area increases. As a result, decrease in workability was observed as the EP replacement level increased. A slight improvement (0.67% for micronized calcite and 1.27% for nanocalcite) were detected in the workability of the mixtures, including calcite. In general, regardless of calcite type of, a slight shortening in setting times was observed in mixtures including calcite while it was a delay in mixtures including EP. Higher replacement levels of EP resulted in lower unit weight. Regardless of calcite minerals, in general, the increase in replacement level of EP resulted in a decrease in compressive strength for the 7 and 28 cure ages. At the curing age of 120-day, this was resulted in an increase of 0.9% and 5.1% for the 6% and 18% replacement levels, respectively. A decrease was observed in the UPV values as a result of the increased porosity and void structure when replacement level of EP was increased. Regardless of the curing age, since the UPV values obtained in all mixtures were higher

than 3.66 km/h, it could reveal that UPV results obtained from all the mixtures could be titled as "good".

ACKNOWLEDGEMENT

We would like to thanks to Fernas Cement Grinding Plant (FERÇİM), and Batman University Central Application and Research Center (BÜMER).

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that their contribution is the same and equal.

REFERENCES

- Abed M, Nemes R, 2019. Mechanical properties of recycled aggregate self-compacting high strength concrete utilizing waste fly ash, cellular concrete and perlite powders. *Periodica Polytechnica Civil Engineering*, 63(1): 266-277.
- ASTM C1437, 2015. Standard test method for flow of hydraulic cement mortar, ASTM International
- Bageri B, Ahmed A, Al Jaber J, Elkatatny S, Patil S, 2021. Effect of perlite particles on the properties of oil-well class G cement. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 199: 108344.
- Cao M, Ming X, He K, Li L, Shen S, 2019. Effect of macro-, micro-and nano-calcium carbonate on properties of cementitious composites—a review. *Materials*, 12(5): 781.
- Çalışkan, A, Demirhan, S, Tekin, R, 2022. Comparison of different machine learning methods for estimating compressive strength of mortars. *Construction and Building Materials*, 335: 127490.
- Çiftçi M, Demirhan S, 2021. Effect of nano type and slag replacement level on cement mortars. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 11(2): 482-496.
- Demir I, Baspınar MS, 2008. Effect of silica fume and expanded perlite addition on the technical properties of the fly ash–lime–gypsum mixture. *Construction and Building Materials*, 22(6): 1299-1304.
- Demirboğa R, Örüng İ, Gül R, 2001. Effects of expanded perlite aggregate and mineral admixtures on the compressive strength of low-density concretes. *Cement and Concrete Research*, 31(11): 1627-1632.
- Demirhan S, 2020. Combined Effects of Nano-Sized Calcite and Fly Ash on Hydration and Microstructural Properties of Mortars. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 20(6): 1051-1067.
- Demirhan, S, 2022. Effect of different nanosized limestone formations on fiber-matrix interface properties of engineered cementitious composites. *Structural Concrete*. DOI: 10.1002/suco.202100482
- Detphan S, Phoo-ngernkham T, Sata V, Detphan C, Chindapasirt P, 2018. Portland cement containing fly ash, expanded perlite, and plasticizer for masonry and plastering mortars. *GEOMATE Journal*, 15(48): 107-113.
- El Mir A, Nehme SG, 2017. Utilization of industrial waste perlite powder in self-compacting concrete. *Journal of Cleaner Production*, 156: 507-517.
- El Mir A, Nehme SG, Assaad JJ, 2020. Durability of self-consolidating concrete containing natural waste perlite powders. *Heliyon*, 6(1), e03165.

- Erdem TK, Meral C, Tokyay Mustafa, Erdogan TY, 2007. Effect of ground perlite incorporation on the performance of blended cements. In Proc. Int. Conf Sustain. Constr. Mater. Technol., Taylor and Francis, London, ISBN (Vol. 13, pp. 978-0).
- Erdem TK, Meral Ç, Tokyay M, Erdoğan TY, 2007. Use of perlite as a pozzolanic addition in producing blended cements. *Cement and Concrete Composites*, 29(1): 13-21.
- Esfandiari J, Loghmani P, 2019. Effect of perlite powder and silica fume on the compressive strength and microstructural characterization of self-compacting concrete with lime-cement binder. *Measurement*, 147: 106846.
- Guo F, Li H, 2021. Influence of Nanomaterials on Physical Mechanics and Durability of Concrete Composite Piers. *Integrated Ferroelectrics*, 216(1): 108-121.
- Karein SMM, Joshaghani A, Ramezani-pour AA, Isapour S, Karakouzian M, 2018. Effects of the mechanical milling method on transport properties of self-compacting concrete containing perlite powder as a supplementary cementitious material. *Construction and Building Materials*, 172: 677-684.
- Khanna P, Mukulam AM, Teja KV, Meena T, 2018. Study on durability properties of perlite incorporated concrete. *International Journal of Civil Engineering and Technology*, 9(10): 1545-1553.
- Kotwica Ł, Pichór W, Kapeluszna E, Różycka A, 2017. Utilization of waste expanded perlite as new effective supplementary cementitious material. *Journal of Cleaner production*, 140: 1344-1352.
- Lanzón M, García-Ruiz PA, 2008. Lightweight cement mortars: Advantages and inconveniences of expanded perlite and its influence on fresh and hardened state and durability. *Construction and Building Materials*, 22(8): 1798-1806.
- Long WJ, Tan XW, Xiao BX, Han NX, Xing F, 2019. Effective use of ground waste expanded perlite as green supplementary cementitious material in eco-friendly alkali activated slag composites. *Journal of Cleaner Production*, 213: 406-414.
- Malhotra VM, 1976. *Testing Hardened Concrete: Nondestructive Methods*, ACI Monographe No.9. American Concrete Institute Monograph, United States.
- Noaman MA, Karim MR, Islam MN, 2019. Comparative study of pozzolanic and filler effect of rice husk ash on the mechanical properties and microstructure of brick aggregate concrete. *Heliyon*, 5(6), e01926.
- Pichór W, Barna M, Kapeluszna E, Łagosz A, Kotwica Ł, 2015. The influence of waste expanded perlite on chemical durability of mortars. In *Solid State Phenomena* (Vol. 227, pp. 194-198). Trans Tech Publications Ltd.
- Ramezani-pour AA, Karein SMM, Vosoughi P, Pilvar A, Isapour S, Moodi F, 2014. Effects of calcined perlite powder as a SCM on the strength and permeability of concrete. *Construction and Building Materials*, 66, 222-228.
- Rashad AM, 2016. A synopsis about perlite as building material—A best practice guide for Civil Engineer. *Construction and Building Materials*, 121: 338-353.
- Sabet FA, Libre NA, Shekarchi M, 2013. Mechanical and durability properties of self consolidating high performance concrete incorporating natural zeolite, silica fume and fly ash. *Construction and Building Materials*, 44: 175-184.
- Sato, T., & Beaudoin, J. J. (2011). Effect of nano-CaCO₃ on hydration of cement containing supplementary cementitious materials. *Advances in Cement Research*, 23(1): 33-43.

- Saraçoğlu ÖA, Kılıç C, Duyar H, 2020. Topraksız Kültür Baş Salata (*Lactuca Sativa L.*) Yetiştiriciliğinde Farklı Tuzluluk (NaCl) Düzeylerinin Verim ve Bitki Gelişimi Üzerindeki Etkileri. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 10(2): 1370-1381.
- Soydan AM, Abdulkadir S, Akdeniz R, 2018. Bilecik Yöresi Mermer Atıklarının “Fiber-Sement” Üretiminde Kullanılabilirliğinin Araştırılması. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 8(2): 191-199.
- Thwe E, Khatiwada D, Gasparatos A, 2021. Life cycle assessment of a cement plant in Naypyitaw, Myanmar. *Cleaner Environmental Systems*, 2: 100007.
- Torres ML, García-Ruiz PA, 2009. Lightweight pozzolanic materials used in mortars: Evaluation of their influence on density, mechanical strength and water absorption. *Cement and Concrete Composites*, 31(2): 114-119.
- TS EN 197-1, Cement – Part 1: Composition, specification and conformity criteria for common cements, 2012
- TS EN 196-1, Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength, 2016
- TS EN 196-3, Methods of testing cement - Part 3: Determination of setting times and soundness, 2017
- TS EN 12504-4, Testing concrete in structures - Part 4: Determination of ultrasonic pulse velocity, 2021
- Turgut P, 2018. Production of block by using fly ash, lime and glass powder. *Pamukkale university journal of engineering sciences-Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 24 (3): 413-418.
- Turgut P, Ogretmen A, 2019. Optimum limestone powder amount in mortars with over silica fume. *Epitoanyag-Journal of Silicate Based & Composite Materials*, 71(2): 58-64.
- Wang D, Shi C, Farzadnia N, Shi Z, Jia H, Ou Z, 2018. A review on use of limestone powder in cement-based materials: Mechanism, hydration and microstructures. *Construction and Building Materials*, 181: 659-672.
- Wu Z, Khayat KH, Shi C, Tutikian BF, Chen Q, 2021. Mechanisms underlying the strength enhancement of UHPC modified with nano-SiO₂ and nano-CaCO₃. *Cement and Concrete Composites*, 119: 103992.

Investigation of Structural Behavior of Piles in Liquefiable Cohesionless Soils

Ercan Egemen BAŞAR¹, İlyas Devran ÇELİK¹, Soner UZUNDURUKAN¹, Münire FINDIK¹

ABSTRACT: Piled foundation design and behaviour under static and dynamic loading (wave motion, earthquake, wind, vibration loadings of machinery) conditions are study subjects that are focus of interest recently in the geotechnical engineering applications. Liquefaction can be described as strength and stiffness loss of a loose, saturated non-cohesive soil under undrained cyclic loading as a result of increasing pore water pressures which reduce effective stress. Large deformations and lateral flow occurring in the layers of liquefied soil during earthquake could lead to strength and stiffness loss which may result with pile buckling and considerably increased earthquake damage on the superstructure. Predicting the bearing capacity and the deformation shape of the piled foundations during the earthquake is essential for the economy and the structural safety of the design. In this study model pile tests are conducted in uniform sandy soil and pile structural capacity is investigated under the effects of relative density and degree of saturation of surrounding soil, and pile embedment depth. Steel rods were used to represent the piles in the model tests. Sand soil was placed in a cylindrical tank at different thicknesses to provide for different pile embedment depths. Soils were compacted at four different compaction level to provide relative densities in the range of 45-80%. Static incremental load has been applied on the upper plate of the pile system in the tests. While the increase in the relative density affects the structural capacity of the piles positively, surrounding soil being saturated has resulted with capacity losses. Experimental results show that there is a consistency between our experimental findings and literature about deformation shape and buckling length of piles in liquified soils.

Keywords: Pile foundation, liquefaction, cohesionless soils

¹ Ercan Egemen BAŞAR ([Orcid ID: 0000-0001-8175-6923](https://orcid.org/0000-0001-8175-6923)), İlyas Devran ÇELİK ([Orcid ID: 0000-0001-9011-4041](https://orcid.org/0000-0001-9011-4041)), Soner UZUNDURUKAN ([Orcid ID: 0000-0003-4080-6642](https://orcid.org/0000-0003-4080-6642)), Münire FINDIK ([Orcid ID: 0000-0001-7333-8713](https://orcid.org/0000-0001-7333-8713)), Süleyman Demirel University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, Isparta, Turkey

*Corresponding Author: Münire FINDIK, e-mail: mnr.dikmen@gmail.com

INTRODUCTION

Model tests have been carried out for a long time in order to determine the optimum design parameters for pile foundations. Main purpose of these tests is to investigate the pile and foundation behavior in the ground for static and dynamic conditions and contribute to the literature. For the pile foundation systems, piles are subjected to various loading conditions in the tests. In model tests, behavior of lateral, vertical and eccentric loaded have been investigated. In addition, ratios of superstructure load shared between the pile and the raft foundation can be studied as well. In such studies, loading is limited by certain deformation and stress criteria. Therefore, structural behavior cannot be studied thoroughly due to the soil reaching its ultimate capacity before soil reaches its ultimate capacity. However for piles that are socketed into very stiff soil or bedrock, certain conditions may lead to structural failure of piles before soil reaches its limit shear strength. Soil liquefaction can lead to a decrease in lateral confinement effect and soil stiffness in the soil surrounding the pile, which might lead to structural damage occurrences in piles. In this study, in order to investigate the behavior of rock socketed pile foundation system, model tests are carried out with piles socketed into tank floor, confined with soils with different relative densities and saturation degrees. From the tests; buckling shape and length of piles, effect of lateral soil confinement and of soil liquefaction on the piles are examined.

It is known that shear forces affecting cohesionless soil can lead to shear deformation and rearrangement of soil particles. For loose and fully saturated cohesionless soils under drained loading conditions, there is enough time for water to leave the environment and soils are able to preserve their strength due to compaction. However, since pore water can not discharge from the environment fast enough under undrained loading conditions such as earthquake, excess pore water pressures are build up and may not be dissipated quickly. Such conditions causes effective stresses to decrease and soil to lose its rigidity, which eventually leads to soil liquefaction. Liquefied soil condition and consequent lateral spreading causes notable damage on the piles. Lateral spreading induces very high stresses on the piles and therefore it increases the amount of damage on the affected piles. Forces induced upon the piles by the lateral spreading causes displacement values to exceed the allowable maximum limit and plastic deformation occurs (Tokimatsu 1997; Bhattacharya 2003).

Pile foundations in liquefiable soils subjected to seismic shock may fail due to excessive settlement, shear or bending loads. In addition to these mechanisms, buckling caused by the lateral spreading of the soil due to liquefaction is accepted as the main cause of various pile foundation failures during earthquakes (Hamada, 1992; Ishihara, 1997; Tokimatsu et al, 1998; Goh and Q'Rourke, 1999; Abdoun and Dobry, 2002; Finn and Fujita; 2002; Bhattacharya, 2005). Buckling represents the sudden instability of the pile when the axial load reaches the critical value. Interaction of axial loading and lateral loading condition should be taken into account for the design. (Dash et al, 2010) For bending-buckling alone, the pile can be considered safe, however, the bending-buckling condition during the liquefaction may result in pile failure. (Bhattacharya and God, 2013). Dash et al. (2010), have indicated an unpredictable condition in the design parameters for the piles. They have stated that the case of bending and buckling moment combination affecting the system should be simultaneously considered in the design. When these two parameters are considered separately, the necessary safety criteria is not met. It is also mentioned that this design consideration should be correlated to the Length/Diameter (L/D) that is the slenderness ratio of the piles as well. Shanker et al. (2007), have investigated the buckling condition of the piles in the liquefied soil and emphasized that fundamental parameters for this condition are soil degradation, pile slenderness ratio, pile rigidity factor and the socketing of the pile edge. Kimura and Takimatsu (2005), have investigated the buckling behaviour of the piles in the

liquefied soil. They concluded that under liquefied soil condition, the piles with high slenderness ratios may be affected by additional vertical loads as the amount of p-y curves. Liquefaction condition added to the present p-y loads may result with unwanted situations. In case the effectiveness of the soil surrounding the piles disappear, these vertical loads could cause buckling failure for the piles.

When a comprehensive literature review is made, different approaches to the design of piles can be seen. Some of these approaches are; an approach based on experimental equation (Vesic 1977; Coyle and Castello 1981), an analytical approach based on variational principles (Seo et al. 2009; Basu et al. 2009), a finite element (FE) based numerical approach (Basu et al. others 2010, 2014) and the buckling instability approach (Bhattacharya 2003; Bhattacharya et al. 2005). Tomlinson and Woodward (2007) and Salgado (2008), investigated the failure of a pile under axial loading. In this experimental study, in order to examine the behaviour of the pile foundation system inserted into the bedrock, model experiments were carried out on piles socketed into the bottom of the tank surrounded by soils of different densities and saturation degrees, and buckling type of the pile, buckling length, lateral limitation order of the soil piles and the behavior of the pile in liquefaction were examined.

Tokimatsu et al. (1997), has defined soil-pile interaction in liquefiable soils in three stages and expressed the pile failure schematic for the liquefied soils, as presented in Figure 1. Superstructure related inertia force remains effective until the pore water pressure increases. The pore water pressure increases due to kinematic forces occurring in the liquefied soil. As a result of dynamic effects, kinematic forces become effective in soils with lateral spreading, thus displacement values increase and pile performance decreases.

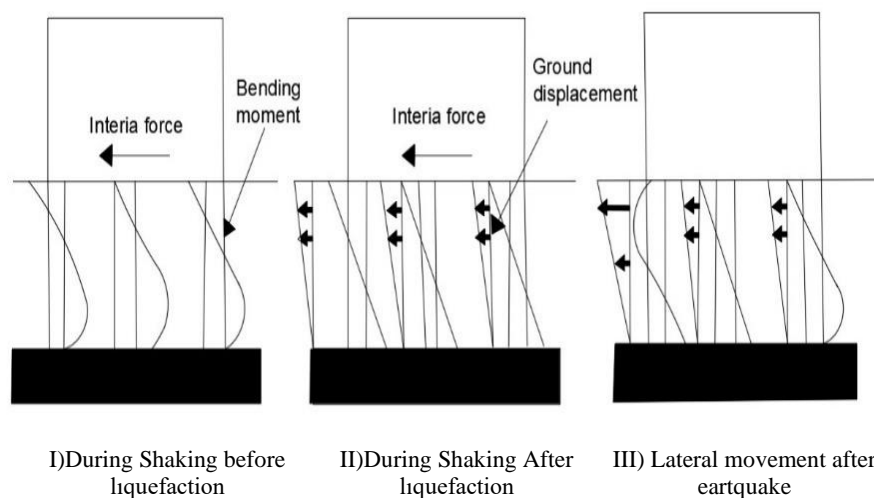


Figure 1. Schematic diagram for pile failure (Tokimatsu et al., 1998)

Bhattacharya (2003), has investigated the state of stresses of end-bearing piles under seismic liquefaction.

1. Before the seismic liquefaction occurs; in the loose soil surrounding the pile, significant rigidness losses may not occur and loose soil, by means of strength, will support the pile and the pile will keep behaving like a beam settled on elastic soil.

2. For a layer of soil that is prone to liquefaction; during the earthquake, liquefied layer starts losing its rigidness as the pore water pressure increases, piles with high slenderness ratio will lose their stability and as the lateral forces increase, the buckling failure will occur in the piles.

3. In slope soils; due to lateral spreading of the soil, additional loads may be experienced in the piles which will behave as a beam-column and failures as shown in Figure 2 may occur in the piles.

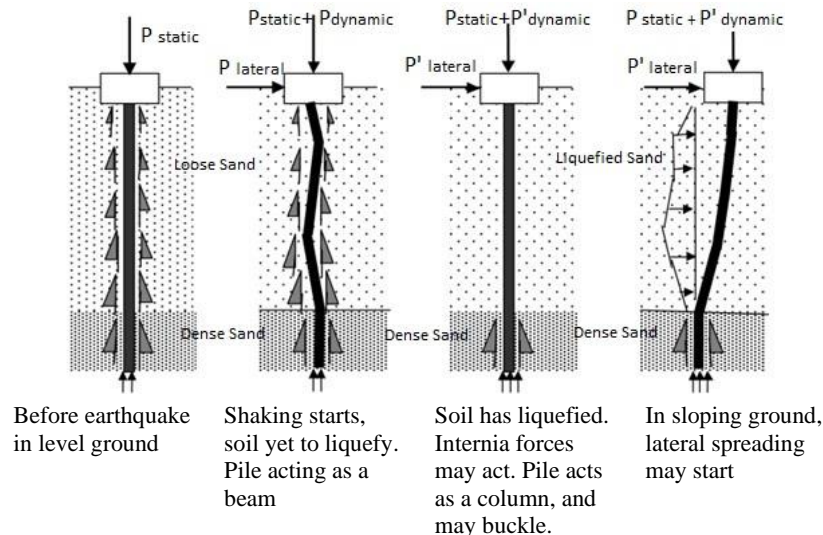


Figure 2. Schematic Diagram for Pile Failure (Bhattacharya, 2003)

Bhattacharya et al. (2004), investigated the behavior of 14 pile foundation system in liquefiable soils with 1/50 g centrifuge tests. In tests, tank with dimensions of 560 mm x 235 mm x 220 mm and aluminium piles with outer diameter of 9,3 mm and inner diameter of 8,5 mm are used. Slenderness ratio has been investigated. Soil displacement caused by the lateral spreading and the bending of the piles are correlated with pile slenderness ratio. Soil remains liquefied even after the seismic activity stops and plastic deformation may occur in the piles.

Bhattacharya et al. (2009), expressed the buckling problems of pile systems caused by their combination with liquefaction with theoretical formulas by utilising Euler – Bernoulli beam theory. In their study, under axial load, buckling conditions of piles with socketed edges placed in soils with different density and saturation degrees are investigated. How the soil surrounding the piles and the forces in the piles was affected by axial loads is investigated through the model test systems. It was stated in the study that natural frequency of the pile system immensely drops during the liquefaction. Also during the liquefaction, axial load capacity of the pile decreases and buckling failure may occur. In other words, strength of the soil surrounding the pile decreases immensely. Therefore, the buckling failure which is emphasized to be associated to the pile slenderness ratio may occur in the piles.

Bhattacharya (2003) has indicated that the condition of buckling load being %50 percent or more of the axial load has resulted with significant foundation damage. Dash (2010) has determined the safety factor for the buckling load to the axial load ratio as 1.33. The bending moment amplification coefficient increases as the axial load comes close to buckling load. Forementioned condition causes the pile bending moment to reach plastic moment capacity at a lower value of lateral load. This failure indicates the cause of failure as the lateral load increase during seismic activity combined with high axial load.

Bending resistance is decisive on the bending failure (Dash et al, 2010). Bending stiffness is a key parameter to the piled foundation design. Increasing the pile bending stiffness would result with an increase in the pile bending capacity and the axial load capacity (Zhang et al, 2020). Bending stiffness also can be increased by means of higher material strength (Bhattacharya and Goda, 2013).

Basar et al. (2019), by applying rubber cushioning to lateral loaded pile, have found that moment and shear force values somewhat decrease. Accordingly, it is mentioned that the material of the cushioning surrounding the buried part of the pile may affect the pile section internal forces.

For buckling mechanism of piles, pile slenderness, the relative density of the foundation soil they are in, as well as pile buried depth are effective parameters. In other study, piles in sandy soils that are exposed to axial load with 1/3 and 2/3 buried depth / total length ratios was examined (Jesmani et al,

2012). The study has shown that the piles with higher buried depth / total length ratios resulted with higher buckling load. As the pile length of the fully buried piles increased, an increase in the buckling load is observed. In layered soils, the pile should be sufficiently buried in the non-liquefied ground, otherwise the pile deflections increase and the piles bend at smaller moments.

Lateral loading caused by slope movement and earthquake load increases the lateral deflections of the pile, which can cause the pile to buckle even at lower axial loads. Partially buried piles in sloping lands are used mostly in bridge piers foundations, sea and harbor structures. Fındık et al. (2019), evaluated seismic performance of piled offshore structures under lateral load. Damping of the moment values and the shear force on the piles was concluded to be highly correlated with the pile buried depth (the part of the pile that is sunk into the soil). In addition, it is also mentioned that pile buried depth. Should be at least % 40-45 of the pile total length.

Initially bent in the pile may be caused by the pile driving technique used during pile installation or the presence of rocks under the pile. This pile condition increases the lateral deflection of the pile and the pile buckling probability. The quarter-sine bending amplitude and half-sine bending amplitude in the manufacture of the piles, reduce the buckling load carrying capacity of the piles depending on the increasing initial bending ratio (Nadeem et al, 2015).

MATERIALS AND METHODS

There are programs in the scope of foundation design literature that can analyse raft and pile systems coupled together. Behavior and load carrying capacity of the systems investigated using softwares utilising numerical analysis methods, should also be validated with model tests due to inconsistencies in the soil profile. Such validations are important for the safety of the system. In order to examine the behavior of piled raft foundation, scaled field tests can be performed. Although not performed in all projects due to its costs, scaled loading tests are carried out in qualified projects. Parametric studies for the behavior of piled raft foundation can be performed in laboratories with small scaled model tests and more economic solution approaches can be acquired. In this study, pile buckling length and pile load carrying capacity is tried to be determined using uniform soil with diameter of 0.5-1.2 mm under dry, saturated and liquefied conditions. For this purpose, piled foundation model is prepared using 4 solid steel rods with diameter of 4 mm. Upper and lower boundary conditions of steel rods representing steel piles are fixated to rigid steel plates. Upper plate represent a rigid raft and the lower plate ensures rigid socket conditions for the qualified pile edge behavior. General views of the piled foundation system and the loading mechanism used in the tests are presented in Figure 3.

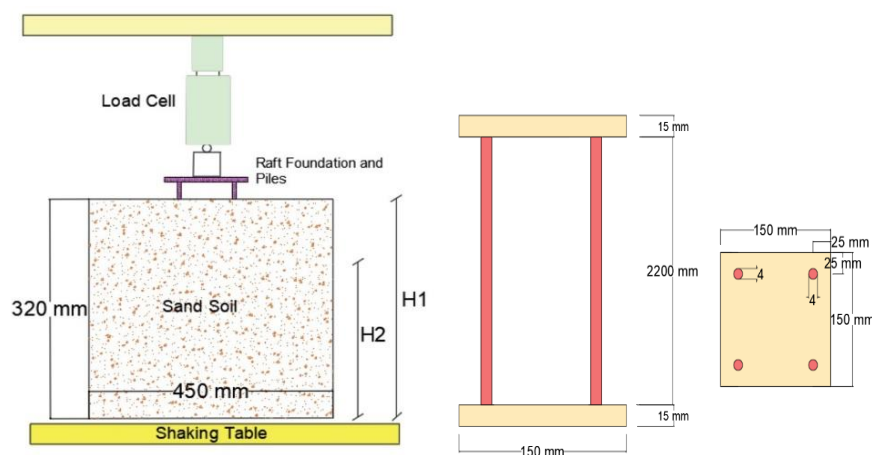


Figure 3. Test setup section and configuration

In model tests, the dimensions of the test tank and the raft should be determined in such a way that the boundary effect has the least effect on the test results. In the literature, many studies have been carried out on what the dimensions of the raft and test tank should be in order to create semi-infinite ambient conditions where boundary effects do not change the test results. As a result of these studies, it has been determined that if there is a gap between the edge points of the foundation and the sides of the tank when a 2L-length soil is placed under the 2B and L piles, the boundary conditions will not affect the test and thus semi-infinite ambient conditions will be provided (Sawwaf, 2010; Sadrekerimi, 2010; Yetimoğlu, 1998). ; Yilmaz, 2010). It is widely used in model tests in sand tanks with dimensions ranging from 4D to 15D, and centrifuge tests (Liu et al. 2010a, b; Tamura et al. 2009)

In the tests, sandy soil is placed in a cylindrical tank that is 450 mm in diameter and 320 mm high. Since the end pile was worked, the height of the tank was chosen as the length of the pile. The sandy soil has been placed in the tank with different saturation, relative densities and tank fill height parameters. Loading is applied static incrementally onto the upper plate of the pile system. Load value is detected using a load cell placed between the hydraulic piston and the plate. Displacements on the upper plate of the system under loading has been measured using a displacement sensor.

Sieve analysis has been performed in order to define the grain size of the soil sample used in the tests and pycnometer method is used to obtain specific gravity of soil particles. Maximum and minimum void ratio are determined respectively according to the ASTM D 4253 and ASTM D4254 standards in order to calculate the soil relative densities. Calculated values for the soil sample are presented in the Table 1. Properties of the S235 structural steel that is the pile material are presented in Table 2.

Table 1. Soil sample properties

Sample	D10	D30	D60	Cu	Cc	e_{max}	e_{min}	$\gamma_s(\text{Kn/m}^3)$
Sand	0.25	0.38	0.8	3.2	0.72	1.00	0.53	26.72

Table 2. Steel sample properties

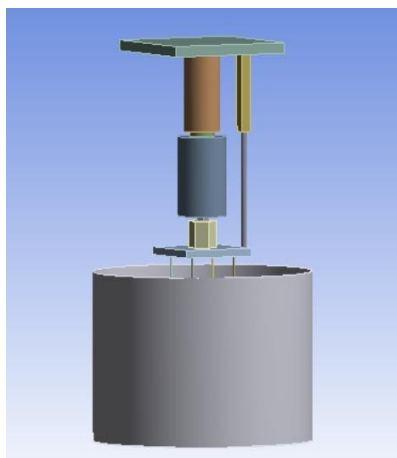
Sample	Tensile Strength MPa	Yield Strength MPa	Elasticity MPa	Poisson's ratio
S235	360-510	235	200000	0.3

Firstly, without providing any soil condition, incremental load has been applied onto model pile system until the buckling failure occurred. Therefore, critical buckling load that can constitute reference for different soil conditions is obtained. In order to investigate how the critical buckling load and the buckling length is affected by the relationship between the soil and the pile system, tests with pile depth of 200 mm and 300 mm are performed. In order to investigate the effect of the different soil relative densities on the pile behavior, soil relative density ratios are varied in the range of 45/80. All combinations are repeated for dry soil, saturated soil and the liquefaction conditions. In order to meet the liquefaction condition for the soil, vibrations are applied to the sand tank by using the shaking table (1m*1m dimensions, 1-10 hz frequency range, 500 mm/sec speed and 10 cm displacement).

Combinations used in the model tests are presented in the Table 3. To reflect the behavior rock socketed pile, pile edge on the bottom side is fixated to a rigid plate that is placed on the tank floor. To prevent the soil deformations to affect the measured displacement values during the loading, sufficient space has been allowed between the pile upper plate and the soil. LVDT placed on the upper plate is used to measure the displacement values.

Table 3. Test Combinations

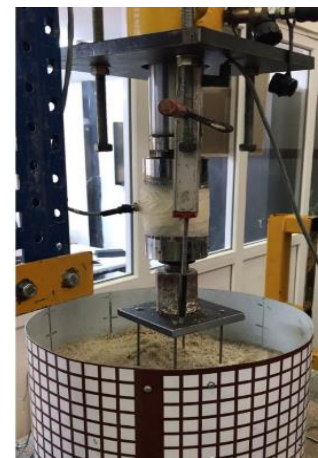
	Load (kN)	Sand Height (mm)	Compaction (Dr %)	Saturation	Loading																													
M1	407	-	-	Dry	Static																													
M2	1118	300	80	Dry	Static																													
M3	873	300	60	Dry	Static																													
M4	632	300	50	Dry	Static																													
M5	551	300	45	Dry	Static																													
M6	523	200	60	Dry </tr <tr> <td>M7</td> <td>444</td> <td>200</td> <td>45</td> <td>Dry</td> <td>Static</td> </tr> <tr> <td>M8</td> <td>446</td> <td>200</td> <td>60</td> <td>100</td> <td>Static</td> </tr> <tr> <td>M9</td> <td>445</td> <td>200</td> <td>50</td> <td>100</td> <td>Static</td> </tr> <tr> <td>M10</td> <td>377</td> <td>200</td> <td>45</td> <td>100</td> <td>Static</td> </tr> <tr> <td>M11</td> <td>376</td> <td>200</td> <td>45</td> <td>100</td> <td>Dynamic</td> </tr>	M7	444	200	45	Dry	Static	M8	446	200	60	100	Static	M9	445	200	50	100	Static	M10	377	200	45	100	Static	M11	376	200	45	100	Dynamic
M7	444	200	45	Dry	Static																													
M8	446	200	60	100	Static																													
M9	445	200	50	100	Static																													
M10	377	200	45	100	Static																													
M11	376	200	45	100	Dynamic																													



(a)



(b)



(c)

Figure 4. Views from the test (a) 3D visual, (b) Buried depth:300 mm, (c) Buried depth:200 mm

RESULTS AND DISCUSSION

In this study, foundation system modelled as end bearing pile is analysed experimentally under static incremental load for different soil conditions. Analysis results are evaluated for different combinations that are formed of relative density, pile buried depth, dry and saturated soil conditions. In this context, pile critical buckling load, buckling length and foundation system load-displacement graphs are acquired. The effects of different soil conditions on pile system behavior is investigated according to the obtained results. Ultimate carrying capacity and the conditions of all the specimens are presented in Figure 5.

In order to determine the buckling load for the pile component section properties and support conditions alone, no-soil condition is chosen as the reference specimen. Reference specimen is named as M1 and the other results are evaluated accordingly. Soil fill is defined from pile buried depth in the tests. In the tests for the 300 mm of pile buried depth condition, soil relative density values are used in the range of %45-80. For the 200 mm pile buried depth condition, relative density values are used in the range of %45-60 and behaviors of the saturated and the liquefied conditions are specifically investigated for this buried depth.

Pile elastic critical buckling load is calculated using Euler critical load formula in order to obtain a reference value for the tests. The mentioned formula is presented below. Pile allowable load that is the pile elastic buckling load is indicated by P_{cr} . $L_{effective}$ indicates pile effective length in the liquefied

zone that varies by equivalent euler buckling which depends on the pile boundary conditions and liquefied soil depth. E indicates the modulus of elasticity and the I indicates the moment of inertia.

$$P_{cr} = \frac{\pi^2}{L_{effective}^2} EI \quad (1)$$

$$P_{cr} = \frac{\pi^2}{154^2} 200 * 10^3 * 12.56 = 426 \text{ kg} = 4.26 \text{ kN}$$

$$E = 200 * 10^3 \text{ MPa}$$

$$I = 12.56 \text{ mm}^4$$

$$L_{effective} = 220 * 0.7 = 154 \text{ mm}$$

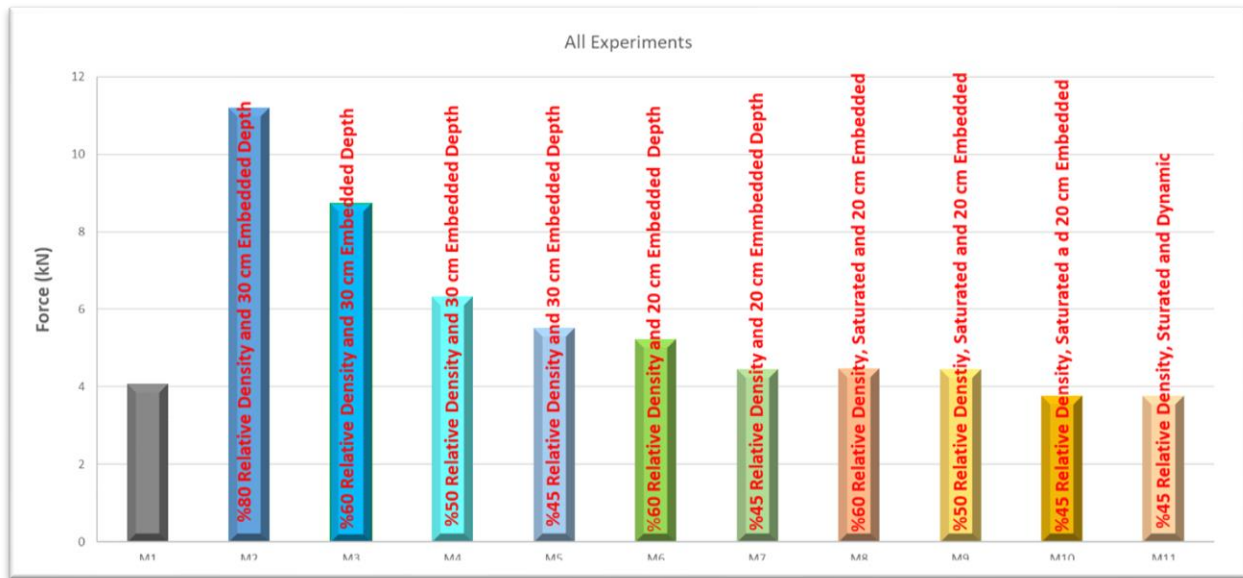


Figure 5. Maximum Load Carrying Capacity of the Models

Maximum load carrying capacity diagram of the pile systems for different soil conditions are presented in the Figure 5. Dynamic condition not being quite effective can be seen in the mentioned graphs. From the graphs, it can be seen that the M1 reference specimen has the lowest capacity among all models as expected. This condition puts forward the effect of buried depth on the pile support conditions independently of the soil fill and saturation. Increase in the soil relative density and pile buried depth affecting the critical buckling load directly, supports the approach of soil-pile interaction. Highest carrying capacity obtained among the tests is from the M2 model that is 300 mm pile buried depth and %80 relative density ratio conditions. M2 model capacity value has resulted with approximately three times of the reference specimen. When the relation between the soil relative density and capacity is evaluated, the change in the capacity based on the relative density is seen to be similar for both 300 mm and 200 mm buried depth conditions. Therefore, it can be stated that soil relative density directly affects the pile buckling length and the support conditions thus making it decisive on the capacity.

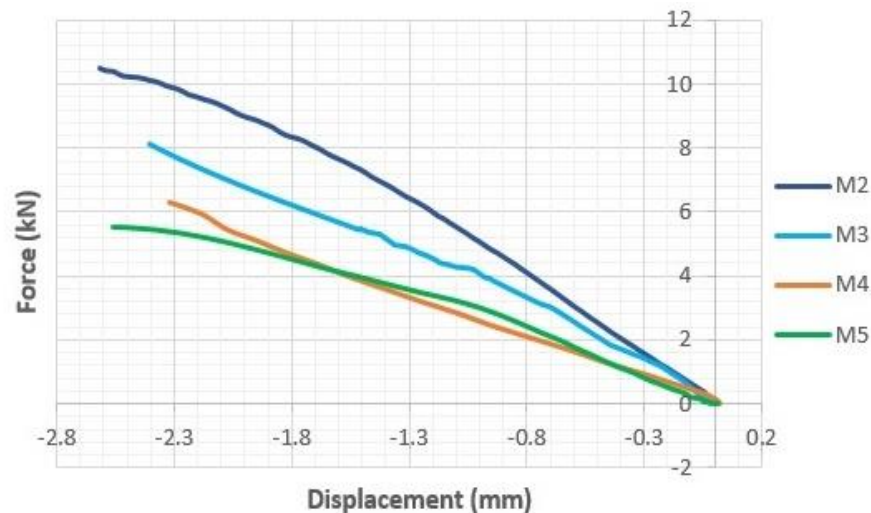


Figure 6. Load-Displacement Graphs of the pile systems for dry soil condition

In order to determine the interaction between the pile system and the soil layer, load - foundation upper grade vertical displacements are obtained. In this context, obtained capacity curves of the pile system are presented comparatively. Tests are repeated for dry sandy soil specimen with soil relative density values of %80-60-50-45. Tests has shown that increase in the soil relative density due to lateral confinement effect of the soil surrounding the piles has increased the carrying capacity of the vertically loaded pile. It can be seen in Figure 6. that as the soil density increase, the buckling resistance of the pile also increases. This increase affects not just the capacity but also the system rigidness aswell. Similarity between rigidness distribution and the soil relative density can be seen in the graphs. Rigidness values decrease as the soil compactness decreases. Load-vertical displacement values in the graphs show that ductile behavior seems to improve as the soil relative density increases.

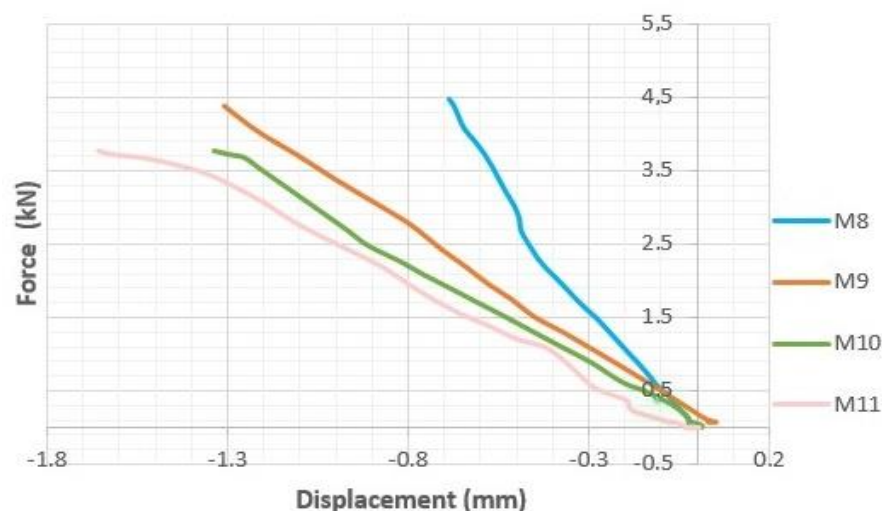


Figure 7. Graphs for the Saturated Soil

In models M8-9-10-11 pile behaviour during liquefaction is investigated for %100 saturated soil with 200 mm buried depth conditions. Load-displacement graphs of the piles for the saturated and liquefied conditions are presented in Figure 7.

The increase in the soil relative density affects the pile carrying capacity positively in the saturated soils as well as it can be seen in Figure 7. However, maximum capacity values for dry soil conditions are resulted higher than of the saturated soil conditions. Increase in the soil saturation seems to negatively affect the lateral confinement effect on the piles in other words the pile support conditions even under

static loading conditions. This condition can be explained by pore water decreasing the friction resistance of grains and easing the relative movement of soil grains (Marzulli et al., 2021). Marzulli et al. (2021), have performed shear tests for dry and wet conditions on different sized two soil samples. From the results, it has been observed that the friction between the grains is shown to decrease while water is present in the soil. Friction angles are detected higher in the dry condition compared to the wet condition for the same grain size. When the behavior in saturated soil and the behavior in liquefied conditions are compared, it can be seen that dynamic loading effect is pulling down the pile capacity value to beneath all of the saturated conditions and the reference specimen.

Bhattacharya (2003), has mentioned that the liquefaction in the soil due to seismic activity caused plastic deformation on the upper part of the piles for one third of pile total length. The results has shown that the buckling points are at the $1/3 L$ height which is in accordance with the literature. The buckling heights (distance between pile buckling points and the floor) are presented in the Table 4.

Table 4. Pile Buckling Lengths

	Load (kN)	Sand Fill (mm)	Pile Length	Distance of Pile Buckling Points to the Floor (mm)
M1	407	-	220	130
M2	1118	300	220	172
M3	873	300	220	163
M4	632	300	220	162
M5	551	300	220	151
M6	523	200	160	134
M7	444	200	160	112
M8	446	200	160	114
M9	445	200	160	115
M10	377	200	160	113
M11	376	200	160	133

From the Table 4 effects of soil fill, soil relative density, saturation degree and the dynamic effect on the pile buckling length can be seen. It is seen that the distance of the buckling failure location from the lower end of the pile is maximum in the M2 model test. Due to decrease in the soil relative density, this distance shifts towards to the mid point of the pile length. In other words this specimen approaches the buckling behavior of the reference specimen. Buckling lengths obtained for specifically saturated and liquefied conditions show that the effect of lateral confinement decreases/diminishes for soil-pile interaction and the pile buckling lengths approach to the reference specimen. Post loading condition of pile systems are presented in Figure 8 for dry soil, saturated soil and the liquefied soil conditions. Presented models are chosen to demonstrate the pile buckling shapes. In the images; M2 is for dry soil, M8 is for saturated soil and M11 is for liquefied soil condition. Through investigating the Figure 8, it can be stated that the piles buckle on their middle point and go into the failure mode. In the M11 model test, lateral load caused by the dynamic effect is seen to be effective on the buckling behavior. This condition can be supported also by the fact that the capacity obtained for the M11 model has resulted lower than of the reference specimen.

When the post-loading behavior of the M2 model (the highest soil relative density ratio and the pile buried depth conditions) is investigated, it can be seen that the collapse is not focused to a point but happens rather ductile. This situation clearly shows the effect of soil confinement on the piles that are forced to lateral buckling under vertical load.

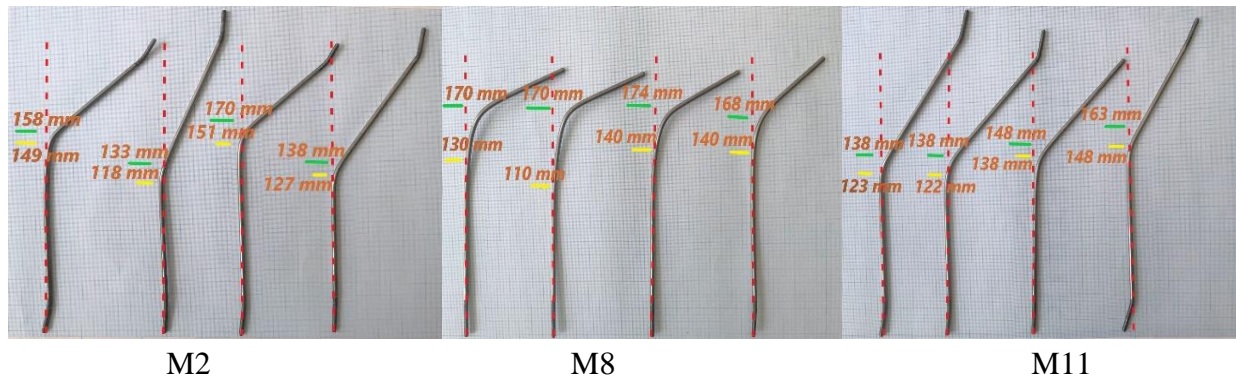


Figure 8. Buckling heights

CONCLUSION

In this study, effects of soil relative density, soil saturation and consequently lateral confinement effect of the soil on the piles are investigated for cohesionless soils. Obtained deformation shapes and buckling length of piles in soils that may liquefy under dynamic forces are seen to be in accord with the literature.

Conclusions from the pile-soil model tests are given below.

- Structural capacity of the piles in cohesionless soils is in direct proportion to the soil relative density.

- For soils with same relative density, as the pile buried depth increases, pile structural capacity increases as well. This conclusion is specifically important for pile foundations of offshore and coastal structures and end bearing piles surrounded by soils with potential for liquefaction along the pile length.

- Comparison of the results of models for dry and saturated soils with same soil relative density has shown that the increase in the soil saturation has led to a decrease in the structural capacity of the pile system. The increase in the soil saturation leads to frictional resistance of soil particles to decrease thus the effect of soil lateral confinement on piles decreases. This condition directly affects the pile support conditions thereby pile carrying capacity and the buckling behavior.

- By socketing pile bottom end to a hard soil and the upper part to a rigid plate, lateral movement is limited and the pile resistance for lateral loads is increased thus affecting the buckling behavior positively. In addition, due to lateral confinement effect of the soil surrounding the pile being determinant on the support conditions, the buckling point shifts towards upward as the confinement effect increases.

- Investigating the load-displacement graphs has shown that as the lateral confinement effect of the soil surrounding the pile increases, the pile buckling behavior tends to be more ductile. Considering this condition for pile system design may lead to a safer and more economic solutions.

From the tests, the maximum load pile can carry before the buckling and the buckling length are observed to be correlated with; soil saturation degree, relative densities, pile buried depth and pile end boundary conditions. In this study, soil condition, pile type and size are kept fixed for the tests therefore it can be stated that the obtained data is limited by the study conditions. By diversing the pile types and the soil conditions and improving the test setup to reflect the effect of soil stresses, further research may provide more realistic contribution to both practice and the literature.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study has been prepared within the thematic area of ‘Construction, Construction Management and Construction Materials’ of YÖK 100/2000 doctoral program. The authors thank YÖK and YÖK100/2000 program staff.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author’s Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Abdoun T, Dobry R, 2002. Evaluation Of Pile Foundation Response To Lateral Spreading. *Soil Dynamics And Earthquake Engineering*, 22 (9–12): 1051–1058.
- Basar E E, Çelik İ D, Fındık M, 2019. Analysis Of Lateral Loaded Single Pile By Plaxis 2D. *International Symposium On Innovations In Civil Engineering And Technology*, Turkey October 23-25, 2019, P.P: 566-574.
- Basu D, Salgado R, Prezzi M, 2009. A Continuum-Based Model For Analysis Of Laterally Loaded Piles In Layered Soils. *Geotechnique*, 59(2), 127–140.
- Basu P, Prezzi M, Basu D, 2010. Drilled Displacement Piles - Current Practice And Design. *DFI Journal The Journal of the Deep Foundations Institute*, 4(1): 3–20.
- Basu P, Prezzi M, Salgado R, 2014. Modeling Of Installation And Quantification Of Shaft Resistance Of Drilled-Displacement Piles In Sand. *International Journal of Geomechanics*, 10.1061/(ASCE)GM.1943-5622.0000303, 214–229.
- Bhattacharya S, 2003. *Pile Instability During Earthquake Liquefaction*, University Of Cambridge (UK), Phd Thesis.
- Bhattacharya S, Madabhushi SPG, Bolton MD, 2004. An Alternative Mechanism Of Pile Failure In Liquefiable Deposits During Earthquakes. *Geotechnique*, 54(April Issue, No.3):203–13.
- Bhattacharya S, Bolton M D, Madabhushi SP, 2005. A Reconsideration Of The Safety Of The Piled Bridge Foundations In Liquefiable Soils. *Soils And Foundations*, 45(4):13–26.
- Bhattacharya S, Madabhushi SPG, 2008. A critical review of methods of pile design in seismically liquefiable soils. *Bulletin of Earthquake Engineering*, 6(3):407–446.
- Bhattacharya S, Adhikari SA, 2009. A Rigorous Analytical Modelling Of Vibration Of A Pile-Supported Structure In Liquefied Soil During Earthquakes. *Geotechnique*, In Preparation.
- Bhattacharya S., Goda K, 2013. Probabilistic Buckling Analysis Of Axially Loaded Piles In Liquefiable Soils. *Soil Dynamic And Earthquake Engineering*, 45:13-24.
- Coyle N M, Castello R R., 1981. New Design Correlations For Piles In Sand. *Journal of the Geotechnical Engineering Division*, 107(7), 965–986.
- Dash S R, Govindaraju L, Bhattacharya S, 2009. A Case Study Of Damages Of The Kandla Port And Customs Office Tower Supported On A Mat-Pile Foundation In Liquefied Soils Under The 2001 Bhuj Earthquake. *Soil Dynamics And Earthquake Engineering*, 29(2): 333–46.
- Dash S R, Bhattacharya S, Blakeborough A, 2010. Bending–Buckling Interaction As A Failure Mechanism Of Piles In Liquefiable Soils, *Soil Dynamics And Earthquake Engineering*, 30(1-2): 32-39.
- Fındık M, Çelik İ D, Basar E E, 2019. Evaluation Of The Seismic Performance Of Pier Structure Designed For 3 Different Pile Systems Sitings To Sand Soil. *International Symposium On Innovations In Civil Engineering And Technology*, Turkey October 23-25, 2019, P.P: 552-566.
- Finn WDL, Fujita N, 2002. Piles In Liquefiable Soils: Seismic Analysis And Design Issues. *Soil Dynamics And Earthquake Engineering*, 22(9–12):731–42.

- Goh S, O'Rourke TD, 1999. Limit State Model For Soil–Pile Interaction During Lateral Spread. In: Proceedings Of The Seventh US– Japan Workshop On Earthquake Resistant Design Of Lifeline Facilitie Sand Countermeasures Against Soil Liquefaction, Seattle: 237–60.
- Ishihara K. 1997, Terzaghi Oration: Geotechnical Aspects Of The 1995 Kobe Earth-Quake. In: Proceedings Of 14th International Conference On Soil Mechanics And Foundation Engineering, Vol.4, Hamburg: 2047–73.
- Jesmani M, Nabavi S H, Kamalzare M, 2012. Numerical Analysis Of Buncpling Behavior Of Concrete Piles Under Axial Load Embeddedin Sand. Arabian Journal For Science And Engineering, 39: 2683-2693.
- Kimura Y, Tokimatsu K, 2005. Buckling Stress Of Steel Pile With Vertical Load In Liquefied Soil. Journal Of Structural Ans Constuction Engineering, 70 (595) :73-78.
- Liu HL, Ren LW, Zheng H (2010a) Full-scale model test on load transfer mechanism for jet grouting soil-cement-pile strengthened pile. Rock Soil Mech (In Chinese) 31(5):1395–1401
- Liu HL, Tao XJ, Zhang JW, Chen YM (2010b) Behavior of PCC pile composite foundation under lateral load. Rock Soil Mech (In Chinese) 31(9):2716–2722
- Marzulli V, Sandeep C S, Senetakis K, Cafaro F, Pöschel T, 2021. Scale And Water Effects On The Friction Angles Of Two Granular Soils With Different Roughness. Powder Technology, 377:813-826.
- Nadeem M, Chakraborty T, ASCE A M, Matsagar V, 2015. Nonlinear Buckling Analysis Of Slender Piles With Geometric Imperfections. Journal Of Geotechnical And Geonvironmental Engineering, 141(1) :06014014.
- Sadrakerimi J., Asem A. (2010). —The Effect of Pile Spacing On Bearing Capacity of Pile Groups, From Research to Design in European Practice, Bratislava, Slovak Republic.
- Salgado R, 2008. The engineering of foundations, Mc Graw Hill, New York.
- Sawwaf, M. (2010). —Experimental Study of Eccentrically Loaded Raft with Connected and Unconnected Short Piles, J. Geotech. Geoenviron. Eng., ASCE, 136:1394-1402.
- Seo H, Basu, D, Prezzi M, Salgado, R, (2009). Load-Settlement Response Of Rectangular And Circular Piles In Multilayered Soil. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 10.1061/(ASCE)1090-0241(2009)135:3(420), 420–430.
- Shanker K, Basudhar PK, Patra NR, 2007. Buckling Of Piles Under Liquefied Soil Conditions. Geotechnical And Geological Engineering, 25(3) : 303-313.
- Tamura S, Higuchi Y, Adachi K, Hayashi Y, Yamazaki M (2009) Effects of existing piles on vertical bearing capacity of new piles based on centrifuge tests—Comparison between rough and smooth surfaces new piles. J Struct Constr Eng AIJ 74(645):2039–2044.
- Tokimatsu K, Oh-oka Hiroshi, Satake K, Shamoto Y, Asaka Y, 1997. Failure And Deformation Modes Of Piles Due To Liquefaction-Induced Lateral Spreading In The 1995 Hyogoken-Nambu Earthquake. Journal Of Structural And Construction Engineering, AIJ (Japan), (495): 95–100.
- Tokimatsu K, Hiroshi OO, Satake K, Shamoto Y, Asaka Y,1998. Effects Of Lateral Ground Movements On Failure Patterns Of Piles In The 1995 Hyogoken-Nambu Earthquake. In: Proceedings Of A Speciality Conference, Geotechnical Earthquake Engineering And Soil Dynamics III. ASCE Geotechnical Special Publication, 1175–86.
- Tomlinson M J, Woodward, J. 2007. Pile Design And Construction Practice, CRC Press, Boca Raton, FL.
- Vesic, A. S, 1977. Design Of Pile Foundations.” Transportation Research Record 42, Transportation Research Board, Washington, DC.
- Yetimoğlu, T., 1998. Bearin Capacity Of Footingon Viratory Compacted Sand. Technical Journal: 1587-1600
- Yılmaz, B. 2010. An Analytical and Experimental Study On Piled Raft Foundations, PhD Thesis, The Graduate School Of Natural And Applied Sciences of M.E.T.U., Ankara.
- Zhang X, Tang I, Ling X z Chang A, 2020. Critical Buckling Load Of Pile In Liquefied Soils. Soil Dynamics And Earthquake Engineering. 135: 106197.

Atf İçin: Zaimoğlu A Ş, Ayık Kılıç E, Artuk F, 2022. Kaya Tuzu Ortamının Enjeksiyon Sıvısı Serbest Basınç Mukavemeti Üzerindeki Etkilerinin Araştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 833-842.

To Cite: Zaimoğlu A Ş, Ayık Kılıç E, Artuk F, 2022. The Investigation of Effects of Rock Salt Stratum on Grout Unconfined Compressive Strength. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 833-842.

Kaya Tuzu Ortamının Enjeksiyon Sıvısı Serbest Basınç Mukavemeti Üzerindeki Etkilerinin Araştırılması

Ahmet Şahin ZAIMOĞLU¹, Elif AYIK KILIÇ^{2*}, Fatih ARTUK¹

ÖZET: Tünel inşaatı, ankraj ve benzeri arazi uygulamalarında enjeksiyon işlemi sırasında kaya tuzu ortamları ile karşılaşılması muhtemeldir. Bu tür ortamlarda, kaya tuzlarının enjeksiyon sıvısının serbest basınç mukavemeti üzerindeki etkileri literatürde kesin olarak belirtilmemiştir. Bu amaçla farklı su/çimento oranlarında (0.8-1.0-1.2 ve 1.4) hazırlanan enjeksiyon sıvıları ile silindirik numuneler (38mm x 76mm) üretilmiştir. Ayrıca kaya tuzu ortamlarında yapılan enjeksiyon uygulamalarında, bu ortamın enjeksiyon sıvısının mukavemeti üzerindeki etkisini belirlemek için silindirik şeffaf kalıplara (100mm x 200mm), $D_r=65\%$ rölatif sıklıkta granüler kaya tuzu yerleştirilmiştir. Daha sonra bu numunelere her bir su/çimento oranı için hazırlanan enjeksiyon sıvıları, özel bir düzenele enjekte edilmiştir. Hazırlanan tüm numuneler 28 gün uygun hava ve su kürlerinde bekletildikten sonra serbest basınç mukavemetleri belirlenmiştir. Laboratuvarda yapılan deney sonuçlarına göre enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinde su küründe mukavemet elde edilemezken en yüksek serbest basınç mukavemeti hava küründe 0.8 su/çimento oranında 12.52 MPa olarak elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Enjeksiyon, enjeksiyon sıvısı, kaya tuzu, serbest basınç mukavemeti

The Investigation of Effects of Rock Salt Stratum on Grout Unconfined Compressive Strength

ABSTRACT: Rock salt stratum is likely to be encountered during the injection process in tunnel construction, anchorage and similar in situ applications. In such stratum, the effects of rock salts on the unconfined compressive strength of the grout have not been clearly stated in the literature. For this purpose, cylindrical samples (38 mm x 76 mm) were produced with grout prepared at different water/cement ratios (0.8-1.0-1.2 and 1.4). In addition, granular rock salt was placed in cylindrical transparent molds (100mm x 200mm) with a relative density of $D_r = 65\%$ in order to determine the effect of this stratum on the strength of the grout in injection applications made in rock salt stratum. Then, grouts prepared for each water/cement ratio were injected into these samples with a special mechanism. The unconfined compressive strengths of the produced samples were determined after they were cured in appropriate air and water conditions (28 days). According to the test results in laboratory, while no strength could be obtained in the water cure in injected rock salt samples, the highest unconfined compressive strength was obtained as 12.52 MPa at water/cement ratio of 0.8 in air cure.

Keywords: Injection, grout, rock salt, unconfined compressive strength

¹Ahmet Şahin ZAIMOĞLU ([Orcid ID: 0000-0001-5245-0212](https://orcid.org/0000-0001-5245-0212)), Fatih ARTUK ([Orcid ID: 0000-0003-4798-9277](https://orcid.org/0000-0003-4798-9277)), Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

² Elif AYIK KILIÇ ([Orcid ID: 0000-0001-5540-8247](https://orcid.org/0000-0001-5540-8247)), Erzurum Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Elif AYIK KILIÇ, e-mail: elif.ayik@erzurum.edu.tr

GİRİŞ

Kaya tuzları, deniz ya da kapalı iç havzaların jeolojik devirlerde buharlaşması sonucu meydana gelmektedir. Kaya tuzlarının ana mineral bileşeni halittir (Küçükaytan, 2007). Kaya tuzları içerisine giren yabancı maddelerin (kil vb.) oranları bakımından deniz tuzları ile farklılıklar arz ederken kil tuza farklı renkler verebilmektedir. Türkiye’de kaya tuzu madenleri genellikle gri renkte olup, bazı kaya tuzları ise siyaha yakın renktedirler (Anonim, 2020). Kaya tuzuna ait bir görsel Şekil 1’de gösterilmektedir (Anonim, 2021). Kaya tuzunun en yaygın tipi halit olmasına karşın silvit, kalsit, dolomit, anhidrit ve jips gibi mineralleri de içermektedir. (Ayanoglu, 2019)



Şekil 1. Kaya tuzu (Anonim, 2021)

Enjeksiyon, katkılı stabilizasyon yöntemi olup boşlukların, çatlakların ya da gözeneklerin içerisine, enjeksiyon sıvılarının enjeksiyonu veya zemin-çimento birleşimini oluşturmak için zemin içerisine yüksek basınçla çimento karışımlarının enjekte edilmesi olarak tanımlanmaktadır (Kim ve Lee, 2000). Giderek kullanımı ve kullanım alanları yaygınlaşan enjeksiyon, inşaat mühendisliğinde birçok uygulama alanına sahiptir (Ayık Kılıç, 2020). Enjeksiyon tünel kazısı esnasında; gevşek zeminlerin ve parçalı kayaların stabilizasyonunda, yüzeydeki ya da yakın alanlardaki yapılarda meydana gelebilecek oturmaların engellenmesinde, destek elemanları oluşturulmasında (püskürtme beton, enjeksiyonlu bulon uygulaması ve çelik hasır), ankraj çubuklarının sabitlenmesinde, tünel yüzey betonu ile kaya arasındaki boşlukların doldurulmasında, tünel inşası esnasında kayalarda var olan çatlakların doldurulmasında kullanılabilir (Tunçdemir, 2004).

Wakeley ve Burkes (1986) tarafından yapılan bir çalışmada, yarı saf kaya tuzu (>%90 Halit) ile yarı çimento bazlı enjeksiyon sıvısı ve yarı anhidrit ile yarı çimento bazlı enjeksiyon sıvısı ile silindirik numuneler oluşturulmuş ve yapılan deneyler sonucunda halit ile oluşturulan numunenin daha fazla mukavemet verdiği belirlenmiştir. Tan ve ark. (2014) tarafından yapılan çalışmada belli sıklıktaki zemin örneklerine bentonit, silis dumanı ve uçucu kül katkılı çimento esaslı enjeksiyon sıvıları enjekte edilerek numunelerin serbest basınç mukavemeti incelenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda enjeksiyon sıvıları üzerinde en etkili parametrenin silis dumanının olduğu en az etkili parametrenin ise bentonit olduğu ifade edilmiştir. Yang ve Luo (2012) beton numuneleri üzerinde NaCl ve NaSO₄ tuzlarının etkisini araştırmışlar ve betondaki klor iyonları, sülfat iyonlarının neden olduğu beton bozulmalarını azaltabileceğini ve/veya geciktirebileceğini belirtmişlerdir.

Akbulut ve Sağlamer (2002) enjekte edilebilirliğin tahmini için ampirik bir formül oluşturmak amacıyla enjeksiyon deneyleri yapmışlardır. Bu enjeksiyon deneyleri sonucunda, zeminin enjekte edilebilirliğinin; rölatif sıklığa, zeminin dane boyutuna, çimento dane boyutuna, enjeksiyon harcının su/çimento (S/Ç) oranına, ince tane içeriğine ve enjeksiyon basıncına bağlı olduğu belirlenmiştir. Popp ve Kern (2001) kaya tuzu numunelerinin, hidrostatik yükleme altında P ve S dalga hızları ve gaz geçirgenliğine bakmışlardır. Yapmış oldukları çalışmalar sonucunda hidrostatik yükleme sonucunda geçirimsizliğin azaldığını ve P ve S dalga hızlarında önemli artışın meydana geldiğini belirtmişlerdir. Chegbeleh ve ark. (2014) tarafından yapılan çalışmada nükleer atıkların bertarafı için oluşturulan bariyer sistemlerindeki mikro çatlakların giderilmesi amacıyla NaCl-Bentonit ve Ethanol-Bentonit karışımları oluşturulmuştur. Yapılan deney sonucunda NaCl-Bentonit karışımının daha yoğun kıvamda bile enjekte edilebilme yeteneğinin fazla olduğu belirtilmiştir.

Literatürde enjekte edilen ortamların mekanik özellikleri ile ilgili çok sayıda çalışma yapılmasına karşın kaya tuzu ortamına yapılan enjeksiyon sıvılarının serbest basınç mukavemeti ile ilgili çalışmalar yok denecek kadar azdır. Bu amaçla farklı su/çimento oranlarında (0.8-1.0-1.2 ve 1.4) hazırlanan enjeksiyon sıvıları ile 38mm çapında 76mm yüksekliğinde silindirik numuneler hazırlanmıştır. Ayrıca kaya tuzu ortamlarında yapılan enjeksiyon uygulamalarında bu ortamın enjeksiyon sıvısının mukavemeti üzerindeki etkisini belirlemek için 100mm çapında ve 200mm yüksekliğinde silindirik şeffaf kalıplara $Dr=65\%$ rölatif sıklıkta yerleştirilen granüler kaya tuzu içerisine her bir su/çimento oranı için hazırlanan enjeksiyon sıvıları özel bir düzenekle enjekte edilmiştir. Hazırlanan tüm numuneler 28 gün uygun hava ve su kürlünde bekletildikten sonra serbest basınç mukavemetleri belirlenmiştir.

MATERYAL VE METOT

Çalışmada Erzurum Aşkale Çimento Fabrikası'ndan alınan CEM I 42.5 R türü çimento kullanılmıştır. Çimentoya ait üretici firmadan alınan fiziksel ve kimyasal özellikler Çizelge 1' de verilmiştir.

Çizelge 1. Çimentoya ait üretici firmadan alınan fiziksel ve kimyasal özellikler

Fiziksel Özellikler	
Priz Başlama Süresi	≥ 60 dakika
Genleşme	≤ 10 mm
2 Günlük Mukavemet	≥ 20.0 MPa
28 Günlük Mukavemet	≥ 42.5 MPa ≤ 62.5 MPa
Kimyasal Özellikler	
Kükürt Trioksit (SO ₃)	≤ 4.0
Klorür (Cl)	≤ 0.1
Kızdırma kaybı	≤ 5.0
Çözünmeyen kalıntı	≤ 5.0
Diğer Özellikler	
Özgül Yüzey (Blaine)	3400 – 3900 cm ² gr ⁻¹
Yoğunluk	3.00 - 3.15 grcm ⁻³

Enjeksiyon sıvılarında karışım suyu olarak şebeke suyu kullanılmıştır.

Çalışmada kullanılan kaya tuzu özel bir firmadan temin edilmiştir. Kaya tuzuna ait bazı fiziksel özellikler Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. Kaya tuzunun bazı fiziksel özellikleri

Fiziksel Özellikleri	Değer
Yoğunluk (γ)	20 kNm ⁻³
Maksimum kuru yoğunluk (γ_{kmax})	13.3 kNm ⁻³
Minimum kuru yoğunluk (γ_{kmin})	11.1 kNm ⁻³
Maksimum boşluk oranı (e_{max})	%0.81
Minimum boşluk oranı (e_{min})	%0.5

Enjeksiyon Numunelerinin Hazırlanması

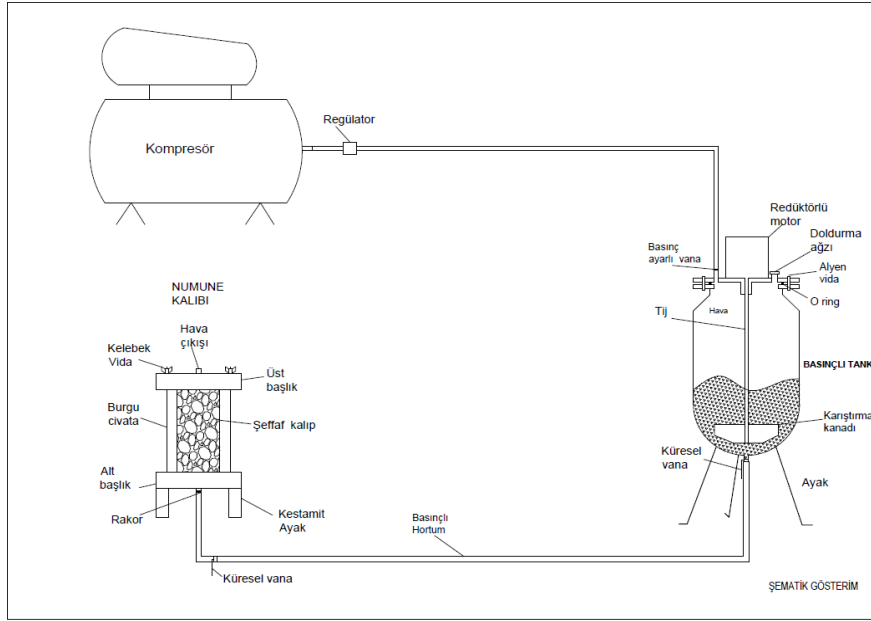
Hazırlanan enjeksiyon sıvıları çimento esaslı olup ASTM C 305-06'ya uygun olarak, sırasıyla dört farklı su/çimento (S/Ç) oranlarında 0.8-1.0-1.2 ve 1.4 hazırlanmıştır. Her bir farklı S/Ç oranı için hazırlanan enjeksiyon sıvıları 38mm x 76mm silindirik kalıplar içerisine dökülerek enjeksiyon numuneleri (EN) elde edilmiştir (Şekil 2). Enjeksiyon numunelerinin 28 günlük hava (24° C ve %39 nem) ve su (20° C, kirece doymun) kürü dayanımlarını belirlemek için her bir enjeksiyon sıvısından altışar adet (3 adet hava kürü, 3 adet su kürü) numune üretilmiş ve değerlendirmelerde ortalama değerleri kullanılmıştır.



Şekil 2. Enjeksiyon numuneleri

Enjekte Edilen Kaya Tuzu Numunelerinin Hazırlanması

Enjekte edilen kaya tuzu numunelerinin (EKTN) hazırlanmasında, özel olarak imal edilmiş enjeksiyon düzeneği kullanılmıştır. Enjeksiyon düzeneği; kompresör, enjeksiyon sıvısının homojen olmasını sağlamak amacıyla hızı ayarlanabilir mikserin olduğu 15 bar basınçta dayanıklı basınçlı tank, 12 kanal dağıtıcı ve 15 bar basınçta dayanıklı 100mm çapında 200mm yüksekliğinde olan silindirik şeffaf kalıplarından oluşmaktadır (Şekil 3).



Şekil 3. Enjeksiyon deney düzeneği

Granül kaya tuzu, basınca dayanıklı şeffaf numune kalıplarına $D_r=65\%$ rölatif sıklıkta yerleştirilmiştir. Hazırlanan enjeksiyon sıvısı basınçlı enjeksiyon tankı içerisine konulmuştur. Enjeksiyon sıvısının homojen olması ve topaklanmaması için mikser sabit bir hızda enjeksiyon işlemi süresince çalıştırılmıştır. Hazır hale gelen enjeksiyon sıvısı şeffaf kalıplara yerleştirilen granüler kaya tuzunun içerisine 1 atm basınç altında (Çelik, 2017; Zaimoğlu, 2003) alttan yukarıya doğru enjekte edilmiştir. Enjeksiyon işleminin başarılı olup olmadığı şeffaf kalıplardan takip edilmiştir. Bu işlem farklı S/Ç oranlarında (0.8-1.0-1.2 ve 1.4) hazırlanan her bir enjeksiyon sıvısı için tekrar edilmiştir (Şekil 4). Enjeksiyonlu numuneler prizini aldıktan sonra şeffaf kalıplardan çıkarılarak kür işlemine tabi tutulmuştur. Her bir enjeksiyon sıvısı için altışar adet (3 adet hava kürü, 3 adet su kürü) enjekte edilmiş kaya tuzu numunesi hazırlanarak hava (24°C ve %39 nem) ve su (20°C , kirece doymun) küründe 28 gün bekletilmiştir (Şekil 5, Şekil 6).



Şekil 4. Enjeksiyon işlemi



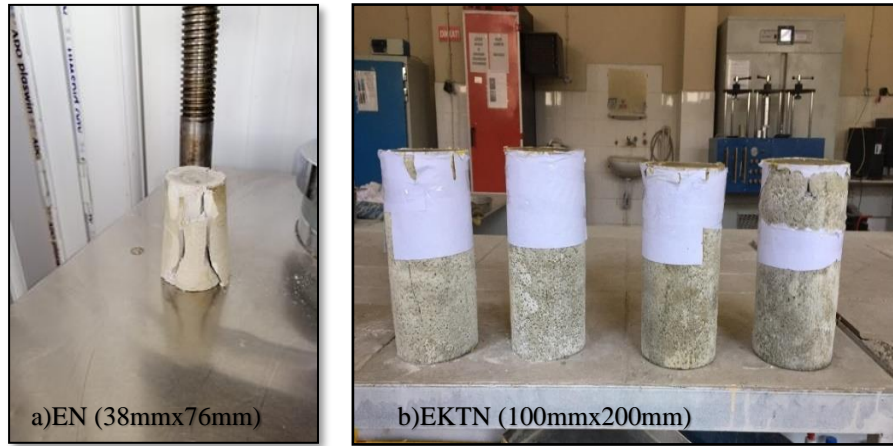
Şekil 5. Hava kürüne bırakılan numuneler



Şekil 6. Su kürüne bırakılan numuneler

Serbest Basınç Deneyi

Kür sürelerini tamamlayan enjeksiyon numuneleri (EN) Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi İnşaat Mühendisliği Zemin Mekaniği Laboratuvarında, enjekte edilmiş kaya tuzu numuneleri (EKTN) ise Atatürk Üniversitesi İnşaat Mühendisliği Yapı Laboratuvarında, ASTM C942/C942M-21 ve ASTM D1633-17 'ye uygun olarak serbest basınç deneyine tabi tutulmuştur. Serbest basınç deneyine tabi tutulan enjeksiyon numuneleri ve enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerine ait görsel Şekil 7'de gösterilmiştir.



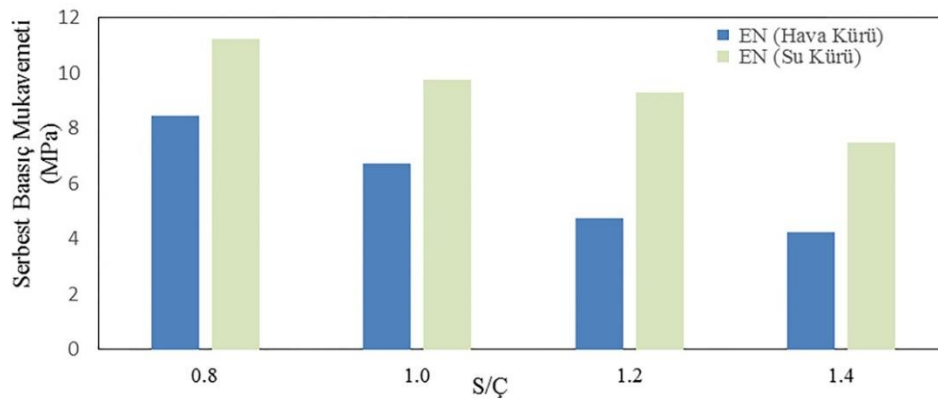
Şekil 7. Serbest basınç deneyi (EN ve EKTN)

BULGULAR VE TARTIŞMA

Enjeksiyon numunelerinin serbest basınç dayanım deneyi sonuçlarından elde edilen serbest basınç mukavemeti değerleri Çizelge 3’de verilmiş, bu değerler kullanılarak çizilen grafik ise Şekil 8’de gösterilmiştir.

Çizelge 3. Serbest basınç mukavemeti değerleri (Enjeksiyon numuneleri)

Enjeksiyon Numunesi	S/Ç	Serbest Basınç Mukavemeti (MPa)							
		Hava Kürü				Su Kürü			
		1. Numune	2. Numune	3. Numune	Ortalama	1. Numune	2. Numune	3. Numune	Ortalama
EN1	0.8	7.25	8.22	9.9	8.46	10.63	12.60	10.48	11.24
EN2	1.0	7.77	5.35	8.05	7.05	10.60	9.74	8.90	9.75
EN3	1.2	5.11	5.51	3.62	4.74	9.27	9.80	8.82	9.3
EN4	1.4	2.98	4.09	5.64	4.24	7.37	6.59	8.53	7.5



Şekil 8. Serbest basınç mukavemeti (Enjeksiyon numunesi)

Çizelge 3 incelendiğinde en yüksek dayanım su kürü S/Ç=0.8 numunesinde 11.24 MPa olarak, en düşük dayanım ise hava kürü S/Ç=1.4 numunesinde 4.24 MPa olarak elde edilmiştir.

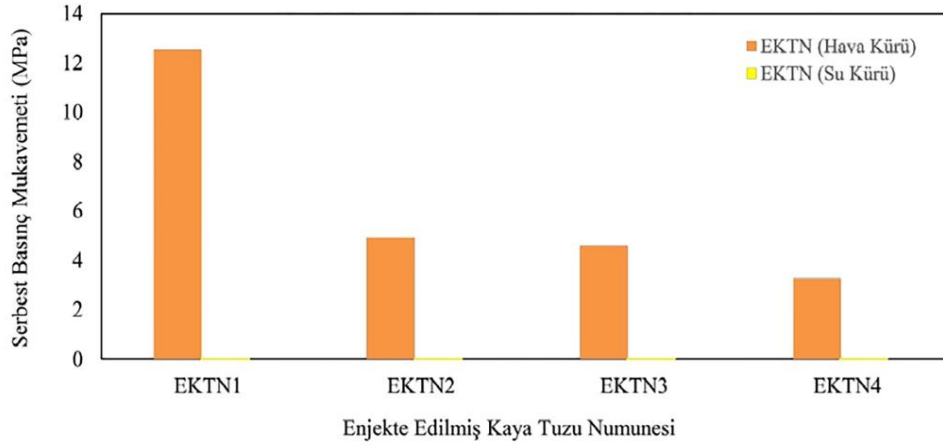
Şekil 8 incelendiğinde S/Ç oranı arttıkça, beklenildiği üzere enjeksiyon sıvılarının hava ve su küründe serbest basınç mukavemetlerinin azaldığı görülmektedir. Bu durum literatür ile benzerlik arz etmektedir (Gökdemir, 1999; İnal, 2015). Ayrıca su kürüne maruz bırakılan numunelerin daha yüksek basınç dayanımları verdiği Şekil 8’den belirlenmiştir. Bu nedenle enjeksiyon sıvılarının, enjekte

edildiği ortamlarda su bulunmayacağından bu tür numunelerin hava küründeki serbest basınç mukavemetinin tasarımlarda dikkate alınmasının daha doğru olacağı kanaatine varılmıştır.

Enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinin (hava kürü) serbest basınç mukavemeti deneyi sonuçlarından elde edilen serbest basınç mukavemeti değerleri Çizelge 4’de verilmiş, bu değerler kullanılarak çizilen grafik ise Şekil 9’da gösterilmiştir. Enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinin su küründe mukavemet elde edilememiş ve numuneler dağılmıştır.

Çizelge 4. Serbest basınç mukavemeti değerleri (Enjekte edilmiş kaya tuzu numuneleri)

Enjekte Edilmiş Kaya Tuzu Numunesi	S/Ç	Serbest Basınç Mukavemeti (MPa) (Hava Kürü)			
		1. numune	2. numune	3. numune	Ortalama
EKTN1	0.80	12.81	12.31	12.45	12.52
EKTN2	1.00	4.38	4.91	5.49	4.93
EKTN3	1.20	4.60	4.80	4.36	4.59
EKTN4	1.40	3.28	3.21	3.32	3.27

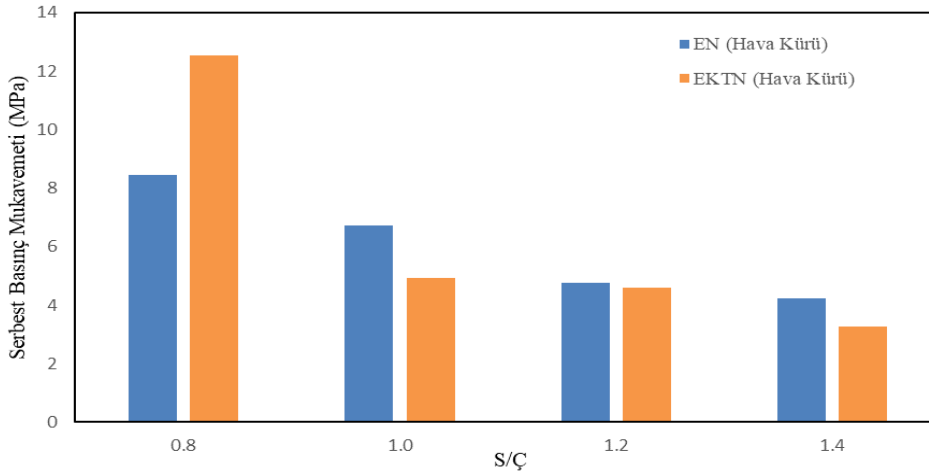


Şekil 9. Serbest basınç mukavemeti (Enjekte edilmiş kaya tuzu numuneleri)

Şekil 9 incelendiğinde hava küründe beklenen EKTN’lerin serbest basınç mukavemeti enjeksiyon sıvısının S/Ç oranının artmasıyla azaldığı görülmektedir. Yine Şekil 9’da su küründe beklenen EKTN’ler serbest basınç mukavemeti deneyinde dağıldığı için serbest basınç mukavemetleri 0 (sıfır) olarak alınmıştır.

Çizelge 4 ve Şekil 9 birlikte incelendiğinde enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinde en yüksek mukavemet EKTN1 numunesinde 12.52 MPa olarak elde edilmiştir. Enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinde S/Ç oranı arttıkça serbest basınç mukavemetin azaldığı görülmektedir. Bu sonuç İnal (2015), Gökdemir (1999), Akbulut ve Sağlamer’in (2002) yapmış oldukları çalışmalar ile paralellik arz etmektedir. Bu çalışmalarda S/Ç oranının artmasıyla enjeksiyonlu numunelerin serbest basınç mukavemetinin azaldığını belirtmiştir.

Aynı S/Ç oranında EN ve EKTN’nin hava kürü sonucunda elde edilen serbest basınç mukavemeti değerleri grafiği toplu olarak Şekil 10’ da gösterilmiştir.



Şekil 10. S/Ç oranı- Serbest basınç mukavemeti ilişkisi (Hava kürü)

Şekil 10'da görüleceği üzere kaya tuzu, düşük S/Ç oranında hazırlanan enjeksiyon sıvılarının serbest basınç mukavemetinde olumlu yönde etki yaparken, yüksek S/Ç oranlarında olumsuz yönde etki etmektedir. Bu sonuca düşük S/Ç oranında (0.8) hazırlanan enjeksiyon sıvısında su miktarının az olması, dolayısıyla kaya tuzunun çözünmesi için yeteri kadar sürenin geçmemesinin neden olduğu düşünülmektedir. Yani hidrasyon için kullanılan su, hızlı bir şekilde tüketildiğinden dolayı kaya tuzu ile teması çok az olmaktadır. Buna ilaveten çimentonun hidrasyon ürünlerine bağlanmayan su miktarı düşük olduğunda, kaya tuzunun dolgu malzemesi (granüler) olarak davranış göstermesinde mukavemete olumlu etki ettiği düşünülmektedir. Öte yandan yüksek S/Ç oranlarında dayanımın düşme nedeni ise ortamdaki suyun fazla olmasından dolayı yüksek çözünürlükteki tuz mineralinin oluşturduğu boşluk hacminin artmasından kaynaklanmaktadır.

SONUÇ

Çalışmada kaya tuzu ortamlarına yapılan enjeksiyon işlemi sonucunda enjeksiyon sıvısı mukavemetinin nasıl değiştiğini belirlemek amacıyla laboratuvarında bir seri enjeksiyon işlemi ve serbest basınç mukavemeti deneyleri yapılmış ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Enjeksiyon numunelerinin hem hava hem su küründe su/çimento oranı arttıkça, mukavemet azalmıştır.
- Enjeksiyon numuneleri su küründe daha yüksek dayanım vermiştir. Ancak arazideki enjeksiyon uygulamalarında su kürü yapılamayacağından hava küründeki serbest basınç mukavemeti değerlerinin tasarımı dikkate alınması önerilmektedir.
- Hava küründe bekletilen enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinde su/çimento oranının artmasıyla serbest basınç mukavemeti azalmıştır.
- Kaya tuzu yüksek S/Ç oranlarında enjeksiyon sıvısının mukavemetini düşürmüştür.
- Su küründe bekletilen enjekte edilmiş kaya tuzu numunelerinde serbest basınç mukavemeti elde edilememiştir.
- Çalışma sonuçları göz önüne alındığında, uygulamada kaya tuzu (Halit) ortamının olması muhtemel arazilerde, yüzeye yakın ve su ile temasın olduğu bölgelerde enjeksiyon yapılırken daha dikkatli davranılması gerektiği söylenebilir.

TEŞEKKÜR

Çalışma Atatürk Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından FYL- 2020-8223 proje numarası ile desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Akbulut S, Sağlamer A, 2002. Estimating the Groutability of Granular Soils: A New Approach. *Tunnelling and Underground Space Technology*, 17(4): 371-380.
- Anonim, 2020. Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü. <https://www.mta.gov.tr/v3.0/bilgimerkezi/kayatuzu> (Erişim Tarihi: 28.11.2020).
- Anonim, 2021. Halit (Kaya Tuzu) (jemad.com.tr/) (Erişim Tarihi:10.02.2021).
- ASTM C305-06, Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency.
- ASTM C942/C942M-21, Standard Test Method for Compressive Strength of Grouts for Preplaced-Aggregate Concrete in the Laboratory.
- ASTM D1633-17, Standard Test Methods for Compressive Strength of Molded Soil-Cement Cylinders.
- Ayanoğlu S, 2019. Bir Yeraltı Kaya Tuzu Madenindeki Toz Maruziyet Risklerinin Değerlendirilmesi, İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi.
- Ayık Kılıç E, 2020. Kaya Tuzlarının Enjeksiyon Sıvıları Üzerindeki Etkileri, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Chegbeleh L.P, Yidana S.M, Nishigaki M, and Achampong F, 2014, Comparative Study on the Application of Ethanol-Bentonite Slurry and Salt-Bentonite Slurry as Effective Injection Materials for Barrier Sealing, *Applied Clay Science*, 87. 40-45.
- Çelik S, 2017. An Experimental Investigation of Utilizing Waste Red Mud in Soil Grouting. *KSCE Journal of Civil Engineering*, 21 (4): 1191-1200.
- Gökdemir A, 1999. Mikro Daneli Çimento Enjeksiyonu Uygulanmış Kum Örneklerinin İnceliğe Bağlı Mekanik ve Dayanım Özellikleri, Fen Bilimleri Enstitüsü. Niğde Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi.
- İnal E, 2015. Zeminlerin Taşıma Gücünün Çimento Enjeksiyonu İle İyileştirilmesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Fırat Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi.
- Kim T, Lee C, 2000. Deformation Behavior Changes Of Jointed Rocks By Cement Milk Grouting. *ISRM International Symposium*, Melbourne Australia.
- Küçükaytan B, 2007. Masif Kaya Tuzunda Depo Tasarımı Amaçlı Kuramsal Yaklaşım ve Fiziksel Çalışmalar, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- Popp T, Kern H, 2001. Evolution of Dilatancy and Permability in Rock Salt During Hydrostatic Compaction and Triaxial Deformation. *Journal of Geophysical Research*, 4061-4078.
- Tan O, Gungormus G, Zaimoglu A. S, 2014. Effect of Bentonite. Fly Ash and Silica Fume Cement Injections on Uniaxial Compressive Strength of Granular Bases. *KSCE Journal of Civil Engineering*, 18 (6). 1650-1654.
- Tunçdemir F, 2004. Temel Zeminlerinin Enjeksiyon Tekniğiyle İyileştirilmesi. *Türkiye Mühendislik Haberleri*, 430.
- Yang D.Y, Luo J.-J, 2012. The Damage of Concrete Under Flexural Loading and Salt Solution. *Construction and Building Materials*, 36: 129-134.
- Wakeley L.D, Burkes J.P, 1986. Distribution of Chloride in A Salt-Saturated Grout in Contact With Halite Rock. *Cement and Concrete Research.*, 16 (3): 267-274.
- Zaimoğlu A, 2003. Bentonit Uçucu Kül ve Silis Dumanı Katkılı Çimento Enjeksiyonu Karışımlarında Fiziksel ve Mekanik Özelliklerin Taguchi Optimizasyon Yöntemi ile İncelenmesi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi.

Atf İçin: Nacar S, Şan M, Kankal M, Okkan U, 2022. Farklı İklim Değişikliği Senaryoları için Doğu Karadeniz Bölgesindeki Meteorolojik Kuraklıkların Eğilim Analizi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 843-856.

To Cite: Nacar S, Şan M, Kankal M, Okkan U, 2022. Trend Analysis of Meteorological Droughts for Different Climate Change Scenarios in Eastern Black Sea Region. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 843-856.

Farklı İklim Değişikliği Senaryoları için Doğu Karadeniz Bölgesindeki Meteorolojik Kuraklıkların Eğilim Analizi

Sinan NACAR¹, Murat ŞAN^{2*}, Murat KANKAL³, Umut OKKAN⁴

ÖZET: Kuraklık diğer doğal afetlerden farklı olarak gelişimi daha uzun zaman alan ve etkileri daha uzun süre devam eden bir afettir. Meydana gelmesi muhtemel bir kuraklığın önceden belirlenmesi, kuraklığın olumsuz etkilerinin daha etkili bir şekilde azaltılmasını mümkün kılmaktadır. Standartlaştırılmış Yağış İndeksi (SYİ) farklı iklim koşullarına sahip, farklı zaman dilimleri ve bölgeler arasındaki kuraklıkları tanımlamak için en sık kullanılan kuraklık indeksidir. Bu çalışmanın amacı almış olduğu yağış miktarı bakımından Türkiye'nin en önemli hidrolojik havzalarından biri olan Doğu Karadeniz Havzası'nın (DKH) geçmiş ve gelecek dönem kuraklık analizini SYİ parametresi ile gerçekleştirmek ve bu parametrenin eğilimini belirlemektir. Bu kapsamda DKH içinde ve çevresinde yer alan 12 meteoroloji istasyonundan ölçülmüş olan 1981-2010 dönemi aylık toplam yağış verileri kullanılarak SYİ değerleri hesaplanmıştır. Ayrıca CMIP5 arşivinde yer alan GFDL-ESM-2M genel dolaşım modelinin iyimser (RCP4.5) ve kötümser (RCP8.5) senaryolar altındaki bölgesel ölçeğe indirgenmiş olan 2021-2050 dönemi çıktılarına da aynı işlemler uygulanmıştır. Meteorolojik kuraklığın eğilim analizleri için 1 ve 3 aylık SYİ değerleri üzerinde Yenilikçi Eğilim Analizi yöntemi kullanılarak üç farklı grupta ve %95 güven düzeyinde tekdüze olarak eğilim analizi gerçekleştirilmiştir. Gözlem değerlerinde ve RCP senaryolarında istasyonların yaklaşık %25'inde şiddetli yağışlarda ve şiddetli kuraklıklarda artış görülmüştür. Ancak SYİ değerlerinde geçmiş dönem periyodunda Akçaabat istasyonu (azalan eğilim) hariç tekdüze anlamlı artan eğilim görülürken gelecek dönem periyodunda her iki senaryo için azalan yönde eğilim görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Doğu karadeniz havzası, iklim değişikliği, kuraklık analizi, standartlaştırılmış yağış indeksi, yenilikçi eğilim analizi

Trend Analysis of Meteorological Droughts for Different Climate Change Scenarios in Eastern Black Sea Region

ABSTRACT: Unlike other natural disasters, drought takes longer to develop and its effects last longer. With this feature, monitoring a possible drought makes it possible to reduce the negative effects of drought more effectively. The Standardized Precipitation Index (SPI) is one of the few drought indexes proposed by researchers to describe droughts between different climatic conditions on different time periods and regions. This study aims to perform the past and future drought analysis of the Eastern Black Sea Basin (EBSB), which is one of the most important hydrological basins in terms of precipitation amount of Turkey, with SPI. In this context, SPI values were calculated using the monthly total precipitation data for the 1981-2010 period, which were measured from 12 meteorological stations in and around the EBSB. In addition, the same processes were applied to the 2021-2050 period outputs of the GFDL-ESM-2M general circulation model in the CMIP5 archive, which was downscaled to regional scale under optimistic (RCP4.5) and pessimistic (RCP8.5) scenarios. For trend analysis of meteorological drought, trend analysis was carried out in three different groups and 95% confidence interval, using Innovative Trend Analysis method on 1- and 3- monthly SPI values. In the observation values and RCP scenarios, about 25% of the stations saw an increase in severe wet class and in severe drought class. However, in the historical period, except for the Akçaabat station (decreasing trend), significant monotonic increasing trends were observed in the SPI values, while a decreasing trend was observed in the next period for both scenarios.

Keywords: Eastern black sea basin, climate change, drought analysis, standardized precipitation index, innovative trend analysis

¹ Sinan NACAR ([Orcid ID: 0000-0003-2497-5032](https://orcid.org/0000-0003-2497-5032)) Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 60150, Tokat, Türkiye, sinan.nacar@gop.edu.tr

^{2*} Murat ŞAN ([Orcid ID: 0000-0001-7006-8340](https://orcid.org/0000-0001-7006-8340)) Gümüşhane Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 29100, Gümüşhane, Türkiye, muratsan@gumushane.edu.tr

³ Murat KANKAL ([Orcid ID: 0000-0003-0897-4742](https://orcid.org/0000-0003-0897-4742)) Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 16059, Bursa, Türkiye, mkankal@uludag.edu.tr

⁴ Umut OKKAN ([Orcid ID: 0000-0003-1284-3825](https://orcid.org/0000-0003-1284-3825)) Balıkesir Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 10145, Balıkesir, Türkiye, umutokkan@balikesir.edu.tr

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Murat ŞAN, e-mail: muratsan@gumushane.edu.tr

Bu çalışma Sinan NACAR'ın Doktora tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Hükümetler arası İklim Değişikliği Paneli (IPCC), altıncı değerlendirme raporunda (AR6) insan etkilerinin atmosferi, okyanusları ve toprağı ısıttığı vurgulanmaktadır. Özellikle son yıllarda insan etkileri nedeniyle atmosferde, okyanusta, kriyosferde ve biyosferde yaygın ve hızlı değişimler meydana gelmiştir. Bu raporda son 40 yıldaki her on yıllık dönemin, 1850 yılından beri kendisinden önceki on yıldan daha sıcak olduğu ifade edilmiştir. AR6'ya göre 1850–1900'dan 2010–2019'a kadar insan kaynaklı toplam küresel yüzey sıcaklığı artışının olası aralığı 0,8 °C ila 1,3°C olarak ve en iyi tahminle 1,07°C olarak belirlenmiştir. Ayrıca kara üzerindeki küresel ortalama yağış miktarının 1950'lerden bugüne kadar artan bir eğilim gösterdiği ve bu artış eğiliminin 1980'lerden sonra daha da arttığı ifade edilmektedir (IPCC, 2021). İklim değişikliği etkilerinin dünyanın hemen hemen bütün bölgelerinde birçok aşırı hava ve iklim olaylarını tetiklediği ve bu etkiler sonucunda sıcak hava dalgaları, yoğun yağışlar, kuraklıklar ve tropik siklonlar gibi aşırı hava olaylarının görülme sıklığı ve şiddetinin artış gösterdiği IPCC raporunda ve birçok uluslararası çalışmada vurgulanmıştır (Wu ve ark, 2012; Kron ve ark, 2019; Haltas ve ark, 2021; IPCC, 2021).

IPCC özellikle 21. yüzyıl için kuraklıkların olası yoğunlaşması konusunda karar vericileri ve yöneticileri uyarmıştır. Kuraklık yavaş başlayan ve ilerleyen hidrometeorolojik bir olay olması dolayısıyla izlenmesi ve analizi büyük bir önem taşımaktadır (Dikici, 2019). Son yıllarda dünyanın çeşitli bölgeleri için kuraklık olayları kapsamlı bir şekilde ele alınmakta ve kuraklık analizleri gerçekleştirilmektedir (Caloiero ve ark, 2018). Bu kapsamda Lloyd-Hughes and Saunders (2002) Orta Avrupa'daki bazı büyük ölçekli kuraklıkları, Minetti ve ark. (2010) ve Feng (2011) Güney ve Kuzey Amerika'da bölgesel kuraklığı, Fang ve ark. (2013) ve Hua ve ark. (2013) Asya'da mekansal ve zamansal kuraklık değişkenliğini, Caloiero ve ark. (2018) Avrupa ve Akdeniz Havzası'nda kuraklık analizlerini gerçekleştirmişlerdir.

Kuraklık analizlerinin gerçekleştirilmesinde en sık kullanılan yöntem kuraklık indeksleridir. Kuraklık indeksleri iklim anomalilerinin farklı kullanıcılara iletilmesi, kuraklık hakkında daha detaylı ve anlaşılır bilgiler sunması ve farklı kuraklık türlerinin (meteorolojik, tarımsal ve hidrolojik kuraklık) izlenmesi ve değerlendirilmesi için kullanılan yararlı araçlardır (Caloiero ve ark, 2018). Kuraklığın belirlenmesini ve ölçülmesini sağlamak amacıyla literatürde farklı değişkenler kullanılarak hesaplanan çok sayıda kuraklık indeksi yer almaktadır. Bu indekslere Palmer Kuraklık Şiddet İndeksi, Keşif Kuraklık İndeksi, Standartlaştırılmış Yağış İndeksi (SYİ), Standartlaştırılmış Yağış Evapotranspirasyon İndeksi, Yüzey Suyu Temini İndeksi, Akarsu Kuraklık İndeksi, Yağış Anomali İndeksi, Standartlaştırılmış Akış İndeksi örnek olarak verilebilir (Palmer, 1965; Van Rooy, 1965; Shafer ve Dezman, 1982; McKee ve ark, 1993; McKee ve ark, 1995; Tsakiris ve ark, 2007; Shukla ve Wood, 2008; Nalbantis ve Tsakiris, 2009; Vicente-Serrano ve ark, 2010;). Kullanılan bu indekslerden SYİ, McKee ve ark. (1993) tarafından kuraklığı tanımlamak ve izlemek amacıyla geliştirilmiştir. SYİ, yağışın belirli bir zamanda ortalamadan çıkarılıp standart sapmaya bölünmesi ile elde edilen değerdir. SYİ ile herhangi bir bölgede belirli bir zaman ölçeğinde kurak veya nemli olaylardaki anormallikler belirlenebilmektedir (Pamuk ve ark. 2004). SYİ, ekonomik faaliyetleri, insan yaşamını ve çevreyi etkileyen, su kaynaklarının mevcudiyeti ve ekosistemlerin taşıma kapasitesinin azalmasına neden olan, ortalamanın altında geçici yağış olarak tanımlanan meteorolojik kuraklığı analiz etmek için en çok kullanılan indekstir (Tabari ve ark, 2012; Bayissa ve ark, 2015).

Kuraklığın mevcut veriler üzerine incelenmesi çalışılan havzanın geçmiş dönem kuraklıkları hakkında bilgi sağlaması açısından oldukça önemlidir. Ancak iklim değişikliği etkileri ile belirli senaryolar altında aynı havzada gelecek dönemlerde meydana gelebilecek olası kuraklıkların analizi

havza için su kaynaklarının korunması, tarım ve hayvancılık, sürdürülebilir çevre, enerji ve ülke ekonomisi gibi konularda hayati öneme sahiptir. Bu tür analizlerin gerçekleştirilebilmesi için havzada yer alan ve verileri kuraklık analizlerinde kullanılan meteoroloji istasyonlarının gelecek dönem iklim verilerine ihtiyaç duyulmaktadır. Gelecek dönem iklim verilerini elde etmeye yönelik çalışmalar incelendiğinde iklim modelleme çalışmalarının ön plana çıktığı görülmektedir (Demir ve ark, 2013; Demircan ve ark, 2014). Bu kapsamda sıklıkla kullanılan yaklaşım ise genel dolaşım modelleri (GDM) çıktılarının kullanılması yaklaşımıdır. GDM çıktıları kullanılarak gelecek dönem verilerinin farklı senaryolar altında üretilmesi ve üretilen bu verilerin diğer yaklaşımlara kıyasla daha güvenilir olması iklim modelleme çalışmalarında sıklıkla kullanılmasını sağlamıştır (Wilby ve Harris, 2006; Nacar ve ark, 2021). GDM çıktıları sahip oldukları düşük çözünürlükler nedeniyle bölgesel iklimi temsil edememektedir. Bu nedenle kaba çözünürlüğe sahip olan GDM'lerin çözünürlüğünün arttırılması amacıyla ölçeklerinin indirgenmesi gerekmektedir. Bu kapsamda dinamik ve istatistiksel ölçek indirgeme yaklaşımları geliştirilmiştir (Tripathi ve ark, 2006). Bunlardan istatistiksel ölçek indirgeme yaklaşımı dinamik ölçek indirgemeye kıyasla daha sık kullanılmaktadır. Yapılmış olan çalışmalar incelendiğinde istatistiksel ölçek indirgeme yöntemlerinin tercih edilmesinin nedenleri arasında kullanım, uygulama ve performanslarını test etme kolaylığı, ihtiyaç duyulan bilgisayar gücü kapasitesinin ve modellemede kullanılan değişken sayısının az olması gibi avantajların yer aldığı görülmektedir (Okkan ve Fistikoglu, 2014; Okkan ve ark, 2014; Okkan 2015; Okkan ve Inan, 2015a; Okkan ve Inan, 2015b; Okkan ve Karakan 2016; Okkan ve Kirdemir; 2016; Okkan ve Kirdemir; 2018; Nacar ve ark, 2019; Hamlet ve ark. 2020; Nacar ve ark, 2021).

Bu çalışma kapsamında senaryo çalışmaları için 5. İklim Modeli Karşılaştırma Projesi (CMIP5) arşivinde yer alan GFDL-ESM-2M (GFDL) modeline ait veriler kullanılmıştır. Temsili Konsantrasyon Rotası (RCP) senaryolarından iyimser ve kötümser senaryoyu temsil eden RCP4.5 ve RCP8.5 senaryoları altında çalıştırılan GFDL modelinin Çok Değişkenli Uyarlanabilir Regresyon Eğrileri (ÇDURE) istatistiksel ölçek indirgeme yöntemi uygulanarak bölgesel ölçeğe indirgenmiş aylık toplam yağış çıktıları kullanılarak kuraklık analizleri gerçekleştirilmiştir. Kuraklık analizlerinde literatürde belirli bir bölgenin kuraklığının incelenmesi çalışmalarında sıklıkla rastlanan SYİ indeksi kullanılmıştır. SYİ Doğu Karadeniz Havzası (DKH) içerisinde ve yakın çevresinde yer alan 12 istasyon için hem 1971-2010 dönemi gözlem verileri için hem de RCP4.5 ve RCP8.5 senaryo çıktıları olan gelecek 2021-2050 dönemi için hesaplanarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca hesaplanan SYİ'lerin eğilim analizleri de düşük, orta ve yüksek değerlerin eğilimlerini grafiksel olarak incelemeye olanak tanıyan ve Şen (2012) tarafından geliştirilen Yenilikçi Eğilim Analizi (YEA) yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Böylelikle hem geçmiş hem de gelecek dönem için olası kuraklık analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca iyimser ve kötümser senaryolar altındaki olası eğilimleri geçmiş dönem eğilimleri ile karşılaştırılmıştır.

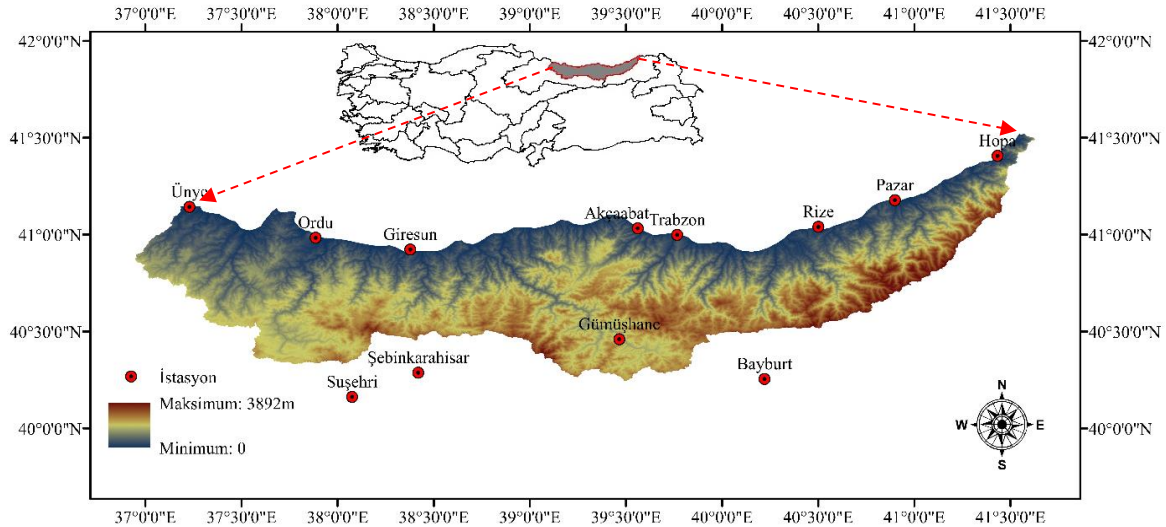
MATERYAL VE YÖNTEM

Çalışma Alanı

DKH coğrafi bakımdan 40° 15' – 41° 34' kuzey enlemleri ile 36° 43' – 41° 35' doğu boylamları arasında yer alan Türkiye'nin kuzey sahilinde yer almaktadır. Türkiye'deki 25 hidrolojik havzadan biri olan havza batıda Çoruh Havzası ve kuzeyde Karadeniz ile çevrelenmektedir. DKH'nin toplam yağış alanı 22.844 km², yıllık ortalama akışı ise 566,23 m³/s'dir. Doğu Karadeniz Havzası'nın yıllık ortalama yağış yüksekliği 1198 mm'dir. Rize ili civarında yıllık toplam yağış yüksekliği değeri 2300 mm'lere ulaşmaktadır ve bu değer Türkiye ortalamasının yaklaşık 3.7 katına karşılık gelmektedir (Haltas ve ark, 2021). Doğu Karadeniz Havza'sı sahip olduğu bu değerlerle Türkiye'nin en fazla yağış alan hidrolojik havzası durumundadır. DKH almış olduğu önemli miktardaki yağış ve arazi yapısının ve eğiminin fazla

olması nedenleri ile sıklıkla taşkınlara ve heyelanlara maruz kalmaktadır (Nacar ve ark, 2021; Haltas ve ark, 2021). Bu taşkınların sayısında ve şiddetinde iklim değişikliği etkileri ile son yıllarda artış görülmektedir. Özellikle son yıllarda meydana gelen taşkınlarda onlarca kişi hayatını kaybetmiş ve milyonlarca liralık maddi kayıplar oluşmuştur (Haltas ve ark, 2021). Yıllık ortalama sıcaklık değerleri incelendiğinde, 1970-2016 yılları arasında 249 istasyon verisi kullanılarak belirlenen Türkiye yıllık ortalama sıcaklık değeri olan 13,1 °C değerinden yaklaşık 1 °C fazla olduğu görülmektedir.

İklim değişikliği çalışmalarında 1961-1990, 1971-2000 ve 1981-2010 dönemlerine ait veriler; bilim adamları, ulusal iklim hizmetleri ile uluslararası kurum ve kuruluşlar tarafından uluslararası, ulusal ve bölgesel temelli iklim izleme, iklim eğilimleri, iklim değişikliği ve iklim modelleme çalışmalarında iklim normalleri olarak kullanılmaktadır (Demircan ve ark, 2014). Çalışma kapsamında Doğu Karadeniz Havzası sınırları içerisinde ve çevresinde yer alan 12 istasyona ait veriler kullanılmıştır. Bu veriler en güncel referans dönem olan 1981-2010 dönemine ait 30 yıllık veriyi içeren aylık toplam yağış değerlerinden oluşmaktadır. İstasyonların havzadaki konumları Şekil 1’de sayısal yükseklik haritası üzerine işlenerek verilmiştir. Bu istasyonlardan 1981-2010 döneminde ölçülmüş olan yağış verilerine ait temel istatistikler Çizelge 1’de verilmiştir.



Şekil 1. Kuraklık analizlerinde verileri kullanılan meteoroloji istasyonlarının sayısal yükseklik haritası üzerindeki dağılımı

Çalışma kapsamında ayrıca istatistiksel ölçek indirgeme modeli kullanılarak bölgesel ölçeğe indirgenmiş olan GFDL modeline ait RCP4.5 ve RCP8.5 senaryo verileri kullanılmıştır (Nacar, 2020). Bu veriler Nacar (2020) doktora tez çalışmasından elde edilmiştir. Verilerin elde edilmesi için kullanılan ÇDURE tabanlı istatistiksel ölçek indirgeme prosedürüne ve istasyon özelinde gerçekleştirilmiş olan modelleme çalışmaları detaylarına Nacar (2020) çalışmasından erişilebilir.

Çizelge 1. 1981-2010 ve 2021-2050 dönemleri istasyonlardan ölçülen ve RCP senaryo çıktılarının aylık toplam yağış verilerine ait temel istatistikler

İstasyon	Veri seti	Dönem	Minimum (mm)	Ortalama (mm)	Maksimum (mm)	Standart sapma (mm)
Akçaabat	Gözlem	1980-2010	0.0	61.3	204.0	42.4
	RCP4.5	2021-2050	4.6	60.1	300.0	42.0
	RCP8.5	2021-2050	4.7	61.1	360.5	43.2
Bayburt	Gözlem	1980-2010	0.0	38.2	145.3	27.2
	RCP4.5	2021-2050	0.0	36.5	170.3	25.2
	RCP8.5	2021-2050	0.0	40.7	160.1	28.6
Giresun	Gözlem	1980-2010	0.2	107.2	521.6	65.3
	RCP4.5	2021-2050	0.0	94.8	393.1	63.8
	RCP8.5	2021-2050	0.0	95.8	478.0	63.4
Gümüşhane	Gözlem	1980-2010	0.0	39.2	141.9	28.1
	RCP4.5	2021-2050	0.0	34.4	150.9	27.2
	RCP8.5	2021-2050	0.0	33.9	184.4	28.8
Hopa	Gözlem	1980-2010	9.3	188.1	607.5	110.2
	RCP4.5	2021-2050	19.7	170.2	461.8	94.7
	RCP8.5	2021-2050	18.6	173.0	670.6	99.0
Ordu	Gözlem	1980-2010	2.3	87.4	251.0	51.4
	RCP4.5	2021-2050	5.9	84.2	344.1	50.4
	RCP8.5	2021-2050	5.0	87.4	402.1	51.2
Pazar	Gözlem	1980-2010	15.3	175.1	703.2	107.1
	RCP4.5	2021-2050	0.0	150.6	454.8	97.4
	RCP8.5	2021-2050	0.0	141.1	603.3	96.5
Rize	Gözlem	1980-2010	8.2	189.0	516.6	105.8
	RCP4.5	2021-2050	0.0	175.4	489.1	98.6
	RCP8.5	2021-2050	0.0	177.5	553.9	94.6
Suşehri	Gözlem	1980-2010	0.2	36.4	162.2	27.5
	RCP4.5	2021-2050	0.0	34.9	182.6	26.0
	RCP8.5	2021-2050	0.0	36.4	155.9	28.0
Şebinkarahisar	Gözlem	1980-2010	0.0	49.1	187.0	35.7
	RCP4.5	2021-2050	0.0	45.0	221.4	35.2
	RCP8.5	2021-2050	0.0	45.7	224.9	37.2
Trabzon	Gözlem	1980-2010	0.0	70.5	226.1	44.7
	RCP4.5	2021-2050	0.1	68.0	288.6	42.9
	RCP8.5	2021-2050	0.1	69.4	260.7	43.5
Ünye	Gözlem	1980-2010	1.6	97.5	298.7	59.1
	RCP4.5	2021-2050	0.0	89.5	276.2	54.2
	RCP8.5	2021-2050	0.0	91.7	299.8	56.2

Standartlaştırılmış Yağış İndeksi (SYİ)

SYİ (McKee ve ark, 1993; Guttman, 1999) sadece yağış değerlerini kullanması, herhangi bir mekân ve zaman üzerinde uygulanmasını sağlayan standartlaşma içermesi gibi avantajları nedeniyle araştırmacılar tarafından sıklıkla tercih edilmektedir. SYİ, aylık toplam yağış verilerinin uygun kümülatif olasılık dağılıma uydurulması ve ardından standart ters normal olasılık dağılıma (ortalaması 0 ve varyansı 1) dönüştürülmesi ile hesaplanır. Kısa süreli (meteorolojik) kuraklıkların izlenmesi, uzun süreli (tarımsal, hidrolojik ve sosyoekonomik) kuraklıkların habercisi olmasının yanında bölgenin su temini ve tatlı su ekosistemini etkilemesi nedeniyle (Şen, 2015) bu çalışmada kısa süreli kuraklıklar incelenmiştir. Literatürde kısa süreli (1-3 ay) SYİ hesaplarında iki parametrelili Gamma dağılımının kullanılması önerilmektedir (Stagge ve ark, 2015). Bununla birlikte Dünya meteoroloji örgütü, Avrupa acil yönetim servisi ve ülkemizde Meteoroloji Genel Müdürlüğü SYİ değerlerini hesaplarken Gamma dağılımını dikkate almaktadır (WMO, 2012; EDO, 2020; MGM, 2021). Ayrıca Türkiye genelini kapsayan çalışmalarda da (Türkeş ve Tatlı, 2009; Sen ve ark., 2012; Dabanlı, 2017) gamma dağılımı sıklıkla kullanılmakta ve kabul görmektedir. Bu nedenle yağış verileri her ay için ayrı ayrı iki parametrelili Gamma dağılımına uydurularak kullanılmıştır. Analizler için açık kaynak kodlu R yazılım dili ile oluşturulmuş “SCI” paketi (Gudmundsson ve Stagge, 2016) kullanılmıştır. SYİ'nin detaylı hesaplama

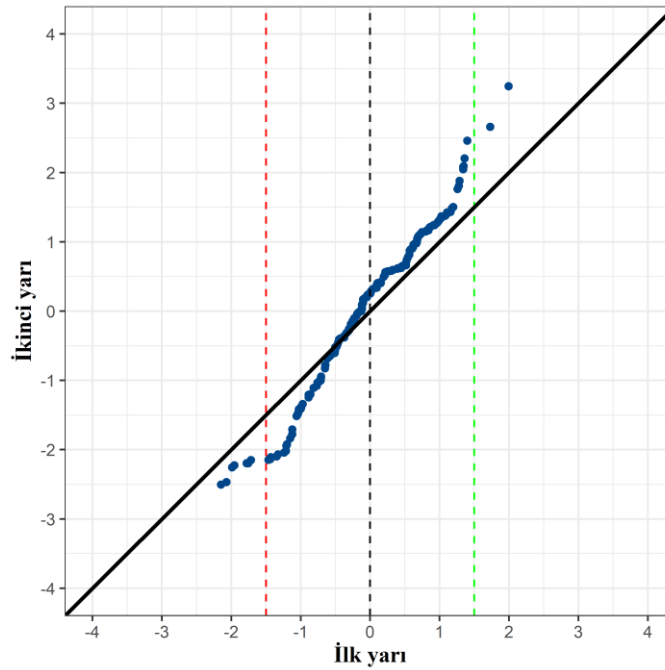
prosedürüne McKee ve ark. (1993) ve Guttman (1999) çalışmalarından ulaşılabilir. SYİ değerlerine göre kuraklık sınıflandırması Çizelge 2’de verilmiştir.

Çizelge 2. SYİ kuraklık Sınıflandırılması

SYİ Değerleri	Kuraklık Sınıfı	SYİ Değerleri	Kuraklık Sınıfı
2.0 < SYİ	Aşırı yağışlı	-2.0 > SYİ	Aşırı kurak
1.5 < SYİ ≤ 2.0	Şiddetli yağışlı	-1.5 > SYİ ≥ -2.0	Şiddetli kurak
1.0 < SYİ ≤ 1.5	Orta yağışlı	-1.0 > SYİ ≥ -1.5	Orta kurak
0 < SYİ ≤ 1.0	Hafif yağışlı	0 > SYİ ≥ -1.0	Hafif kurak

Yenilikçi Eğilim Analizi (YEA)

YEA yöntemi, düşük, orta ve yüksek değerlerin eğilimlerini grafiksel olarak incelemek için Şen (2012) tarafından önerilmiştir. Bu yöntemde zaman serisi iki eşit parçaya bölünür, parçalar kendi içinde küçükten büyüğe doğru sıralanır ardından dağılım grafiğinde ilk parça yatay eksene, ikinci parça dikey eksene karşılıklı olarak yerleştirilir (Şekil 2). 1:1 (45°) doğrusunun üst bölümünde kalan noktalar artan, alt bölümünde kalan noktalar ise azalan eğilimi göstermektedir. Bu çalışmada SYİ şiddetli yağışlı, normal yağışlı-kurak ve şiddetli kurak şeklinde üç grupta incelenmiştir. Çizelge 2’deki kuraklık sınıflandırmasına göre, şiddetli kurak sınırı için eşik değer olarak -1.5, şiddetli yağış sınırı için ise 1.5 değeri belirlenmiştir. Bu sınırlar SYİ’nin ilk yarıya göre ikinci yarıdaki değişimleri gözlemlemek amacıyla Şekil 2’de ilk yarı üzerinde sırasıyla kırmızı ve yeşil kesikli çizgileri ile gösterilmiştir.



Şekil 2. SYİ için YEA grafiksel gösterimi

Şen (2012) tarafından geliştirilen bir grafik eğilim yöntemi olan YEA yöntemini tekdüze eğilimleri nicel olarak değerlendirmek için Şen (2017) tarafından istatistiksel anlamlılık testi önerilmiştir. YEA anlamlılık testi yönteminde hidrometeorolojik zaman serisi iki eşit parçaya bölünür ve aritmetik ortalamaları (y_1 ve y_2) ayrı ayrı hesaplanır. Eğilimin eğimi ise aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$E(s) = \frac{2}{n} [E(\bar{y}_2) - E(\bar{y}_1)] \quad (1)$$

$$\sigma_s^2 = \frac{8}{n^2} [E(\bar{y}_2^2) - E(\bar{y}_2\bar{y}_1)] \quad (2)$$

$$\rho_{\bar{y}_2\bar{y}_1} = \frac{E(\bar{y}_2\bar{y}_1) - E(\bar{y}_2)E(\bar{y}_1)}{\sigma_{\bar{y}_2}\sigma_{\bar{y}_1}} \quad (3)$$

$$\sigma_S^2 = \frac{8}{n^2} \frac{\sigma^2}{n} (1 - \rho_{\bar{y}_2 \bar{y}_1}) \quad (4)$$

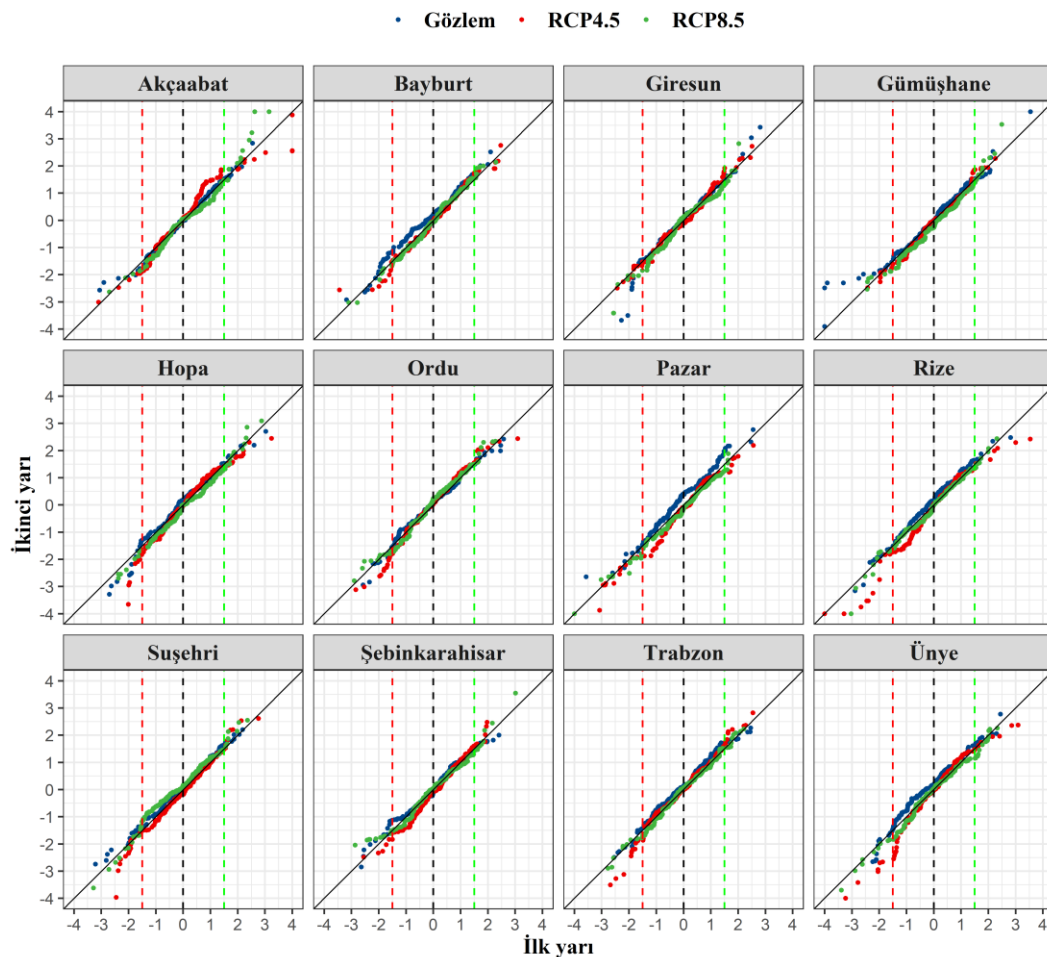
$$\sigma_S^2 = \frac{2\sqrt{2}}{n\sqrt{n}} \sigma \sqrt{(1 - \rho_{\bar{y}_2 \bar{y}_1})} \quad (5)$$

Bu denklemlerde $E(s)$ eğimin birinciden momentini, n veri uzunluğunu, ρ iki parça arasındaki çapraz korelasyon katsayısını, σ tüm verinin standart sapmasını, σ_s^2 trend eğiminin varyansını ve σ_s eğimin standart sapmasını ifade etmektedir. Trend eğiminin güven aralığı (GA) şu şekilde hesaplanır:

$$GA_{(1-\alpha)} = 0 \pm s_{cri} \sigma_s \quad (6)$$

s_{cri} , belirli bir güven düzeyinde standart normal dağılımdan elde edilen z değerini ifade etmektedir. Eğilimin eğimi üst güven sınırını aşarsa artan, alt limitini aşarsa azalan bir eğilim olduğu kabul edilir. Bu koşullar karşılanmazsa, belirli bir güven düzeyinde istatistiksel olarak anlamlı bir eğilimin olmadığı kabul edilir. Bu çalışmada YEA anlamlılık testi %95 güven düzeyinde gerçekleştirilmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA



Şekil 3. SYI_1 için YEA grafikleri

1 ve 3 aylık kısa süreli meteorolojik kuraklıkları incelemek için havza sınırları içerisinde ve çevresinde yer alan 12 meteoroloji istasyonundan elde edilen aylık toplam yağış verilerine ve RCP senaryoları altında çalıştırılan GFDL modeline ait aylık toplam yağış verilerine SYİ ayrı ayrı uygulanmıştır.

Ardından üç farklı grupta incelenmek amacı ile YEA kullanılmış (Şekil 3 ve 4) ve tekdüze eğilimi incelemek için anlamlılık testi %95 düzeyinde gerçekleştirilmiştir (Çizelge 3 ve 4). 1 aylık SYİ eğilim analiz grafiği Şekil 3'te verilmiştir.

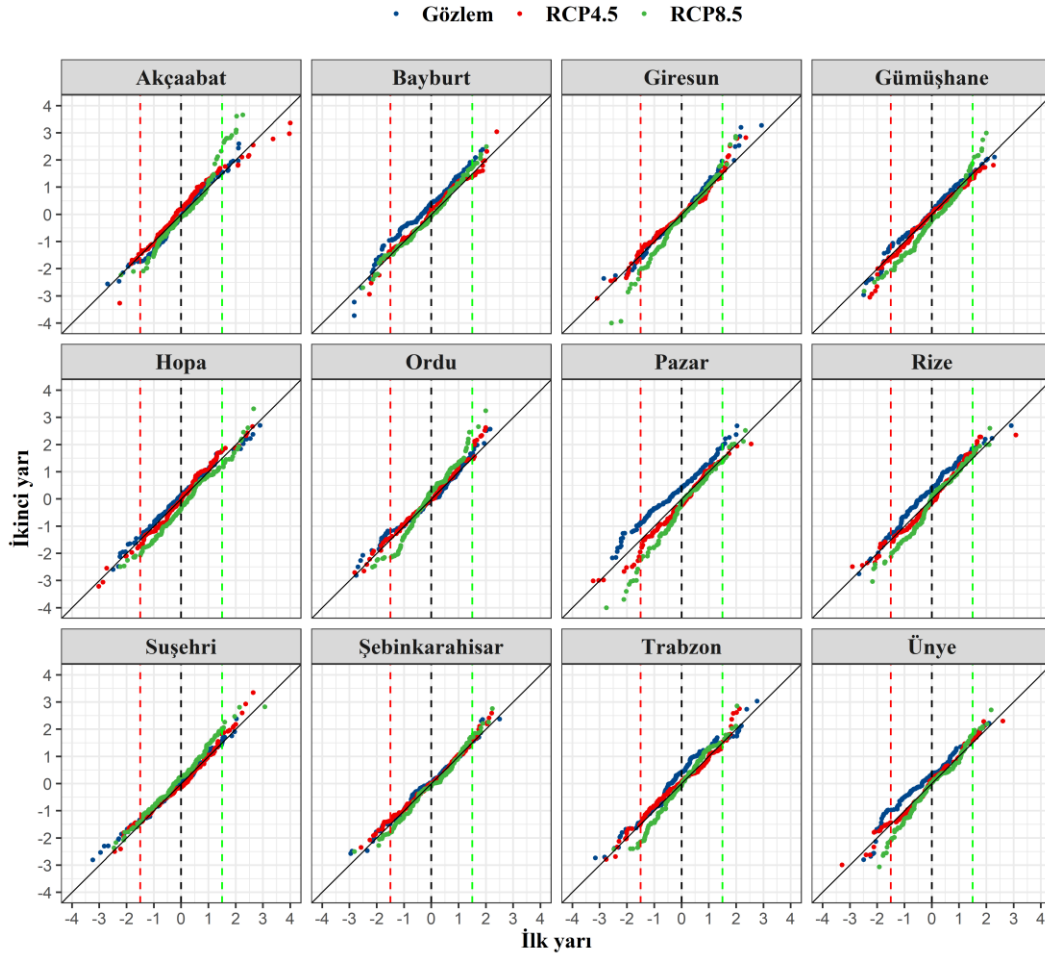
Şekil 3'teki çoğunlukla istasyonlardaki normal kuraklık ve normal yağışlı bölgede kalan SYİ_1 değerlerinde ciddi eğilim görülmemektedir. Ancak şiddetli yağışlı ($SYİ > 1.5$) durumlar değerlendirildiğinde gözlem periyodunda Bayburt, Giresun ve Pazar istasyonlarında artış eğilimi, Ordu ve Trabzon istasyonlarında azalış eğilimi görülmektedir. RCP4.5 senaryosunda şiddetli yağışlı bölgesinde Akçaabat, Hopa, Pazar, Rize ve Ünye istasyonlarında önemli azalış eğilimi görülürken, Şebinkarahisar ve Trabzon istasyonlarında önemli artış eğilimi görülmektedir. RCP8.5 senaryosunda şiddetli yağış bölgesinde Akçaabat, Gümüşhane, Ordu ve Suşehri istasyonlarında önemli artış eğilimi görülmüş ancak diğer istasyonlarda önemli bir eğilim görülmemiştir. Şiddetli kurak ($SYİ < -1.5$) durumlar incelendiğinde gözlem periyodunda SYİ değerlerinde Akçaabat, Gümüşhane ve Suşehri istasyonlarında artış (azalan kuraklık) eğilimi varken Giresun, Hopa, Ordu ve Ünye istasyonlarında azalan (artan kuraklık) eğilim görülmektedir. RCP4.5 senaryosunda şiddetli kurak durumlar için RCP4.5 senaryosunda Hopa, Ordu, Rize, Suşehri, Şebinkarahisar, Trabzon ve Ünye istasyonlarında SYİ değerlerinde azalış eğilimi (artan kuraklık) görülürken diğer istasyonlarda önemli bir eğilim görülmemektedir. RCP8.5 senaryosunda şiddetli kurak durum için Hopa, Rize ve Suşehri istasyonlarında SYİ değerlerinde azalış (kuraklık artışı) eğilimi görülürken Şebinkarahisar istasyonunda SYİ değerinde artış eğilimi görülmekte ancak diğer istasyonlarda önemli bir eğilim görülmemektedir. SYİ_1 için tekdüze eğilimleri %95 güven düzeyinde YEA sonuçları Çizelge 3'te verilmiştir.

1 aylık SYİ değerlerinde gözlem periyodunda Giresun, RCP4.5 senaryosunda Trabzon, RCP8.5 senaryosunda Şebinkarahisar istasyonlarında herhangi anlamlı tekdüze bir eğilim görülmemektedir (Çizelge 3). Gözlem periyodunda Akçaabat istasyonunda SYİ değerlerinde azalış, diğer istasyonlarda ise anlamlı artış görülmektedir. Ordu istasyonu (tüm durumlar için artış eğilimi) hariç, RCP senaryolarında gözlem periyodunun aksine çoğunlukla SYİ değerlerinde azalış eğilimi görülmektedir. 3 aylık SYİ değerlerinin YEA sonuç grafikleri Şekil 4'te verilmiştir.

Çizelge 3. SYİ_1 için YEA %95 güven düzeyinde eğilim sonuçları

Veri seti	Gözlem			RCP4.5			RCP8.5		
	GA (±)	Eğim	Eğilim	GA (±)	Eğim	Eğilim	GA (±)	Eğim	Eğilim
Akçaabat	0.00006	-0.00013	▼	0.00014	0.00020	▲	0.00010	-0.00039	▼
Bayburt	0.00006	0.00125	▲	0.00008	-0.00017	▼	0.00005	-0.00006	▼
Giresun	0.00010	0.00004	0	0.00007	-0.00019	▼	0.00009	-0.00055	▼
Gümüşhane	0.00011	0.00039	▲	0.00006	-0.00056	▼	0.00008	-0.00099	▼
Hopa	0.00008	0.00030	▲	0.00011	-0.00041	▼	0.00005	-0.00090	▼
Ordu	0.00006	0.00019	▲	0.00007	0.00014	▲	0.00007	0.00027	▲
Pazar	0.00007	0.00138	▲	0.00009	-0.00061	▼	0.00005	-0.00066	▼
Rize	0.00005	0.00095	▲	0.00012	-0.00061	▼	0.00006	-0.00026	▼
Suşehri	0.00005	0.00054	▲	0.00007	-0.00046	▼	0.00008	0.00100	▲
Şebinkarahisar	0.00007	0.00024	▲	0.00005	-0.00063	▼	0.00008	-0.00004	0
Trabzon	0.00006	0.00081	▲	0.00007	0.00002	0	0.00005	-0.00016	▼
Ünye	0.00008	0.00114	▲	0.00011	-0.00038	▼	0.00007	-0.00037	▼

▲: artış eğilimi, ▼: azalış eğilimi, 0: eğilim yok



Şekil 4. SYİ_3 için YEA grafikleri

3 aylık SYİ şiddetli yağışlı değerleri için gözlem periyodunda Bayburt, Giresun, Ordu ve Pazar istasyon değerlerinde önemli artış eğilimi görülürken diğer istasyonlarda önemli bir eğilim görülmemektedir. RCP4.5 senaryosunda şiddetli yağış grubunda Giresun ve Ordu önemli artış eğilimi Akçaabat, Gümüşhane azalış eğilimi görülmektedir ancak diğer istasyonlarda önemli bir eğilim görülmemektedir. RCP8.5 senaryosunda şiddetli yağış grubunda Akçaabat, Bayburt, Giresun, Gümüşhane, Ordu, Şebinkarahisar ve Ünye istasyonlarında önemli artış eğilimleri görülürken diğer istasyonlarda herhangi bir eğilim görülmemektedir.

Normal yağışlı-kurak grubunda kalan SYİ değerlerinde Bayburt, Pazar, Rize, Trabzon ve Rize istasyonlarında gözlem periyodunda artış eğilimi söz konusu iken diğer istasyonlarda önemli bir değişiklik görülmemiştir. RCP4.5 senaryosunda herhangi bir istasyonda önemli bir eğilim belirlenmezken RCP8.5 senaryosunda çoğunlukla eğilim olduğu görülmektedir. SYİ değerleri RCP8.5 senaryosunda normal kurak-yağışlı grubunda Akçaabat, Ordu istasyonunda azalış ve artış görülmesi bir denge durumu olabileceğinin göstergesi olarak düşünülmektedir. Ayrıca Gümüşhane, Hopa, Pazar, Rize, Trabzon ve Ünye istasyonlarında azalış eğilimlerinin olması şiddetli kuraklığa doğru bir eğilim olabileceğinin göstergesi olarak düşünülmektedir. Şiddetli kurak grupta Pazar ve Suşehri istasyonları (artış eğilimi) hariç gözlem periyodunda herhangi bir önemli eğilim görülmemektedir. RCP4.5 senaryosunda şiddetli kurak grupta SYİ değerlerinde Gümüşhane istasyonundaki azalış eğilimi haricinde herhangi bir istasyonda ciddi eğilim görülmemektedir. RCP8.5 senaryosunda şiddetli kurak grupta Giresun, Pazar, Rize, Ünye istasyonlarında SYİ değerlerinde önemli azalış eğilimi (kuraklık artış)

görüldükçe, diğer istasyonlarda ciddi bir eğilim görülmemektedir. 3 aylık SYİ değerlerindeki %95 güven düzeyinde YEA tekdüze eğilim sonuçları Çizelge 4'te verilmiştir.

Çizelge 4. SYİ_3 için YEA %95 güven düzeyinde eğilim sonuçları

Veri seti	Gözlem			RCP4.5			RCP8.5		
	GA (±)	Eğim	Eğilim	GA (±)	Eğim	Eğilim	GA (±)	Eğim	Eğilim
Akçaabat	0.00007	-0.00020	▼	0.00011	0.00058	▲	0.00013	-0.00034	▼
Bayburt	0.00009	0.00205	▲	0.00007	0.00035	▲	0.00006	0.00001	0
Giresun	0.00007	0.00023	▲	0.00009	0.00001	0	0.00007	-0.00082	▼
Gümüşhane	0.00007	0.00053	▲	0.00007	-0.00042	▼	0.00008	-0.00137	▼
Hopa	0.00005	0.00054	▲	0.00007	0.00000	0	0.00006	-0.00172	▼
Ordu	0.00008	0.00024	▲	0.00007	0.00051	▲	0.00008	0.00048	▲
Pazar	0.00006	0.00259	▲	0.00007	-0.00078	▼	0.00008	-0.00169	▼
Rize	0.00007	0.00190	▲	0.00009	-0.00010	▼	0.00008	-0.00074	▼
Suşehri	0.00006	0.00033	▲	0.00008	0.00007	0	0.00006	0.00126	▲
Şebinkarahisar	0.00005	0.00036	▲	0.00005	0.00020	▲	0.00007	-0.00043	▼
Trabzon	0.00010	0.00163	▲	0.00008	0.00033	▲	0.00007	-0.00029	▼
Ünye	0.00010	0.00175	▲	0.00007	0.00012	▲	0.00008	-0.00065	▼

▲: artış eğilimi, ▼: azalış eğilimi, 0: eğilim yok

3 aylık meteorolojik kuraklık eğilim analizi sonuçlarına göre gözlem periyodunda Akçaabat istasyonunda azalış eğilim görülürken diğer istasyonlarda artan eğilim görülmüştür (Çizelge 4). Ancak gözlem periyodunda görülen eğilimler, RCP senaryolarında bazı istasyonlarda tam tersi eğilimlere dönüşmüştür. RCP8.5 senaryosundaki SYİ değerlerindeki eğilim Ordu (artış), Suşehri (artış) ve Bayburt (değişim yok) istasyonları hariç diğer istasyonlarda azalış yönünde görülmektedir. 1 aylık SYİ değerlerinde de benzer durumlar söz konusudur.

Gözlem ve geleceğe yönelik GFDL GDM modelinin RCP senaryoları genellikle farklı eğilim göstermiştir. Bununla birlikte gözlem ve RCP senaryolarında SYİ değerlerinde şiddetli yağış grubunda artış ve şiddetli kurak grubunda azalış eğilimine sahip istasyonlar havzadaki istasyonların yaklaşık %25'ni kapsamaktadır. Yani genel olarak havza için şiddetli yağışlarda veya şiddetli kuraklıklarda önemli eğilim belirlenmemiştir. Partal ve Yavuz (2020) tarafından yapılan ve 1960-2015 periyodunda Doğu Karadeniz havzasını kapsayan 1 aylık SYİ değerlerinin yıl içindeki altı farklı kuraklık grubu içerisindeki sayıların eğilimlerini inceleyen çalışmada havza için genel anlamlı eğilim bulunamamıştır. Partal ve Yavuz (2020) tarafından yapılan çalışma ve mevcut çalışma değerlendirme kriterleri, dönem ve eğilim yöntemi farklılığından kaynaklı benzer sonuçlar taşımamaktadır. Bununla birlikte mevcut çalışmanın gözlem periyodunda SYİ değerlerinde genellikle tekdüze anlamlı artan eğilim görülmüştür. Ancak Çeribaşı ve Doğan (2015) tarafından yapılan çalışmada 1979-2012 yılları arasında yıllık ortalama yağışlarda Rize (artış) ve Pazar (artış) istasyonları hariç tekdüze anlamlı eğilim bulunamamıştır. Çeribaşı (2019) tarafından bu çalışma ile dokuz adet ortak istasyonda 1964-2012 dönemi için yıllık ortalama yağışlarda eğilim analizi sonuçlarına göre Rize, Ünye ve Pazar istasyonlarında anlamlı artış eğilimleri haricinde bir eğilim gözlenmemiştir. Çeribaşı ve Doğan (2015) ve Çeribaşı (2019) çalışmalarında artan anlamlı eğilim gösteren ortak Rize ve Pazar istasyonlarındaki yağış artışı farklı periyodlar olsa da mevcut çalışmadaki SYİ değerlerinde benzer sonuçlar taşımaktadır. Bu çalışmalarda eğilim göstermeyip mevcut çalışmada eğilim gösteren ortak istasyonlardaki bu farklılıkların nedenleri arasında farklı periyodun, farklı kriterlerin ve yöntemlerin kullanılmış olması gösterilebilir. Gelecek dönem RCP senaryoları incelendiğinde ise SYİ değerleri çoğunlukla tekdüze anlamlı azalan yönde eğilim göstermektedir. Bu durum yakın gelecekte kısa süreli meteorolojik kuraklıkların, RCP senaryoları ve GFDL modeli dikkate alındığında beklenenin aksine artabileceğini göstermektedir. Demircan ve ark. (2017) tarafından CMIP 5 kapsamında dinamik ölçek indirgeme yöntemi ile Türkiye'nin geleceğe yönelik mevsimsel yağış ve sıcaklık değişimlerini inceleyen çalışmada, GFDL modeli dikkate alındığında Doğu Karadeniz

bölgesinde kış mevsiminde önemsiz değişim, yaz ve sonbahar mevsimlerinde önemli azalan değişim olabileceği ortaya konulmuştur. Bağçacı ve ark. (2021) tarafından yapılan ve bölgeyi temsil ettiği düşünülen 4 GDM dikkate alınarak geleceğe yönelik senaryolardaki Türkiye'nin aylık ortalama yağış ve sıcaklık değişimlerini inceleyen çalışmada, GFDL model çıktıları göz önüne alındığında Karadeniz bölgesinde yıllık, yaz ve sonbahar dönemlerinde yakın gelecekte anlamlı değişim olmasa da yağışların azalabileceği ifade edilmiştir. Demircan ve ark. (2017) ve Bağçacı ve ark. (2021) tarafından yapılan çalışma sonuçları ile bu çalışma sonuçlarının, model ölçeklerinin farklı olmasına rağmen benzer olduğu gözlenmiştir. Ancak bu çalışmada istasyon ölçeğinde inceleme yapıldığından her bir istasyonun temsil ettiği bölge için detaylı inceleme yapmak mümkündür.

SONUÇ

Bu çalışmada Doğu Karadeniz Havzası'nda ve çevresindeki 12 meteorolojik istasyondan ölçülmüş geçmiş dönem (1981-2010) aylık toplam yağış verileri ve gelecek dönem (2021-2050) CMIP5 arşivinde yer alan GFDL-ESM-2M (GFDL) genel dolaşım modelinin (GDM) RCP4.5 ve RCP8.5 senaryoları altında bölgesel ölçeğe indirgenmiş olası aylık toplam yağış verileri üzerinde 1 ve 3 aylık meteorolojik kuraklık analizleri gerçekleştirilmiştir. Meteorolojik kuraklık analizi hesaplamaları Standartlaştırılmış Yağış İndeksi (SYİ) kullanılarak yapılmıştır. Ardından geçmiş ve olası gelecek dönem SYİ değerlerinin eğilimleri Yenilikçi Eğilim Analizi kullanılarak üç farklı grupta (Şiddetli yağışlı, Normal yağışlı-kurak ve Şiddetli kurak) ve %95 güven düzeyinde tekdüze eğilimleri incelenmiştir.

Çalışma sonucunda 1 aylık SYİ şiddetli guruplarda gözlem periyodunda ve RCP4.5 senaryosunda istasyonların yaklaşık %50'inde, RCP8.5 senaryosunda ise yaklaşık %30'unda önemli artan veya azalan eğilim görülmüştür. 3 aylık SYİ şiddetli durumlarda geçmiş dönem periyodu ve RCP4.5 senaryosunda istasyonların yaklaşık %30'unda, RCP8.5 senaryosunda ise yaklaşık %65'inde önemli artan veya azalan eğilim görülmüştür. Bununla birlikte SYİ değerlerinde tekdüze anlamlı eğilimler, geçmiş dönem periyodunda Akçaabat istasyonu (azalış) hariç diğer istasyonların tamamında artış yönünde olduğu belirlenmiştir. Havzadaki sadece Ordu istasyonunda hem gözlem hem de RCP senaryolarında SYİ değerlerinde tekdüze anlamlı artış eğilimi görülmüştür. Ancak kısa süreli SYİ değerleri RCP senaryolarında gözlem periyodunun aksine çoğunlukla tekdüze anlamlı eğilim azalış yönündedir. Bu durum havzadaki beklenenin aksine yakın gelecekte meteorolojik kuraklıklarda artış eğilimi olabileceği sonucunu ortaya koymaktadır. Ayrıca RCP senaryo çıktılarındaki SYİ eğilimlerinin farklı yönlerde olması havzadaki belirsizliğin gelecek dönemlerde daha da büyük olabileceğinin göstergesi durumundadır. Bunun yanında gözlem ve senaryo dönemlerinde farklı eğilimler olması GCM modelinden ve RCP senaryolarından da kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Bu çalışmada CMIP5 arşivinde yer alan GFDL modeline ait RCP senaryo çıktıları kullanılmıştır. Farklı GDM'lere ait RCP senaryo çıktıları kullanılarak havza için daha kapsamlı sonuçlar elde edilebilir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

Bağçacı SÇ, Yucel I, Duzenli E, Yilmaz MT, 2021. Intercomparison of the expected change in the temperature and the precipitation retrieved from CMIP6 and CMIP5 climate projections: A Mediterranean hot spot case, Turkey. Atmospheric Research, 256: 105576.

- Bayissa, YA, Moges SA, Xuan Y, Van Andel SJ, Maskey S, Solomatine DP, Griensven A, Van Tadesse T, 2015. Spatio-temporal assessment of meteorological drought under the influence of varying record length: The case of Upper Blue Nile Basin, Ethiopia. *Hydrological Sciences Journal*, 60: 1927–1942.
- Caloiero T, Veltri S, Caloiero P, Frustaci F, 2018. Drought analysis in Europe and in the Mediterranean basin using the standardized precipitation index. *Water*, 10(8): 1043.
- Çeribaşı G, Doğan E, 2015. Karadeniz ve Sakarya Havzalarında Yıllık Ortalama Yağışların Trend Analizi. *Uluslararası Teknolojik Bilimler Dergisi*, 7(1): 1-7.
- Çeribaşı, G, 2019. Şen Yöntemi ve Trend Yöntemleri Kullanılarak Doğu Karadeniz Havzasının Yağış Verilerinin Analiz Edilmesi. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 9(1): 254-264.
- Dabanlı, İ. (2017). Türkiye’de İklim Değişikliğinin Yağış-Sıcaklığa Etkisi ve Kuraklık Analizi: Akarçay Örneği. Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul Teknik Üniversitesi, Doktora Tezi (Basılmış).
- Demir Ö, Atay H, Eskiöglü O, Tuvan A, Demircan M, Akçakaya A, 2013. RCP4.5 Senaryosuna göre Türkiye’de sıcaklık ve yağış projeksiyonları, III. Türkiye İklim Değişikliği Kongresi, 3-5 Haziran 2013, İstanbul-Türkiye
- Demircan M, Demir Ö, Atay H, Eskiöglü O, Yazıcı B, Gürkan H, Tuvan A, Akçakaya A, 2014. Türkiye’de yeni senaryolara göre iklim değişikliği projeksiyonları, TÜCAUM VIII. Coğrafya Sempozyumu, 23-24 Ekim 2014, Ankara-Türkiye
- Demircan M, Gürkan H, Eskiöglü O, Arabacı H, Coşkun M, 2017. Climate change projections for Turkey: three models and two scenarios. *Turkish Journal of Water Science and Management*, 1(1): 22-43.
- Dikici M, 2019. Ası Havzası’nda (Türkiye) kuraklık analizi. *Doğal Afetler ve Çevre Dergisi*, 5(1): 22-40.
- EDO, 2020. European drought observator indicator factsheet. https://edo.jrc.ec.europa.eu/documents/factsheets/factsheet_spi.pdf (Erişim Tarihi: 01.01.2022).
- Fang K, Gou X, Chen F, Davi N, Liu C, 2013. Spatiotemporal drought variability for central and eastern Asia over the past seven centuries derived from tree-ring based reconstructions. *Quaternary International*, 283: 107–116.
- Feng S, Hu Q, Oglesby RJ, 2011. Influence of Atlantic sea surface temperatures on persistent drought in North America. *Climate Dynamics*, 37: 569–586.
- Gudmundsson L, Stagge JH, 2016. SCI: Standardized Climate Indices such as SPI, SRI or SPEI R package version 1.0-2. <https://cran.r-project.org/web/packages/SCI/SCI.pdf> (Erişim Tarihi: 01.01.2022).
- Guttman NB, 1999. Accepting the standardized precipitation index: a calculation algorithm. *JAWRA Journal of the American Water Resources Association*, 35: 311–322.
- Haltas I, Yildirim E, Oztas F, Demir I, 2021. A comprehensive flood event specification and inventory: 1930–2020 Turkey case study. *International Journal of Disaster Risk Reduction*, 56: 102086.
- Hamlet AF, Byun K, Robeson SM, Widhalm M, Baldwin M, 2020, Impacts of climate change on the state of Indiana: ensemble future projections based on statistical downscaling. *Climatic Change*, 163(4): 1881-1895.
- Hua T, Wang XM, Zhang CX, Lang LL, 2013. Temporal and spatial variations in the Palmer Drought Severity Index over the past four centuries in arid, semiarid, and semihumid East Asia. *Chinese Science Bulletin* 58: 4143–4152.
- IPCC, 2021. Climate Change 2021: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change [Masson-Delmotte, V., P. Zhai, A. Pirani, et al.]. Cambridge, United Kingdom.
- Kron W, Eichner J, Kundzewicz ZW, 2019. Reduction of flood risk in Europe–Reflections from a reinsurance perspective. *Journal of Hydrology*, 576: 197-209.
- Lloyd-Hughes B, Saunders MA, 2002. A drought climatology for Europe. *International Journal of Climatology: A Journal of the Royal Meteorological Society*, 22(13):1571-1592.
- McKee TB, Doesken, NJ, Kleist, J, 1993. The relationship of drought frequency and duration to time scales, in: *Proceedings of the 8th Conference on Applied Climatology*. Boston, pp. 179–183.

- McKee TB, Doesken NJ, Kleist J, 1995. Drought monitoring with multiple time scales. In Proceedings of the 9th Conference on Applied Climatology, Dallas-USA, 15–20 January 1995, pp. 233–236.
- MGM, 2021. Meteoroloji Genel Müdürlüğü. <https://mgm.gov.tr/> (Erişim Tarihi: 01.01.2022)
- Minetti JL, Vargas WM, Poblete AG, de la Zerda LR, Acuña LR, 2010. Regional droughts in southern South America. *Theoretical and Applied Climatology*, 102: 403–415.
- Nacar S, Kankal M, Okkan U, 2019. Statistical Downscaling of Monthly Mean Air Temperature Using NCEP/NCAR Re-analysis Data: A Case Study for the Eastern Black Sea Basin. In 3rd International Conference on Advanced Engineering Technologies, September 19-21, 2019, Bayburt-Turkey.
- Nacar S, 2020. İklim Değişikliğinin Doğu Karadeniz Havzası Sıcaklık ve Yağış Parametreleri Üzerindeki Olası Etkilerinin İncelenmesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Nacar S, Kankal M, Okkan U, 2021. EraInterim Re-analiz Verileri Kullanılarak İstatistiksel Ölçek İndirgeme Yöntemi ile Doğu Karadeniz Havzası Aylık Ortalama Sıcaklık Değerlerinin Tahmin Edilmesi. *Doğal Afetler ve Çevre Dergisi*, 7(1): 136-148.
- Nalbantis I, Tsakiris G, 2009. Assessment of hydrological drought revisited. *Water Resources Management*, 23: 881–897.
- Okkan U, Karakan E, 2016, İklim değişikliğinin ikizcetepeler barajı akımlarına etkilerinin modellenmesi: 2015-2030 projeksiyonu. *Teknik Dergi*, 27(2): 7379-7401.
- Okkan U, 2015. Assessing the effects of climate change on monthly precipitation: proposing of a downscaling strategy through a case study in Turkey. *KSCE Journal of Civil Engineering*, 19(4): 1150-1156.
- Okkan U, Fistikoglu O, 2014. Evaluating climate change effects on runoff by statistical downscaling and hydrological model GR2M. *Theoretical and Applied Climatology*, 117(1): 343-361.
- Okkan U, Inan G 2015a. Statistical downscaling of monthly reservoir inflows for Kemer watershed in Turkey: use of machine learning methods, multiple GCMs and emission scenarios. *International Journal of Climatology*, 35(11): 3274-3295.
- Okkan U, Inan G, 2015b. Bayesian learning and relevance vector machines approach for downscaling of monthly precipitation. *Journal of Hydrologic Engineering*, 20(4): 04014051.
- Okkan U, Kirdemir U, 2016. Downscaling of monthly precipitation using CMIP5 climate models operated under RCPs. *Meteorological Applications*, 23(3): 514-528.
- Okkan, U, Kirdemir, U, 2018. Investigation of the behavior of an agricultural-operated dam reservoir under RCP scenarios of AR5-IPCC. *Water Resources Management*, 32(8): 2847-2866.
- Okkan U, Serbes ZA, Samui P, 2014. Relevance vector machines approach for long-term flow prediction. *Neural Computing and Applications*, 25(6): 1393-1405.
- Palmer WC, 1965. Meteorological drought. *US Weather Bur.* 1965, 45:1–58.
- Pamuk G, Özgürel M, Topçuoğlu K, 2004. Standart yağış indisi (SPI) ile Ege bölgesinde kuraklık analizi. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 41(1).
- Partal T, Yavuz E, 2020. Orta Karadeniz ve Doğu Karadeniz Bölgesinde kuraklık indisleri üzerine trend analizi uygulanması. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 11(2): 851-861.
- Sen B, Topcu S, Türkeş M, Sen B, Warner JF, 2012. Projecting climate change, drought conditions and crop productivity in Turkey. *Climate Research*, 52(1), 175–191.
- Şen Z, 2012. Innovative Trend Analysis Methodology. *Journal of Hydrologic Engineering*, 17: 1042–1046.
- Şen Z, 2015. *Applied Drought Modeling, Prediction, and Mitigation*. Elsevier, pp. 1–41, Boston-USA
- Şen Z, 2017. Innovative trend significance test and applications. *Theoretical and Applied Climatology*, 127: 939–947.
- Shafer BA, Dezman LE, 1982. Development of a surface water supply index (SWSI) to assess the severity of drought conditions in snow pack runoff areas. In Proceedings of the 50th Annual Western Snow Conference, Reno, NV, USA, April 19–23, 164–175.
- Shukla S, Wood AW, 2008. Use of a standardized runoff index for characterizing hydrologic drought. *Geophysical Research Letters*, 35(2).

- Stagge, JH, Tallaksen LM, Gudmundsson L, Van Loon AF, Stahl K, 2015. Candidate Distributions for Climatological Drought Indices (SPI and SPEI). *International Journal of Climatology*, 35: 4027–4040.
- Tabari H, Abghari H, Hosseinzadeh Talaei P, 2012. Temporal trends and spatial characteristics of drought and rainfall in arid and semi-arid regions of Iran. *Hydrological Processes*, 26: 3351–3361.
- Tripathi S, Srinivas VV, Nanjundiah RS, 2006. Downscaling of precipitation for climate change scenarios: a support vector machine approach, *Journal of Hydrology*, 330(3-4): 621-640.
- Tsakiris G, Pangalounad D, Vangelis H, 2017. A regional drought assessment based on the reconnaissance drought index (RDI). *Water Resources Management*, 21: 821–833.
- Türkeş M, Tatlı H, 2009. Use of the standardized precipitation index (spi) and a modified spi for shaping the drought probabilities over turkey. *International Journal of Climatology*, 29(15): 2270–2282.
- Van Rooy MP, 1965. A rainfall anomaly index independent of time and space. *Notos*, 14: 43–48.
- Vicente-Serrano SM, Beguería S, López-Moreno JI, 2010. A multi-scalar drought index sensitive to global warming: The standardized precipitation evapotranspiration index-SPEI. *Journal of Climate*, 23: 1696–1718.
- Wilby RL, Harris I, 2006. A framework for assessing uncertainties in climate change impacts: low-flow scenarios for the River Thames, UK. *Water Resources Research*, 42(2).
- WMO, 2012. Standardized precipitation index user guide. World Meteorological Organization. http://www.wamis.org/agm/pubs/SPI/WMO_1090_EN.pdf (Erişim Tarihi: 01.01.2022)
- Wu H, Adler RF, Hong Y, Tian Y, Policelli F, 2012. Evaluation of global flood detection using satellite-based rainfall and a hydrologic model. *Journal of Hydrometeorology*, 13(4): 1268-1284.

Atf İçin: Mukhtar Z G, Özer D, Karataş F, Saydam S, 2022. Farklı Bölgelerde Yetiştirilen Bazı Patlıcan Türlerinde Amino Asit Miktarlarının Araştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2):857-869.

To Cite: Mukhtar Z G, Özer D, Karataş F, Saydam S, 2022. Amino Acid Contents of Some Eggplant Species Grown in Different Region. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 857-869.

Farklı Bölgelerde Yetiştirilen Bazı Patlıcan Türlerinde Amino Asit Miktarlarının Araştırılması

Zulaiha Gidado¹ MUKHTAR¹, Dursun ÖZER², Fikret KARATAŞ¹, Sinan SAYDAM^{1*}

ÖZET: Bu çalışmada, Türkiye’de (koyu ve açık renkli patlıcan) ve Nijerya’da (White garden egg, bitter apple ve bitter tomato) yetişen patlıcan örneklerinin amino asit içerikleri HPLC ile tayin edildi. Patlıcan örneklerindeki amino asit miktarı 0.02 - 8.41 mg g⁻¹ dw arasında bulunmuştur. En düşük amino asit miktarı bitter tomato’da lösin, iken en yüksek miktar ise white garden egg örneğinde lizin olarak belirlenmiştir. White garden egg, bitter apple, dark eggplant, light eggplant ve bitter tomato örneklerindeki toplam amino asit miktarları sırasıyla 54.41±3.90, 44.04±3.46, 43.22±3.23, 33.37±2.58 ve 59.91±4.44 mg g⁻¹ dw bulunurken, toplam esansiyel aminoasit miktarı ise sırasıyla 26.36±1.91, 23.30±1.82, 25.00±1.78, 19.31±1.44 ve 27.21±2.03 mg g⁻¹ dw olarak bulunmuştur. En düşük toplam esansiyel aminoasit miktarı Türkiye’de yetiştirilen beyaz patlıcan örneğinde 19.31±1.44 mg g⁻¹ dw bulunurken, en yüksek Nijerya’da yetiştirilen bitter tomato çeşidinde ise 27.21±2.03 mg g⁻¹ dw olarak tespit edilmiştir. Türkiye ve Nijerya’da yetiştirilen patlıcan çeşitlerinin amino asit içeriklerinde gözlenen farklılıklar, genetik yapıları, coğrafi kökenleri ve iklim farkından kaynaklandığı söylenebilir.

Anahtar Kelimeler: Patlıcan esansiyel aminoasit, toplam amino asit, white garden egg, bitter apple, bitter tomato

Amino Acid Contents of Some Eggplant Species Grown in Different Region

ABSTRACT: In this study, amino acid contents of eggplant samples grown in Turkey (dark and light coloured eggplant) and Nigeria (white garden egg, bitter apple and bitter tomato) were determined by HPLC. Amino acid amounts in eggplant samples ranged from 0.02 to 8.41 mg g⁻¹ dw. The lowest amount was determined as leucine in dark tomato, while the highest amount was determined as lysine in white garden egg sample. The total amino acid amounts in the white garden egg, bitter apple, dark eggplant, light eggplant and bitter tomato samples were found to be 54.41±3.90, 44.04±3.46, 43.22±3.23, 33.37±2.58 and 59.91±4.44 mg g⁻¹ dw. In addition, essential total amino acid contents were found to be 26.36±1.91, 23.30±1.82, 25.00±1.78, 19.31±1.44 and 27.21±2.03 mg g⁻¹ dw, respectively. Lowest total essential amino acid content was found in light eggplant (19.31±1.44 mg g⁻¹ dw) grown in Turkey, while the highest in bitter tomato sample (27.21±2.03 mg g⁻¹ dw) grown in Nigeria. The differences observed in amino acid contents of eggplant varieties grown both in Turkey and Nigeria can be attributed to the differences in their genetic makeup and geographical origins and climate conditions.

Keywords: Eggplant, essential amino acid, total amino acid, white garden egg, bitter apple, bitter tomato

¹ Zulaiha Gidado MUKHTAR ([Orcid ID: 0000-0002-0726-7299](https://orcid.org/0000-0002-0726-7299)), Fikret KARATAŞ ([Orcid ID: 0000-0002-0884-027X](https://orcid.org/0000-0002-0884-027X)), Sinan SAYDAM* ([Orcid ID: 0000-0003-1531-5454](https://orcid.org/0000-0003-1531-5454)), Firat University, Faculty of Science, Department of Chemistry, 23200 Elazig, Turkey

² Dursun ÖZER ([Orcid ID: 0000-0002-7225-8903](https://orcid.org/0000-0002-7225-8903)), Firat University, Faculty of Engineering, Department of Chemical Engineering, 23200 Elazig, Turkey

* **Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Sinan SAYDAM, e-mail: ssaydam@firat.edu.tr

This work is part of PhD Thesis of Zulaiha Gidado MUKHTAR

INTRODUCTION

Plants are vital resources with important nutritional, economic and ecological functions. They synthesize both primary and secondary metabolites, especially in their leaves and fruits. Amino acids, which are primary metabolites are essential for metabolic processes and serve to maintain the existence of all life forms (Gürbüz et al., 2018). Amino acids are the building blocks of proteins, and main part of food sources of living things. Amino acids are involved in neurotransmitter and biosynthesis processes in biological systems. For adequate production of protein in the body, it is necessary to take essential amino acids by diet (Davidson, 2019). The level and ratio of amino acids is very important for our body to function properly. In addition to their role in muscle development and repair, amino acids are also used for other purposes in metabolism. All essential amino acids take an important task such as tissue building, energy production, immune function, and absorption of nutrients. Therefore, essential amino acid deficiencies can affect the entire body, including the nervous, reproductive, immune and digestive systems. Since changes in amino acid levels play an important role in the formation of many diseases, replacing their deficiencies is beneficial in the treatment of diseases. Protein synthesis is impaired in body structures where amino acids are low and insufficient (Wu, 2013; Su et al., 2015).

Eggplant is a highly adaptable, low-maintenance plant that can grow in tropical and temperate climates; It is one of the most phenotypically diverse fruits in the world, with a variety of colours, shapes and sizes (Okmen et al., 2009). Eggplant has a smooth skin in different shades of dark purple, green or black and has the largest fruit size compared to other species, especially wild ones. *Solanum melongena* L. (fam: Solanaceae), fruit is eaten fresh, raw or cooked and has a spongy texture and can be dried for eating when out of season. Its fruits and leaves are used to flavor and enrich soups and stews. Its fruit and seeds are used for curdling milk and making cheese (Meyer et al., 2012). Eggplant (*Solanum melongena* L.), also known as melanzana, garden egg, brinjal or patlican in different parts of the world, is an important market vegetable in Asian and Mediterranean countries. While eggplant is widely sold and consumed in global markets, it is still a relatively wild and underutilized fruit in parts of Africa and Asia (Dranca and Oroian, 2016; Cericola et al., 2014). Various cultures use eggplant for traditional treatment of a wide variety of ailments, from diabetes to chest infections and allergies. It has been reported to be rich in fiber, some vitamins, minerals and secondary metabolites (Okmen et al., 2009; Gürbüz et al., 2018). There is limited and fragmented literature on the nutritional composition of a large percentage of eggplant varieties, particularly wild species (Fanzo et al., 2013). It is used for almost all kind of skin treatment including burns, fungal infections, snakebites and sores. Decoctions made from the fruit are used to treat hypertension, diabetes and disorders associated with the liver (Magioli and Mansur, 2005). The ameliorating effect of its extract is linked to the presence of strychnine and anthocyanin and has been demonstrated to effectively lower cholesterol levels in rats and human. Components of its anthocyanin have also shown antioxidant and anti-mutagenic properties (Meyer et al., 2012). The possible role of eggplants in regulation of glucose and lipid metabolism have been investigated, which will have a positive impact on their related metabolic disorders such as diabetes, cardiovascular disease, obesity, hepatic steatosis and inflammation (Plazas et al., 2013a).

The aim of this study is to assess and compare the amino acid profile of fresh fruits of five different varieties of eggplants (light and dark eggplant from Elazig, Turkey, and white garden egg, bitter tomato and bitter apple sampled from Kano, Nigeria).

MATERIALS AND METHODS

Materials

In this study, fresh eggplant fruits were purchased from local markets in Elazig, Turkey (light and dark eggplant) and white garden egg, bitter tomato and bitter apple sampled from Kano, Nigeria in October 2019. Five types of varieties of eggplant (Figure 1) were used, namely, Dark Eggplant fruits, Light Eggplant fruits, Bitter Tomato, Bitter Apple and White Garden egg throughout the experiment. Each sample was washed thoroughly, and stored in the refrigerator at 4 °C until required for further use.



White Garden Egg [Anonim 2022].(1)



Bitter Tomato [Anonim 2022].(2)



Bitter Apple [Anonim 2022].(3)



Dark Eggplant [Anonim 2022].(4)



Light Eggplant [Anonim 2022].(5)

Figure 1 Shows the eggplant varieties sampled for this study and their common names

Determination of amino acids

Hydrolysis of sample: 2.0 gram of homogenised fresh samples were taken into a glass tube then 5.0 mL 6.0 N HCl was added and vortexed thoroughly followed by heating at 110 °C for 24 hours (Kwanyuen and Burton, 2010). Then the samples cooled to room temperature, filtered and the filtrate volume was completed to 10 mL with deionized water.

Derivatization: Standard amino acid solutions were prepared in 0.10 N HCl at different concentrations (1.0 - 5.0 $\mu\text{g mL}^{-1}$) and 50 μL standard amino acid solutions or hydrolysed samples transferred into a 5.0 mL glass tubes and dried under vacuum at 65 °C. Then 50 μL of reagent 1 [(2: 2: 1 mixture of ethanol: water: Triethylamine (TEA) (v/v))] were added, vortexed and dried under vacuum at 65 °C again. Then 50 μL of reagent 2 [7:1:1:1 mixture of ethanol: water: TEA: phenyl isothiocyanate (PITC) (v/v)] introduced to dried sample and vortexed then left at room temperature for 30 minutes for the complex formation in a dark place. At the end of this period, the samples were dried again under vacuum at 35 °C (Kwanyuen and Burton, 2010) and 1.0 mL eluent A and acetonitrile (ACN) mixture (8: 2 v/v) was added, vortexed then the samples were analysed by HPLC.

Amino acid analysis: Analysis of amino acid were performed with the modified method of Elkin & Wasynczuk (1987 with Çakmak et al. (2021). by HPLC using Nucleodur 100-5 C18 column (250x4.6

mm, 5 μ m). Chromatography was carried out at a constant temperature (40 °C) with the mobile phase consisting of eluent A and eluent B mixture with a flow rate of 0.8 mL/minute and absorption was measured at 254 nm. Eluent A is 0.07 M CH₃COONa (pH was adjusted to 6.4 with CH₃COOH) and eluent B is a mixture of ACN and water (60:40 v/v). Gradient program for amino acid analysis was as follows; 0-12 minutes' eluents 90 %A and 10 %B; 12-16 minutes, 70 %A and 30 %B, 16-16.01 minutes, 65 %A, 35 %B, 16.01-25 minutes 50 %A, 50 %B, 25-26 minutes % 100B, followed by 26-35 minutes 90 %A and 10 %B.

Statistical Analysis

All measurements were triplicated and Mean \pm Standard deviation was determined. The results were subjected to Variance Analysis by SPSS 10.0 for Windows. Differences between the group's means were analyzed for significance using Tukey-test. The level of statistical significance was expressed as $p < 0.05$. Insignificant change was indicated as $p > 0.05$.

When the white garden egg samples are compared with other eggplant types (Table 1), the significant difference is shown with the symbol **a**, and the insignificant difference is shown with the symbol **b**. When compared to other types of bitter apple, the significant difference is indicated by the **c** symbol and the insignificant difference is indicated by the **d** symbol. When comparing dark eggplant with other species, the significant difference is indicated by the symbol **e**, and the insignificant difference is indicated by the symbol **f**. Compared to the light eggplant and bitter tomato example, the significant difference is indicated by the symbol **g**, and the insignificant difference by the symbol **h**.

RESULTS AND DISCUSSION

Amino acids are important molecules for all living cells. They are the building blocks of protein and intermediates in metabolic pathways. They also play a pivotal role in metabolism, regulating gene expression, immunity, signal transduction, anti-oxidative responses, growth and cell survival (Wu, 2010). Amino acid amounts in five different eggplant fruits were measured and the results are given in Table 1 and Figure 2-6.

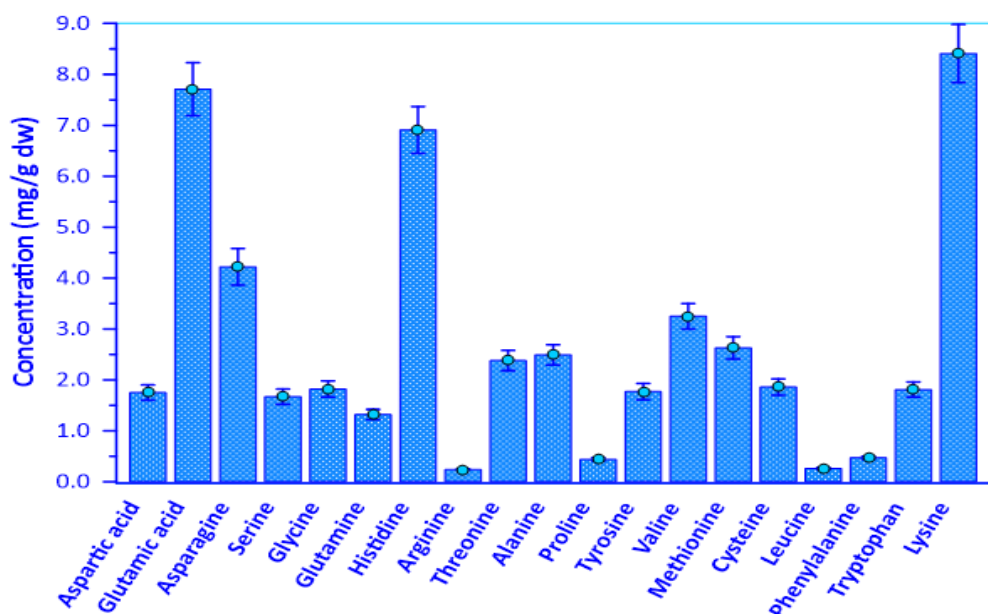
Aspartic acid is an important amino acid in the tricarboxylic acid cycle, triggers metabolic events and the production of signal amino acids by activating defence systems (Sanchez et al., 1998). All the eggplant samples used in this study had measurable amounts of aspartic acid ranging from 0.97 – 4.22 mg g⁻¹ (dw), depicting a 4.35-fold range difference. Aspartic acid content in eggplant species given from highest to lowest in bitter tomato > dark eggplant > bitter apple > white garden > light eggplant (Table 1 and Figure 2-6). The bitter tomato had the highest concentration of aspartic acid, while the light eggplant variety sampled had the lowest. Flick et al (1978) reported the aspartic acid values in three different eggplant varieties in the range of 3.27-1.97 mg g⁻¹ dw.

Glutamic acid is effective in the carbon and nitrogen cycle of metabolism and is important for proline biosynthesis (Forde and Lea, 2007). In this study, it was determined that the amount of glutamic acid in the samples were between 7.71 – 2.78 mg g⁻¹ dw. It was found that White garden egg was the richest in terms of glutamic acid, while the light eggplant was the lowest. According to Ayaz et al. (2015) the amount of glutamic acid in different fresh eggplant fruit varieties were reported to be in between 148.4–298.75 mg/100g FW).

Asparagine promotes nitrogen accumulation and plays an important role in regulating the sugar balance in the cell (Haroun et al., 2010). The asparagine amounts in the samples were found to be in range of 2.99 – 5.36 mg g⁻¹ dw. It was determined that the light eggplant had the lowest concentration, while the bitter tomato had the highest. A study on different varieties of tomato reported asparagine values to range from 21.55 – 42.03 mg/100g DW (Choi et al., 2014).

Table 1. Amounts of amino acids in the five different varieties of eggplant fruits (mg/g dw).

Species / Amino acid	White Garden Egg	Bitter Apple	Dark Eggplant	Light Eggplant	Bitter Tomato
Aspartic acid	1.75±0.15	2.28±0.20 ^a	3.02±0.25 ^{ac}	0.97±0.071 ^{ace}	4.22±0.36 ^{aceg}
Glutamic acid	7.71±0.52	3.54±0.29 ^a	3.21±0.27 ^{ad}	2.78±0.24 ^{ace}	7.39±0.51 ^{bceg}
Asparagine	4.22±0.36	3.31±0.27 ^a	3.27±0.25 ^{ad}	2.99±0.24 ^{adf}	5.36±0.41 ^{aceg}
Serine	1.67±0.15	1.32±0.12 ^a	1.75±0.15 ^{bc}	1.60±0.14 ^{bcf}	2.18±0.19 ^{aceg}
Glycine	1.82±0.16	3.93±0.25 ^a	1.53±0.12 ^{ac}	1.39±0.11 ^{acf}	4.58±0.36 ^{aceg}
Glutamine	1.32±0.10	0.93±0.08 ^a	0.78±0.06 ^{ac}	0.72±0.06 ^{acf}	1.22±0.09 ^{bceg}
Histidine	6.91±0.46	6.90±0.47 ^b	6.84±0.48 ^{bd}	4.70±0.34 ^{ace}	8.40±0.70 ^{aceg}
Arginine	0.24±0.01	0.10±0.007 ^a	0.10±0.007 ^{ad}	0.09±0.006 ^{adf}	0.09±0.006 ^{adfh}
Threonine	2.38±0.20	1.21±0.18 ^a	3.01±0.26 ^{ac}	2.75±0.23 ^{bcf}	2.94±0.24 ^{acfh}
Alanine	2.49±0.20	2.28±0.19 ^b	1.50±0.11 ^{ac}	1.35±0.10 ^{acf}	2.98±0.10 ^{aceg}
Proline	0.44±0.03	0.16±0.01 ^a	0.26±0.02 ^{ac}	0.23±0.02 ^{acf}	0.17±0.01 ^{adeg}
Leucine	0.26±0.02	0.09±0.006 ^a	0.18±0.01 ^{ac}	0.12±0.008 ^{ace}	0.02±0.001 ^{aceg}
Methionine	2.63±0.22	3.10±0.26 ^b	3.71±0.24 ^{ac}	1.89±0.16 ^{ace}	5.04±0.30 ^{aceg}
Tyrosine	1.77±0.16	1.47±0.11 ^a	1.02±0.07 ^{ac}	0.93±0.07 ^{acf}	2.42±0.20 ^{aceg}
Valine	3.25±0.25	1.41±0.10 ^a	0.92±0.07 ^{ac}	0.61±0.05 ^{ace}	0.39±0.03 ^{aceg}
Cysteine	1.86±0.16	1.52±0.12 ^a	1.88±0.16 ^{bc}	1.10±0.08 ^{ace}	2.18±0.18 ^{bcfg}
Phenylalanine	0.47±0.03	2.33±0.19 ^a	2.44±0.19 ^{ad}	2.83±0.22 ^{acf}	2.41±0.19 ^{adfg}
Tryptophan	1.81±0.15	1.36±0.10 ^a	1.00±0.07 ^{ac}	1.62±0.13 ^{ace}	1.69±0.14 ^{aceh}
Lysine	8.41±0.57	6.80±0.51 ^a	6.80±0.45 ^{ad}	4.70±0.30 ^{ace}	6.12±0.42 ^{adfg}
Total AA:	54.41±3.90	44.04±3.46 ^a	43.22±3.23 ^{ad}	33.37±2.58 ^{ace}	59.91±4.44 ^{bceg}
Essential AA:	26.36±1.91	23.30±1.82 ^b	25.00±1.78 ^{bd}	19.31±1.44 ^{ace}	27.21±2.03 ^{bcfg}

**Figure 2.** Amino acid content of white garden egg

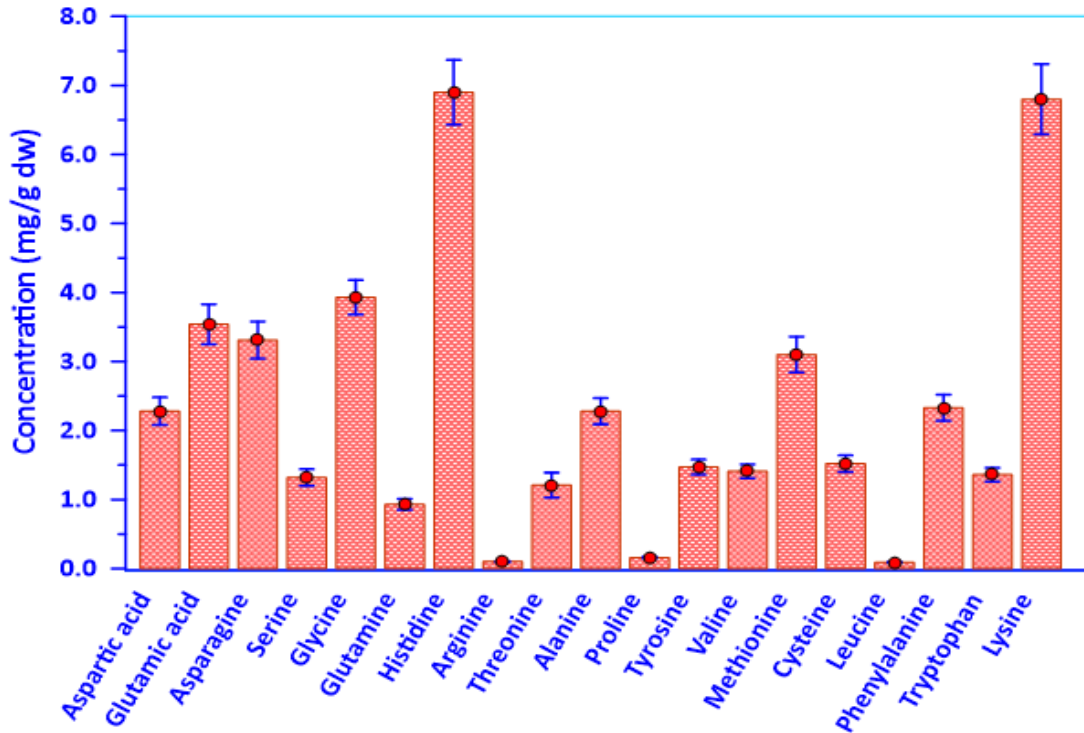


Figure 3. Amino acid content of bitter apple

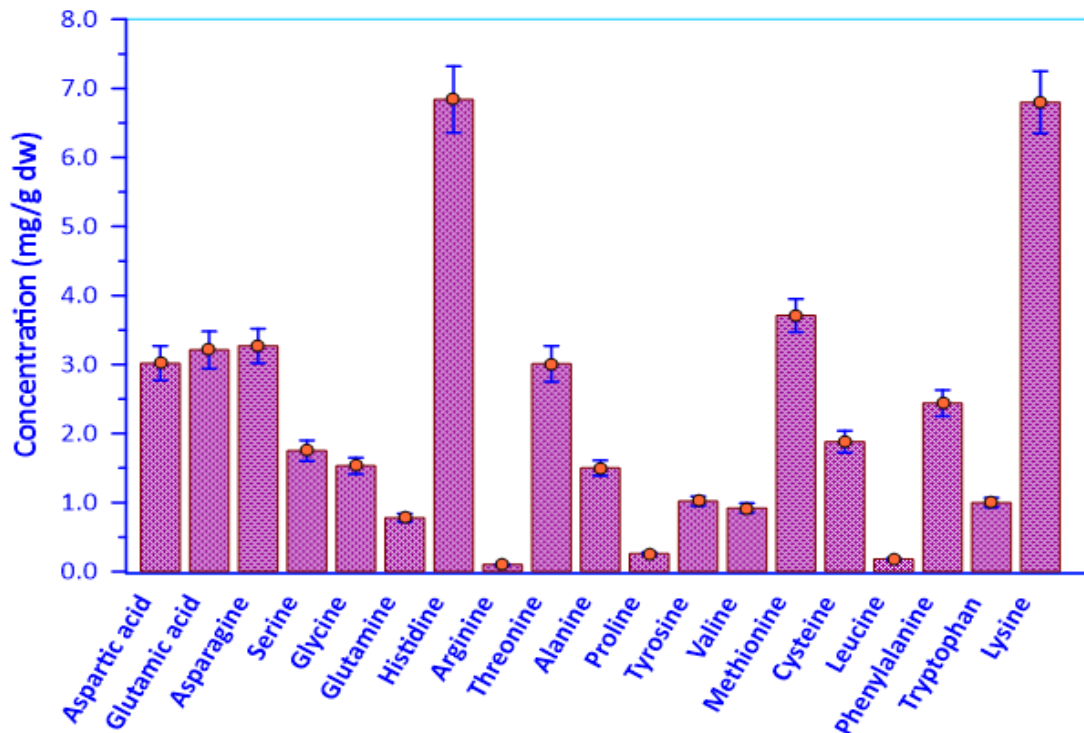


Figure 4. Amino acid content of dark eggplant

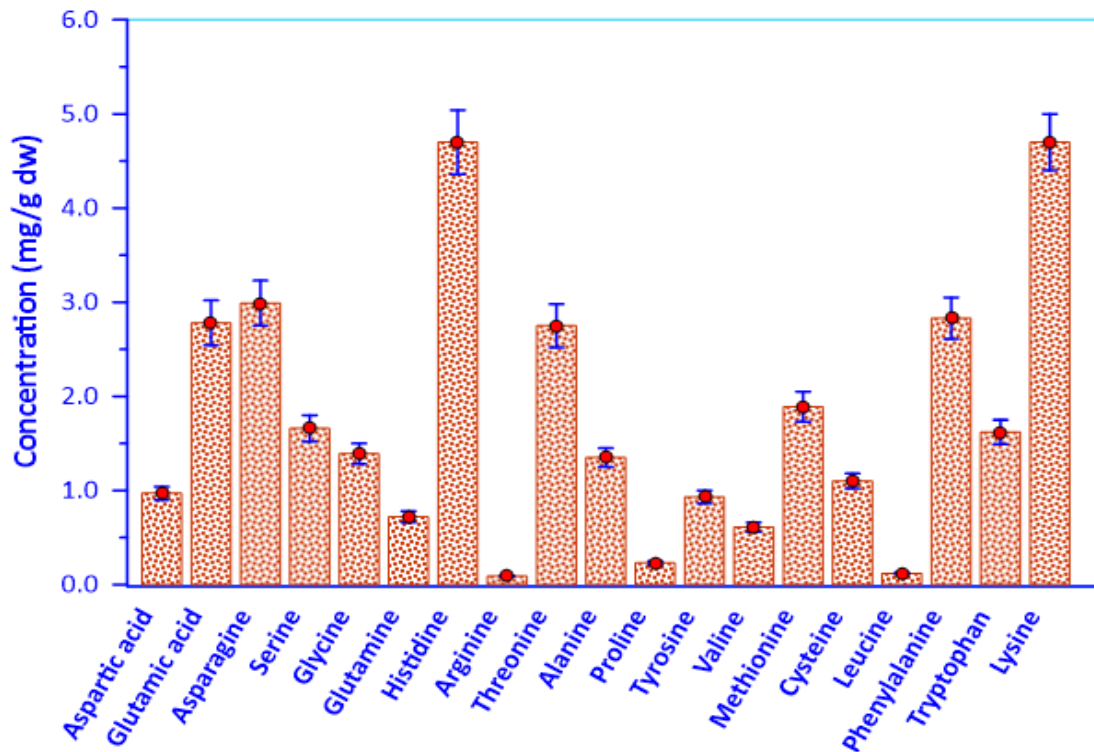


Figure 5. Amino acid content of light eggplant

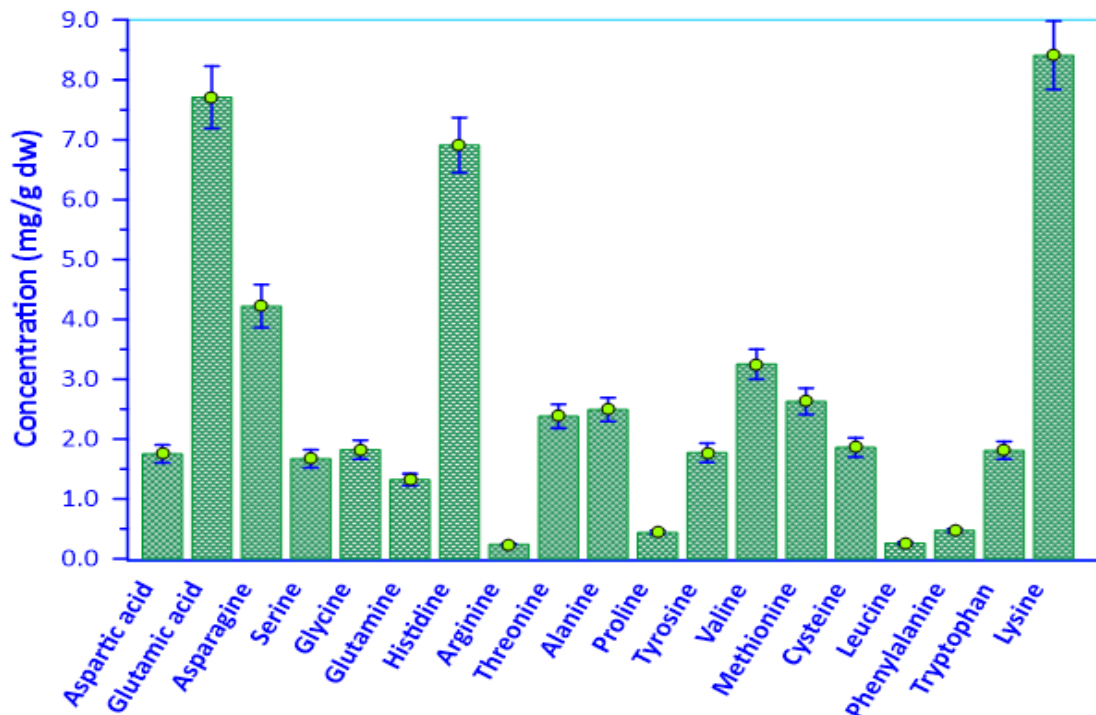


Figure 6. Amino acid content of bitter tomato

Aspartic acid is an important amino acid in the tricarboxylic acid cycle, triggers metabolic events and the production of signal amino acids by activating defence systems (Sanchez et al., 1998). All the eggplant samples used in this study had measurable amounts of aspartic acid ranging from 0.97 – 4.22 mg g⁻¹ (dw), depicting a 4.35-fold range difference. Aspartic acid content in eggplant species given from highest to lowest in bitter tomato > dark eggplant > bitter apple > white garden > light eggplant (Table 1 and Figure 2-6). The bitter tomato had the highest concentration of aspartic acid, while the light

eggplant variety sampled had the lowest. Flick et al (1978) reported the aspartic acid values in three different eggplant varieties in the range of 3.27-1.97 mg g⁻¹ dw.

Glutamic acid is effective in the carbon and nitrogen cycle of metabolism and is important for proline biosynthesis (Forde and Lea, 2007). In this study, it was determined that the amount of glutamic acid in the samples were between 7.71 – 2.78 mg g⁻¹ dw. It was found that White garden egg was the richest in terms of glutamic acid, while the light eggplant was the lowest. According to Ayaz et al. (2015) the amount of glutamic acid in different fresh eggplant fruit varieties were reported to be in between 148.4–298.75 mg/100g FW).

Asparagine promotes nitrogen accumulation and plays an important role in regulating the sugar balance in the cell (Haroun et al., 2010). The asparagine amounts in the samples were found to be in range of 2.99 – 5.36 mg g⁻¹ dw. It was determined that the light eggplant had the lowest concentration, while the bitter tomato had the highest. A study on different varieties of tomato reported asparagine values to range from 21.55 – 42.03 mg/100g DW (Choi et al., 2014).

Serine and glycine amino acids have been reported to be metabolic regulators that promote tumor cell growth (Gorska-Ponikowska et al., 2017). It was observed that the amount of serine in eggplant samples varied between 1.32 – 2.18 mg g⁻¹ dw, while the amount of glycine varied between 1.39-4.58 mg g⁻¹ dw. While the highest amounts of serine and glycine were found in bitter tomato, the lowest amounts were found in bitter apple and light eggplant samples, respectively (Table 1 and Figure 3, 5, 6). Bakar et al. (2021) reported that the amounts of serine and glycine in black myrtle fruits were 2.8 and 1.8 mg g⁻¹ dw, respectively.

Glutamine is decreases under stress conditions and it acts as a marker that regulates nitrogen metabolism in the cell (Mifflin and Habash, 2002). As it can be seen in Table 1 and Figure 2-6, the glutamine concentration is listed highest to lowest as white garden > bitter tomato > bitter apple > dark eggplant > light eggplant. İmo et al. (2019) reported that the amounts of serine and glycine in eggplant samples were 3.63 and 4.00 mg/100 g dw, respectively.

Histidine is necessary for the neurotransmitter histamine, the production of red blood cells and the formation of the myelin sheath (Nelson and Cox, 2013). The amount of histidine in eggplant varieties varies between 4.7 and 8.40 mg g⁻¹ dw the highest concentration was observed in bitter tomato, while the lowest concentration was observed in light eggplant species (Table 1 and Figure 2-6). Amadi et al. (2013) reported that the amount of histidine in some eggplant species was in between 10.97 - 18.02 mg/100g FW.

Arginine is involved in the synthesis of growth hormone and strengthening the immune system (Nelson and Cox, 2013). The amount of arginine in eggplant species varies between 0.09 and 0.24 mg g⁻¹ dw and highest arginine was observed in white garden egg (Table 1 and Figure 2-6). Mori et al. (2013) stated that arginine values in different eggplant varieties were given between 4.50 and 23.08 mg/100g FW.

Threonine is an essential part of structural proteins such as collagen and elastin, and has a role in fat metabolism and immune function, and also helps in the synthesis of glycine and serine (Olgun et al., 2016). Bakar et al. (2021) reported that the amounts of threonine in white and black myrtle fruits were 1.2 and 1.9 mg g⁻¹ dw, respectively.

Alanine is involved in regulation of intracellular pH, reduction and regulation of nitrogen-dependent metabolic events during stress (Kalefetoğlu and Ekmekçi, 2005). The amounts of alanine in eggplant species are listed as bitter tomato > white garden egg > bitter apple > dark eggplant > light eggplant. The amount of alanine in eggplant species grown in Nigeria was found to be higher than those

grown in Turkey (Table 1, Figure 2-6). Imo et al. (2019) found the amount of alanine in eggplant to be 3.84 mg/100g DW.

Proline, leucine and methionine are involved in cell wall growth and stress adaptation. In addition, Leucine is involved in protein synthesis, muscle repair, blood sugar regulation, wound healing and growth hormone production, while methionine has an important role in metabolism and detoxification (Joshi et al., 2010). The highest proline and leucine were observed in white garden egg. On the other hand, highest amount of methionine was found in bitter tomato (Table 1 and Figure 2-6). Amadi et al. (2013) reported that the amount of proline in fresh eggplant species ranged from 9.56 to 12.47 mg/100g. Imo et al. (2019) reported that the level of leucine and methionine in eggplant in between 1.86 - 8.92 and 0.88 mg/100g DW respectively.

Tyrosine plays a triggering and catalysing role in the formation of metabolic events which related to the defence of the organism against stress conditions (Ghelis, 2011). While the amount of tyrosine in eggplant species grown in Nigeria was found to be in between 1.47-2.42 mg g⁻¹ dw, whereas 0.93-1.02 mg g⁻¹ dw in those grown in Turkey (Table 1). Bakar et al. (2021) reported that the amounts of tyrosine in white and black myrtle fruits were 1.1 and 1.5 mg g⁻¹ dw, respectively.

Valine helps promote regeneration and muscle growth, it is also involved in energy production. It plays an important role in preventing the degradation of growth-related enzymes under stress conditions and reducing the amount of free oxygen-based radicals in the cell (Singh and Shaner, 1995). The amount of valine in eggplant samples is found in the order from highest to lowest as white garden egg, bitter apple, dark eggplant, light eggplant, bitter tomato (Table 1, Figure 2-6). Valine concentration in eggplant reported by Imo et al. (2019) as 5.36 mg/100g DW.

Cysteine plays a role in the development of anabolic and catabolic events in living organisms and acts as a stimulant in response to mechanisms under stress conditions (Kalefetoğlu and Ekmekçi, 2005). As can be seen in Table 1 and Figure 2-6, the highest amount of cysteine was found in the bitter tomato, while the lowest amount was observed in the light eggplant sample. Bakar et al. (2021) stated that the amount of cysteine in white myrtle fruits was 1.1 mg g⁻¹ dw.

Phenylalanine is the precursor of neurotransmitters and plays a complementary role in the production of other amino acids, the structure and function of proteins and enzymes (Nelson and Cox, 2013), The amount of phenylalanine in eggplant samples varies between 0.47 and 2.83 mg g⁻¹ dw, partially, the amount of phenylalanine in eggplant samples grown in Turkey is higher than eggplant samples grown in Nigeria.

Tryptophan plays an important role in regulating cell development and defence responses. It is the precursor of serotonin, melatonin and neurotransmitter biomolecules (Zemanova et al., 2017). The amount of tryptophan in eggplant species varies between 1.00-1.81 mg g⁻¹ dw, with the lowest amount was found in dark eggplant species produced in Turkey.

Lysine has an important role in increasing the resistance of the cell against abiotic and biotic stresses, glutamic acid production, protein synthesis, hormone and enzyme production and calcium absorption (Azevedo and Lea, 2001). The amount of lysine in the eggplant samples can be listed from highest to lowest as white garden egg, bitter apple = dark eggplant, bitter tomato, light eggplant (Table 1).

The amounts of lysine, phenylalanine and tryptophan in the fresh celery sample are 27.51 and 14 mg/100g, respectively, the amounts in cauliflower are reported to be 160, 101 and 39 mg/100g (Nelson and Cox, 2013), The total amino acid content in the eggplant samples were listed as bitter tomato > white garden egg > bitter apple > dark eggplant > light eggplant.

Zhou et al. (2019), in their study using *Nitraria tangutorum* Bobr pulp and peel, reported that total essential amino acids ranged between 44.39-53.51 mg g⁻¹ dw and total non-essential amino acids ranged 65.65-71.41 mg g⁻¹ dw.

According to the Food and Agriculture Organization and the World Health Organization, a good protein source should have a total essential amino acid/total amino acid ratio should be above 40%, and a total essential amino acid/total non-essential amino acid ratio above 60% (Zhou et al., 2019). Total essential amino acid/total amino acid ratio in bitter tomato, white garden egg, bitter apple, dark eggplant, and light eggplant samples were 45, 51, 53, 58, and 58 percent, respectively, while total essential amino acid/total non-essential amino acid ratio were 83, 105, 112, 137 and 137 percent. From these results, it can be said that the eggplant samples examined are a good protein source.

The daily total amount of essential amino acids for an individual weighing 70 kg is given as 12.88 g (Joint WHO/FAO/UNU (2007)). According to WHO, a person consuming 100 g dry eggplant a day can get 20, 18, 19, 15 and 21 percent of daily essential amino acids intake from white garden egg, bitter apple, dark eggplant, light eggplant and bitter tomato respectively.

As it can be seen in Table 1 and Figure 2-6, the lowest total and essential amino acid content was found in light eggplant grown in Turkey, while the highest in bitter tomato sample grown in Nigeria. The statistical comparison of amino acids in eggplant samples grown in Turkey and Nigeria is shown in Table 1 with the letters explained in the statistical part.

The differences in amino acid contents of eggplant varieties grown both in Turkey and Nigeria can be attributed to the differences in their genetic makeup, geographical origins and climate.

CONCLUSION

Amino acid levels in eggplant samples ranged from 0.02 to 8.41 mg g⁻¹ dw. While the lowest amount was determined as leucine in dark tomato, the highest amount was observed as lysine in white garden egg sample. Total amino acid amounts in the white garden egg, bitter apple, dark eggplant, light eggplant and bitter tomato samples were 54.41±3.90, 44.04±3.46, 43.22±3.23, 33.37±2.58 and 59.91±4.44 mg g⁻¹ dw, respectively. The essential total amino acid contents were 26.36±1.91, 23.30±1.82, 25.00±1.78, 19.31±1.44 and 27.21±2.03 mg g⁻¹ dw, respectively. Lowest total and essential amino acid level was found in light eggplant grown in Turkey, while the highest in bitter tomato sample grown in Nigeria.

Conflict of Interest

The authors declare that there is no known competing financial interests or personal relationships that could have influence on the work reported in this paper.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Amadi B, Onuoha N, Amadi C, Ugbogu A, Duru M. 2013. Elemental, amino acid and phytochemical constituents of fruits of three different species of eggplant. *International Journal of Medicinal and Aromatic Plants* 3(2): 200-203.
- Anonim 2022.(1) <https://www.benimtelefonum.com/beyaz-patlican-yumurta-cicegi-faydalari/> (Erişim tarihi: 01.03.2022)
- Anonim 2022.(2) <https://www.shutterstock.com/search/solanum+aethiopicum> (Erişim tarihi: 01.03.2022)

- Anonim 2022.(3) <https://davesgarden.com/guides/pf/showimage/240174/#b> (Erişim tarihi: 01.03.2022)
- Anonim 2022.(4) <https://www.cimri.com/market/sebze/en-ucuz-patlican-fiyatlari,135606> (Erişim tarihi: 01.03.2022)
- Anonim 2022.(5) <http://www.kaytur.org/urun-kircil-cizgili-patlican-10> (Erişim tarihi: 01.03.2022)
- Azevedo RA, Lea PJ. 2001. Lysine metabolism in higher plants. *Amino Acids* 20(3): 261-279.
- Bakar B, Çakmak M, Özer D, Karatas F, Saydam S. 2021. Some biochemical parameters of black and white myrtle communis L. fruits subjected to different preservation methods. *Yüzüncü Yıl University Journal of Agricultural Sciences* 31(3): 587-596
- Cericola F, Portis E, Lanteri S, Toppino L, Barchi L, Acciarri N, Pulcini L, Sala T, Rotino GL. 2014. Linkage disequilibrium and genome-wide association analysis for anthocyanin pigmentation and fruit color in eggplant, *BMC Genomics* 15: <http://dx.doi.org/10.1186/1471-2164-15-896>.
- Choi SH, Kim DS, Kozukue N, Kim HJ, Nishitani Y, Mizuno M, Friedman M. 2014. Protein, free amino acid, phenolic, β -carotene, and lycopene content, and antioxidative and cancer cell inhibitory effects of 12 greenhouse-grown commercial cherry tomato varieties. *Journal of Food Composition and Analysis* 34(2): 115-127.
- Çakmak M, Özer D, Karataş F, Saydam S. 2021. Combine Effect of Vitamin C and venlafaxine on the Amino Acid Content of *Saccharomyces cerevisiae*. *European Journal of Applied Sciences*, 9(6). 137-153
- Davidson JA. 2019. Amino Acids in Life: A Prebiotic Division of Labor. *Journal of Molecular Evolution* 87:1-3
- Dranca F, Oroian M. 2016. Optimization of ultrasound-assisted extraction of total monomeric anthocyanin (TMA) and total phenolic content (TPC) from eggplant (*Solanum melongena* L.) peel. *Ultrasonics Sonochemistry* 31: 637-646.
- Elkin RG, Wasynczuk AM. 1987. Amino Acid Analysis of Feedstuff Hydrolysates by Precolumn Derivatization with Phenylisothiocyanate and Reversed-Phase High-Performance Liquid Chromatography. *Cereal Chemistry* 64(4): 226-229.
- Fanzo J, Hunter D, Borelli T, Mattei F. (Eds.). (2013). *Diversifying food and diets: using agricultural biodiversity to improve nutrition and health*. Routledge.
- Flick GJ, Burnette FS, Aung LH, Ory RL, Angelo A. 1978. Chemical composition and biochemical properties of mirlitons (*Sechium edule*) and purple, green, and white eggplants (*Solanum melongena*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 26: 1000–1005.
- Forde BG, Lea JF. 2007. Glutamate in plants: metabolism, regulation, and signalling. *Journal of Experimental Botany* 58(9): 2339-2358.
- Ghelis T. 2011. Signal processing by protein tyrosine phosphorylation in plants. *Plant Signaling & Behavior* 6(7): 942-951. Anonymous, 2016. <https://www.leaf.tv/articles/greenclay-benefits/>. (07.12.2016)
- Gorska-Ponikowska M, Perricone U, Kuban-Jankowska A, Lo Bosco G, Barone G. 2017. 2-methoxyestradiol impacts on amino acids-mediated metabolic reprogramming in osteosarcoma cells by interaction with NMDA receptor, *Journal of Cell Physiology* 11: 3030-3049
- Gürbüz N, Uluişik S, Frary A, Frary A, Doğanlar S. 2018. Health benefits and bioactive compounds of eggplant. *Food Chemistry* 268: 602-610.
- Haroun SA, Shukry WM, El-Sawy O. 2010. Effect of asparagine or glutamine on growth and metabolic changes in *Phaseolus vulgaris* under in vitro conditions. *Bioscience Research* 7(1): 1-21.
- Imo C, Shaibu C, Yusuf KS. 2019. Nutritional Composition of *Cucumis Sativus* L. and *Solanum Melongena* L. Fruits. *AJOPRED* 11(2):145-150.

- Joint WHO/FAO/UNU. 2007. Expert Consultation. Protein and amino acid requirements in human nutrition. World Health Organ Tech Rep Ser (935)
- Joshi V, Joung JG, Fei Z, Jander G. 2010. Interdependence of threonine, methionine and isoleucine metabolism in plants: accumulation and transcriptional regulation under abiotic stress. *Amino Acids* 39(4), 933-947.
- Kalefetoğlu T, Ekmekçi Y. 2005. Bitkilerde kuraklık stresinin etkileri ve dayanıklılık. *G.Ü. Fen Bilimleri Dergisi* 18(4): 723-740.
- Kwanyuen P, Burton JW. (2010). A Modified Amino Acid Analysis Using PITC Derivatization for Soybeans with Accurate Determination of Cysteine and Half-Cystine. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 87(2): 127–132.
- Magioli C, and Mansur E. (2005). Eggplant (*Solanum melongena* L.): Tissue culture, genetic transformation and use as an alternative model plant. *Acta Botanica Brasiliica*, 19 (1): 139-148.
- Meyer RS, Karol KG, Little DP, Nee MH, Litt A. 2012. Phylogeographic relationships among Asian eggplants and new perspectives on eggplant domestication. *Molecular phylogenetics and evolution* 63(3): 685-701.
- Mifflin BJ, Habash DZ. 2002. The role of glutamine synthetase and glutamate dehydrogenase in nitrogen assimilation and possibilities for improvement in the nitrogen utilization of crops. *Journal of Experimental Botany* 53(370): 979- 987.
- Mori T, Umeda T, Honda T, Zushi K, Wajima T, Matsuzoe N. 2013. Varietal differences in the chlorogenic acid, anthocyanin, soluble sugar, organic acid, and amino acid concentrations of eggplant fruit. *The Journal of Horticultural Science and Biotechnology* 88(5): 657-663.
- Nelson DL, Cox MM. *Lehninger Biyokimyanın İlkeleri*. 5. Baskıdan çeviri Editörü Elçin YM. 2013. Palme Yayıncılık p. 699, 861,867, 868
- Okmen B, Sigva HO, Mutlu S, Doganlar S, Yemencioğlu A, Frary A. 2009. Total antioxidant activity and total phenolic contents in different Turkish eggplant (*Solanum melongena* L.) cultivars. *International Journal of Food Properties* 12(3): 616-624.
- Olgun M, Budak Başçiftçi Z, Ayter NG, Turan M, Aydın D, Şaban Z, Sönmez AC, Koyuncu O. 2016. Potasyum İyodür Uygulamasının Ekmeklik Buğday Çeşitlerinin Biyokimyasal Özellikleri Üzerine Etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi* 11 (2): 46-60
- Plazas M, Andujar I, Vilanova S, Hurtado M, Gramazio P, Herraiz F, Prohens J. 2013a. Breeding for chlorogenic acid content in eggplant: Interest and prospects. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca* 41: 26-35.
- Sanchez FJ, Manzanares M, Andres EF, Tenorio JL, Ayerbe L. 1998. Turgor maintenance, osmotic adjustment and soluble sugar and proline accumulation in 49 pea cultivars in response to water stress. *Field Crops Research (Netherlands)* 59(3): 225-235.
- Singh BK, Shaner DL. 1995. Biosynthesis of branched chain amino acids: From test tube to field. *The Plant Cell* 7: 935-944.
- Nas MS, Gür A, Gür T, Yöntem V, 2017. Exploring thermodynamics and kinetic parameters of immobilized catalase enzyme via adsorption on krill clay. *Desalination and Water Treatment* (67): 178-186.
- Su L, Li H, Xie A, Liu D, Rao W, Lan L, Li X, Li F, Xiao K, Wang H, Yan P, Li X, Xie L. 2015. Dynamic changes in amino acid concentration profiles in patients with sepsis. *PLoS One* 10(4): e0121933.
- Wu G. 2010. Functional amino acids in growth, reproduction, and health. *Advances in Nutrition* 1: 31-37.
- Wu G. 2013. Functional amino acids in nutrition and health. *Amino Acids* 45(3): 407–411.

- Zemanova V, Pavlik M, Pavlikova D. 2017. Cadmium toxicity induced contrasting patterns of concentrations of free sarcosine, specific amino acids and selected microelements in two *Noccaea* species. *Plos One* 12(5): 1-17. e0177963.
- Zhou W, Wang Y, Yang F, Dong Q, Wang H, Hu N. 2019. Rapid Determination of Amino Acids of *Nitraria tangutorum* Bobr. from the Qinghai-Tibet Plateau Using HPLC-FLD-MS/MS and a Highly Selective and Sensitive Pre-Column Derivatization Method. *Molecules* 24: 1665: doi:10.3390/molecules24091665

Atf İçin: Beşer, B M, 2022. Floresans Enerji Transferi Üzerine Grafen Oksitin Kuençleştirici Etkisinin İncelenmesi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 870-881.

To Cite: Beşer, B M, 2022. Investigation of the Quenching Effect of Graphene Oxide on Fluorescence Energy Transfer. Journal of the Institute of Science Technology, 12(2): 870-881.

Floresans Enerji Transferi Üzerine Grafen Oksitin Kuençleştirici Etkisinin İncelenmesi

Burcu Meryem BEŞER^{1*}

ÖZET: Pirazolin türevi iki izomer molekül (4.2 ve 2.2) için sodyum dodesil sülfat misel ortamında seçilen dört farklı floresans proba (Safranin T, Akridin O, Pyronin Y, Floresin) gerçekleştirilen floresans enerji transferine bir floresans sönmüleyici olduğu bilinen grafen oksitin kuençleştirici etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışma durgun hal floresans spektroskopisi tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Enerji transferi ile ilgili parametreler Förster kinetiğine, kuençleşme ile ilgili parametreler ise Stern-Volmer kinetiğine göre belirlenmiştir. Çalışmanın sonucunda donör-akseptör çiftleri arasındaki floresans enerji transferinin GO tarafından zayıflatıldığı fakat tamamen sonlanmadığı ve düşük oranda devam ettiği anlaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Floresans enerji transferi, grafen oksit, kuençleşme, pirazolin, Stern-Volmer

Investigation of the Quenching Effect of Graphene Oxide on Fluorescence Energy Transfer

ABSTRACT: The quenching effect of GO on the fluorescence energy transfer between two pyrazoline-derived isomer molecules (4,2 and 2,2) (donor) and four different acceptor molecules (Safranin T, Acridine O, Pyronin Y, Fluorescein) were investigated in sodium dodecyl sulfate micellar media. The study was carried out using the steady state fluorescence spectroscopy technique. Parameters related to energy transfer were determined according to Förster kinetics, and parameters related to quenching were determined according to Stern-Volmer kinetics. As a result of the study, it was understood that the fluorescence energy transfer between donor-acceptor pairs was weakened by GO, but not completely terminated and continued at a low rate.

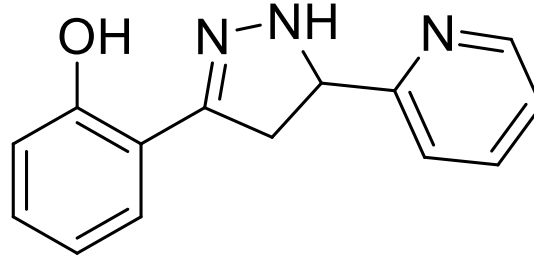
Keywords: Fluorescence energy transfer, graphene oxide, quenching, pyrazoline, Stern-Volmer

¹Burcu Meryem BEŞER ([Orcid ID: 0000-0001-9174-0589](https://orcid.org/0000-0001-9174-0589)), Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Erzincan, Türkiye

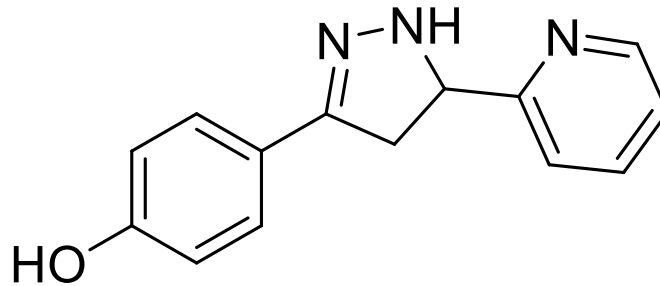
*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Burcu Meryem BEŞER, e-mail: baydin@erzincan.edu.tr

GİRİŞ

Kalkonlar, flavonoid ailesine üye, α , β doymamış ketonlar olarak bilinirler ve kimyasal olarak üç karbonlu bir α , β doymamış karbonil yapıyla birbirine bağlanmış olan iki aromatik halkadan (1,3-diaril-2-propen-1-on iskeleti) meydana gelirler. Azakalkonlardan sentezlenen pirazolinler heterosiklik halkada iki azot atomu içeren, 300-400 nm aralığındaki ışığı absorplayabilen, hem katı halde hem de çözeltide güçlü floresans özellik gösteren moleküllerdir ve floresans prob olarak kullanılırlar (Nee Pant ve ark., 2011). Yüksek floresans karakterlerinden dolayı da elektrolüminesans ve elektro fotoğraflama tekniklerinde kemosensör olarak kullanılırlar (Ramkumar ve Kannan, 2015). Birçok pirazolin bileşiği antimikrobiyal, antifungal, antidepresan, antikonsültant, antibakteriyel, antihelminitik, antiülser, antiviral, antiprotozoal, antikanser olarak biyolojik aktiviteye sahiptir (Perdana ve ark., 2015). Ayrıca son yıllarda anestezi, analjezik, antiinflamatuvar ve antidiyabetik farmasotik amaçlı sentezleri giderek artmaktadır (Sarkar ve Bhattacharya, 2012). Pirazolin türevi bileşikler yüksek kuantum verimleri ve uzun floresans ömürleri ile önemli organik floresans moleküllerdir (Mishra ve ark., 2017). Bu çalışmada pirazolin türevi iki izomer moleköl kullanılacaktır ve bu moleküller Şekil 1.1, Şekil 1.2’de verilmiştir.

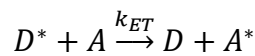


Şekil 1. 2-(5-(pyridin-2-yl)-4,5-dihydro-1H-pyrazol-3-yl)phenol (2,2)



Şekil 2. 4-(5-(pyridin-2-yl)-4,5-dihydro-1H-pyrazol-3-yl)phenol (4,2)

Floresans rezonans enerji transferi (FRET) biyolojik sistemlerdeki uygulamalarda da floresan spektroskopisinde de temel bir olgudur (Lakowicz, 2006). Floresans enerji transferi çalışmaları, protein katlanma olaylarını araştırmak ve proteinlerin yapısal ve konformasyonel özelliklerini belirlemek için floresan etiketler arasındaki mesafeleri incelemek için yaygındır (Ju Youn ve ark., 1995). FRET, aşağıdaki denklem ile tanımlanabilir:



burada D^* uyarılmış bir verici (donör) moleköl ve A temel haldeki bir alıcı (akseptör) moleküldür. k_{ET} ise vericiden alıcıya gerçekleşecek olan enerji transferinin hız sabitidir.

Enerji transfer olaylarını inceleme çalışmaları farklı amaçlı enerji dönüştürme proseslerinde, boya lazerlerde belli dalga boyunda en iyi cevabı verecek boyar madde karışımların belirlenmesinde (De ve

ark., 2005) ve özellikle biyokimya alanında hız kazanmıştır (Aydin ve ark., 2009). Biyokimyada enerji transferi; proteinlerin yarıçapları, biyolojik membran kalınlığı, proteinlerdeki kromoforik gruplar arasındaki mesafenin belirlenmesi gibi farklı amaçlar için kullanılabilir (Kalyanasundaram ve Thomas, 1977; García ve Carnero, 1996; Bozkurt, 2018).

Misel sistemleri ise genellikle biyolojik uygulamalar için model membran sistemleri olarak kabul edildiğinden, misel çözeltilerindeki boya molekülleri arasındaki FRET işlemi kapsamlı bir şekilde incelenmiştir (Verkman, 1987; Qi ve ark., 2007). Misel ortam molekülleri elektrostatik etkileşim ile birbirine yeterince yaklaştırarak donör-akseptör (verici-alıcı moleküller) arasındaki enerji transferinin gerçekleşme ihtimaliyetini artırır. Misel ortamında seçilen donör (2,2 ve 4,2) ile akseptör (Pyronin Y, Floresin, Safranin T ve Akridin O) arasındaki FRET'in anlaşılması spektroskopik uygulamalar için önemlidir. Akseptör moleküllerin seçiminde donör ile spektral alanların örtüşmesi dikkate alınmıştır.

Grafen oksit (GO) grafitin güçlü oksidasyonu ile sentezlenen, ucuz ve bol miktarda elde edilen, tek atomik katmanlı bir materyal olup grafitin oksijen içeren gruplar ile bağlanmış, oksitlenmiş bir formudur (Yazıcı ve ark., 2016; Nan ve ark., 2019; Cimilli Çatır, 2020). GO'nin kuenceleştirici etkisi Beşer tarafından yapılan önceki bir çalışmada ve farklı çalışmalarda gösterilmiştir (Šimšiková, 2016; Korkmaz ve ark., 2021). Bu çalışmada ise pirazolin türevi iki izomer molekülün SDS ortamında seçilen uygun problemlerle aralarında gerçekleşen enerji transferine GO'nin kuenceleştirici etkisi incelenmiştir.

MATERYAL VE METOD

Kullanılacak Kimyasal Maddeler

Bu çalışmada kullanılacak olan boyar maddeler (problemler) Floresin (Fl), Pyronin Y (PyY), Akridin Oranj (AcO), Safranin T (SfT), surfaktant olarak kullanılacak olan Sodyum Dodesil Sülfat (SDS), referans bileşikler olarak kullanılan Triptofan, Kinin Sülfat, 2-Amino Pyridine Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiştir. Çalışmanın donör molekülleri olan pirazolin türevleri (2,2 ve 4,2) ise Prof. Dr. Ahmet YAŞAR tarafından sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Grafen Oksit (GO) ise grafitten çıkılarak Modifiye Hummers Metoduna göre sentezlenmiştir (Zaaba ve ark., 2017).

Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılacak olan boyar maddeler olan Fl, PyY, AcO ve SfT'nin 1.0×10^{-3} M stok çözeltisi numune hazırlamayı kolaylaştırmak amacıyla önceden hazırlanmıştır. Çalışma konsantrasyon aralığının belirlenmesi için ön konsantrasyon çalışması yapıldıktan sonra aralık belirlenmiştir. SDS'nin kritik misel konsantrasyonu 8.1 mM'dır (Aydin ve ark. 2009). Çalışmadaki SDS konsantrasyonu kritik misel konsantrasyonunun sağlanmış olması amacıyla 8.5 mM olarak belirlenmiştir. Her bir numunenin hazırlanması için 1.0×10^{-4} M donör (2,2 veya 4,2) molekülü argon gazı ile kurutulmuş üzerine artan konsantrasyonlarda akseptör boya çözeltileri otomatik pipetler yardımıyla eklenmiştir. Sonrasında hazırlanan SDS çözeltisi eklenerek toplam hacim 4.0 ml olacak şekilde hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler her ölçüm öncesi ultrasonik banyoda 15 dk bekletilmiştir. Daha sonrasında her bir numune için floresans ölçümleri alınmıştır. Ölçümler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. 50 mg.ml^{-1} lik Grafen Oksit (GO) dispersiyonundan her bir numuneye 100 μL eklenerek ölçümler yapılmıştır.

Enerji Transferi ve Kuenceleşme Parametrelerinin Belirlenmesi

Çalışmanın temelini oluşturan enerji transferi, dinamik kuenceleşme için geliştirilen ve enerji transfer etkinliği hakkında bilgi veren Stern-Volmer modeli ve Förster kinetiğine göre tartışılacaktır. Stern-Volmer modeli, R^* (donör) ve Q (akseptör) moleküllerinin rastgele difüzyon hareketleri sırasında birbirini ile temasını esas almaktadır (Steiner 1984). Bu tür kuenceleşme durumunda reaksiyon çarpışma ihtimaliyle orantılıdır. Dinamik ve statik kuenceleşme için Stern-Volmer eşitliği;

$$\frac{I_0}{I} = \frac{F_0}{F} = 1 + k_q \tau [Q] = 1 + K_{SV} [Q] \quad (1)$$

Burada; F_0 (I_0) ve F (I) sırasıyla ortamda kuençirinin bulunmadığı ve bulunduğu andaki floresans şiddetleri; k_q , bimoleküler kuençleşme sabiti; τ , kuençirinin ortamda olmadığı andaki floroforun uyarılmış halde harcadığı zaman veya florofor'un floresans ömrü; $[Q]$, kuençir konsantrasyonu; $K_{SV} = k_q \cdot \tau$ olup Stern-Volmer sabitini temsil etmektedir. K_{SV} 'nin alacağı değer enerji transferinin etkinliği hakkında bilgi vermesi açısından önemlidir (Steiner, 1984).

Enerji transfer parametreleri Förster kinetiğine göre belirlenmiştir. Enerji transferinin önemli parametrelerinden olan enerji transfer verimliliği (E) enerji transferinin gerçekleşme yüzdesini temsil etmektedir. Enerji transfer verimliliği aşağıdaki eşitliklerle belirlenebilir.

$$E = 1 - \frac{\tau_{DA}}{\tau_D} = 1 - \frac{I_{DA}}{I_D} \quad (2)$$

Burada τ_D , akseptör molekülünün ortamda bulunmadığı şartlarda donörün floresans ömrünü, τ_{DA} ise akseptörün ortamda bulunduğu şartlardaki donörün floresans ömrünü ifade etmektedir. I_{DA} ve I_D , akseptörün ortamda bulunduğu ve bulunmadığı şartlardaki donörün floresans şiddetini ifade eder.

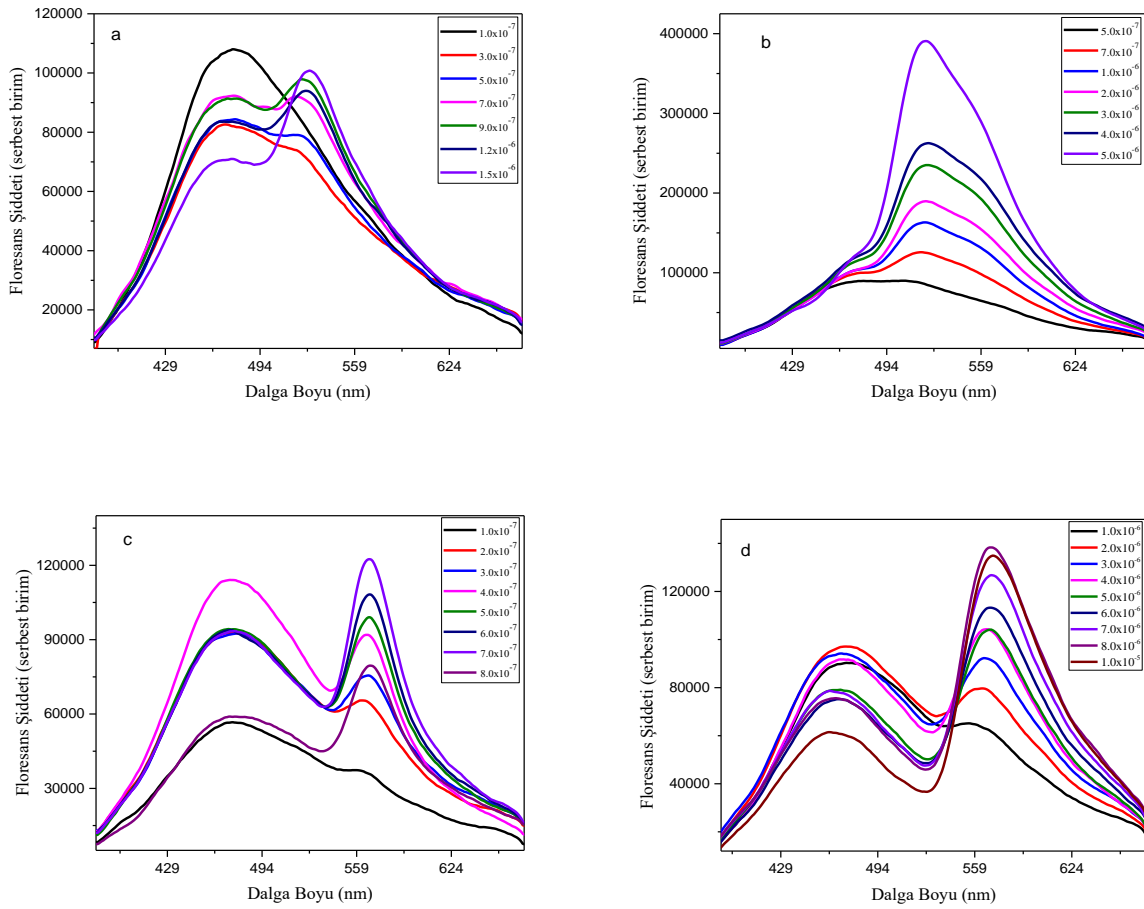
Meydana gelen etkileşimleri incelemek için önemli bir yöntem de kuençirlerin florofor gruplarına erişilebilirliğidir. K ; bağlanma sabiti ve n ; bağlanma yeri sayısı, formül kullanılarak belirlenmiştir.

$$\log \frac{(F_0 - F)}{F} = \log K + n \log [Q] \quad (3)$$

Burada $\log (F_0 - F/F)$ ya karşı çizilen $\log [Q]$ grafiğinin eğiminden bağlanma yeri sayısı n ve kesim noktasından da K bağlanma sabiti hesaplanmıştır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

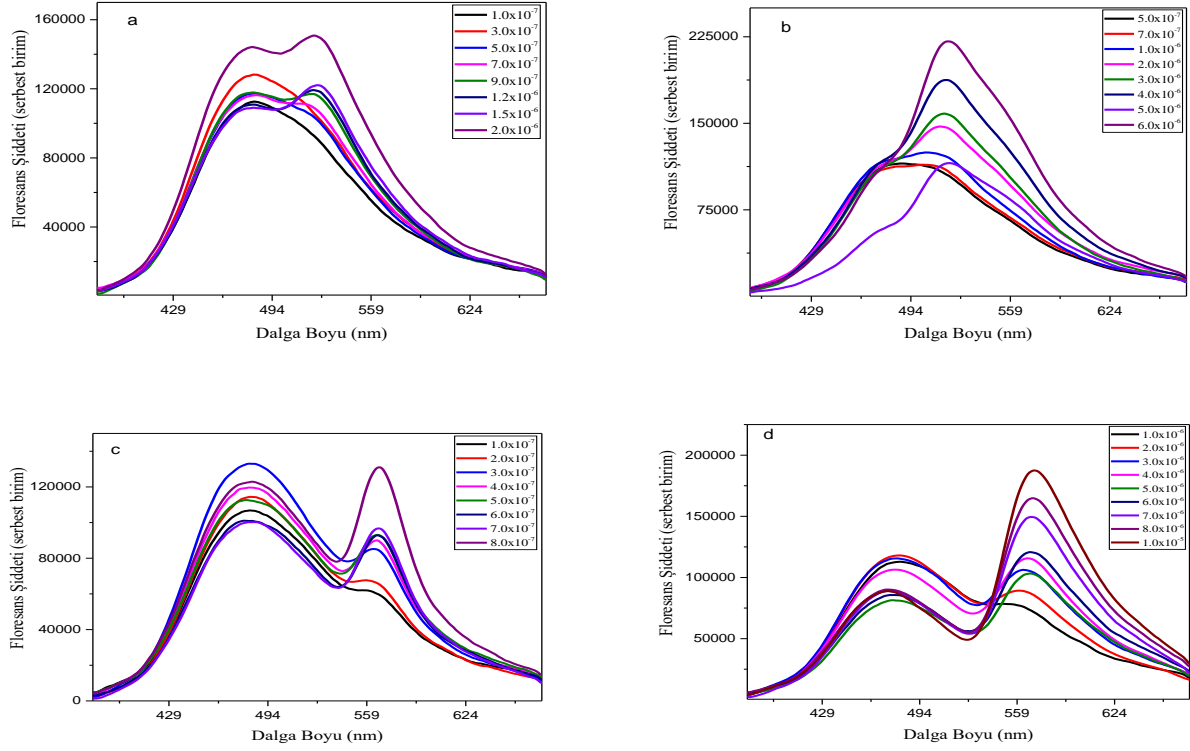
Çalışmada SDS misel ortamında donör moleküllerin (2,2 ve 4,2) konsantrasyonu sabit tutularak akseptör olarak seçilen moleküller (AcO, PyY, Fl, SfT) için konsantrasyon belirli oranda artırılmıştır ve her bir numune içine 50 mg.ml⁻¹'lik dispersiyondan 100 µL GO eklenmiştir. İlave sonrası tüm numuneler ultrasonik banyoda 15 dk bekletilmiştir. Ardından tüm numunelerin durgun hal floresans ölçümleri alınmıştır. Elde edilen floresans spektrumları 2,2 molekülü için şekil 3'de, 4,2 molekülü için şekil 4'de verilmiştir. Hem şekil 3'de hem de şekil 4'de donör ve seçilen akseptör molekülleri arasında enerji transferinin GO varlığına rağmen gerçekleştiği görülmektedir.



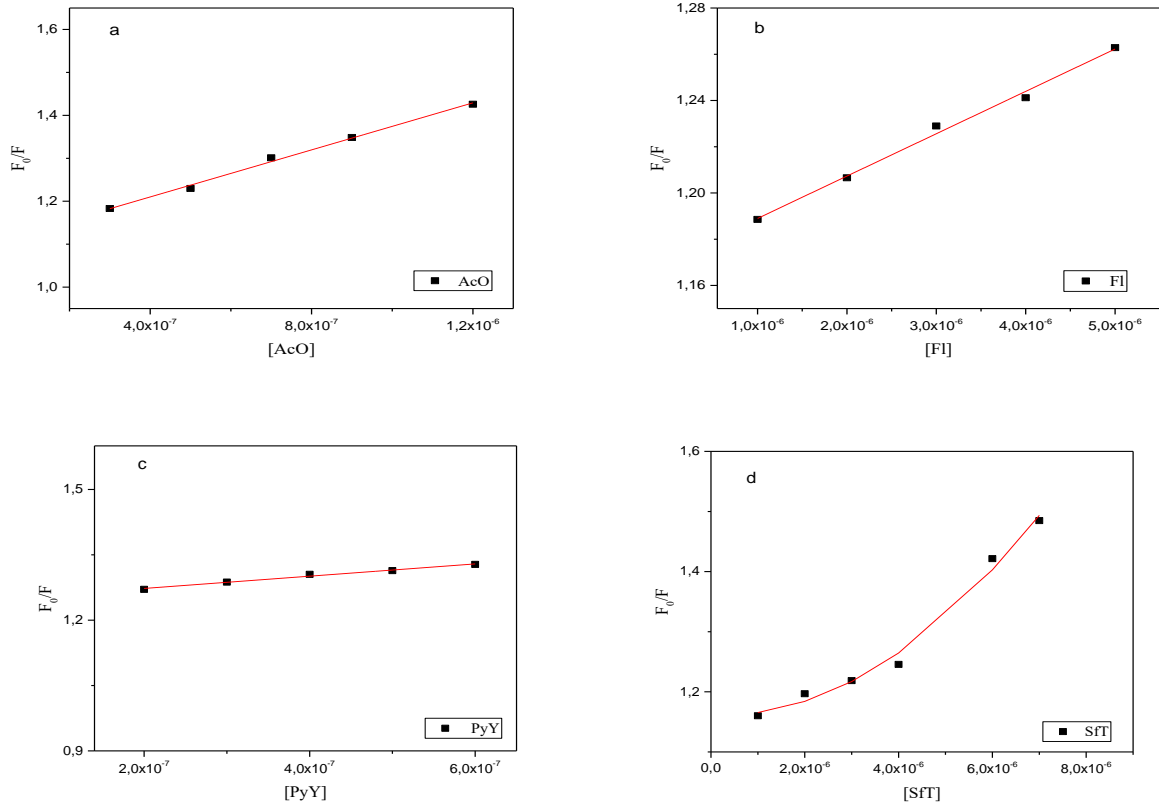
Şekil 3. GO varlığında 2,2 donör molekülü ile sırasıyla a) AcO, b) Fl, c) PyY ve d) SfT akseptörleri arasındaki FRET'i gösteren durgun hal floresans spektrumları

Elde edilen floresans spektrumları donör (2,2 ve 4,2) ile seçilen akseptör molekülleri (AcO, Fl, PyY, SfT) arasında enerji transferini açıkça göstermektedir. Her bir ortama 100 μ l GO ilave edilmiş olmasına rağmen SDS ortamının, donör ile akseptör molekülleri arasındaki enerji transferi için gerekli mesafeyi sağladığı, dolayısıyla floresans enerji transferinin gerçekleştiği anlaşılmaktadır (Aydın ve ark., 2009). Bir çözeltinin konsantrasyonu değişse de ışık absorpsiyonunun değişmediği, sabit kaldığı dalga boyuna izobestik nokta adı verilir (He ve ark., 2020). Şekil 3d ve şekil 4d'de SfT molekülünün akseptör olduğu durumda her iki donör molekül için de izobestik noktanın varlığı görülmektedir. 2,2 molekülü için izobestik nokta 547 nm'de, 4,2 molekülü için ise 543 nm'de gözlenmiştir.

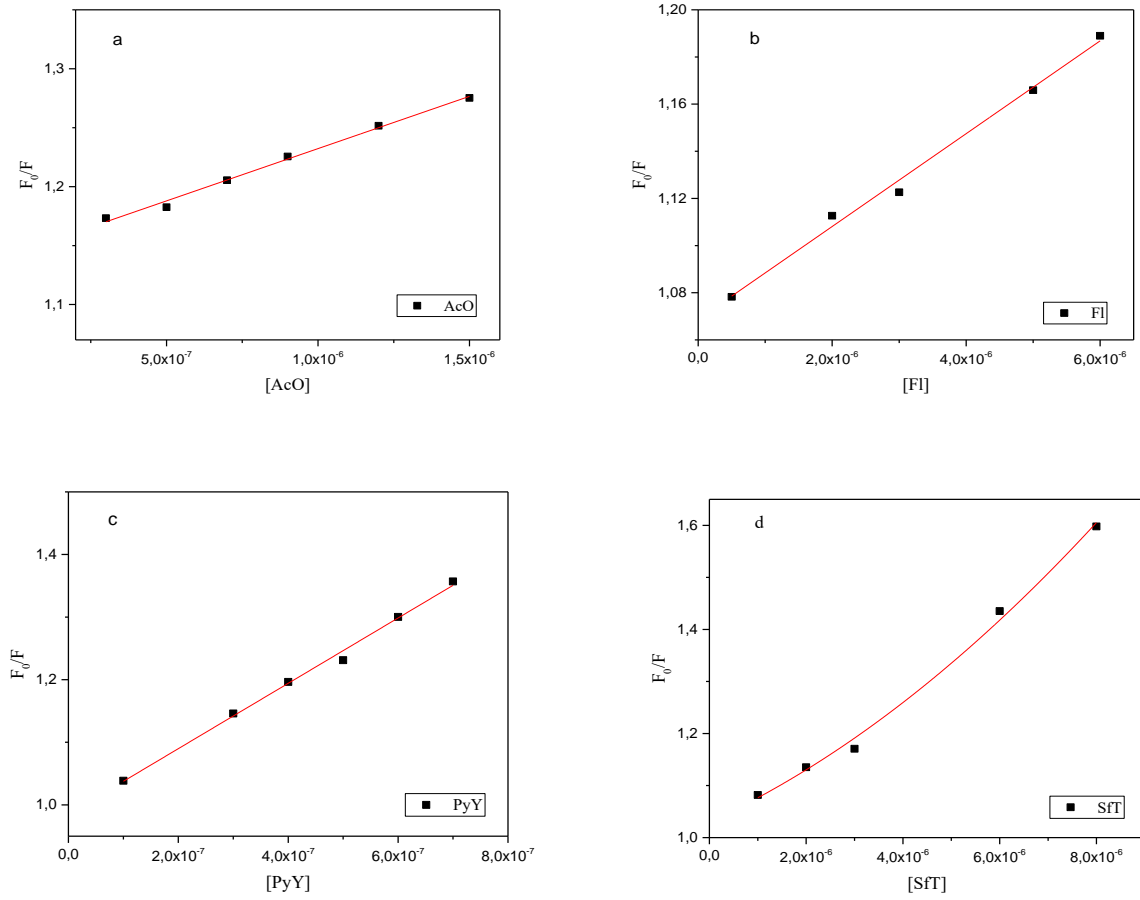
Floresans spektrumlarından elde edilen verilerden F_0 ve F değerleri hesaplanarak GO konsantrasyonuna karşı Stern-Volmer grafikleri oluşturulmuştur (Vera-López ve ark., 2018). Elde edilen Stern-Volmer grafikleri 2,2 molekülü için şekil 5'de ve 4,2 molekülü için şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 4. GO varlığında 4,2 donör molekülü ile sırasıyla a) AcO, b) Fl, c) PyY ve d) SfT akseptörleri arasındaki FRET'i gösteren durgun hal floresans spektrumları



Şekil 5. 2,2 donör molekülü ile sırasıyla a) AcO, b) Fl, c) PyY ve d) SfT akseptörleri arasındaki FRET'e GO varlığının etkisini gösteren Stern-Volmer grafikleri



Şekil 6. 4,2 donör molekülü ile sırasıyla a) AcO, b) Fl, c) PyY ve d) Sft akseptörleri arasındaki FRET'e GO varlığının etkisini gösteren Stern-Volmer grafikleri

Bu çalışmada GO ilavesiyle donör-akseptör çiftleri arasındaki enerji transferinin nasıl değişim göstereceğinin incelenmesi amaçlanmıştır. Elde edilen floresans spektrumlarından ve Stern-Volmer grafiklerinden, GO varlığında floresans şiddetinin ciddi oranda azaldığı fakat enerji transferinin tamamen sönümlenmesinin söz konusu olmadığı gözlenmiştir (Šimšiková, 2016). Stern-Volmer grafikleri incelendiğinde Sft haricindeki AcO, Fl ve PyY akseptör molekülleri için grafiğin lineer olduğu, Sft molekülünde ise eğimin lineer olmadığı gözlenmiştir (Li ve ark., 2014).. Lineer grafik veren AcO, Fl ve PyY akseptör molekülleri için hem 2,2 molekülü ile etkileşimlerde hem de 4,2 molekülü ile etkileşimlerde kuençleşme tipinin dinamik olduğunu, Sft molekülünün ise hem 2,2 donörü hem de 4,2 donörü ile etkileşiminin lineerlikten pozitif sapma gösteriyor olması kuençleşme türünün ya statik ya da dinamik olacağını gösterir (Ciotta ve ark., 2019). Floresans spektrumlarından elde edilen bir veri de kuantum verimi değerleridir. Genel olarak floresans kuantum verimi, moleküller tarafından salınan foton sayısının moleküller tarafından absorplanan foton sayısına oranı olarak tanımlanmaktadır (Valeur ve Berberan-Santos, 2012). Floresans kuantum verimi; floresans özelliği olan herhangi bir bileşiğin, fotofiziksel özelliklerinin incelenmesi için dikkate alınan en önemli parametrelerden biridir. Donör-akseptör çiftleri için elde edilen floresans kuantum verimi değerleri artan akseptör konsantrasyonuna göre 2,2 için çizelge 1’de 4,2 için ise çizelge 2’de verilmiştir.

Çizelge 1. 2,2 molekülü ile AcO, Fl, PyY ve SfT molekülleri arasındaki FRET'e GO ilavesiyle gerçekleşecek kuençleşmeye ait floresans kuantum verimleri

[SfT] / M	ϕ_f	[AcO] / M	ϕ_f	[PyY] / M	ϕ_f	[Fl] / M	ϕ_f
0	0.072	0	0.038	0	0.091	0	0.021
1.0x10 ⁻⁶	0.060	1.0x10 ⁻⁷	0.032	1.0x10 ⁻⁷	0.041	5.0x10 ⁻⁷	0.012
2.0x10 ⁻⁶	0.062	3.0x10 ⁻⁷	0.026	2.0x10 ⁻⁷	0.070	7.0x10 ⁻⁷	0.004
3.0x10 ⁻⁶	0.059	5.0x10 ⁻⁷	0.023	3.0x10 ⁻⁷	0.065	1.0x10 ⁻⁶	0.0004
4.0x10 ⁻⁶	0.056	7.0x10 ⁻⁷	0.023	4.0x10 ⁻⁷	0.086	2.0x10 ⁻⁶	0.0013
5.0x10 ⁻⁶	0.053	9.0x10 ⁻⁷	0.021	5.0x10 ⁻⁷	0.065	3.0x10 ⁻⁶	0.0004
6.0x10 ⁻⁶	0.047	1.2x10 ⁻⁶	0.017	6.0x10 ⁻⁷	0.065	4.0x10 ⁻⁶	0.0007
7.0x10 ⁻⁶	0.053	1.5x10 ⁻⁶	0.012	7.0x10 ⁻⁷	0.062	5.0x10 ⁻⁶	0.0003
8.0x10 ⁻⁶	0.062			8.0x10 ⁻⁷	0.034		
1.0x10 ⁻⁵	0.041						

Çizelge 2. 4,2 molekülü ile AcO, Fl, PyY ve SfT molekülleri arasındaki FRET'e GO ilavesiyle gerçekleşecek kuençleşmeye ait floresans kuantum verimleri

[SfT] / M	ϕ_f	[AcO] / M	ϕ_f	[PyY] / M	ϕ_f	[Fl] / M	ϕ_f
0	0.090	0	0.032	0	0.098	0	0.019
1.0x10 ⁻⁶	0.072	1.0x10 ⁻⁷	0.019	1.0x10 ⁻⁷	0.074	5.0x10 ⁻⁷	0.012
2.0x10 ⁻⁶	0.068	3.0x10 ⁻⁷	0.022	2.0x10 ⁻⁷	0.080	7.0x10 ⁻⁷	0.011
3.0x10 ⁻⁶	0.062	5.0x10 ⁻⁷	0.019	3.0x10 ⁻⁷	0.093	1.0x10 ⁻⁶	0.010
4.0x10 ⁻⁶	0.058	7.0x10 ⁻⁷	0.019	4.0x10 ⁻⁷	0.080	2.0x10 ⁻⁶	0.006
5.0x10 ⁻⁶	0.042	9.0x10 ⁻⁷	0.028	5.0x10 ⁻⁷	0.073	3.0x10 ⁻⁶	0.003
6.0x10 ⁻⁶	0.042	1.2x10 ⁻⁶	0.020	6.0x10 ⁻⁷	0.064	4.0x10 ⁻⁶	0.001
7.0x10 ⁻⁶	0.051	1.5x10 ⁻⁶	0.020	7.0x10 ⁻⁷	0.063	5.0x10 ⁻⁶	0.0002
8.0x10 ⁻⁶	0.048	2.0x10 ⁻⁶	0.027	8.0x10 ⁻⁷	0.078	6.0x10 ⁻⁶	0.0008
1.0x10 ⁻⁵	0.046						

Kuantum verimi değerleri dikkate alındığında; genel olarak ortamda akseptör olmadığı duruma kıyasla, artan akseptör konsantrasyonu ile floresans kuantum verimlerinin azaldığı belirlenmiştir. Floresans karakterin, artan akseptör konsantrasyonu ile orantılı olarak zayıfladığı floresans kuantum verimi parametresi ile de desteklenmiştir. Ortamda bulunan GO'in ise donör floresansını belirgin derecede zayıflattığı ortamda akseptörün bulunmadığı durumdaki floresans kuantum verimi değerlerinden anlaşılmaktadır. Çünkü floresans kuantum verimi $0 < \Phi < 1$ değer alır. Kuantum veriminin sıfıra yaklaşması floresans karakterin zayıf olduğunu, bir değerine yaklaşması ise floresans karakterin baskın olduğunu ifade eder (Valeur, 2001). Hem 2,2 molekülünün hem de 4,2 molekülünün donör olduğu ortamdaki GO varlığı kuantum verimi değerlerinin sıfıra yakın değerler almasına sebep olmuştur (çizelge 1 ve çizelge 2).

Seçilen dört akseptör molekülün varlığında 2,2 molekülü için Förster'e göre hesaplanan enerji transfer parametreleri çizelge 3'de 4,2 molekülü için ise çizelge 4'de verilmiştir.

Çizelge 3. 2,2 molekülü ile AcO, Fl, PyY ve SfT molekülleri arasındaki FRET'e GO ilavesiyle gerçekleşecek kuençleşmeye ait Förster enerji transfer parametreleri

Akseptör	$K_{sv} (M^{-1})$	$K (M^{-1})$	E	n
AcO	2.74x10 ⁵	7.13x10 ⁴	0.194	0.874
Fl	1.83x10 ⁴	6.97	0.145	0.769
PyY	2.43x10 ⁵	6.34x10 ⁶	0.285	1.131
SfT		1.68x10 ³	0.241	0.867

Çizelge 4. 4,2 molekülü ile AcO, Fl, PyY ve SfT molekülleri arasındaki FRET'e GO ilavesiyle gerçekleşecek kuençleşmeye ait Förster enerji transfer parametreleri

Akseptör	$K_{sv} (M^{-1})$	$K (M^{-1})$	E	n
AcO	8.87x10 ⁴	7.04x10 ⁴	0.097	0.913
Fl	1.96x10 ⁴	6.32	0.114	0.899
PyY	5.22x10 ⁵	3.90x10 ⁶	0.190	1.135
SfT		2.35x10 ³	0.250	0.929

Förster parametrelerinden K değerinin büyüklüğü moleküller arasında etkileşimin güçlü olduğunu ifade eder. Her iki donör molekül için de akseptör problemlerle etkileşimlerde benzer eğilim olduğu görülmüştür. Buna göre donör-akseptör etkileşimi için hem 2,2 molekülü hem de 4,2 molekülünde $PyY > AcO > SfT > Fl$ sıralaması geçerlidir. n değeri ise bağlanma bölgesi sayısıdır ve değer 1.0 civarında olması donör-akseptör çiftlerinin tek bölgeden etkileştiğini göstermektedir (Ghosh ve ark., 2014; He ve Tian, 2018). Stern-Volmer hız sabitinin büyük değer alması, enerji transferinin gerçekleşme oranının yüksek olduğunun bir göstergesi olarak kabul edilir. Bağlanma sabiti, Stern-Volmer sabiti ve bağlanma bölgesi sayısı değerleri 2,2 molekülü için çizelge 3’de ve 4,2 molekülü için çizelge 4’de incelendiğinde PyY molekülünün hem 4,2 molekülü hem de 2,2 molekülü ile olan etkileşimin güçlü olduğu anlaşılmaktadır. E değeri enerji transferi verimliliği olup donör-akseptör çifti arasında enerji transferinin gerçekleşme oranını ifade etmektedir (Afzal ve ark., 2018). 0-1 arasında değer alır ve 1’e yakın olması enerji transferinin gerçekleştiğini ifade eder. Burada hem çizelge 3 hem de çizelge 4’de E değerlerinin sıfıra yakın değerlerde olması enerji transferinin GO tarafından yüksek oranda zayıflatıldığını ifade etmektedir. Bu durum aynı zamanda GO’in kuençleştirici etkisini ispat eder (Ariga ve ark., 2017).

SONUÇ

Bu çalışmada GO’in kuençleştirici özelliğinin floresans enerji transfer prosesleri üzerine etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda her bir enerji transfer donör-akseptör ikili sistemine eklenen GO’in benzer kuençleştirici etkide bulunduğu anlaşılmıştır. GO varlığı donör-akseptör arasındaki floresans enerji transferini durdurmamış fakat zayıflatmıştır. Hesaplanan floresans kuantum verimi değerleri, Stern-Volmer sabiti ve bağlanma sabiti değerleri, Förster kinetiği değerleri enerji transferinin zayıfladığını göstermiştir. Özellikle enerji transfer verimliliği değerlerinin sıfıra yakın değerlerde olması GO’in floresans enerji transferi üzerine sönümleyici etkisini ispat etmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmada kullanılan pirazolin türevi moleküller KTÜ Eczacılık Fakültesi öğretim üyesi Prof. Dr. Ahmet YAŞAR tarafından sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Çalışmaya katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

Çıkar Çatışması

Yazar, bu araştırma makalesinde herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan eder.

Yazar Katkısı

Bu araştırma makalesinin tasarımının, deneylerinin, hesaplamalarının ve yazımının makalenin tek yazarı olarak tarafımdan yapıldığını beyan ederim.

KAYNAKLAR

- Afzal, Saima, Mohd Sajid Lone, Parvaiz Ahmad Bhat, and Aijaz Ahmad Dar. 2018. “Multi-Step Fluorescence Resonance Energy Transfer between the Fluorophores via Cosolubilization in Cationic, Anionic and Non-Ionic Micelles.” *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 365 (June): 220–31. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2018.08.002>.
- Ariga, Girish G., Praveen N. Naik, Shivamurti A. Chimatadar, and Sharanappa T. Nandibewoor. 2017. “Interactions between Epinastine and Human Serum Albumin: Investigation by Fluorescence, UV–Vis, FT–IR, CD, Lifetime Measurement and Molecular Docking.” *Journal of Molecular Structure* 1137 (June): 485–94. <https://doi.org/10.1016/J.MOLSTRUC.2016.12.066>.

- Aydin, Burcu Meryem, Murat Acar, Mustafa Arik, and Yavuz Onganer. 2009. "The Fluorescence Resonance Energy Transfer between Dye Compounds in Micellar Media." *Dyes and Pigments* 81 (2): 156–60. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2008.10.002>.
- Bozkurt, Ebru. 2018. "Organize Surfaktant Yapılar Varlığında Floresin ve Safranin-T Arasındaki Enerji Transferi." *Journal of the Institute of Science and Technology* 8 (1): 143–55. <https://doi.org/10.21597/jist.407862>.
- Cimilli Çatır, Fulya Esra. 2020. "Grafen Oksitin Modifiye Hummers Yöntemi İle Sentezi ve Film Olarak Al/GO/n-InP Diyot Performansına Etkileri." *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi* 11: 235–44. <https://doi.org/10.17714/gumusfenbil.770061>.
- Ciotta, E., P. Proposito, and R. Pizzoferrato. 2019. "Positive Curvature in Stern-Volmer Plot Described by a Generalized Model for Static Quenching." *Journal of Luminescence* 206 (August 2018): 518–22. <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2018.10.106>.
- De, Swati, Susmita Das, and Agnishwar Girigoswami. 2005. "Environmental Effects on the Aggregation of Some Xanthene Dyes Used in Lasers." *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 61 (8): 1821–33. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2004.06.054>.
- García Sánchez, F., and C. Carnero Ruiz. 1996. "Intracellular Energy Transfer in Aqueous CTAB Solutions." *Journal of Luminescence* 69 (4): 179–86. [https://doi.org/10.1016/S0022-2313\(96\)00116-0](https://doi.org/10.1016/S0022-2313(96)00116-0).
- Ghosh, Aniruddha, Kriti Sengupta, Rumpa Saha, and Bidyut Saha. 2014. "Effect of CPC Micelle on N-Hetero-Aromatic Base Promoted Room Temperature Permanganate Oxidation of 2-Butanol in Aqueous Medium." *Journal of Molecular Liquids* 198: 369–80. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2014.07.018>.
- He, Xiao Peng, and He Tian. 2018. "Lightening Up Membrane Receptors with Fluorescent Molecular Probes and Supramolecular Materials." *Chem* 4 (2): 246–68. <https://doi.org/10.1016/j.chempr.2017.11.006>.
- He, Xuwen, Ling Hong Xiong, Yalan Huang, Zheng Zhao, Zaiyu Wang, Jacky Wing Yip Lam, Ryan Tsz Kin Kwok, and Ben Zhong Tang. 2020. "AIE-Based Energy Transfer Systems for Biosensing, Imaging, and Therapeutics." *TRAC Trends in Analytical Chemistry* 122 (January): 115743. <https://doi.org/10.1016/J.TRAC.2019.115743>.
- Ju Youn, Hee, Ewald Terpetschnig, Henryk Szmackinski, and Joseph R. Lakowicz. 1995. "Fluorescence Energy Transfer Immunoassay Based on a Long-Lifetime Luminescent Metal-Ligand Complex." *Analytical Biochemistry* 232 (1): 24–30. <https://doi.org/10.1006/abio.1995.9966>.
- Kalyanasundaram, K., and J. K. Thomas. 1977. "Solvent-Dependent Fluorescence of Pyrene-3-Carboxaldehyde and Its Applications in the Estimation of Polarity at Micelle-Water Interfaces." *The Journal of Physical Chemistry* 81 (23): 2176–80. <https://doi.org/10.1021/j100538a008>.
- Korkmaz, Kubilay, Burcu Meryem Beşer, Ayşe Merve Şenol, and Yavuz Onganer. 2021. "Safranin T-SDS- GO Ternary System: A Fluorescent PH Sensor." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 206 (July). <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2021.111977>.
- Lakowicz, Joseph R. 2006. *Principles of Fluorescence Spectroscopy Principles of Fluorescence Spectroscopy*. Principles of Fluorescence Spectroscopy, Springer, New York, USA, 3rd Edn, 2006. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-46312-4>.

- Li, Junfen, Jinzeng Li, Yong Jiao, and Chuan Dong. 2014. "Spectroscopic Analysis and Molecular Modeling on the Interaction of Jatrorrhizine with Human Serum Albumin (HSA)." *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 118: 48–54. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2013.07.029>.
- Mishra, Vikash K., Mitali Mishra, Varsha Kashaw, and Sushil K. Kashaw. 2017. "Synthesis of 1,3,5-Trisubstituted Pyrazolines as Potential Antimalarial and Antimicrobial Agents." *Bioorganic & Medicinal Chemistry* 25 (6): 1949–62. <https://doi.org/10.1016/J.BMC.2017.02.025>.
- Nan, Zhezhu, Changchun Hao, Xiaoqi Ye, Ying Feng, and Runguang Sun. 2019. "Interaction of Graphene Oxide with Bovine Serum Albumin: A Fluorescence Quenching Study." *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 210: 348–54. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2018.11.028>.
- Nee Pant, Geeta Joshi, Pramod Singh, B. S. Rawat, M. S.M. Rawat, and G. C. Joshi. 2011. "Synthesis, Characterization and Fluorescence Studies of 3,5-Diaryl Substituted 2-Pyrazolines." *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 78 (3): 1075–79. <https://doi.org/10.1016/J.SAA.2010.12.053>.
- Perdana, Fitra, Yum Eryanti, and Adel Zamri. 2015. "Synthesis and Toxicity Assessments Some Para-Methoxy Chalcones Derivatives." *Procedia Chemistry* 16: 129–33. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2015.12.040>.
- Qi, Haixia, Guangquan Li, Wenyi Xiao, Qiusheng Wang, Tao Zhu, and Guowen Li. 2007. "Fluorescence Resonance Energy Transfer Mediated by Vesicles Containing Naphthalene Moiety." *Dyes and Pigments* 74 (2): 454–57. <https://doi.org/10.1016/J.DYEPIG.2006.03.005>.
- Ramkumar, V., and P. Kannan. 2015. "Highly Fluorescent Semiconducting Pyrazoline Materials for Optoelectronics." *Optical Materials* 46 (May 2021): 605–13. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2015.05.045>.
- Sarkar, Arindam, and Subhash Chandra Bhattacharya. 2012. "Selective Fluorescence Resonance Energy Transfer from Serum Albumins to a Bio-Active 3-Pyrazolyl-2-Pyrazoline Derivative: A Spectroscopic Analysis." *Journal of Luminescence* 132 (10): 2612–18. <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2012.04.053>.
- Šimšíková, M. 2016. "Interaction of Graphene Oxide with Albumins: Effect of Size, PH, and Temperature." *Archives of Biochemistry and Biophysics* 593: 69–79. <https://doi.org/10.1016/j.abb.2016.02.015>.
- Steiner, R F. 1984. *Principles of Fluorescence Spectroscopy - Lakowicz, Jr. Anal Biochem.* Vol. 137. [https://doi.org/Doi 10.1016/0003-2697\(84\)90125-8](https://doi.org/Doi 10.1016/0003-2697(84)90125-8).
- Valeur, Bernard. 2001. *Molecular Fluorescence Principles and Applications.* Wiley-VCH Verlag GmbH. <https://doi.org/10.1002/3527600248>.
- Valeur, Bernard, and Mário Nuno Berberan-Santos. 2012. "Handbook of Fluorescence Spectroscopy and Imaging Fluorescence Applications in Biotechnology and Life Sciences Surface Enhanced Raman Spectroscopy Applied and Industrial Photochemistry."
- Vera-López, S., P. Martínez, M. P. San Andrés, A. M. Díez-Pascual, and M. Valiente. 2018. "Study of Graphene Dispersions in Sodium Dodecylsulfate by Steady-State Fluorescence of Pyrene." *Journal of Colloid and Interface Science* 514: 415–24. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2017.12.052>.
- Verkman, A. S. 1987. "Mechanism and Kinetics of Merocyanine 540 Binding to Phospholipid Membranes." *Biochemistry* 26 (13): 4050–56. <https://doi.org/10.1021/bi00387a046>.

- Yazıcı, Mustafa, İsmail Tiyek, Mehmet Sabri Ersoy, Mehmet Hakkı Alma, Utkay Dönmez, Behzat Yıldırım, Tufan Salan, et al. 2016. "Modifiye Hummers Yöntemiyle Grafen Oksit (GO) Sentezi Ve Karakterizasyonu." *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji* 4 (2): 41–48. <http://dergipark.gov.tr/http-gujsc-gazi-edu-tr/issue/24939/263249>.
- Zaaba, N. I., K. L. Foo, U. Hashim, S. J. Tan, Wei Wen Liu, and C. H. Voon. 2017. "Synthesis of Graphene Oxide Using Modified Hummers Method: Solvent Influence." *Procedia Engineering* 184: 469–77. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.118>.

Atf İçin: Özaslan M S, 2022. Bazı Fenolik Bileşiklerin Glutasyon S-Transferaz Enzim İnhibitörleri Olarak Değerlendirilmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 882-889.

To Cite: Özaslan M S, 2022. Evaluation of Some Phenolic Compounds as Inhibitors of Glutathione S-Transferase Enzyme. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 882-889.

Bazı Fenolik Bileşiklerin Glutasyon S-Transferaz Enzim İnhibitörleri Olarak Değerlendirilmesi

Muhammet Serhat ÖZASLAN^{1*}

ÖZET: Glutasyon S-transferazlar (GSTs) önemli antioksidan enzim sınıfındadırlar ve glutasyonun toksik metabolitlerle konjugasyonunu katalize ederler. Yapılan bu çalışmada, bazı fenolik bileşiklerin GST enziminin aktivitesi üzerine potansiyel inhibisyon etkileri in vitro olarak test edilmiştir. Morin hidrat, eskuletin hidrat, p-kumarik asit ve siringaldehit fenolik bileşiklerinin GST enzimi üzerine IC₅₀ değerleri sırasıyla 0.718 µM, 0.713 µM, 0.701 µM ve 0.699 µM olarak bulunmuştur. K_i değerleri ise sırasıyla 1.610±0.120, 0.179±0.019, 4.590±0.480, 0.999±0.070 olarak bulunmuştur. Bu sonuçlara göre en iyi inhibisyon etkisini eskuletin hidrat göstermiş olup yarışmalı inhibisyon türü sergilemiştir.

Anahtar Kelimeler: Glutasyon S-transferaz, inhibisyon, fenolik bileşik

Evaluation of Some Phenolic Compounds as Inhibitors of Glutathione S-Transferase Enzyme

ABSTRACT: Glutathione S-transferases (GSTs) are important antioxidant enzyme and catalyze the conjugation of glutathione with toxic metabolites. In this study, potential inhibitory effects of some phenolic compounds on the activity of GST enzyme were tested in vitro. The IC₅₀ values of morine hydrate, esculetin hydrate, p-coumaric acid and syringaldehyde phenolic compounds are found as 0.718 µM, 0.713 µM, 0.701 µM, and 0.699 µM, respectively. K_i values are found as 1.610±0.120, 0.179±0.019, 4.590±0.480, 0.999±0.070, respectively. According to these results, esculetin hydrate showed the best inhibition effect and competitive inhibition.

Keywords: Glutathione S-transferase, inhibition, phenolic compound

¹Muhammet Serhat ÖZASLAN ([Orcid ID: 0000-0002-5060-2048](https://orcid.org/0000-0002-5060-2048)), Ardahan Üniversitesi Nihat Delibalta Göle Meslek Yüksek Okulu Eczane Hizmetleri Bölümü, Ardahan, TÜRKİYE

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Muhammet Serhat ÖZASLAN, e-mail: serhatozaslan@ardahan.edu.tr

GİRİŞ

Reaktif oksijen türleri (ROS), dış yörüngelerinde ortaklaşmamış elektron bulundurduğu için kararsız bir yapı gösterir, etrafındaki moleküllerden elektron alıp kararlı bir yapı oluşturmaları ve diğer moleküller ile oldukça reaktivlik göstermeleri açısından serbest radikallerin önemli bir bileşenidir (Demir 2019; Gülçin ve Beydemir 2013). Genellikle gen ekspresyonu, hücre sinyalizasyonu, apoptoz ve iyon taşınması sırasında üretilir (Demir ve ark. 2017; Özasan ve ark. 2017). Ancak yüksek konsantrasyonda ROS birikmesi oksidatif strese yol açar ve proteinler, lipitler ve DNA gibi hayati biyomoleküllerin oksidatif bozunmalarına neden olurlar. (Gülçin ve ark. 2006; Kırıcı ve ark. 2016)

Glutasyon (GSH) hücrede yüksek konsantrasyonlarda (5 milimolar) bulunan glutamik asit, sistein ve glisin aminoasitlerinden oluşan tripeptit yapılı bir moleküldür (Pizzorno, 2014). GSH enzimatik olmayan mekanizmalarla serbest radikal önleyici ve indirgeyici görev üstlenerek koruma sağlar. Ayrıca fibrogenez, apoptoz ve hücre proliferasyonu gibi bağışıklık sistemi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Mazzetti ve ark. 2015; Türkan ve ark. 2019).

Glutasyon S-transferazlar (GSTs) merkezinde bulunan kükürt atomuna GSH'ın elektrofilik, nükleofilik ve çok çeşitli hidrofobik moleküllerinin eklenmesini katalize eder. GSTs katalitik rollerinin yanı sıra, ayrıca bir dizi eksojen ve endojen bileşiği katalitik olmayan bir şekilde bağlayabilir. Bunlara hormonlar, yağ asitleri, flavonoidler, bilirubin ve ksenobiyotikler dahildir. (Türkes ve ark. 2021a,b)

GSTs oksidatif stres ve oksijen toksisitesinin etkilerini en aza indirmek için sinyal iletimine aracılık eder. Bu nedenle, GSTs hem prokaryotlarda hem de ökaryotlarda bulunur ve dört aileye ayrılabilir bunlar: sitozolik GST, mitokondriyal GST, mikrozomal GST'dir (Ozaslan ve ark. 2018a).

Fenolik bileşikler antimikrobiyal, antikanserojenik, antiobezite ve antidiyabetik gibi önemli biyolojik ve farmakolojik özelliklere sahiptir (Aslan ve ark. 2020). Meyve, sebze ve tahıllara tat ve renk veren yapısal çeşitliliğe sahip ikincil metabolitlerdir. Bu bileşiklerin yapısal, özelliği, en az bir tane aromatik halkaya bağlı bir veya daha fazla hidroksil grubuna sahip olmalarıdır. Fenolik bileşiklerin hidroksil gruplarının sayısı ve konumu antioksidan aktivitelerini etkileyen önemli özelliklerdir. Bu bileşiklerin koruyucu etkileri, yalnızca antioksidan aktivitelerine değil, aynı zamanda oksidatif stres tepkilerini düzenleyen mitojenle aktive olan protein kinaz basamakları dahil olmak üzere hücre sinyal yollarının modülasyonuna da atfedilmiştir. (Ozaslan ve ark. 2018b; Bayrak ve ark. 2020)

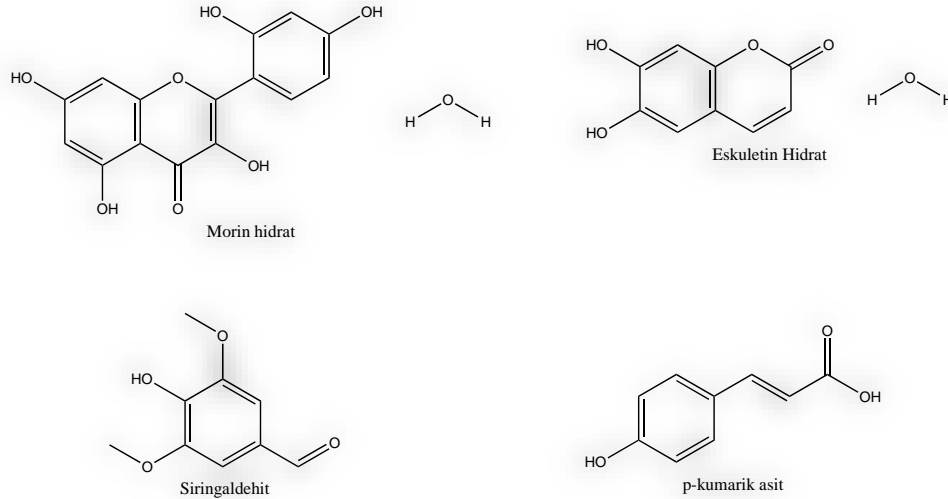
Flavonoidler, insan sağlığı üzerinde önemli bir etkiye sahip, doğal bitki kaynaklı diyet biyoaktif bileşiklerdir. Morin hidrat, esas olarak Moraceae familyası bitkilerinin meyvelerinden, gövdesinden ve yapraklarından elde edilen bir biyoflavonoiddir. Morin hidratın çeşitli kronik ve yaşamı tehdit eden dejeneratif hastalıklara karşı yararlı etkilerini gösterdiğini destekleyen çok sayıda çalışma vardır (Rajput ve ark. 2021). Ayrıca, bu flavonun *in vitro* oksidatif stresin neden olduğu nöronal hasara karşı koruyucu etkisine ilişkin yayınlarda, Morin hidrat'ın oksidatif stres ile çeşitli nörolojik durumların tedavisi için umut verici bir doğal ilaç olabileceğini düşündürmektedir (Olonode ve ark. 2019).

Eskuletin, çeşitli doğal bitki ürünlerinde bulunan ve çeşitli biyolojik ve farmasötik özelliklere sahip, ödem önleyici, iltihap önleyici ve tümör önleyici etkileri olan bir kumarin türevidir (Subramaniam ve ark. 2013).

Syngaldehyt flavonoidler grubuna ait bir polifenolik bileşiktir ve *Manihot esculenta* ve *Magnolia officinalis* gibi farklı bitki türlerinde bulunur. Değerli biyoaktif özelliklere sahip olması nedeniyle ilaç, gıda, kozmetik, tekstil, kağıt hamuru ve kağıt endüstrilerinde hatta biyolojik kontrol uygulamalarında kullanılmaktadır. Anti-hiperglisemik ve anti-inflamatuar aktiviteye sahiptir. (İbrahim ve ark. 2012; Yancheva ve ark. 2016)

P-kumarik asit sinamik asidin bir hidroksi türevidir, ikincil bitki metabolitleri olarak sınıflandırılır. Bu asitlerin omurgasını oluşturan bileşiklere çeşitli doğal kaynaklarda sıklıkla rastlanır. Bu maddeler antioksidan, antiinflamatuvar ve antimikrobiyal aktiviteye sahiptir. (Buravlev ve ark. 2019)

Bu çalışmada, insan eritrosit hücrelerinden saflaştırılan GST enziminin aktivitesi üzerine eskulin hidrat, siringaldehit, morin hidrat ve *p*-kumarik asit gibi fenolik bileşiklerin inhibisyon etkilerine bakılarak bu maddelerin ilaç etken madde olabilme potansiyellerinin araştırılması amaçlanmıştır.



Şekil 1. Çalışmada kullanılan fenolik bileşiklerin kimyasal yapıları

MATERYAL VE METOT

Kimyasallar

Tüm kimyasallar Sigma-Aldrich Co.'dan (Sigma-Aldrich Chemie GmbH İhracat Departmanı Eschenstrasse 5, 82024 Taufkirchen, Almanya) temin edilmiştir.

Numune Hazırlama ve Enzim Saflaştırma

Atatürk Üniversitesi Araştırma Hastanesi kan merkezinden atık eritrositler temin edildi. Daha sonra eritrositler buzlu su ile hemoliz edilerek 15.000 x g'de ve 4°C'de 30 dakika santrifüj edildi. GSH - agaroz afinite kolonuna hemolizat uygulandı. Bağlı GST enzimi elüsyon tamponu (50 mM Tris-HCl pH 9.0 ve 10 mM'ye kadar GSH) ile ayrıştırıldı ve 2 mL hacimde ayrıştırılan fraksiyonlar toplandı. Protein ve enzim aktiviteleri ölçüldü ve 4°C'de inhibisyon çalışmaları için saklandı. (Aksoy ve ark. 2016; Aksoy ve Küfrevioğlu 2017; Özasan ve ark. 2017).

Enzim Aktivitesi

GST aktivitesi, model substrat olarak 1-kloro-2,4-dinitrobenzen (CDNB) kullanılarak önceki yapılan prosedüre göre gerçekleştirilmiştir (Aksoy ve ark. 2016).

In Vitro İnhibisyon Çalışmaları

Çalışmada kullanılan fenolik bileşiklerin, GST üzerindeki en az beş farklı inhibitör konsantrasyonunda inhibisyon etkileri araştırıldı. IC₅₀, %50 inhibisyona neden olan bileşik konsantrasyonu olarak tanımlandı ve her bir bileşik için Aktivite (%)–[Fenolik bileşik] grafiklerinden hesaplandı. K_i değerleri ve inhibisyon tipleri Lineweaver ve Burk eğrileri (1934) kullanılarak bulundu.

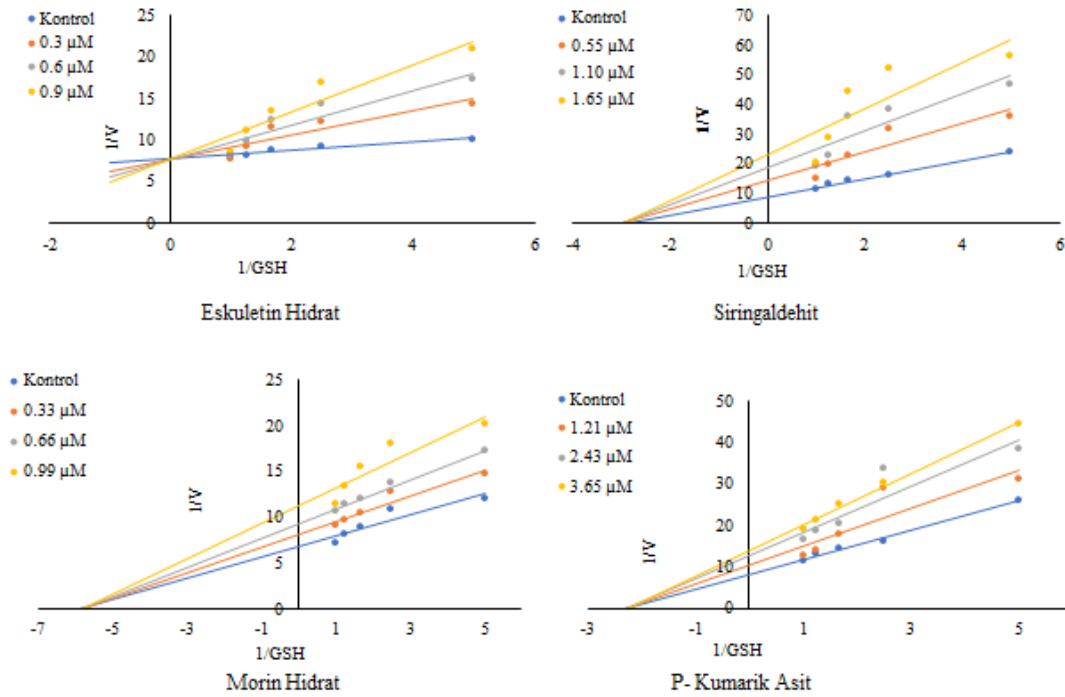
BULGULAR VE TARTIŞMA

GSH ile ilişkili enzimler, hücrelerin zarar görmemesi için detoksifikasyon sistemi ile serbest radikaller tarafından indüklenmesinde önemli bir rol üstlenirler. GSH'la ilişkili enzimlerden olan GST'ler, ilaçları metabolize etmede etkili hücrel enzimler olup, esas olarak faz II metabolizmasında görev alırlar (Erat ve ark. 2013). Bu enzimler, toksik bileşikleri kovalent ve kovalent olmayan bağlanma ve azaltılmış GSH yoluyla dolaşımdan uzaklaştırmak için eksojen ve endojen elektrofilik ksenobiyotiklerin sentezini ve metabolizmasını katalize edebilir. GST'ler ayrıca hücrel sinyalleşme ve redoks homeostazında önemli bir role sahiptir (Board ve ark. 2013).

GST inhibitörleri, antikanser ajanlar arasında direnç gelişimini yönetmek için umut verici terapötik ajanlar olarak ortaya çıkmaktadır. Bu amaçla, GST inhibitörleri olarak bu sistemi hedefleyen çeşitli bileşik grupları belirlenmiş ve etkileri deneysel ve klinik olarak araştırılmıştır (Townsend ve ark. 2003; Mahajan, 2005) Bununla birlikte çeşitli onkogenlerde kanser kemoterapötik ajanlara direnç, belirli GST enzimlerinin aşırı eksprese edilmesi ve bunların GSH'a ilaç konjugasyonunu katalize edebilmesiyle bağlantılıdır. Örneğin GSTP1-1'in birçok insan tümör hücre hattında aşırı eksprese edildiği bilinmektedir. Bu nedenle, tümör kemosenesitizörleri olarak düşük moleküler ağırlıklı GST inhibitörlerinin geliştirilmesi önemlidir (Yang ve ark. 2010). Literatürde tanımlanan GSTP1-1 inhibitörleri, küçük organik moleküller, GSH analogları, doğal ürünler ve GSH konjugatları olarak gruplandırılabilir (Mahajan ve Atkins 2005, Zhao ve ark. 2007, Morales ve Laborde 2007).

Canlı vücuduna giren birçok kimyasal madde ve ilaç enzim yapısını etkileyerek metabolizmada görev alan enzimlerin aktivitesini durdurabilir veya arttırabilir. Günümüzde terapötik olarak kullanılan aktif maddelerin önemli bir kısmını enzim inhibitörleri olarak işlev gören ilaçlar oluşturmaktadır (Demir 2020; Türkes ve ark. 2021c). Bu nedenle, tıbbi olarak aktif bileşiklerin metabolik enzimler üzerindeki etkilerinin belirlenmesi ilaç tasarım çalışmaları için çok önemlidir (Kalaycı ve ark. 2020; Sever ve ark. 2020). Fenolik bileşikler, bitkilerin pigmentasyonunda, büyümesinde ve üremesinde ve ayrıca patojenlere karşı bitki direncinde önemli rol oynayan ikincil bitki metabolitleridir. Ayrıca antioksidan, antimutajenik, antikanser, antikanserojenik, antiviral, antienflamatuar ve antibakteriyel ve biyolojik aktiviteler gibi birçok karakteristik özelliği olan moleküllerdir (Demir ve ark. 2019; Ceylan ve ark 2019). Biyokimyasal aktiviteleri nedeniyle, hastalıkların tedavisinde ve önlenmesinde dikkate değerdirler (Aslan ark. 2017; Demir ve ark. 2021). Bir dizi bilimsel kanıt, diyetle fenolik bileşiklerin eklenmesinin çeşitli hastalıkları iyileştiren ve sağlığı geliştirici etkileri olabileceğini bildirmiştir.

Bu çalışmada, GST enzimi insan eritrositlerinden saflaştırılarak enzimin aktivitesi üzerine morin hidrat, eskuletin hidrat, *p*-kumarik asit ve siringaldehit maddelerinin etkisi incelenmiştir. Sonuçlar kıyaslandığında maddelerin inhibisyon etkisi şu şekildedir: eskuletin hidrat (K_i : $0,179 \pm 0,019$) > siringaldehid (K_i : $0,999 \pm 0,070$) > morin hidrat (K_i : $1,610 \pm 0,120$) > *p*-kumarik asit (K_i : $4,590 \pm 0,480$). Eskuletin hidrat GST enzimi üzerine en iyi inhibisyon etkisi göstermiştir ve inhibisyon tipi yarışmalı olarak bulunmuştur. Bunun sebebi eskuletin hidratın yapısında bulunan OH⁻ iyonlarının pozisyonunun enzimin aktif bölgesine uyumunun diğer fenolik bileşiklere göre iyi olmasından kaynaklanabilir.



Şekil 2. Çalışmada kullanılan inhibitörlerin Lineweaver-Burk grafikleri

Tablo 1. IC₅₀, K_i değerleri ve inhibisyon tiplerini gösteren tablo

Fenolik Bileşikler	IC ₅₀ (µM)	K _i (µM)	İnhibisyon Tipi
Eskuletin Hidrat	0,713	0,179± 0,019	Yarışmalı
Siringaldehid	0,699	0,999±0,070	Yarışmasız
Morin Hidrat	0,718	1,610±0,120	Yarışmasız
p-kumarik Asit	0,701	4,590±0,480	Yarışmasız

Yapılan bu çalışmaya benzer şekilde literatürde ilaç veya kimyasalların GST enziminin aktivitesi ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Örneğin, yapılan bir çalışmada araştırmacılar GST'nin paklitaksel, siklofosamid ve gemitabin tarafından inhibe edildiğini belirlemişlerdir. Paklitakselin diğer bileşiklere kıyasla daha iyi inhibisyon etkisi gösterdiğini bulmuşlardır (Erat ve Şakiroğlu 2013). Gülçin ve ark (2016a) rosmarinik asidin GST enzimi üzerindeki inhibisyon etkilerini incelemişler ve K_i sabiti değeri 48,74 µM olarak hesaplanmıştır. Başka bir çalışmada, kafeik asit esterinin GST üzerindeki inhibisyon etkileri incelenmiş K_i sabiti 0,453 nM olarak hesaplanmıştır (Gülçin ve ark 2016b).

Gülçin ve ark (2018) yaptıkları çalışmada üsnik asit, psoromik asit, floretin, eupatorin, eupatili ve Gardenin A gibi kimyasal bileşiklerin GST enzim aktivitesi üzerine inhibisyon etkileri araştırmış ve en iyi inhibisyon etkisi gösteren psoromik asitin K_i sabiti değerini 8,34 µM olarak hesaplamıştır.

Başka bir çalışmada *Daucus carota* L. ssp. bitkisinin metanol özütünden elde edilen fenolik bileşiklerin GST enziminin aktivitesi üzerine etkileri incelenmiştir. Klorojenik asit (2,089.096 µg g⁻¹), şikimik asit (193,14 µg g⁻¹) ve kumarin (113,604 µg g⁻¹) fenolik bileşikleri için IC₅₀ değeri belirlenmiştir (Atalar ve ark, 2021).

SONUÇ

Çalışmada kullanılan fenolik bileşik türevlerinin GST enzim aktivitesine karşı *in vitro* inhibisyon çalışması incelenmiş ve enzim aktivitesinde önemli düzeyde azalma görülmüştür. Eskuletin hidrat

bileşiği en iyi inhibisyon etkisi göstermiştir. Elde edilen sonuçlardan GST enzimi radikal giderici etkisi fenolik bileşiklerin ilaç tasarımında veya antikanser çalışmalarında önem arz edebilir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Ardahan Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Ofisi tarafından desteklenmiştir (Proje Kimliği: 2019/006).

Çıkar Çatışması

Makalenin yazarı herhangi bir çıkar çatışmasını beyan eder.

Yazar Katkısı

Makaleye yazarlar eşit oranda katkı sağlamışlardır.

KAYNAKLAR

- Aksoy M, Küfrevioğlu OI, 2017. Inhibition of human erythrocyte glutathione S-transferase by some flavonoid derivatives. *Toxin Reviews*, 37: 251–257.
- Aksoy M, Ozaslan MS, Kufrevioğlu OI, 2016. Purification of glutathione S-transferase from Van Lake fish (*Chalcalburnus tarichii* Pallas) muscle and investigation of some metal ions effect on enzyme activity. *Journal of Enzyme İnhibition and Medicinal Chemistry*, 31(4): 546-550.
- Aslan HE, Demir Y, Özaslan MS, Türkan F, Beydemir Ş, Küfrevioğlu ÖI, 2020. The behavior of some chalcones on acetylcholinesterase and carbonic anhydrase activity. *Drug and Chemical Toxicology*, 42(6): 634-640.
- Aslan HE, Beydemir S, 2017. Phenolic compounds: the inhibition effect on polyol pathway enzymes. *Chemico-Biological Interactions*, 266: 47 – 55.
- Atalar MN, Aras A, Türkan F, Barlak N, Yıldiko Ü, Karatas OF, Alma MH, 2021. The effects of *Daucus carota* extract against PC3, PNT1a prostate cells, acetylcholinesterase, glutathione S-transferase, and α -glycosidase; an in vitro–in silico study. *Journal of Food Biochemistry*, 45(12): e13975.
- Bayrak S, Öztürk C, Demir Y, Alım Z, Küfrevioğlu ÖI, 2020. Purification of polyphenol oxidase from potato and investigation of the inhibitory effects of phenolic acids on enzyme activity. *Protein and Peptide Letters*, 27(3): 187-192.
- Board PG, Menon D, 2013. Glutathione transferases, regulators of cellular metabolism and physiology. *Biochimica et Biophysica Acta (bba)-General Subjects*, 1830(5): 3267-3288.
- Buravlev EV, Dvornikova IA, Schevchenko OG, Kutchin AV, 2019. Synthesis and Antioxidant Ability of Novel Derivatives Based on para-Coumaric Acid Containing Isobornyl Groups. *Chemistry & Biodiversity*, 16(10): e1900362.
- Ceylan H, Demir Y, Beydemir Ş, 2019. Inhibitory effects of usnic and carnosic acid on some metabolic enzymes: an in vitro study. *Protein and Peptide Letters*. 26 (5): 364 – 370.
- Demir Y, 2019. The behaviour of some antihypertension drugs on human serum paraoxonase-1: an important protector enzyme against atherosclerosis. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 71(10): 1576-1583.
- Demir Y, 2020. Naphthoquinones, benzoquinones, and anthraquinones: Molecular docking, ADME and inhibition studies on human serum paraoxonase-1 associated with cardiovascular diseases. *Drug Development Research*, 81(5): 628-636.
- Demir Y, Ceylan H, Türkeş C, Beydemir Ş, 2021. Molecular docking and inhibition studies of vulpinic, carnosic and usnic acids on polyol pathway enzymes. *Journal of Biomolecular Structure and Dynamics*, 1-14. <https://doi.org/10.1080/07391102.2021.1967195>
- Demir Y, Durmaz L, Taslimi P, Gulçin İ, 2019. Antidiabetic properties of dietary phenolic compounds: Inhibition effects on α -amylase, aldose reductase, and α -glycosidase. *Biotechnology and Applied Biochemistry*, 66(5): 781-786.

- Demir Y, Isık M, Gulcin I, Beydemir S, 2017. Phenolic compounds inhibit the aldose reductase enzyme from the sheep kidney. *Journal of Biochemical and Molecular Toxicology*, 31(9): e21935.7
- Demir Y, Özasan MS, Duran HE, Küfrevioğlu Öİ, Beydemir, Ş, 2019. Inhibition effects of quinones on aldose reductase: antidiabetic properties. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 70: 103195.
- Erat M, Sakiroglu H, 2013. The effect of some antineoplastic agents on glutathione S-transferase from human erythrocytes. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, 28(4): 711.
- Gulcin I, Scozzafava A, Supuran CT, Akıncioğlu H, Koksall Z, Turkan F, Alwasel S, 2016b. The effect of caffeic acid phenethyl ester (CAPE) on metabolic enzymes including acetylcholinesterase, butyrylcholinesterase, glutathione S-transferase, lactoperoxidase, and carbonic anhydrase isoenzymes I, II, IX, and XII. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, 31 (6): 1095.
- Gulcin I, Scozzafava A, Supuran CT, Koksall Z, Turkan F, Cetinkaya S, Bingol Z, Huyut Z, Alwasel SH, 2016a. Rosmarinic acid inhibits some metabolic enzymes including glutathione S-transferase, lactoperoxidase, acetylcholinesterase, butyrylcholinesterase and carbonic anhydrase isoenzymes. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, 31(6): 1698.
- Gülçin İ, Taslimi P, Aygün, A, Sadeghian N, Bastem E, Kufrevioğlu OI, Şen F, 2018. Antidiabetic and antiparasitic potentials: Inhibition effects of some natural antioxidant compounds on α -glycosidase, α -amylase and human glutathione S-transferase enzymes. *International Journal of Biological Macromolecules*, 119: 741-746.
- Gülçin İ, Beydemir S, 2013. Phenolic compounds as antioxidants: carbonic anhydrase isoenzymes inhibitors. *Mini Reviews in Medicinal Chemistry*, 13(3): 408-430.
- Gülçin İ, Elias R, Gepdiremen A, Boyer L, 2006. Antioxidant activity of lignans from fringe tree (*Chionanthus virginicus* L.) *European Food Research and Technology*, 223: 759.
- Ibrahim MNM, Balakrishnan RS, Shamsudeen S, Bahwani SA, Adam F, 2012. A concise review of the natural existence, synthesis, properties, and applications of syringaldehyde. *BioResources*, 7(3): 4377-4399.
- Kalaycı M, Türkeş C, Arslan M, Demir Y, Beydemir Ş, 2021. Novel benzoic acid derivatives: Synthesis and biological evaluation as multitarget acetylcholinesterase and carbonic anhydrase inhibitors. *Archiv der Pharmazie*, 354(3): 2000282.
- Kirici M, Kirici M, Demir Y, Beydemir S, Atamanalp M, 2016. The effect of Al^{+3} and Hg^{+2} on glucose 6-phosphate dehydrogenase from capoeta umbla kidney. *Applied Ecology and Environmental Research*, 14(2): 253-264.
- Lineweaver H, Burk D, 1934. The determination of enzyme dissociation constants. *Journal of the American Chemical Society*, 56(3): 658-666.
- Mahajan S, Atkins WM, 2005. The chemistry and biology of inhibitors and pro-drugs targeted to glutathione S-transferases. *Cellular and Molecular Life Sciences*, 62: 1221 – 1233.
- Mazzetti AP, Maria MC, Primavera A, Bello ML, 2015. Glutathione transferases and neurodegenerative diseases. *Neurochemistry International*, 8: 10–18.
- Morales GA, Laborde E, 2007. Small-molecule inhibitors of glutathione S-transferase P1-1 as anticancer therapeutic agents. *Annual Reports in Medicinal Chemistry*, 42: 321-335.
- Olonode ET, Aderibigbe AO, Adeoluwa OA, Eduviere AT, Ben-Azu B, 2019. Morin hydrate mitigates rapid eye movement sleep deprivation-induced neurobehavioural impairments and loss of viable neurons in the hippocampus of mice. *Behavioural Brain Research*, 356: 518–525.
- Ozaslan MS, Demir Y, Kufrevioğlu OI, Ciftci M, 2017. Some metals inhibit the Glutathione S-transferase from Van Lake fish gills. *Journal of Biochemical and Molecular Toxicology*, 31(11): e21967.
- Özaslan MS, Demir Y, Aksoy M, Küfrevioğlu ÖI, Beydemir Ş, 2018a. Inhibition effects of pesticides on glutathione-S-transferase enzyme activity of Van Lake fish liver. *Journal of Biochemical and Molecular Toxicology*, 32(9): e22196.

- Özaslan MS, Demir Y, Aslan HE, Beydemir Ş, Küfrevioğlu Öİ, 2018b. Evaluation of chalcones as inhibitors of glutathione S-transferase. *Journal of Biochemical and Molecular Toxicology*, 32(5): e22047.
- Pizzorno J, 2014. Glutathione!. *Integrative Medicine (Encinitas, Calif.)*, 13(1), 8–12.
- Rajput SA, Wang XQ, Yan HC, 2021. Morin hydrate: A comprehensive review on novel natural dietary bioactive compound with versatile biological and pharmacological potential. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 138: 111511
- Sever B, Türkeş C, Altıntop M. D, Demir Y, Beydemir, Ş. 2020. Thiazolyl-pyrazoline derivatives: In vitro and in silico evaluation as potential acetylcholinesterase and carbonic anhydrase inhibitors. *International Journal of Biological Macromolecules*, 163: 1970-1988.
- Subramaniam SR, Ellis EM, 2013. Neuroprotective effects of umbelliferone and esculetin in a mouse model of Parkinson's disease. *Journal of Neuroscience Research*, 91(3): 453–461.
- Townsend DM, Tew KD, 2003. The role of glutathione-S-transferase in anti-cancer drug resistance. *Oncogene*, 22: 7369 – 7375.
- Türkan F, Huyut Z, Demir Y, Ertuş F, Beydemir Ş, 2019. The effects of some cephalosporins on acetylcholinesterase and glutathione S-transferase: an in vivo and in vitro study. *Archives of Physiology and Biochemistry*, 125(3): 235-243.
- Türkeş C, Demir Y, Beydemir Ş. 2021c. Calcium channel blockers: Molecular docking and inhibition studies on carbonic anhydrase I and II isoenzymes. *Journal of Biomolecular Structure and Dynamics*, 39(5): 1672-1680.
- Türkeş C, Kesebir AÖ, Demir Y, Küfrevioğlu Öİ, Beydemir Ş. 2021b. Calcium Channel Blockers: The Effect of Glutathione S-Transferase Enzyme Activity and Molecular Docking Studies. *ChemistrySelect*, 6(40): 11137-11143.
- Türkeş, C, Demir Y, Beydemir Ş. 2021a. Infection Medications: Assessment In-Vitro Glutathione S-Transferase Inhibition and Molecular Docking Study. *ChemistrySelect*, 6(43): 11915-11924.
- Yancheva D, Velcheva, E, Glavcheva Z, Stamboliyska B, Smelcerovic A, 2016. Insights in the radical scavenging mechanism of syringaldehyde and generation of its anion. *Journal of Molecular Structure*, 1108: 552-559.
- Yang X, Liu G, Li H, Zhang Y, Song D, Li C, Zhao G, 2010. Novel oxadiazole analogues derived from ethacrynic acid: design, synthesis, and structure– activity relationships in inhibiting the activity of glutathione S-transferase P1-1 and cancer cell proliferation. *Journal of Medicinal Chemistry*, 53(3): 1015-1022.
- Zhao G, Liu, C, Wang, R, Song, D, Wang X, Lou H, Jing Y, 2007. The synthesis of α , β -unsaturated carbonyl derivatives with the ability to inhibit both glutathione S-transferase P1-1 activity and the proliferation of leukemia cells. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 15(7): 2701-2707.

Atf İçin: Taşdemir M, Şen E G, 2022. Cam Elyaf Oranının Polipropilen Üzüm Sapı Çeltik Polimer Kompozitinin Fiziksel Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 12(2): 890-898.

To Cite: Taşdemir M, Şen E G, 2022. Investigation of The Effect of Waste Glass Fiber Ratio on The Physical Properties of Polypropylene/Grape Stalk-Rice Husk Polymer Composite. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 890-898.

Atık Cam Elyaf Oranının Polipropilen/Üzüm Sapı-Çeltik Polimer Kompozitinin Fiziksel Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi

Münir TAŞDEMİR^{*1}, Elif Gülcan ŞEN²

ÖZET: Bu deneysel çalışmada; polipropilen (PP) üzüm sapı ve çeltik karışımlarının özelliklerinin atık cam elyaf ilavesi ile geliştirilmesi üzerine çalışılmıştır. Atık olan üzüm sapı ve çeltiğin yeniden kullanılabilir bir malzeme olma potansiyeli diğer merak edilen bir konuyu oluşturmuştur. Polipropilen üzüm sapı ve çeltik çift vidalı ekstrüderde homojen bir karışım sağlamak için karıştırılmıştır. PP içerisine %20 oranında üzüm sapı-çeltik katılmıştır. Atık cam elyaf ise %10-15 ve 20 oranlarında katılmıştır. Daha sonra enjeksiyon makinesinde test numuneleri basılmıştır. Kalıplanan numunelere; ergime akış indeksi, nem emme, ısıl çarpılma sıcaklığı, vicat yumuşama sıcaklığı, aşınma oranı, statik ve dinamik sürtünme katsayısı ve taramalı elektron mikroskopisi (SEM) testleri yapılmıştır. Testlerin sonuçları incelenerek üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf miktarının PP üzerindeki etkileri belirlenmiştir. Yapılan testlerin sonuçlarına göre, matris içerisinde üzüm sapı-çeltik karışımı ve atık cam elyaf oranlarının artmasıyla; ergime akış indeksi, nem emme ve sürtünme katsayısı değerlerinin düştüğü buna karşılık ısıl çarpılma sıcaklığı, vicat yumuşama sıcaklığı ve aşınma oranı değerlerinin arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polipropilen, üzüm sapı, pirinç kabuğu, fiziksel özellikler, polimer kompozit

Investigation of the Effect of Waste Glass Fiber Ratio on the Physical Properties of Polypropylene/Grape Stalk-Rice Husk Polymer Composite

ABSTRACT: In this experimental research; It has been studied to improve the properties of polypropylene (PP) grape stem and rice husk mixtures by adding waste glass fiber. The potential of waste grape stem and rice husk to be a reusable material has created another curious subject. Grape stalk-rice husk was added to the PP at the rate of 20%. Glass fiber was added at 10-15% and 20% rates. Then, test samples were molded on the injection machine. Molded samples; melt flow index, moisture absorption, thermal distortion temperature, vicat softening temperature, wear rate, static and dynamic friction coefficient and scanning electron microscopy (SEM) tests were carried out. By examining the results of the tests, the effects of grape stalk-rice husk and glass fiber amount on PP were determined. According to the results of the tests, with the increase of grape stalk-rice husk mixture and glass fiber ratios in the matrix; It was determined that the melt flow index, moisture absorption and friction coefficient values decreased, while the thermal distortion temperature, vicat softening temperature and wear rate values increased.

Keywords: Polypropylene, grape stalk, rice husk, physical properties, polymer composite

¹Münir TAŞDEMİR ([Orcid ID: 0000-0001-8635-7251](https://orcid.org/0000-0001-8635-7251)), Marmara Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul, 34722, Türkiye

² Elif Gülcan ŞEN ([Orcid ID: 0000-0002-9618-9025](https://orcid.org/0000-0002-9618-9025)), Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul, 34722, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Münir TAŞDEMİR, e-mail: munir@marmara.edu.tr

Bu çalışma Elif Gülcan ŞEN'nin Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Atık miktarının azaltılması daha temiz ve yaşanabilir bir çevre için gereklidir. Bunu sağlamanın yollarından birisi atık oluşumunun azaltılması temeline dayanmaktadır. Doğal kaynakların doğru bir şekilde kullanılması da temel prensiplerendir. Dolayısıyla daha az atık oluşturmak için malzemenin olabilecek en elverişli miktarda ve geri dönüşümü sağlanarak yeniden kullanılma fikri günümüzde birçok sektörde çalışma alanı oluşturmuştur. (Akbaş, 2013). Yapısında selüloz barındıran odun ve türevi malzemelerin lif ya da toz haline getirilerek polimerlere katılmasıyla odun-plastik kompozitler malzeme grubu oluşturulur. Öğütülmüş plastik ve ahşap atıklarının belli oranlarda ve sıcaklıklarda birleştirilmesi sonucu elde edilen odun plastik kompozitler, endüstride farklı amaçlar için kullanılmak üzere yerini almıştır (Tufan, 2010).

Kompozit üretiminde; düşük maliyet, düşük yoğunluk, üretim esnasında aşınmanın az olması, yüksek mukavemet, doğada kolayca bozulabilmesi gibi özellikler lignoselülozik esaslı liflerin kullanılmasını cazip hale getirmiştir (Karakuş, 2014). Literatürde selüloz bazlı polimer kompozitleri konusunda veya atık cam elyafların polimerlere katılıp bir kompozit oluşturma konusunda birçok çalışma bulunmaktadır. Örneğin, Taşdemir bir çalışmada polipropilen içerisine zeytin çekirdeği ve badem kabuğu tozlarını katarak elde ettiği polimer kompozitinin özelliklerini incelemiştir. Elde ettiği polimer kompozitinde zeytin çekirdeği ve badem kabuğu tozlarının oranının artmasıyla su emme miktarının, ısıl çarpılma sıcaklığının ve Vicat yumuşama sıcaklığının arttığını çalışmada rapor etmiştir. Bunlara ek olarak sürtünme katsayısının ve aşınma oranının da artan zeytin çekirdeği ve badem kabukları ile arttığını tespit etmiştir. Yazar diğer bir çalışmada ise yüksek yoğunluklu polietilen içerisine fındikkabuğu katarak elde ettiği polimer kompozitinin fiziksel özelliklerini incelemiştir. Kompozit içerisinde fındikkabuğu tozlarının oranının artmasıyla ergime akış indeksi ve nem emme değerlerinde azalma gözlemlenmiştir (Taşdemir, 2017).

Korkmaz ve arkadaşları toz haline getirilmiş enginar yaprağını HDPE polimeri içerisine katarak bir polimer kompoziti elde etmişlerdir. Enginar toz oranının artmasıyla kompozitin MFI değerinin düştüğünü buna karşılık ısıl çarpılma sıcaklığı, vicat yumuşama sıcaklığı, statik ve dinamik sürtünme katsayısı değerlerinin arttığını tespit etmişlerdir (Korkmaz ve ark., 2018). Aka ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada yüksek yoğunluklu polietilen içerisine karbonize edilmiş ve edilmemiş toz formundaki mısır püskülünü ilave ederek bir polimer kompoziti elde etmişlerdir. Kompozitte mısır püskülü tozlarının oranının artmasıyla MFI değerinin düştüğünü, buna ek olarak vicat yumuşama sıcaklığı ve aşınma oranı değerlerinin düştüğünü tespit etmişlerdir (Aka ve ark., 2019). Sırtıkara ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada polipropilen içerisine selüloz bazlı portakal kabuğu tozları katarak bir polimer kompoziti elde etmişlerdir. Yapmış oldukları çalışmada portakal kabuğu tozlarının oranının artmasıyla MFI değerinin düştüğünü buna karşılık aşınma oranı, su emme miktarı, ısıl çarpılma sıcaklığı ve vicat yumuşama sıcaklığı değerlerinin arttığını belirlemişlerdir (Sırtıkara ve ark., 2019). Başka bir çalışmada Ulutaş ve arkadaşları geri dönüşümlü polipropilen içerisine pirinç kabuğu ilave ederek bir polimer kompoziti elde etmişlerdir. Elde ettikleri kompozitte pirinç kabuğu tozlarının oranının artmasıyla MFI değerlerinin düştüğünü buna karşılık nem emme oranı, ısıl çarpılma sıcaklığı, vicat yumuşama sıcaklığı, sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerlerinin arttığını belirlemişlerdir (Ulutaş ve ark., 2019). Taşdemir ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada polipropilen içerisine kattıkları selüloz bazlı zeytin çekirdeği tozu oranının artmasıyla MFI değerlerinin düştüğünü buna karşılık aşınma oranı, nem emme miktarı, ısıl çarpılma ve vicat yumuşama sıcaklığı değerlerinin arttığını tespit etmişlerdir (Taşdemir, Kaştan, 2021).

Bu çalışmada; polipropilen (PP) üzüm sapı ve çeltik harmanının özelliklerinin atık cam elyaf ile geliştirilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca, atık üzüm sapı ve çeltiğin polimerlerde dolgu maddesi olarak yeniden kullanılması hedeflenmiştir.

MATERYAL VE METOT

Üzüm sapı, pirinç kabuğu ve atık cam elyafın polipropilen içerisindeki oranlar değiştirilerek beş farklı grup hazırlanmıştır. Aşağıda Çizelge 1’ de oranlar verilmiştir. Kullanılan polipropilen Emaş A.Ş. tarafından temin edilen Emoplen CP-M 8081 kodlu üründür. Ergime akış indeksi $8 \text{ g } 10^{-1} \text{ dak.}$, çekme modülü 1600 MPa, çekme mukavemeti 20 MPa, kopma uzaması %8, Izod çentikli darbe mukavemeti 6 kJ m^{-2} , sertliği 63 Shore D, yoğunluğu 0.9200 g cm^{-3} , HDT değeri (1.85 MPa) 85°C olan ve vicat yumuşama sıcaklığı 90°C olan bir üründür (URL1, 2021). Üzüm sapsarı Kayseri’den ve pirinç kabukları Trakya bölgesinde yaşayan yerel halktan temin edilmiştir. Atık cam elyaf ise Bursa’daki bir firmadan temin edilmiştir.

Çizelge 1. PP/üzüm sapı-çeltik/atık cam elyaf polimer kompozitinin karışım oranları

Gruplar	Polipropilen (%)	Üzüm sapı-pirinç kabuğu (50-50) (%)	Atık cam elyaf (%)
1	100	-	-
2	80	20	-
3	70	20	10
4	65	20	15
5	60	20	20

Numune Hazırlama

Üzüm sapı ve çeltikten toz şeklinde partiküller üretmek için Mertest marka öğütücü kullanılmış olup öğütme işlemi kuru olarak yapılmıştır. Partikül boyut aralığı 100-150 mikron seviyesindedir. Şekil 1’de bu yöntemin fotoğrafları verilmiştir. Bu tozlar bünyelerinde su tutma özelliğine sahip olduğundan yapılarındaki nemi uzaklaştırmak için Yamato ADP-31 tipi fırında 105°C ’de 24 saat boyunca kurutulmuştur. Tabloda belirtilen oranlarda atık cam elyaf, üzüm sapı-çeltik ve PP bir karıştırıcıda (Patterson marka) 15 dak. boyunca karıştırılmıştır. Daha sonra çift vidalı ekstrüderde (Mikrosan marka) 25-35 bar basınç altında, 25 dev dak.⁻¹ dönüş hızında ve $200-240^{\circ}\text{C}$ arasındaki sıcaklıklarda eritilerek polimer kompozitler hazırlanmıştır. Daha sonra fırında 85°C ’de 12 saat kurutulmuş ve sıcaklığı $200-240^{\circ}\text{C}$, basıncı 700-900 bar ve vida dönme hızı 25 dev dak.⁻¹ olan bir enjeksiyon makinesinde (Yonca makine) test numuneleri basılmıştır.



Üzüm sapı



Çeltik



Öğütücü



Toz

Şekil 1. Üzüm sapı ve çeltiğin öğütülmesi

Karakterizasyon

HDT testi ISO 75 standardına ve Vicat yumuşama sıcaklığı ISO 307 standardına göre Ceast marka test cihazı ile yapılmıştır. Isıl çarpılma sıcaklığı testinde numunelere uygulanan yük aşağıdaki formül ile belirlenmiştir.

$$F=2.\sigma.b.h^2/3L \quad (1)$$

σ : Eğilme mukavemeti (MPa), b: Numune genişliği (mm), h: Numune kalınlığı (mm), L: Mesnetler arası mesafe (mm), F: Numuneye uygulanan kuvvet (N).

Vicat testinde numuneye 10 N yük uygulanmıştır. Burada kullanılan numunelerin boyutu 20x20x4mm olarak alınmıştır.

MFI testi ISO 1133 standardına göre Zwick 4100 marka cihaz ile yapılmıştır. Burada numuneye 230°C sıcaklık uygulanmış olup 2.16 kg yük altında akışa zorlanmıştır. Aşağıdaki formülde değerler yerine konularak MFI değeri belirlenmiştir. m: Belirli sürede akan toplam numune ağırlığı (gr) ve t: Belirli süre (sn)'dir.

$$MFI = m \cdot 600 / t \quad (2)$$

Nem emme testleri ASTM D6980'e göre yapılmıştır. Burada kullanılan numune boyutlarının ölçüleri 10x10x4 mm'dir.

Aşınma testleri DIN 53 516 standardına göre yapılmıştır. Tamburun dönüş hızı 40 dev dak⁻¹ olarak ayarlanmıştır. Numunelere (F_N) 10 N yük uygulanmıştır ve aşındırma mesafeleri (L) 20-40-60 ve 80 metre olacak şekilde ayarlanmıştır. Aşınma sonucunda meydana gelen ağırlık kaybının bulunması (Δm) için deneyden önceki (M₁) ve deneyden sonraki (M₂) numunelerin ağırlıkları 0.0001 gr hassasiyetindeki terazi ile tartılmıştır ve ağırlık kaybı aşağıda verilen formül ile hesaplanmıştır.

$$\Delta m = M_1 - M_2 \quad (3)$$

Numunelerin ağırlık kaybı aşındırma işlemi sonrasında ölçülerek aşınma oranları aşağıda verilen formül ile hesaplanmıştır.

$$W_s = \Delta m / \rho \cdot F_N \cdot L \quad (4)$$

Δm: Ağırlık kaybı, ρ: Yoğunluk, F_N: Uygulanan yük ve L: Aşındırma mesafesini temsil etmektedir. Aşınma oranlarının belirlenmesinde 3 adet numune test edilmiş ve aritmetik ortalamaları alınmıştır.

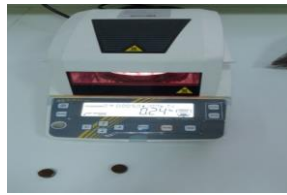
Statik ve dinamik sürtünme katsayısının belirlenmesinde aşağıdaki formüller kullanılmıştır. Her gruptan üç adet numune test edilmiş ve ortalama değerleri alınmıştır. Burada F_s-statik sürtünme kuvveti, F_D-dinamik sürtünme kuvveti, F_P-normal kuvvet, μ_s-statik sürtünme katsayısı ve μ_s-dinamik sürtünme katsayısıdır.

$$\mu_s = F_s / F_P, \quad \mu_d = F_D / F_P \quad (5)$$

SEM-Taramalı elektron mikroskobu için numuneler Polaron marka kaplama cihazında altın/paladyum alaşımı ile kaplanmıştır. Numuneler 10 kV altında Jeol marka taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Aşağıda Şekil 2'de bu çalışmada kullanılan test cihazları verilmiştir.



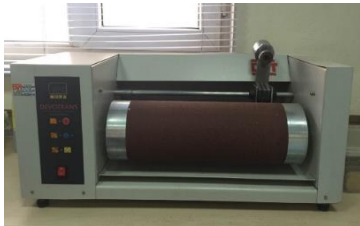
HDT-Vicat cihazı



Nem emme cihazı



MFI cihazı



Aşınma cihazı



Numune kaplama



SEM

Şekil 2. PP/üzüm sapı-çeltik/atık cam elyaf polimer kompozitinin özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan test cihazları

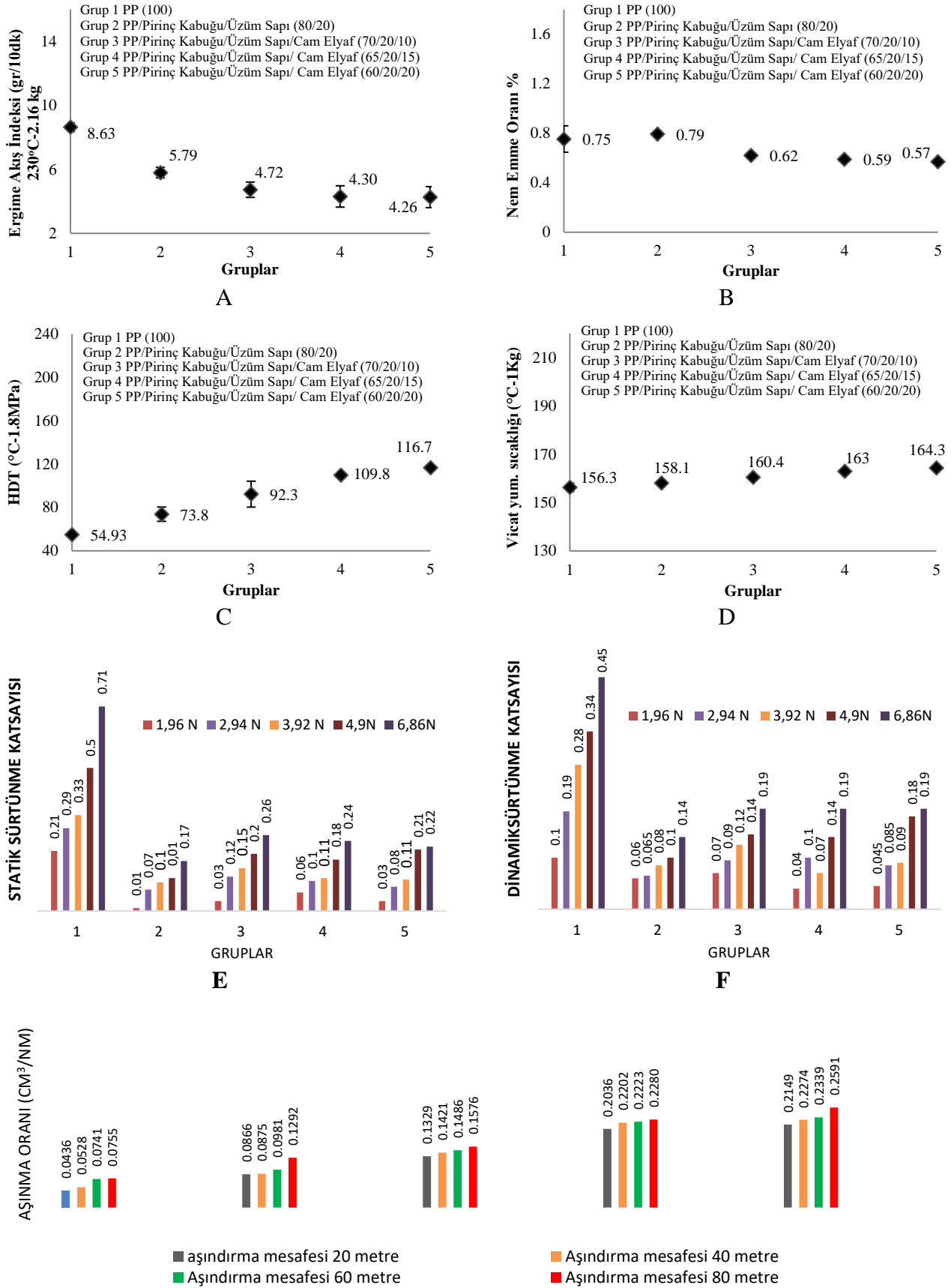
BULGULAR VE TARTIŞMA

Fiziksel ve Aşınma Özellikleri

Polipropilen içerisine farklı oranlarda üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf katılarak elde edilen polimer kompozitinin Vicat yumuşama sıcaklığı değerleri Şekil 3A'da verilmiştir. Grafikten de anlaşılacağı gibi matris içerisine üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf ilavesiyle Vicat yumuşama sıcaklığı değerinin düştüğü görülmektedir. Ergime akış indeksi numunelerin üretim sürecinde önemli etkenlerden biri olarak bilinmektedir. En yüksek ergime akış indeksi değerini $8.63 \text{ gr } 10^{-1} \text{ dk}$ değeri ile saf polipropilen vermiştir. PP içerisine pirinç kabuğu ve üzüm sapı %20 oranında ilavesi ile ergime akış indeksi değerinin $5.79 \text{ gr } 10^{-1} \text{ dk}$ olduğu görülmüştür ayrıca kompozitler saf polipropilene kıyasla %32.90 oranında azalma göstermiştir. Pirinç kabuğu ve üzüm sapı ilavesine ek olarak %10 oranında cam elyaf eklendiğinde ergime akış indeksi değeri $4.72 \text{ gr } 10^{-1} \text{ dk}$ 'ya düşmüştür. Bu düşüş miktarı saf polipropilen ile kıyaslandığında %18.48 oranındadır. Polipropilene üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf eklendiğinde ergime akış indeksi değerlerinin giderek azaldığı yani malzemenin daha zor aktığı tespit edilmiştir. Taşdemir ve arkadaşları (Taşdemir, 2021; Taşdemir, Kaştan, 2021), Korkmaz ve arkadaşları (Korkmaz ve ark. 2018), Aka ve arkadaşları (Aka ve ark., 2019), Sırtıkara ve arkadaşları (Sırtıkara ve ark., 2019), Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş ve ark. 2019) yapmış oldukları çalışmalarda da benzer sonuçları bulmuşlardır. Ergime akış indeksi numunelerin molekül ağırlıklarıyla doğrudan ilişkilidir ve bu değerlere göre plastiğin ne kadar sürede proses edileceği belirlenmektedir. Düşük ergime akış indeksine sahip numuneler üretim esnasında kalıbı daha zor doldurmaktadırlar.

Şekil 3B'de görüldüğü gibi nem emme oranının minimum olduğu %0.57 değer yapısında üzüm sapı-çeltik (%20) ve atık cam elyaf oranı %20 olan numunelere aittir. Grafik incelendiğinde PP içerisine sadece üzüm sapı-çeltik karışımının %20 oranında ilavesiyle nem emme oranının %0.79 değerine çıktığı görülmektedir. Ancak üzüm sapı-çeltik ilavesine ek olarak %10 oranında atık cam elyaf ilavesiyle nem emme oranını %0.62 değerine düşürmüştür. Bu durum atık cam elyafın nem tutma özelliğinin selüloz bazlı diğer yapılar kadar fazla olmamasından kaynaklanmaktadır. Sonuç olarak polipropilen içerisine üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyafın eklenmesiyle kompozitin % nem emme oranı azalmıştır. Taşdemir, M. (Taşdemir, 2021; Taşdemir, Kaştan, 2021) ve Ulutaş, E. ve arkadaşlarının (Ulutaş ve ark. 2019) yapmış oldukları çalışmada polimer matris içerisindeki selüloz bazlı katkıının oranının artmasıyla nem emme oranının da arttığını belirlemiştir.

Şekil 3C'ye bakıldığında ısı çarpılma sıcaklığının arttığı görülmektedir. Grafik incelendiğinde en düşük HDT değerinin saf PP'ye ait olduğu anlaşılmaktadır. En yüksek ısı çarpılma sıcaklığı değerinin 116.7°C ile 5. gruba (%20 üzüm sapı-çeltik, %20 atık cam elyaf) ait olduğu görülmektedir. Bu iki limit gruplarını birbiri ile kıyasladığımızda HDT değerinde %112 oranında bir artışın olduğu anlaşılmaktadır. PP içerisine %20 üzüm sapı-çeltik ilavesi ile ısı çarpılma sıcaklığı değerinin 73.8°C olduğu ve saf polipropilene oranla bu değer %34 oranında arttığı anlaşılmaktadır. Yani üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf oranının kompozit içerisinde artması ısı çarpılma sıcaklığı değerlerinin de artmasına sebebiyet vermiştir. Öksüz ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada PP içerisine kattıkları atık cam elyaf oranının artmasıyla ısı çarpılma sıcaklığı değerinin arttığını belirlemiştir (Öksüz, Taşdemir, 2018). Korkmaz ve arkadaşları (Korkmaz ve ark. 2018), Sırtıkara ve arkadaşları (Sırtıkara ve ark., 2019), Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş ve ark. 2019) ve Taşdemir ve arkadaşları (Taşdemir, Kaştan, 2021) yapmış oldukları çalışmalarda ısı çarpılma sıcaklığı değerinin kompozite katılan selüloz bazlı katkı ile arttığını belirlemiştir.



Şekil 3. PP/üzüm sapı-çeltik/atık cam elyaf polimer kompozitinin fiziksel özellikler

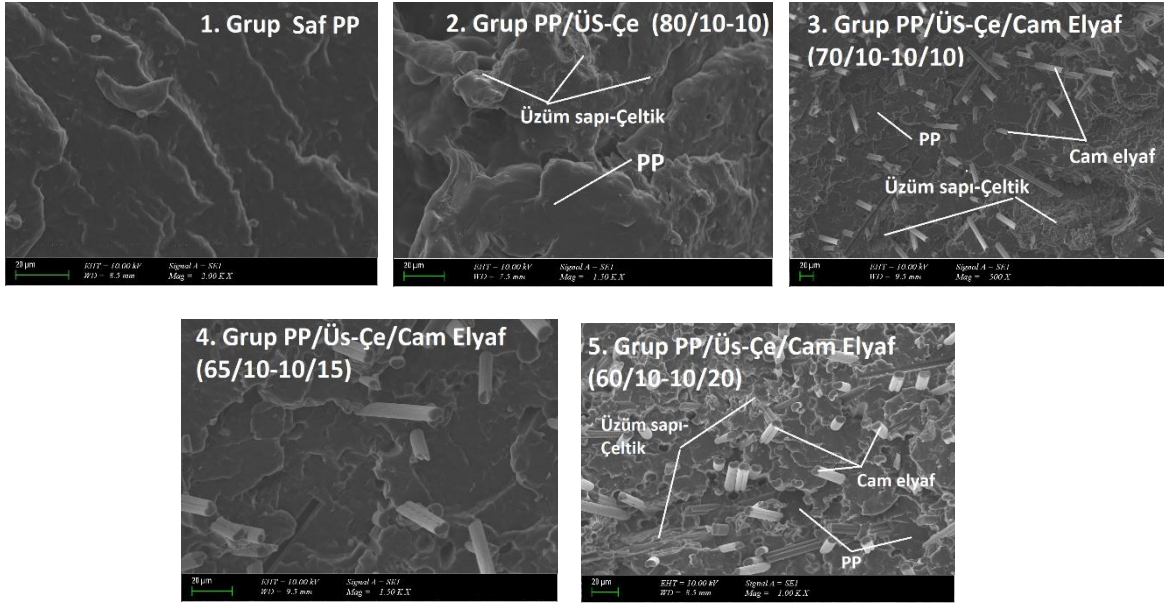
Şekil 3D'ye bakıldığında vicat yumuşama sıcaklığı değerinin üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf ilavesiyle arttığı görülmektedir. En yüksek vicat yumuşama sıcaklığı değeri 164.35°C ile 5. gruba (%20 üzüm sapı-çeltik, %20 atık cam elyaf) ait olduğu belirlenmiştir. Öksüz ve Taşdemir (Öksüz, Taşdemir, 2018), Korkmaz ve arkadaşları (Korkmaz ve ark. 2018), Sırtıkara ve arkadaşları (Sırtıkara ve ark., 2019), Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş ve ark. 2019) yapmış oldukları çalışmalarında benzer sonuçları bulmuşlardır. Taşdemir ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada PP içerisine kattıkları selüloz bazlı zeytin çekirdeği tozu oranının artmasıyla vicat yumuşama değerlerinin de arttığını tespit etmişlerdir (Taşdemir, Kaştan, 2021). Tüm bu çalışmalar bizim bulduğumuz sonuçları desteklemektedir.

Sürtünme kuvveti temas halinde bulunan nesnelere arasında oluşan ve cisimlerin hareketlerine karşı koyan kuvvet olarak adlandırılmaktadır. Elde edilen kompozitin sürtünme katsayısını belirlemek amacıyla iki ayrı ölçüm yapılmıştır. Sürtünme testinde 1.96 – 2.94 – 3.92 – 4.9 ve 6.86 N'luk yükler kullanılmıştır. Polimer kompozitinin statik ve dinamik sürtünme katsayıları hesaplanmıştır. Deneyler sonucu elde edilen polimer kompozitine ait statik ve dinamik sürtünme katsayısı değerleri Şekil 3E ve F'de verilmiştir. Şekil 3E ve F'ye bakıldığında statik ve dinamik sürtünme katsayılarının numuneye uygulanan yük miktarının artmasıyla arttığı görülmektedir. PP içine katılan üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf ile bu değerlerde ise düşme tespit edilmiştir. Öksüz ve Taşdemir (Öksüz, Taşdemir, 2018), Korkmaz ve arkadaşları (Korkmaz ve ark. 2018) ve Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş ve ark. 2019) yapmış oldukları çalışmalarda yükün artmasıyla birlikte statik ve dinamik sürtünme katsayılarının arttığını belirlemişlerdir.

Şekil 3G incelendiğinde üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf oranlarının kompozit içerisinde artmasıyla aşınma oranı değerlerinin arttığı görülmektedir. Buna ek olarak aşınma mesafesinin artmasıyla aşınma oranı değerlerinde artış görülmektedir. Öksüz ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada PP/cam elyaf polimer kompozitinde aşınma mesafesinin artmasıyla aşınma oranı değerlerinin arttığını tespit etmişlerdir (Öksüz, Taşdemir, 2018). Aka ve arkadaşları (Aka ve ark., 2019), Ulutaş ve arkadaşları (Ulutaş ve ark. 2019) ve Taşdemir ve arkadaşları (Taşdemir, Kaştan, 2021) çalışmalarında uygulanan yük miktarının artmasıyla aşınma oranı değerlerinin de arttığını tespit etmişlerdir.

Morfolojik Özellikler

Saf polipropilen ve içerisine değişik oranlarda katılan üzüm sapı-çeltik ve cam elyaf ile oluşturulan polimer kompozitlerine ait SEM görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir. Şekilden matris ve katkı maddeleri net olarak gözükmemektedir. Bazı cam elyafların yerlerinden çıktıkları, bazılarının ise matrise gömülü oldukları görülmektedir. Zhang ve arkadaşları (Zhang, ve ark. 2011) PP/selüloz polimer kompozitlerinde PP ile selüloz arasındaki yapışmanın artırılması için maleik anhidrit aşılı polipropilen ve metil akrilik asit glisidil ester aşılı polipropilen kullanmışlardır. Kızıldaş ve arkadaşları (Kızıldaş ve ark. 2010) ise polietilen tereftalat ve politrimetilen tereftalat polimerlerine selüloz katıp bir polimer kompoziti elde etmişler ve daha kolay kalıplanması için struktol ticari isimli bir malzeme kullanmışlardır. Valves ve arkadaşları (Valvez, 2021) polimer esaslı kompozitlerde dolgu malzemesi olarak kullanılan zeytin çekirdeği konusunda kapsamlı bir çalışma yayınlamışlardır. Benzer bir çalışma da Banat (Banat, 2019) tarafından yapılmıştır. Bizim yapmış olduğumuz bu çalışmada herhangi bir arayüzey uyumluluk maddesi ve yağlayıcı kullanılmamıştır.



Şekil 4. PP/üzüm sapı-çeltik/atık cam elyaf polimer kompozitinin mikroyapı fotoğrafları

SONUÇ

Hazırlanan polimer kompozitinin deney sonuçları incelendiğinde; PP içerisinde üzüm sapı-çeltik ilavesi ile ergime akış indeksi değerinin düştüğü buna karşılık ısıl çarpılma sıcaklığı ve vicat yumuşama sıcaklığı değerlerinin arttığı görüldü. Nem emme oranı üzüm sapı-çeltik katkısında yükselmiş ama kompozit içerisine atık cam elyaf ilavesiyle bir miktar düşmüştür. Statik ve dinamik sürtünme katsayı değerleri numuneye uygulanan yük miktarının artmasıyla artmıştır. Kompozit içerisine üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf ilavesi ile bu değerlerde düşme tespit edilmiştir. Üzüm sapı-çeltik ve atık cam elyaf oranlarının kompozit içerisnde artmasıyla aşınma oranı değerleri artmıştır. Buna ek olarak aşınma mesafesinin artmasıyla aşınma oranı değerlerinde artış olmuştur.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamıştır.

KAYNAKLAR

- Aka A, Tekerek AY, Güler G, 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 (PPS-35), 26 - 30 May 2019, İzmir/Turkey.
- Akbaş S, Güleç T, Tufan M, Taşcıoğlu C, Peker H, 2013. Fındıkkabuklarının polipropilen kompozit üretiminde değerlendirilmesi. Artvin Çoruh Üniversitesi, Orman Fakültesi Dergisi, 14(1): 50-56.
- 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.
- Karakuş K, Başboğa İH, Mengeloğlu F, 2014. Termoplastik esaslı polimer kompozitlerin üretilmesinde orman budama atıklarının değerlendirilmesi. II. Ulusal Akdeniz Orman ve Çevre Sempozyumu, 22-24 Ekim 2014, Isparta, sayfa:801-807.
- Kızıltas A, Gardner DJ, Han Y, Yang HS, 2010. Determining the mechanical properties of microcrystalline cellulose (MCC) filled PET/PTT blend composites. Wood Fiber Sci. 42(2), 165-176.

- Korkmaz B, Özhan A, Peksanlı A, Tepeyurt GN, 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-Turkey, pp:136-140, June 10-21, 2018.
- Öksüz A, Taşdemir M, 2018. Değişik oranlarda cam elyaf takviyeli polipropilen polimer kompozitine etilen vinil asetat ilavesi ile mekanik değerlerdeki değişimlerin incelenmesi. International Conference on Multidisciplinary Sciences (icomus), sayfa 1014-1023, 15-16 Aralık 2018, İstanbul Medipol Üniversitesi/İstanbul/Türkiye.
- Sırtıkara M, Teke Z, Şahin KA, 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, 21-23 Jun 2019, Kapadokya/Nevşehir/Turkey.
- Taşdemir M, 2017. Effects of olive pit and almond shell powder on polypropylene. Key Engineering Materials, 733:65-68.
- Taşdemir M, 2021. Isıl yaşlandırmanın yüksek yoğunluklu polietilen/fındıkkabuğu polimer kompozitinin fiziksel ve aşınma özelliklerine etkisi. Int. J. adv. eng. pure sci. 33(2):329-336.
- Taşdemir M, Kaştan A, 2021. Zeytin çekirdeği tozu ilave edilmiş polipropilen kompozitinin aşınma ve fiziksel özellikleri. BEÜ Fen Bilimleri Dergisi, 10 (2) 568-576.
- Tufan M, Mengeloğlu F, 2010. Odun plastik kompozitleri ve ülkemizde odun plastik kompozit üretiminde kullanılacak hammaddeler üzerine genel bir değerlendirme. III. Ulusal Karadeniz Ormancılık Kongresi 20-22 Mayıs, Cilt: IV, Sayfa 1658-1664.
- Ulutaş E, Taşdemir M, Koçak ED, 2019. Investigation of physical properties of recycled polypropylene/rice husk polymer composites. The international conference on materials science, mechanical and automotive engineering and technology, 21-23 Jun 2019, Kapadokya/Nevşehir/Turkey.
- URL:<https://www.materialdatacenter.com/ms/en/Emoplen/Emas+Plastik+San/EMOPLen+CPM+8081/9caa5af9/7572>, Erişim:2021
- Valvez S, Maceiras M, Santos P, Reis PNB, 2021. Olive stones as filler for polymer-based composites:a review. Materials, 14: 845.
- Zhang X, Shen J, Yang H, Lin Z, Tan S, 2011. Mechanical properties, morphology, thermal performance, crystallization behavior, and kinetics of PP/microcrystal cellulose composites compatibilized by two different compatibilizers. J. Thermoplast. Compos. Mater. 24(6), 735-753.

To Cite: Kalay E, 2022. Synthesis and Characterization of Novel Hybrid Sulfonamide Molecules with Benzothiazole Scaffold. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 899-907.

Synthesis and Characterization of Novel Hybrid Sulfonamide Molecules with Benzothiazole Scaffold

Erbay KALAY^{1*}

ABSTRACT: Benzothiazole-based compounds have a wide spectrum of pharmacological activities such as anticancer, anti-diabetic, anticonvulsant, antiviral, antituberculous, antimalarial, analgesic, anti-inflammatory, antimicrobial, and fungicidal. On the other hand, compounds bearing a sulfonamide group are used to inhibit some enzymes such as carbonic anhydrase, HIV protease, cysteine protease and cyclooxygenase (COX-II) apart from their commercial applications as antibacterial/antibiotics. Due to the wide variety of biological activities of benzothiazole and sulfonamide scaffolds, the presence of such pharmacophores in synthetic organic compounds has aroused great interest in medicinal chemists. Recently, molecular hybrids have been envisaged by combining at least two pharmacophore-specific moieties to modulate multiple disease targets simultaneously. Molecular hybridization design appears to be a novel approach to develop multifunctional hybrid molecules that involve combining at least two pharmacophores in a scaffold. In this study, benzothiazole-based bisulfonamide **8a-b** and sulfonamide-amide **7a-c** hybrid compounds, which have the potential to be used in many different therapeutic applications, were synthesized effectively after a series of reactions starting from the 2-amino benzothiazole compound. The structures of the synthesized novel hybrid molecules **7a-c**, **8a-b** were elucidated by ¹H, ¹³C NMR, FTIR and HRMS spectroscopy techniques.

Keywords: benzothiazole, sulfonamide, hybrid compound

¹Erbay KALAY ([Orcid ID: 0000-0002-4656-8254](https://orcid.org/0000-0002-4656-8254)), Kafkas University, Kars Vocational School, Department of Material and Material Processing Technologies, Kars, 36100, Turkey

*Corresponding Author: Erbay KALAY, e-mail: ekalay@kafkas.edu.tr

INTRODUCTION

Heterocyclics are a versatile class of compounds found in materials science, supramolecular and polymer chemistry, almost all-natural products, most vitamins, a dominant part of drugs, and synthetic organic compounds with pharmacological activity (Rouf and Tanyeli, 2015). Among the heterocyclics, the benzothiazoles occupy a significant position. Benzothiazole-based compounds have a wide spectrum of pharmacological activities such as anticancer, anti-diabetic, anticonvulsant, antiviral, antituberculous, antimalarial, analgesic, anti-inflammatory, antimicrobial, and fungicidal (Keri et al., 2015). Thus, the wide variety of biological effects associated with this scaffold has led to the benzothiazole ring to be viewed as a privileged structure.

On the other hand, compounds bearing a sulfonamide group are used to inhibit some enzymes such as carbonic anhydrase, HIV protease, cysteine protease and cyclooxygenase (COX-II), apart from their commercial applications as antibacterial/antibiotics. In addition, it has found application areas in the treatment of many diseases (Supuran and Scozzafava, 2000; Supuran and Scozzafava, 2001; Supuran and Scozzafava, 2007). In Figure 1, the structures of sulfonamide compounds sold in the market as drugs are shown. Amprenavir is a protease inhibitor used to treat HIV infection (Adkins and Fauld, 1998). Sultiam is a drug used as a carbonic anhydrase enzyme inhibitor and an anticonvulsant (Aggarwal et al., 2013). Sildenafil compound, which is used in many treatments such as the anti-impotence agent Viagra and sold by Pfizer, is among the examples that can be given to sulfonamide drugs (Gulçin and Taslimi, 2018). Cyclooxygenase (COX-2) specific inhibitors Celecoxib (Celebrex) and Valdecoxib are nonsteroidal anti-inflammatory drugs (Wong et al., 2005). Among the drugs that inhibit the carbonic anhydrase enzyme; Topiramate (trade name Topamax) is used to treat epilepsy in children and adults (Lyseng-Williamson KA, Yang, 2008), Zonisamide is used to treat epilepsy and Parkinson's disease (Lyseng-Williamson KA, Yang, 2008), and Acetazolamide (trade name Diamox) is used to treat epilepsy and glaucoma (Nishimoria et al., 2005). Ethoxzolamide is another sulfonamide drug that acts as a carbonic anhydrase inhibitor. It is used in the clinic for the treatment of glaucoma and duodenal ulcers and as a diuretic. Ethoxzolamide binds carbonic anhydrase I and inhibits its activity in the proximal renal tubules to reduce reabsorption of water, sodium, potassium and bicarbonate (Carta and Supuran, 2013) (Figure 1).

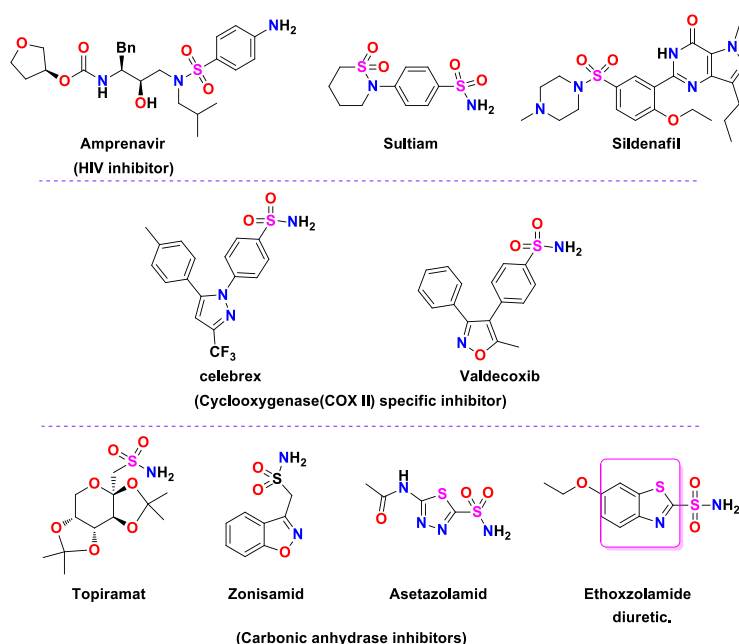


Figure 1. Commercially available sulfonamide drugs with different effects

Sulfonamides are of interest to synthetic organic chemists because of their pharmacological importance. Recently, the synthesis of molecules with this functional group and enzyme inhibition studies have been an important research topic. Supuran et al. (1996) obtained a series of Schiff bases from the condensation of the sulfonamide compound with substituted benzene and heterocyclic aldehyde. It has been found that these analogues act as inhibitors to CAI, CAII and CAIV isoenzymes and show equally high affinity. Lin et al. (2008) synthesized two series of benzenesulfonamide analogues containing 4-benzylidene amino- and 4-phenyliminomethyl- moieties and reported that these analogues selectively inhibit the cyclooxygenase-2 (COX-2) enzyme. Naaz et al. (2018) synthesized benzimidazole, indazole, benzothiazole and thiazole sulfonamide derivatives, and the antibacterial and cytotoxic activities of these molecules were evaluated. Azzam et al. (2020) synthesized new benzothiazole hybrid compounds bearing the N-sulfonamide 2-pyridone pharmacophore group. The antiviral activities of these hybrid compounds against various viruses (HSV-1, HCVcc genotype 4, CBV4 and HAdV7) were evaluated in vitro. Some derivatives have been reported to show inhibitory activity against the USP7 enzyme. Luci et al. (2014) synthesized benzoxazole and benzooxazole based sulfonamide derivatives and investigated their inhibition effects on platelet type 12-LOX enzyme. It has been reported that these compounds provide excellent selectivity towards 12-LOX and show nanomolar (nM) potential.

Recently, molecular hybrids have been envisaged by combining at least two pharmacophore-specific moieties to modulate multiple disease targets simultaneously. (Ivasiv et al., 2019). The molecular hybridization design is appearing as a new approach to develop multifunctional hybrid molecules, involving the assembly of two or more pharmacophores in a scaffold (Abbot et al., 2017). The inclusion of at least two pharmacophores in a molecule will be the combined force in providing pharmacological activity and also increase its capacity to interact with multiple biological targets (Sandhu et al., 2014; Kerru et al., 2017). Therefore, the synthesis of such compounds has been of great interest to medicinal chemists. Inspired by this, in this study, we aimed to synthesize and characterize new hybrid molecules containing pharmacophore fragments such as benzothiazole, furan, thiophene and sulfonamide (Figure 2).

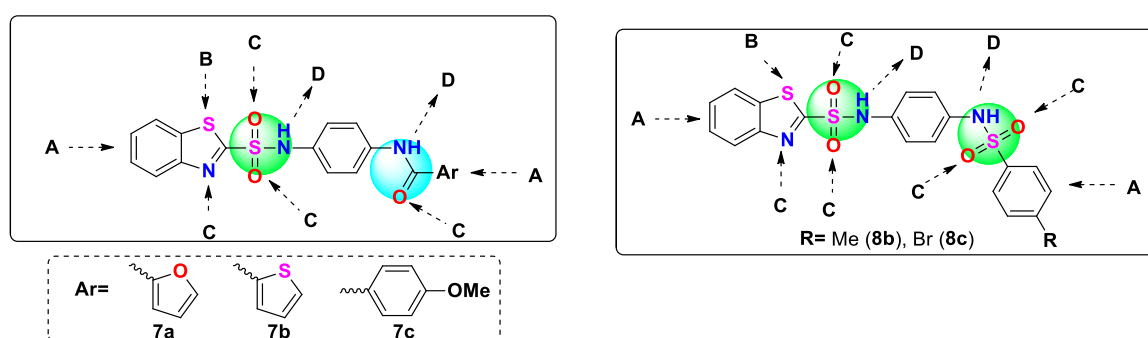


Figure 2. General chemical structure of title compounds **7a-c**, **8a-b** (A: hydrophobic aryl ring, B: Electron donor atom, C: Hydrogen bond acceptor; D: Hydrogen bond donor)

MATERIALS AND METHODS

All materials were purchased from commercial sources and used as received unless stated otherwise. Melting points of target compound **7a-c**, **8a-b** were determined in open glass capillaries on a WRS-2A Microprocessor melting-point devices. The IR spectra of **7a-c**, **8a-b** were recorded using an Alpha-P Bruker FTIR spectrophotometer. $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C NMR}$ spectra of **7a-c**, **8a-b** were recorded on a Bruker (400 MHz) spectrometers using deuterated dimethyl sulfoxide (DMSO- d_6) solution. NMR

spectra were processed with MestReNova program. HRMS spectra were recorded on an Agilent 6530 Accurate-Mass Q-TOF LC/MS system (Santa Clara, CA, USA).

Synthesis of N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)acetamide 5

4-Acetamidobenzene-1-sulfonyl chloride (6.66 mmol, 1.55 g) dissolved in 6 mL of pyridine. Benzo[d]thiazol-2-amine (6.66 mmol, 1 g) was then added to reaction mixture. The solution was heated to reflux for 2 h. The progress of the reaction was followed by TLC. After the starting compound was finished in the reaction medium, the crude product in pyridine was poured into acidified ice. The precipitate formed was filtered after maturation. It was then washed with water and dried in vacuo.

Synthesis of 4-amino-N-(benzo[d]thiazol-2-yl)benzenesulfonamide 6

N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)acetamide (4.89 mmol, 1.7 g) was stirred in 1 M NaOH solution (12.5 mL). The resulting mixture was heated to reflux for 2 h. Reaction was cooled down to room temperature and the crude mixture was treated with concentrated HCl solution to pH 6. The precipitate formed was filtered after maturation. It was then washed with water and dried in vacuo.

Synthesis of target compound 7

N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)acetamide (0.5 mmol, 152.7 mg) dissolved in 4 mL of pyridine and acyl chloride (0.5 mmol) was added to the resulting solution. The solution was stirred at room temperature for 4 h. After the starting compound was finished in the reaction medium, the crude product in pyridine was poured into acidified ice. The precipitate formed was filtered after maturation. It was then washed with water and dried in vacuo.

N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)furan-2-carboxamide 7a

White solid; yield: 81%; mp: 252-254 °C; ^1H NMR (400 MHz, d_6 -DMSO) δ 10.52 (s, 1H), 7.95 (d, $J = 6.7$ Hz, 2H), 7.89-7.69 (m, 4H), 7.40-7.36 (m, 2H), 7.30 (d, $J = 7.9$ Hz, 1H), 7.27-7.21 (m, 1H), 6.75 – 6.70 (m, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, d_6 -DMSO) δ 166.8, 156.4, 147.0, 146.1, 142.1, 136.4, 127.1, 127.0, 126.8, 124.8, 123.5, 122.6, 119.9, 115.5, 112.8, 112.3; FTIR (neat, cm^{-1}) 3345, 3102, 1665, 1593, 1526, 1398, 1143, 829, 749. HRMS (Q-TOF) m/z : ($M + H$) $^+$ calcd for $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$, 400.0426; found 400.0420 (Figure 3).

N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)thiophene-2-carboxamide 7b

White solid; yield: 79%; mp: 283-285 °C; ^1H NMR (400 MHz, d_6 -DMSO) δ 10.58 (s, 1H), 8.09 (d, $J = 3.4$ Hz, 1H), 7.97-7.94 (m, 2H), 7.89-7.86 (m, 3H), 7.79 (d, $J = 7.8$ Hz, 1H), 7.38 (t, $J = 7.5$ Hz, 1H), 7.31 (d, $J = 7.9$ Hz, 1H), 7.25 – 7.20 (m, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz d_6 -DMSO) δ 166.7, 160.2, 142.4, 139.4, 136.3, 136.2, 132.5, 129.8, 128.1, 127.2, 126.9, 124.7, 123.6, 122.7, 119.8, 112.7.; FTIR (neat, cm^{-1}) 3340, 3099, 1656, 1590, 1530, 1396, 1140, 830, 744. HRMS (Q-TOF) m/z : ($M + H$) $^+$ calcd for $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}_3$, 416.0197; found 416.0191 (Figure 4).

N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)-4-methoxybenzamide 7c

White solid; yield: 76%; mp: 294-296 °C; ^1H NMR (400 MHz, d_6 -DMSO) δ 13.19 (bs, 1H), 10.45 (s, 1H), 8.02 – 7.95 (m, 4H), 7.86 (d, $J = 8.8$ Hz, 2H), 7.79 (d, $J = 7.7$ Hz, 1H), 7.38 (t, $J = 7.4$ Hz, 1H), 7.31 (d, $J = 7.8$ Hz, 1H), 7.24 (t, $J = 7.6$ Hz, 1H), 7.06 (d, $J = 8.8$ Hz, 2H), 3.83 (s, 3H); ^{13}C NMR (100 MHz, d_6 -DMSO) δ 166.7, 165.3, 162.2, 143.0, 136.2, 136.0, 129.8, 127.2, 126.8, 126.4, 124.7, 123.5, 122.7, 119.8, 113.6, 112.7, 55.4.; FTIR (neat, cm^{-1}) 3354, 3101, 2905, 1673, 1591, 1539, 1395, 1141, 827, 742. HRMS (Q-TOF) m/z : ($M + H$) $^+$ calcd for $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$, 440.0739; found 440.0734 (Figure 5).

Synthesis of target compound 8

N-(4-(N-(benzo[d]thiazol-2-yl)sulfamoyl)phenyl)acetamide (0.5 mmol, 152.7 mg) dissolved in 4 mL of pyridine and arylsulfonyl chloride (0.5 mmol) was added to the resulting solution. The reaction was stirred at room temperature for 4 h. The progress of the reaction was followed by TLC. After the starting compound was finished in the reaction medium, the crude product in pyridine was poured into acidified ice. The precipitate formed was filtered after maturation. It was then washed with water and dried in vacuo.

N-(benzo[d]thiazol-2-yl)-4-(4-methylphenylsulfonamido)benzenesulfonamide **8a**

White solid; yield: 82%; mp: 254-256 °C; ^1H NMR (400 MHz, d_6 -DMSO) δ 13.16 (bs, 1H), 10.84 (s, 1H), 7.81-7.67 (m, 6H), 7.39-7.23 (m, 8H), 2.29 (s, 3H); ^{13}C NMR (101 MHz, DMSO) δ 166.7, 143.7, 141.5, 136.4, 136.2, 136.1, 129.8, 127.4, 127.2, 126.7, 124.7, 123.6, 122.6, 118.4, 112.7, 20.9.; FTIR (neat, cm^{-1}) 3193, 3064, 2918, 1536, 1395, 1134, 833. HRMS (Q-TOF) m/z : (M + H) $^+$ calcd for $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_3$, 460.0459; found 460.0453 (Figure 6).

N-(benzo[d]thiazol-2-yl)-4-(4-bromophenylsulfonamido)benzenesulfonamide **8b**

White solid; yield: 86%; mp: 288-290 °C; ^1H NMR (400 MHz, d_6 -DMSO) δ 13.16 (bs, 1H), 10.98 (s, 1H), 7.84-7.67 (m, 7H), 7.37 (t, $J = 7.6$ Hz, 1H), 7.32-7.18 (m, 4H); ^{13}C NMR (100 MHz, DMSO) δ 166.7, 141.1, 138.4, 136.8, 136.1, 132.5, 128.6, 127.5, 127.2, 127.2, 124.7, 123.6, 122.6, 118.8, 112.7.; FTIR (neat, cm^{-1}) 3200, 3059, 1593, 1536, 1392, 1134, 829, 740, 589. HRMS (Q-TOF) m/z : (M + H) $^+$ calcd for $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{BrN}_3\text{O}_4\text{S}_3$, 523.9408; found 523.9403 (Figure 7).

RESULTS AND DISCUSSION

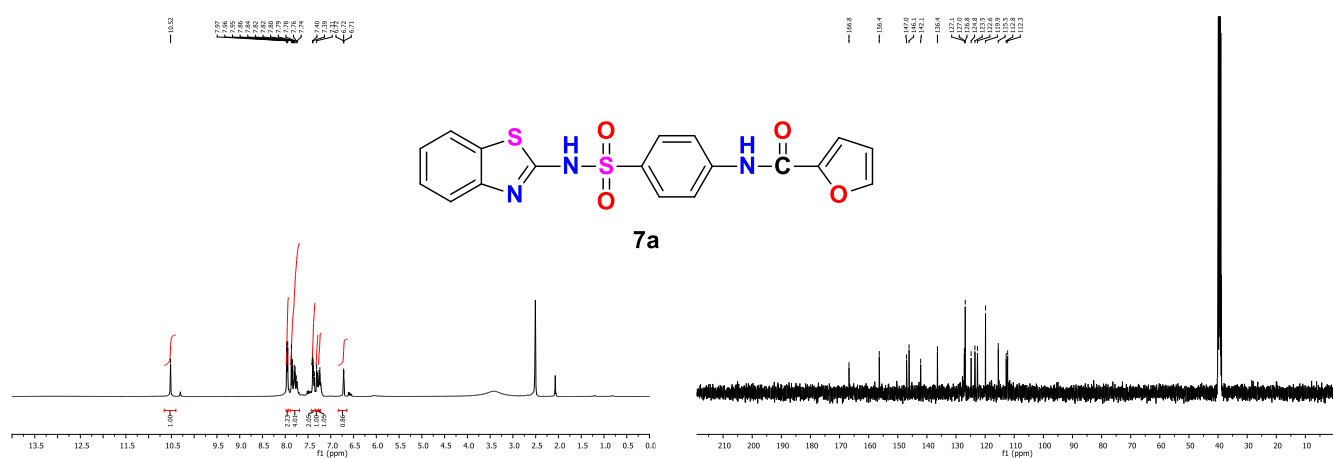
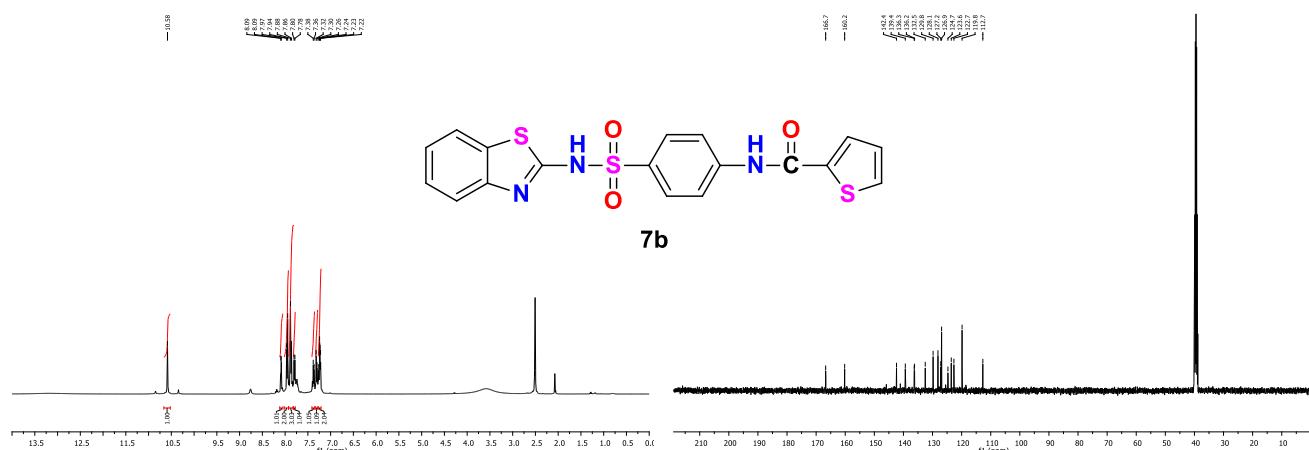
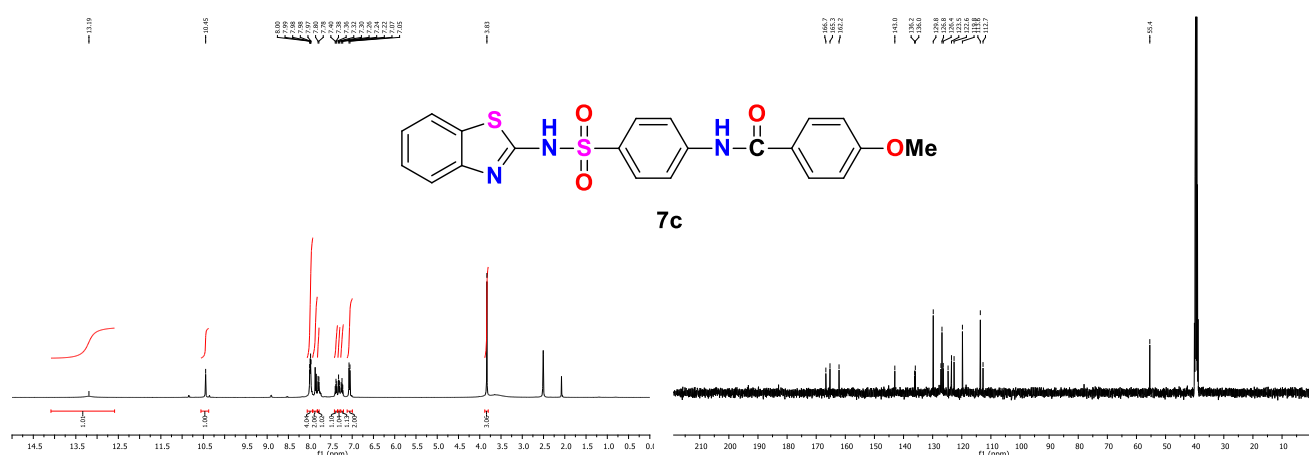
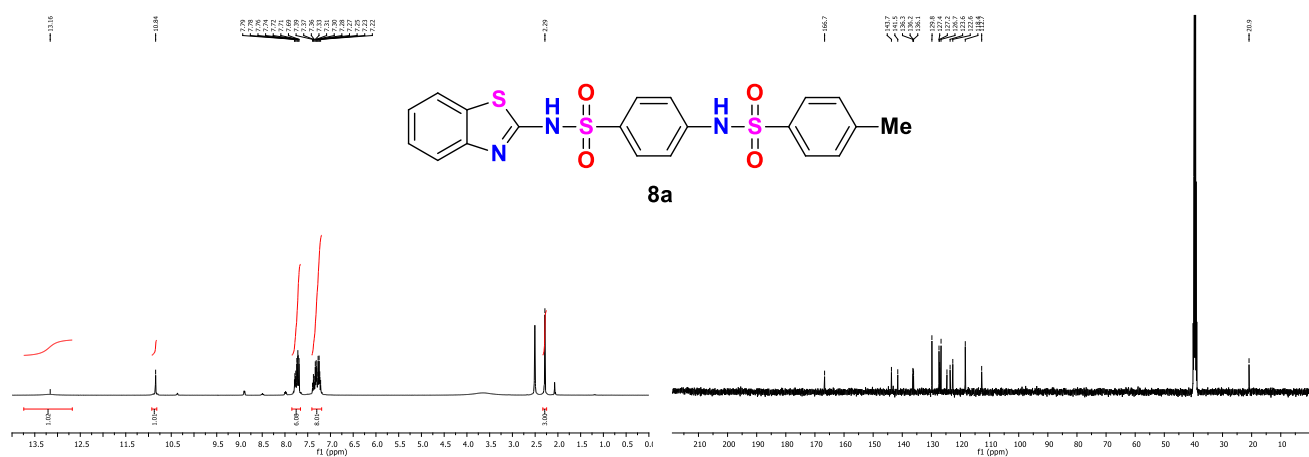


Figure 3. ^1H -NMR and ^{13}C -NMR spectrums of compound **7a**

Figure 4. $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$ spectra of compound **7b**Figure 5. $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$ spectra of compound **7c**Figure 6. $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$ spectra of compound **8a**

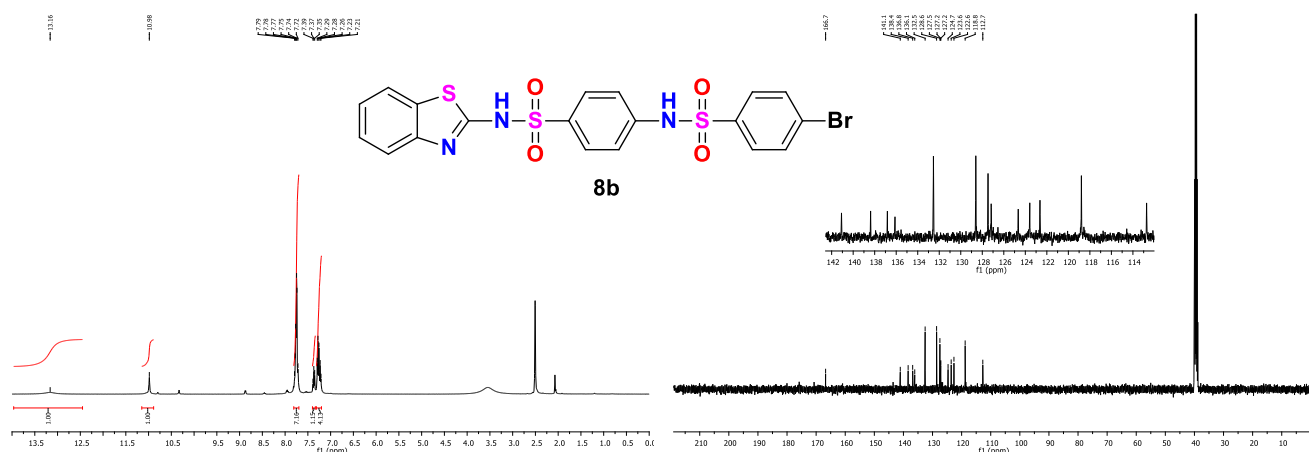


Figure 7. $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$ spectrums of compound **8b**

Initially, 4-amino-*N*-(benzo[d]thiazol-2-yl)benzenesulfonamide **6** was synthesized in two steps in high yield. According to this synthesis protocol, treating the benzo[d]thiazol-2-amine **4** with *p*-acetamidobenzene-1-sulfonyl chloride in pyridine, the desired product **5** was smoothly obtained in 74% yield. The obtained compound **5** was hydrolyzed in a basic medium. The reaction mixture was neutralized using 2 M HCl solution and the resulting solid was filtered off. The obtained solid can be passed to the next step without further purification. The corresponding aromatic amine derivative **6** was prepared in an 82% yield. Since aromatic amines are very weak bases, they can easily attack partial electropositive centres nucleophilically. From this point of view, in this study, we investigated the nucleophilic addition of amines to both aryl acyl chlorides and benzene sulfonyl chlorides having pharmacological groups. First, we performed the reaction of **6** with furan-2-carbonyl chloride. Since compound **6** is very polar, it is insoluble in polar aprotic solvents such as DCM and THF. Although it dissolves in polar protic solvents such as DMF and DMSO, it was not preferred due to the loss of yield that we may encounter in removing these solvents after the reaction. During this reaction, hydrogen chloride gas is released. When pyridine is used as a solvent, it will not only trap this gas but also accelerate nucleophilic addition. In this context, we performed the model reaction in pyridine at room temperature. The final product **7a** was obtained with 81% yield under optimized conditions. Then, when the same reaction was repeated with thiophene-2-carbonyl chloride and 4-methoxybenzoyl chloride, the resulting products **7b** and **7c** were achieved in 81% and 76% yield, respectively.

Secondly, it was started to synthesize bisulfonamide derivatives from the reaction of **6** with aryl sulfonyl chlorides. As in the above reaction, pyridine was used as both the base and the solvent in the sulfonation reactions. The reaction of **6** (1 equivalent) with tosyl chloride (1 equivalent) was carried out in pyridine at room temperature. Depletion of the starting compound was checked using TLC. After the starting compound was finished, the crude mixture was poured onto acidified ice. In this way, pyridine was converted to its salt form and dissolved in water. The organic precipitate formed was filtered and washed, and the product was purified from the reaction medium. Target compound **8a** was successfully obtained in 82% yield. Then, the same reaction conditions were repeated with 4-bromobenzenesulfonyl chloride compounds. As a result, two different bisulfonamide derivatives, unknown in the literature, were obtained with yields between 82% and 86%. Structure characterization of title compounds **7a-c**, **8a-b** were performed by taking $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, FT-IR and mass spectra (Figure 8).

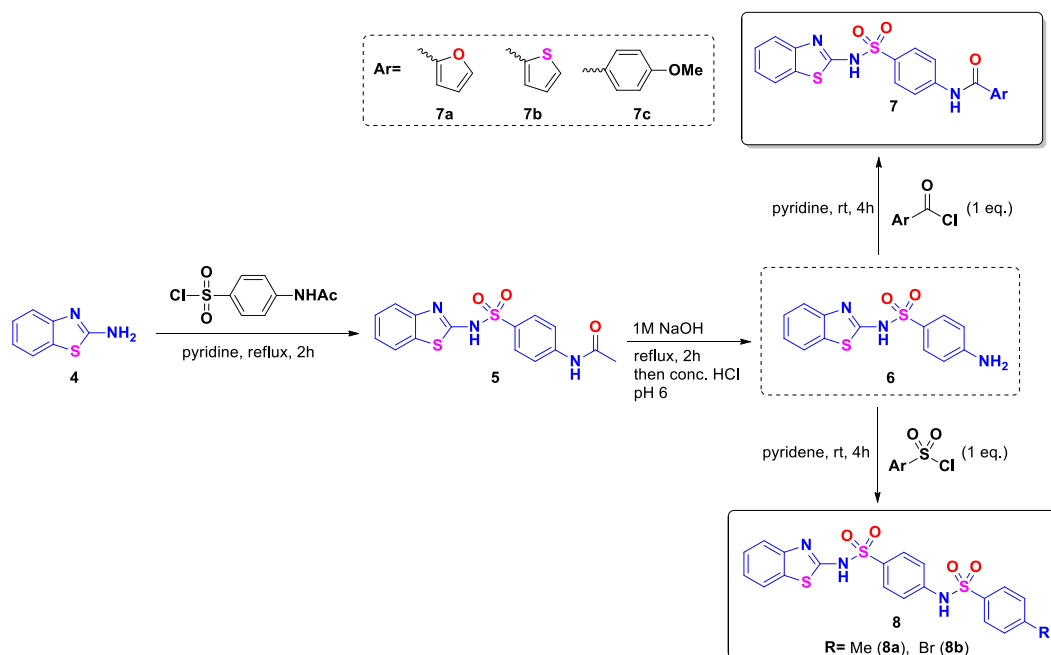


Figure 8. Synthesis design of new benzothiazole-based sulfonamide hybrid compounds **7a-c**, **8a-b**

CONCLUSION

As a result, new benzothiazole-based **7a-c** and **8a-b** hybrid analogues containing groups showing significant pharmacophore properties in a single molecule were synthesized in yields ranging from 76% to 86%. The structures of the title compounds were elucidated by spectroscopic techniques. In the outcome of ongoing synthesis studies, it is planned to synthesize new hybrid analogues and investigate the pharmacokinetics, pharmacological and chemotherapeutic effects of these structures.

Conflict of Interest

The author declares no competing financial interest.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

- Abbot V, Sharma, P, Dhiman S, Noolvi MN, Patel HM, Bhardwaj V, 2017. Small hybrid heteroaromatics: resourceful biological tools in cancer research. *RSC Advances*, 7: 28313–28349.
- Adkins JC, Faulds D, 1998. Amprenavir. *Drugs*, 55(6): 837-842.
- Aggarwal M, Kondeti B, McKenna R, 2013. Anticonvulsant/antiepileptic carbonic anhydrase inhibitors: a patent review. *Expert Opinion on Therapeutic Patents*, 23: 717-724.
- Azzam RA, Elboshi, HA, Elgemeie GH, 2020. Novel Synthesis and Antiviral Evaluation of New Benzothiazole Bearing N-Sulfonamide 2-Pyridone Derivatives as USP7 Enzyme Inhibitors. *ACS Omega*, 5: 30023–30036.
- Carta F, Supuran CT, 2013. Diuretics with carbonic anhydrase inhibitory action: a patent and literature review (2005-2013). *Expert Opinion on Therapeutic Patents*, 23: 681-691.
- Gulçin İ, Taslimi P, 2018. Sulfonamide inhibitors: a patent review 2013-present. *Expert Opinion on Therapeutic Patents*, 28: 541-549.
- Ivasiv V, Albertini C, Gonçalves AE, Rossi M, Bolognesi ML, 2019. Molecular hybridization as a tool for designing multitarget drug candidates for complex diseases. *Current Topics in Medicinal Chemistry*, 19: 1694-1711.

- Keri RS, Patil MR, Patil SA, Budagumpi S, 2015. A comprehensive review in current developments of benzothiazole-based molecules in medicinal chemistry, *European Journal of Medicinal Chemistry*, 89, 207-251.
- Kerru N, Singh P, Koorbanally N, Raj R, Kumar V, 2017. Recent advances (2015–2016) in anticancer hybrids. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 142: 179–212.
- Lin SJ, Tsai WJ, Chiou WF, Yang TH, Yang LM, 2008. Selective COX-2 inhibitors. Part 2: Synthesis and biological evaluation of 4-benzylideneamino-and 4-phenyliminomethyl-benzenesulfonamides. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 16: 2697–2706.
- Luci DK, Jameson JB, Yasgar A, Diaz G, Joshi N, Kantz A, Markham K, Perry S, Kuhn N, Yeung J, Kerns EH, Schultz L, Holinstat M, Nadler JL, Taylor-Fishwick DA, Jadhav A, Simeonov A, Holman TR, Maloney DJ, 2014. Synthesis and Structure-Activity Relationship Studies of 4-((2-Hydroxy-3-methoxybenzyl)amino) benzenesulfonamide Derivatives as Potent and Selective Inhibitors of 12-Lipoxygenase. *Journal of Medicinal Chemistry*, 57: 495–506.
- Lyseng-Williamson KA, Yang LPH, 2008. Spotlight on Topiramate in Epilepsy. *CNS Drugs*, 22: 171-174.
- Murata M, Horiuchi E, Kanazawa I, 2001. Zonisamide has beneficial effects on Parkinson's disease patients. *Neuroscience Research*, 41: 397-399.
- Naaz F, Srivastava R, Singh A, Singh N, Verma, R, Singh, VK, Singh RK, 2018. Molecular modeling, synthesis, antibacterial and cytotoxicity evaluation of sulfonamide derivatives of benzimidazole, indazole, benzothiazole and thiazole. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 26: 3414–3428.
- Nishimoria I, Vullo D, Innocenti A, Scozzafava A, Mastrolorenzo A, Supuran CT, 2005. Carbonic anhydrase inhibitors: Inhibition of the transmembrane isozyme XIV with sulfonamides. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 15: 3828-3833.
- Rouf A, Tanyeli C, 2015. Bioactive thiazole and benzothiazole derivatives. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 97, 911-927.
- Sandhu S, Bansal Y, Silakari O, Bansal G, 2014. Coumarin hybrids as novel therapeutic agents. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 22: 3806–3814.
- Supuran CT, Nicolae A, Popescu A, 1996. Carbonic anhydrase inhibitors. Part 35. Synthesis of Schiff bases derived from sulfanilamide and aromatic aldehydes: the first inhibitors with equally high affinity towards cytosolic and membrane-bound isozymes. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 31: 431-438.
- Supuran CT, Scozzafava A, 2000. Carbonic anhydrase inhibitors and their therapeutic potential. *Expert Opinion on Therapeutic Patents*, 10: 575–600.
- Supuran CT, Scozzafava A, 2000. Carbonic anhydrase inhibitors-Part 94. 1,3,4-Thiadiazole-2-sulfonamide derivatives as antitumor agents? *European Journal of Medicinal Chemistry*, 35: 867-874.
- Supuran CT, Scozzafava A, 2001. Carbonic Anhydrase Inhibitors. *Current Medicinal Chemistry*, 363: 61-97.
- Supuran CT, Scozzafava A, 2007. Carbonic anhydroses as targets for medicinal chemistry. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*. 15: 4336–4350.
- Wong D, Wang M, Cheng Y, Gerald GAF, 2005. Cardiovascular hazard and non-steroidal anti-inflammatory drugs. *Current Opinion in Pharmacology*, 5: 2014-210.

Atf İçin: Aytar E, Hartavi S, Kasumov VT, 2022. Tri-*tert*-bütilanilin Temelinde Yeni Sterik Engelli Salisilaldiminlerin Cu(II) Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu. İğdir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 908-917.

To Cite: Aytar E, Hartavi S, Kasumov VT, 2022. The Synthesis and Characterization of Cu (II) Complexes of New Sterically Hindered Salicylaldimines Based on Tri-*tert*-butylaniline. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 908-917.

Tri-*tert*-bütilanilin Temelinde Yeni Sterik Engelli Salisilaldiminlerin Cu(II) Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

Emine AYTAR^{1*}, Sümeyya HARTAVI¹, Veli Tarık KASUMOV¹

ÖZET: Primer aminler ile karbonil bileşiklerinin reaksiyonundan oluşan Schiff bazları yaygın bir şekilde ligant olarak kullanılan maddelerdir. Schiff bazları aminotiyoller, o- amino fenoller, α -amino asitler ve aminoalkollerin asetil aseton veya salisilaldehit katılması ile oluşturulabilir. Ligant olarak koordinasyon bileşiklerinin sentezinde geniş bir kullanım alanına sahip olan Schiff bazları ile birçok bilim insanı ilgilenmiş ve farklı bileşikler elde etmişlerdir. Schiff bazları endüstri, tıp, eczacılık, boya endüstrisi, tekstil sektörü gibi kimyanın pek çok alanında uygulama imkanı bulabilen bileşiklerdir. Özellikle biyokimya ve analitik kimya uygulamaları oldukça dikkat çekicidir. Eser element olan bakırın sağlık alanındaki rolü ve bakır komplekslerinin bilinen bir çok biyolojik aktiviteleri nedeniyle, Schiff bazı ligandları ile oluşturulan Cu(II) komplekslerinin fiziksel ve kimyasal davranışlarının incelenmesi oldukça önemlidir. Bu nedenle bu çalışmada; 2,4,6-tri-*tert*-butilanilin ile 3,5-di-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, 3-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit ve 5-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit reaksiyonundan yeni sterik engelli 3 adet salisilaldimin ligandı sentezlendi. Daha sonra elde edilen bu ligandların Cu(II) tuzu ile reaksiyonundan iki adet Cu(II) kompleksi olmak üzere toplam üç ligand ve iki metal kompleks sentezlendi. Sentezlenen tri-*tert*-butilanilin temelli yeni sterik engelli salisilaldimin ligand ve metal komplekslerinin yapıları, erime noktası, UV-Vis, FT-İr, elementel analiz, manyetik süseptibilite, ¹H NMR ve ¹³C NMR ile karakterize edildi.

Anahtar Kelimeler: Schiff bazı, Cu(II) kompleksleri, anilin, sentez

The Synthesis and Characterization of Cu(II) Complexes of New Sterically Hindered Salicylaldimines Based on Tri-*tert*-butylaniline

ABSTRACT: Schiff bases, which are formed by the reaction of primary amines and carbonyl compounds, are commonly used as ligands. Schiff bases can be formed by the addition of aminothiols, o-aminophenols, α -amino acids and aminoalcohols with acetyl acetone or salicylaldehyde. Many scientists have been interested with Schiff bases, which have a wide range of use in the synthesis of coordination compounds as ligands and have obtained different compounds. Schiff bases are compounds that can find application in many areas of chemistry such as industry, medicine, pharmacy, paint industry, textile industry. Especially biochemistry and analytical chemistry applications are quite remarkable. It is very important to examine the physical and chemical behavior of Cu(II) complexes formed with Schiff base ligands due to the role of the trace element copper in health and many biological activities of copper complexes. Therefore, in this study; the new sterically hindered three salicylaldimine ligands were synthesized from reaction of 2,4,6-tri-*tert*-butylaniline with 3,5-di-*tert*-butyl-2-hydroxybenzaldehyde, 3-*tert*-butyl 2-hydroxybenzaldehyde and 5-*tert*-butyl-2-hydroxybenzaldehyde. Then, 2 Cu(II) complexes from the Cu(II) salt of these ligands were synthesized. The Structures of new sterically hindered salicylaldimin ligand and metal complexes based on tri-*tert*-butylaniline synthesized were characterized by melting point, UV-Vis, FT-İr, elemental analysis, magnetic susceptibility, featured of ¹H NMR and ¹³C NMR.

Keywords: Schiff base, Cu(II) complexes, aniline, synthesis

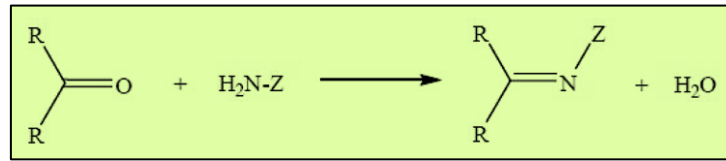
¹ Emine AYTAR (Orcid ID: 0000-0001-7572-8088), Sümeyya HARTAVI (Orcid ID: 0000-0002-4575-0820), Veli Tarık KASUMOV (Orcid ID: 0000-0001-5704-7801), Harran Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Şanlıurfa, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Emine AYTAR, e-mail: emineaytar@harran.edu.tr

Bu çalışma Sümeyya Hartavi'nin Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir. Bu çalışma 05-07 Haziran 2020 Tarihlerinde Şanlıurfa'da 'Uluslararası Göbeklitepe Uygulamalı Bilimler Kongresi' Sözlü sunum olarak sunulmuştur.

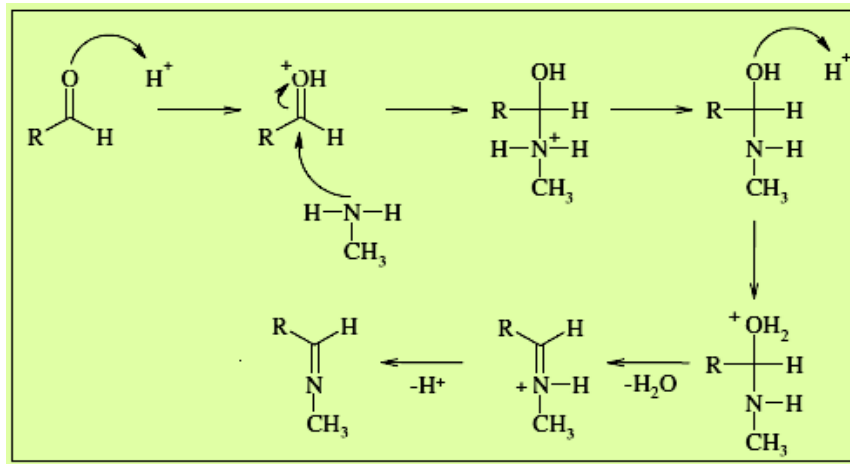
GİRİŞ

Schiff Bazları (İminler), ilk olarak 1864 yılında Alman kimyacı Schiff tarafından sentezlenen, yapısında C=N grubu bulunduran ve genellikle RCH=NR' formülü ile gösterilebilen bileşikler olması ile birlikte koordinasyon kimyasında yaygın bir şekilde ligant olarak kullanılan maddelerdir (Erdemir, 2007). İminler aminotiyoller, o- amino fenoller, α-amino asitler ve aminoalkollerin asetil aseton veya salisilaldehit katılması ile oluşturulabilir (Şekil 1). Schiff bazlarının (iminlerin) çok iyi azot donör ligant (>C=N-) olarak kullanımı da yaygın olarak bilinmektedir. Koordinasyon bileşiklerinin meydana gelişi esnasında ligant metal iyonuna bir yada daha fazla elektron çifti sunmaktadır. İminlerin oldukça kararlı 4, 5 yada 6 halkalı kompleks bileşikler meydana getirebilmesi için azometin grubuna olabildiğince yakın ve yer değiştirebilen hidrojen atomuna sahip bir diğer fonksiyonel grubun bulunması gereklidir. Bu durumda hidroksil grupları daha çok tercih edilmektedir (Fessenden ve Fessenden, 1990; Özbülbül, 2006).



Şekil 1. Genel olarak imin reaksiyonu (R: alkil yada aril, Z: alkil, aril ve hidroksil dışındaki moleküller)

Birincil (Primer) aminler ile karbonil bileşiklerinin reaksiyonundan oluşan Schiff bazları genel olarak iki ana basamaktan meydana gelmektedir. İlk adımda, birincil amin ile karbonil bileşiklerin kondenzasyonundan oluşan karbonil amin ara bileşik meydana gelmektedir. Sonraki basamakta ise meydana gelen karbonil amin ara bileşik dehidratasyonu sonucunda imin oluşmaktadır (Şekil 2). Böylece iminlerin oluşum mekanizmaları hidrazon bileşikleri, semikarbazon bileşikleri ve oksimlerin oluşum mekanizmaları ile benzerlik göstermektedir (Kıyak, 2013; Hartavi, 2019).



Şekil 2. İmin oluşumuna ait reaksiyon mekanizması

Schiff bazları, koordinasyon bileşiklerinin sentezinde ligant olarak sıklıkla kullanılmaktadır ve farklı özelliklere sahip bileşikler elde edilebilmektedir. Schiff bazları kullanım alanları ilaç, yapay patlayıcı olarak bilinen siklonik (RDX)'in hazırlanma aşaması, lastigin vulkanizasyonu işleminde hızlandırıcı ve bununla birlikte antioksidan olarak kullanılır. Genel olarak renksiz, saydam katılar olmasının yanında bazı bileşikler renklidir. Bu özelliklerinden yararlanılarak boya endüstri sanayisinde ve yaygın bir şekilde tekstil sektöründe boyarmadde şeklinde kullanılabilirler (Serin ve Gök, 1988; Öztürk, 1998). Bununla birlikte yaygın bir şekilde biyokimya ile analitik kimya bakımından da ciddi önem kazanmaktadır. İminlerin yapay oksijen taşıyıcı, enzimatik tepkimelerde ara ürün meydana getirme özellikleri ile birlikte birkaç metal iyonuna karşı seçici ve ona özgü tepkime oluşturarak

spektrofotometrik reaktif şeklinde analitik kimyada kullanımı da ciddi önem arz etmektedir. Meydana gelen iminler keskin erime noktasına sahip olduğu için karbonillerin yaygın bir şekilde bilinmesine ve metallerle kompleks bileşik oluşturabilme yetenekleri nedeniyle de metallerin miktarlarının tayin edilmesinde de kullanılmaktadırlar. Bununla birlikte iminler fungusid ile böcek öldürücü ilaçların yapımında da yer almaktadırlar (Duman, 2007; Karaca, 2018).

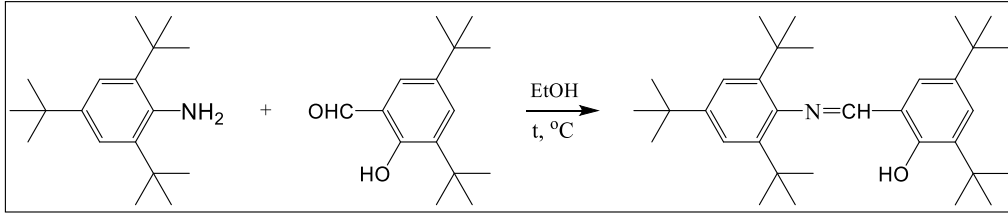
İmin komplekslerinin tıp dünyasındaki önemi antikanser aktivite özelliğinden dolayı da gittikçe artmaktadır. Reaktif olarak kanserle mücadele amacıyla araştırılmaktadırlar (Gündüz, 1987; Vigato ve Tamburini, 2004; Kasumov ve ark., 2014; Sak ve ark., 2021). Aromatik aminlerin imin bileşikleriyle yaygın bir şekilde kemoterapi çalışmalarında (Singh ve Rana, 1986; Allan ve ark., 1992; Redshaw, 2017), birkaç kimyasal tepkimede farklı substratlara oksijen taşıyıcı şeklinde (Sing ve Rana, 1986; Trafder ve Miah, 1986; Sharaby ve ark., 2017) kullanımı bilinmektedir. Biyolojik aktivite bakımından önemli olan Cu(II) kompleksleri ise antitümör, antiviral ile anti inflamatuvar ajanlar şeklinde bilinmektedirler. Özellikle imin ligandları ile meydana getirilen Cu(II) kompleks bileşikleri, biyolojik açıdan bakır sistemlerinin fiziksel ile kimyasal hareketlerinin incelenmesiyle ciddi bir şekilde örnek bileşikler oldukları da literatürdeki çalışmalardan belirlenmiştir (Reddy ve Reddy, 2000; Upadhyay ve ark., 2008; Dirisio ve ark., 2017; Roberts ve ark., 2017). Bu nedenle bu çalışmada; 2,4,6-tri-*tert*-butilanilin ile 3,5-di-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, 3-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit ve 5-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehitden yola çıkılarak yeni sterik engelli 3 adet salisilaldimin ligandı sentezlendi. Bu ligandların Cu(II) tuzu ile reaksiyonundan 2 tane Cu(II) kompleksi olmak üzere toplam 3 ligand ve 2 metal kompleks sentezlendi. Sentezlenen tri-*tert*-butilanilin temelli yeni sterik engelli salisilaldimin ligand ve metal komplekslerinin yapıları, erime noktası, UV-Vis, FT-İr, elementel analiz, manyetik süseptibilite, ¹H NMR ve ¹³C NMR ile karakterize edildi.

MATERYAL VE METOT

Deneyisel çalışmalarda laboratuvar ortamında saflaştırma ve sentez reaksiyonları için kullanılan tüm kimyasal malzemeler Sigma- Aldrich firmasından temin edildi. Kullanılan kimyasal maddeler: 2,4,6-tri-*tert*-butilanilin, 3,5-di-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, 3-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, 5-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, Cu(OAc)₂·H₂O, Asetik asit, Formik asit, Kloroform, Aseton, Asetonitril, Etanol, Metanol. Kullanılan cihazlar: Agilent ¹H ve ¹³C nükleer manyetik rezonans (NMR) 400 Mhz NMR Spektroskopi, Perkin-Elmer RXI FT-İr spektrometre, CHNS-932 (LECO) Elementel Analiz, Perkin Emler Lambda 25 UV-Vis Spektrofotometre, Erime noktası tayin cihazı Stuart Scientific SMP3 Melting Point Apparatus ve Manyetik süseptibilite Sherwood Scientific.

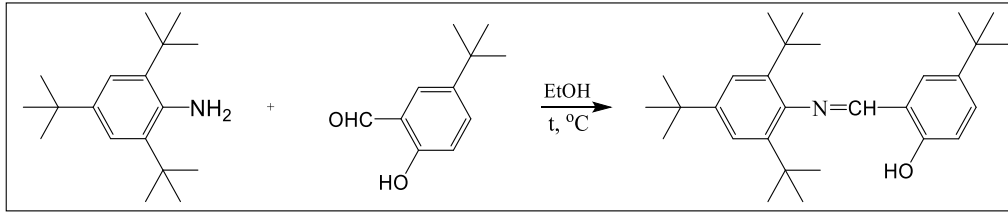
2,4-di-*tert*-butil-6-((2,4,6-tri-*tert*-butilfenil)imino)metil)fenol(L₁) Ligandının Sentezi

100 mL'lik balon içerisinde 2,4,6-tri-*tert*-butilanilin (260mg, 1mmol) 20 mL etanol ile çözülüp üzerine 3,5-di-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit (234mg, 1mmol) ilave edildi (Şekil 3). Reaksiyon ortamına katalizör olarak 2-3 damla formik asit eklendi ve karışım 1 saat geri soğutucu altında 70 °C'de ısıtıldı. Renk sarımsı olunca ortama katalizör olarak *p*-toluen sulfonik asit eklendi. 8 saat kaynatılarak tepkime sonlandırıldı. Çözelti bir behere alınarak hacmi 1/3 'ü buharlaşmaya kadar çeker ocakta soğumaya bırakıldığında çökelek oluştuğu gözlemlendi. Etanolle yıkanarak saflaştırıldı. Daha sonra vakum yapılarak kurutuldu ve madde 0.25 g olarak alındı. Verim: %61; Renk: Sarı; EN:178.5°C. Elementel Analiz (%): [C₃₃H₅₁NO] (M.A: 477.8 g/mol): C, 82.96; H, 10.76; N, 2.93; Bulunan (%): C, 80.23; H, 11.21; N, 3.11. ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃, δ ppm): 1.39 (3H, CH₃); 1.38 (6H, CH₃); 7.36 (2H, Ar-CH); 7.52-7.48 (2H, Ar-CH); 5.35(OH); 8.33(N=CH). ¹³C NMR (100.56 MHz, CDCl₃, δ ppm): 31.3; 31.6; 34.4; 34.5; 34.81; 36.3; 41.4; 117.7; 123.3; 128.3; 133.2; 137.7; 138.4; 142.1; 153.7; 160.0. UV-Vis (λ_{max}(nm)): 208, 235, 264 ve 336 (C₂H₅OH).

Şekil 3. L₁ bileşiğinin sentez şeması

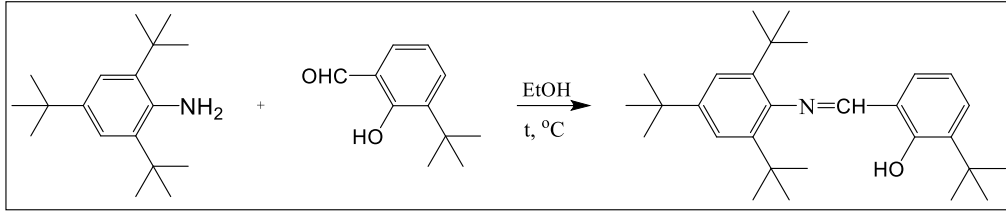
4-(*tert*-butil)-2-(((2,4,6-tri-*tert*-butilfenil)imino)metil)fenol(L₂) Ligandının Sentezi

100 mL'lik balon içerisinde 2,4,6-tri-*tert*-butilanilin (260mg, 1mmol) 20 mL etanol ile çözülüp üzerine 5-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit (178mg, 1mmol) ilave edildi (Şekil 4). Reaksiyon ortamına katalizör olarak 2-3 damla formik asit eklendi ve karışım 1 saat geri soğutucu altında 70 °C'de ısıtıldı. Renk sarımsı olunca ortama katalizör olarak *p*-toluen sulfonik asit eklendi. 8 saat kaynatılarak tepkime sonlandırıldı. Çözelti bir behere alınarak hacmi 1/3 'ü buharlaşmaya kadar çeker ocakta soğumaya bırakıldığında çökelek oluştuğu gözlemlendi. Etanolle yıkanarak saflaştırıldı. Daha sonra vakum yapılarak kurutuldu ve madde 0.18 g olarak alındı. Verim: %28; Renk: Turuncu; EN:124 °C. Elementel Analiz (%): [C₂₉H₄₃NO] (M.A: 421.7 g/mol): C, 82.60; H, 10.28; N, 3.32; Bulunan (%): C, 82.11; H, 9.73; N, 3.33. ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃, δ ppm); 1.37 (3H, CH₃); 1.39 (6H, CH₃); 7.38 (2H, Ar-CH); 7.34-7.72 (2H, Ar-CH); 5.33(OH); 8.38(N=CH). ¹³C NMR (100.56 MHz, CDCl₃, δ ppm): 31.3; 34.2; 34.8; 36.3; 41.4; 116.7; 118.1; 123.3; 126.8; 128.7; 133.2; 142.1; 146.6; 158.0; 160.0. UV-Vis (λ_{max}(nm)): 207, 231, 263 ve 330 (C₂H₅OH).

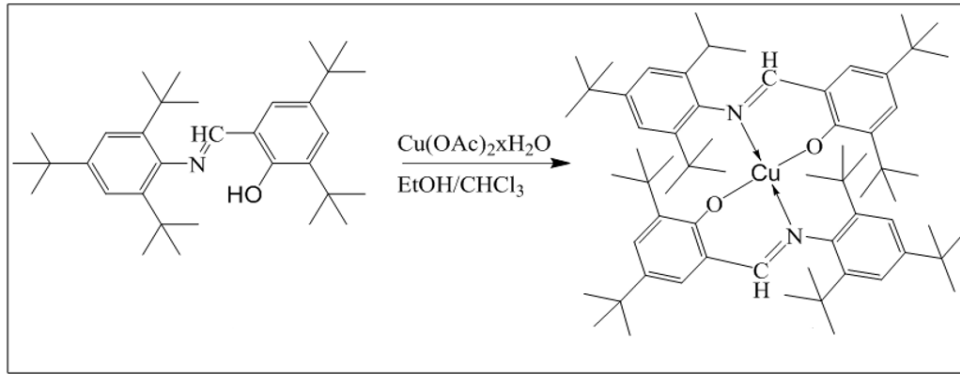
Şekil 4. L₂ bileşiğinin sentez şeması

2-(*tert*-butil)-6-(((2,4,6-tri-*tert*-butilfenil)imino)metil)fenol(L₃) Ligandın Sentezi

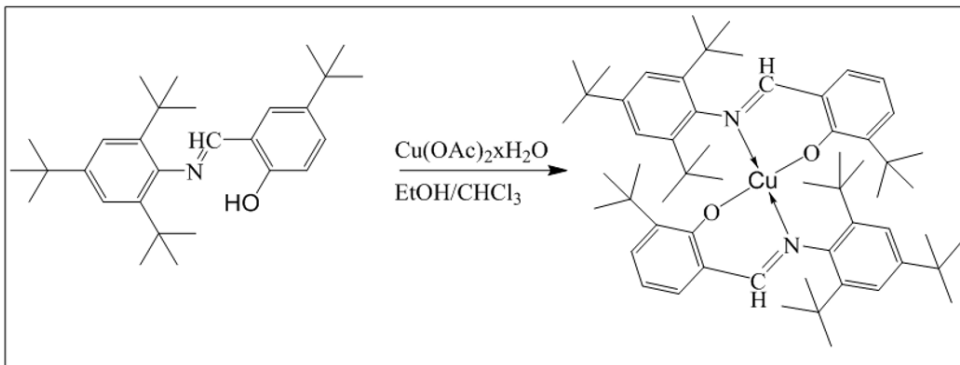
100 mL'lik balon içerisinde 2,4,6-tri-*tert*-butilanilin (260mg, 1mmol) 20 mL etanol ile çözülüp üzerine 3-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit (178mg, 1mmol) ilave edildi (Şekil 5). Reaksiyon ortamına katalizör olarak 2-3 damla formik asit eklendi ve karışım 1 saat geri soğutucu altında 70 °C'de ısıtıldı. Renk sarımsı olunca ortama katalizör olarak *p*-toluen sulfonik asit eklendi. 8 saat kaynatılarak tepkime sonlandırıldı. Çözelti bir behere alınarak hacmi 1/3 'ü buharlaşmaya kadar çeker ocakta soğumaya bırakıldığında çökelek oluştuğu gözlemlendi. Etanolle yıkanarak saflaştırıldı. Daha sonra vakum yapılarak kurutuldu ve madde 1.16 g olarak alındı. Verim: %49; Renk: Sarı; EN:117.4°C. Elementel Analiz (%): [C₂₉H₄₃NO] (M.A: 421.7 g/mol): C, 82.60; H, 10.28; N, 3.32; Bulunan (%): C, 81.29; H, 9.27; N, 3.34. ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃, δ ppm); 1.31 (3H, CH₃); 1.36 (6H, CH₃); 7.35 (2H, Ar-CH); 7.00-7.46 (2H, Ar-CH); 5.31(OH); 8.31(N=CH). ¹³C NMR (100.56 MHz, CDCl₃, δ ppm): 31.3; 31.6; 34.1; 34.81; 36.3; 41.4; 118.1; 121.0; 123.3; 129.0; 130.9; 133.2; 138.1; 142.1; 156.8; 160.0; 198.1. UV-Vis (λ_{max}(nm)): 207, 231, 263 ve 330 (C₂H₅OH).

Şekil 5. L₃ bileşiğinin sentez şeması**Cu(L₁)₂ Kompleksinin Sentezi**

L₁ ligandı (478mg, 1mmol) 40 mL etanolde çözüldü. Ayrı bir beherde Cu(OAc)₂·H₂O (99.83mg, 0.5mmol), 10 ml etanolle karıştırılarak ısıtılıp ligandın üzerine ilave edildi (Şekil 6). Renk koyu yeşil oldu. 1-2 saat ısıtılarak 15 mL kalana dek buharlaştırıldı. Çeker ocakta soğumaya bırakılıp çökelti oluştuğu gözlemlendi. Daha sonra çözücü uzaklaştırılıp, çökelti cam krozeden filtre edilerek alındı. Etanolle 2-3 kez yıkanıp kurutuldu. Elde edilen kompleks: 0.18 g, EN: 254.3 °C; Verim: % 67 Renk: Koyu yeşil. Elementel Analiz (%): [C₆₆H₁₀₀CuN₂O₂] (M.A: 1017.1 g/mol): C, 73.70; H, 9.90; N, 2.46; Bulunan (%): C, 74.65; H, 9.51; N, 2.53. $\mu_{\text{eff}}=1.87$ B.M. UV-Vis ($\lambda_{\text{max}}/(\text{nm})$, *omuz piki): 271, 334 ve 402* (C₂H₅OH).

Şekil 6. Cu(L₁)₂ kompleksinin sentez şeması**Cu(L₃)₂ Kompleksinin Sentezi**

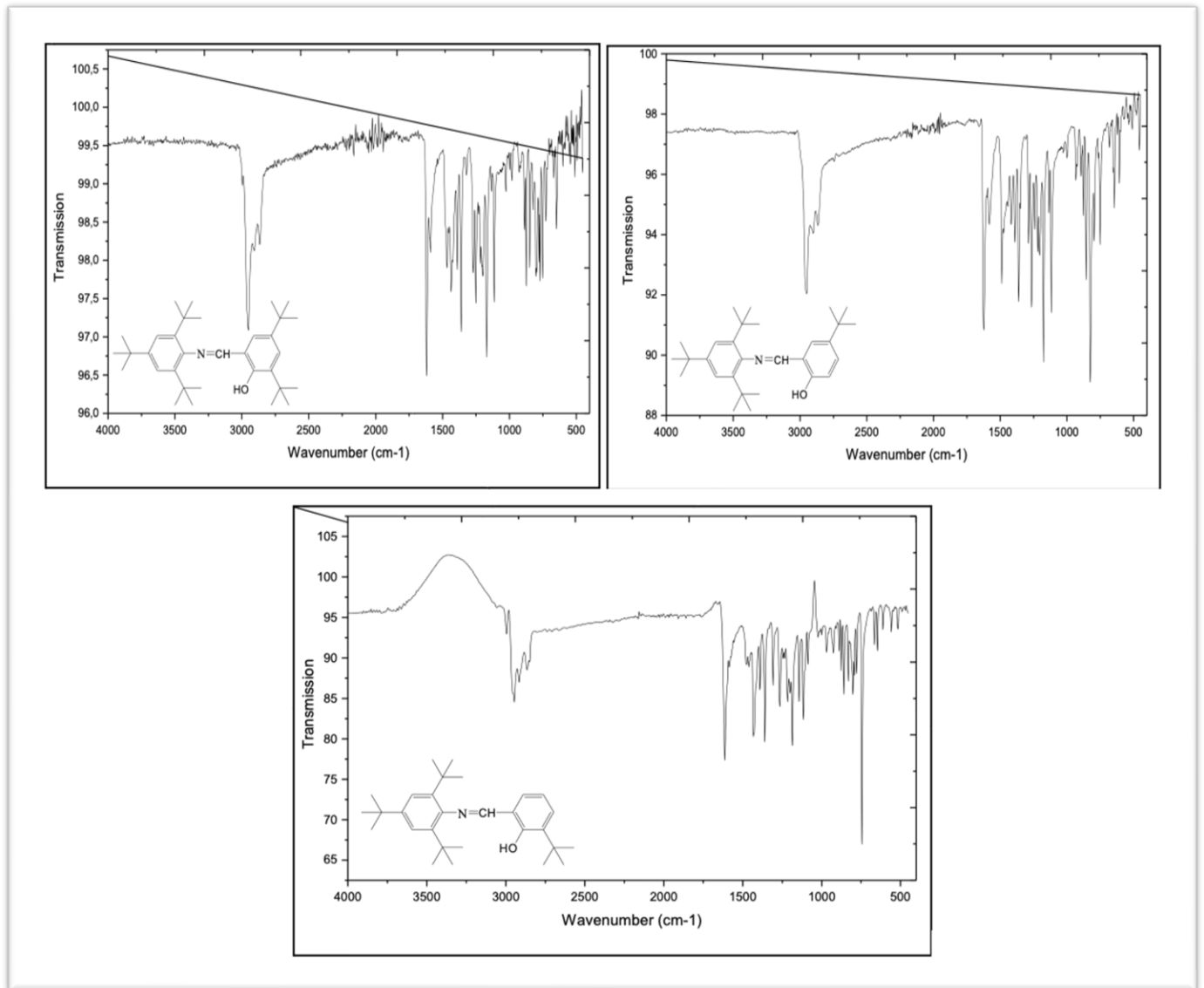
L₃ ligandı (422mg, 1mmol) 40 mL etanolde çözüldü. Ayrı bir beherde Cu(OAc)₂·H₂O (99.83mg, 0.5mmol), 10 mL etanolle karıştırılarak ısıtılıp ligandın üzerine ilave edildi (Şekil 7). Renk koyu yeşil oldu. Karışım 1-2 saat ısıtılarak 15 mL kalana dek buharlaştırıldı. Çeker ocakta soğumaya bırakılıp çökelti oluştuğu gözlemlendi. Daha sonra çözücü uzaklaştırılıp, çökelti cam krozeden filtre edilerek alındı. Etanolle 2-3 kez yıkandı ve sonra kurutuldu. Elde edilen kompleks: 0.196 g, EN: 174 °C; Verim : %62, Renk: Koyu yeşil. Elementel Analiz (%): [C₅₈H₈₄CuN₂O₂] (M.A: 904.9 g/mol): C, 72.40; H, 9.41; N, 2.72; Bulunan (%): C, 78.47; H, 9.29; N, 3.11. $\mu_{\text{eff}}=1.86$ B.M. UV-Vis ($\lambda_{\text{max}}/(\text{nm})$, *omuz piki): 271, 328 ve 401* (C₂H₅OH).

Şekil 7. Cu(L₃)₂ kompleksinin sentez şeması

BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada 2,4,6-tri-*tert*-bütilanilin ile 3,5-di-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, 3-*tert*-butilsalisilaldehit ve 5-*tert*-butilsalisilaldehitin reaksiyonundan üç adet Schiff bazı ligandı ve bu ligandların Cu(II) tuzu ile reaksiyonundan 2 adet Cu(II) metal kompleksleri literatürde yeni olarak sentezlenmiştir. Sentezlenen bütün bileşiklerin yapıları elementel analiz, erime noktası, ¹H NMR, ¹³C NMR, manyetik süseptibilite, UV-Vis ve FT-İr spektroskopisi kullanılarak aydınlatılmış ve ligand sisteminin öngörülen yapısı ile uyum içinde olduğunu göstermiştir.

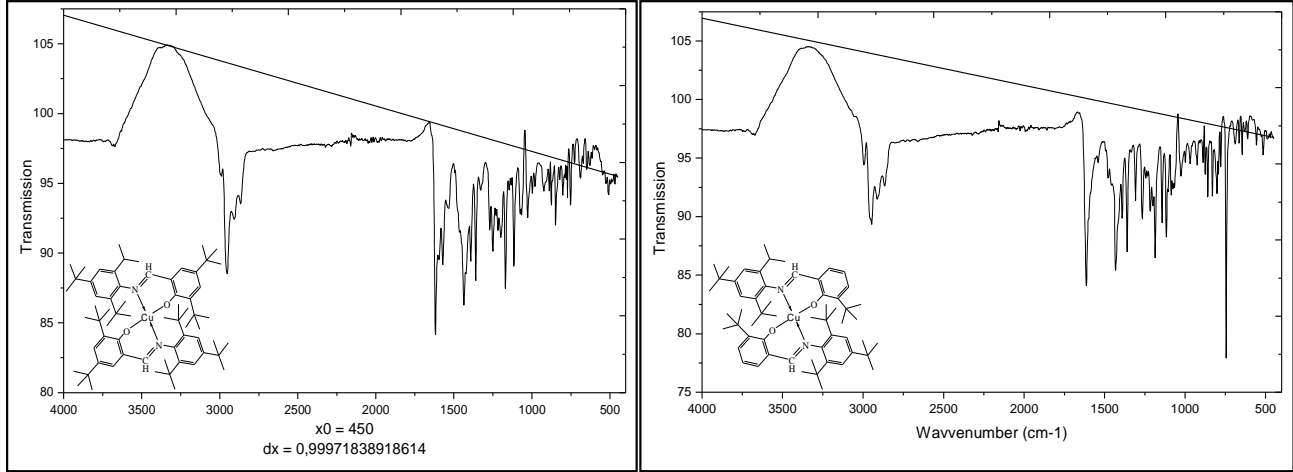
Schiff bazı metal komplekslerinin erime noktaları Schiff bazı ligantlarından beklenildiği üzere daha yüksek çıktı. Schiff bazı ligantların erime aralığı 117 – 178 °C arasında iken metal komplekslerinin ise 174 °C ve 254 °C olduğu tespit edildi. Schiff bazlarının renklerine bakıldığında sarı, turuncu, olmak üzere çeşitlilik gözlemlendi. Ligand bileşikleri için yapılan elementel analiz sonuçları ile teorik hesaplanan elementel analiz sonuçlarının birbirine oldukça yakın olduğu tespit edildi.



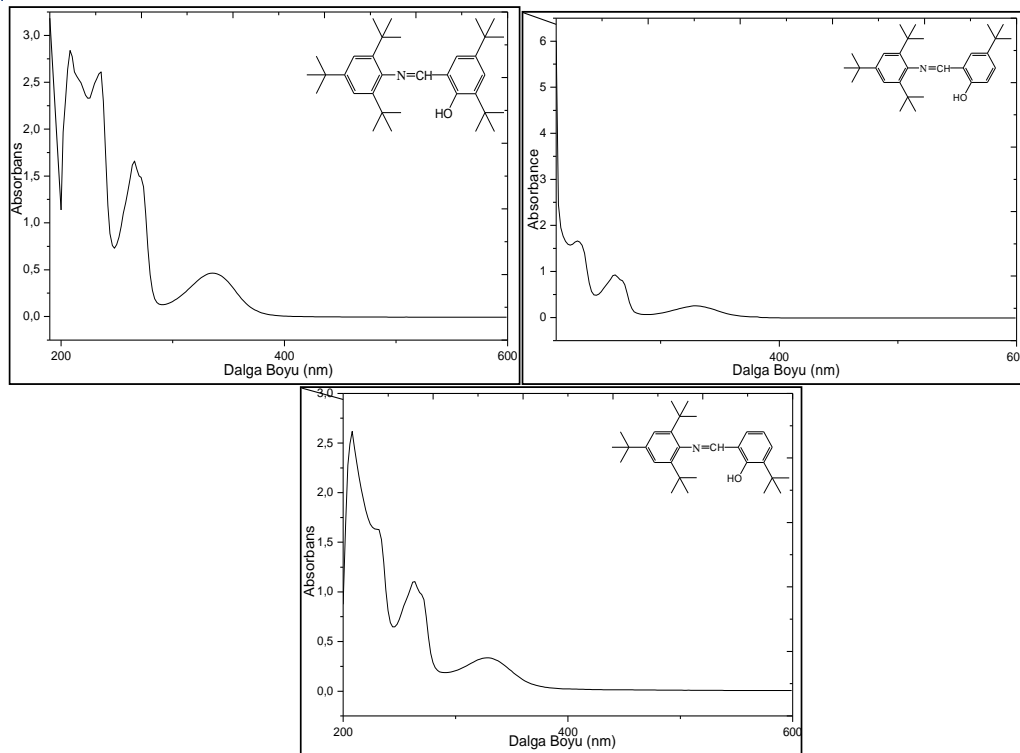
Şekil 8. L₁, L₂ ve L₃ ligantlarının FT-İr spektrumları

Sentezlenen ligandların FT-İr’de alınan spektrumlarından elde edilen sırasıyla 1620-1626 cm⁻¹ de görülen bandların bileşikteki C=N gruplarına ve 2849-2957 cm⁻¹ de gözlenen bandların ise C-H gruplarına ait olduğu gözlemlendi. Sentezlenen kompleks bileşiklerin FT-İr’de alınan spektrumlarından

elde edilen değerler beklenildiği gibi metal komplekslerin oluşumuna bağlı olarak sırasıyla 1615 cm^{-1} ve 1618 cm^{-1} de görülen bandların C=N grubuna bağlı olarak, sırasıyla $2857\text{--}2955\text{ cm}^{-1}$ de görülen bandların C-H grubuna bağlı olduğu gözlemlendi. Fonksiyonel gruplarda gözlenen kaymalardaki düşüş kompleks oluşumunun gerçekleştiğini ortaya koydu (Şekil 8,9).



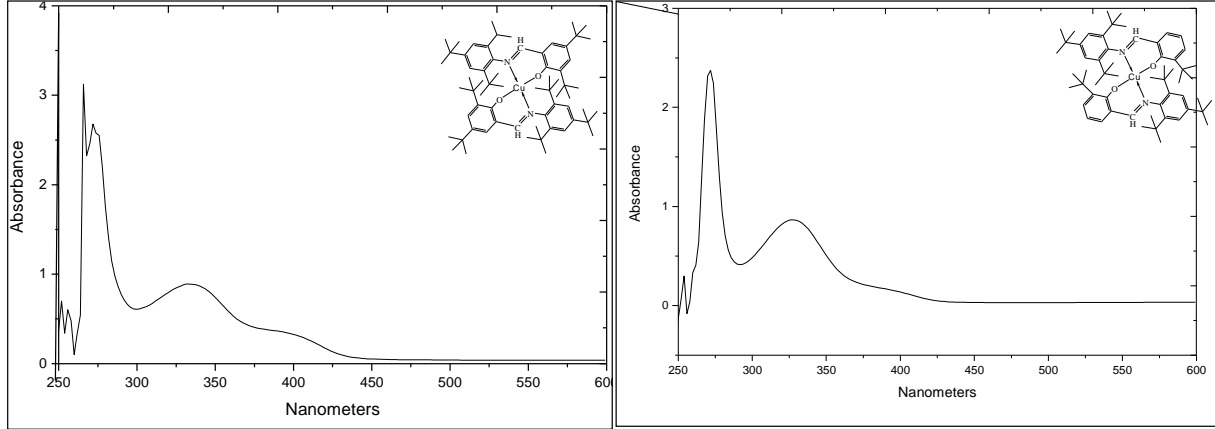
Şekil 9. Cu(L₁)₂ ve Cu(L₃)₂ kompleksinin FT-IR spektrumları



Şekil 10. L₁, L₂ ve L₃ ligantlarının UV-VIS spektrumları

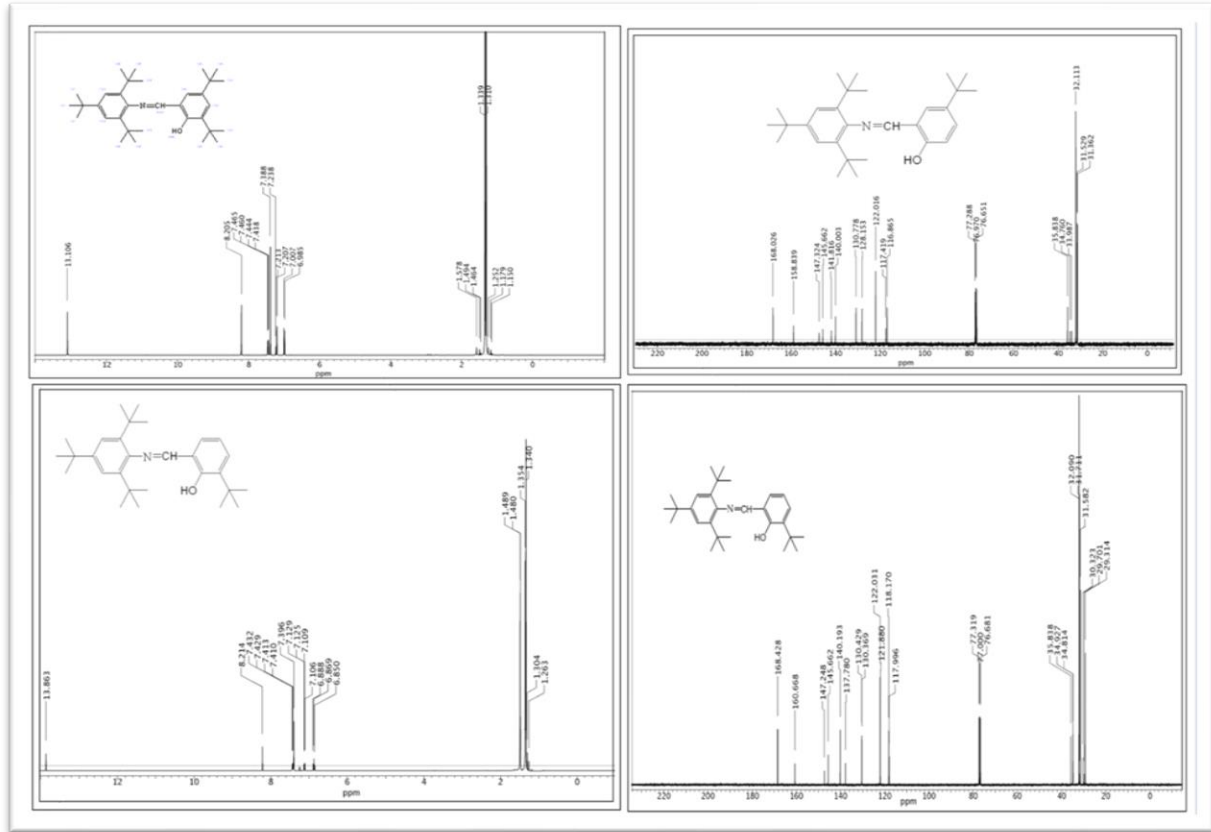
Yapılan çalışmada ligant ve metal kompleks bileşiklerinin UV çalışmaları her bir bileşik için etanolde alındı. Ligantların UV değerleri genel olarak 207-336 nm bölgeleri arasında ve metal komplekslerin UV değerleri genel olarak 271-402 nm bölgeleri arasında pik verildiği gözlemlendi. Ligantların spektrumlarından elde edilen 207-336 nm arasındaki geçişlerin $\pi-\pi^*$ ve $n-\pi^*$ geçişlerine ait olduğu görüldü. Eğer absorptans katsayısı (ϵ) 1000 üzerindeyse bu alanda bu piklerin ligand-metal yük transferi (MLCT) geçişlerinden kaynaklandığı bilinmektedir. Bu alanda metalden kaynaklanan d-d geçişleri veya ligandın $n-\pi^*$ absorptasyon katsayısı daha küçük olduğundan dolayı ligand-metal yük transferi (MLCT) geçişlerin altında kalır. Komplekslerde ise 271-402 nm aralığındaki piklerin $\pi-\pi^*$ ve

$n-\pi^*$ geçişlerini göstermektedir. Eğer absorbans katsayısı (ϵ) 1500 üzerindeyse bu alanda bu piklerin ligand-metal yük transferi (LMCT) geçişlerinden kaynaklandığı bilinmektedir (Kasumov ve ark., 2014). Bu alanda metalden kaynaklı d-d geçişleri veya kompleksin $n-\pi^*$ absorbans katsayısı daha küçük olduğundan dolayı ligand-metal yük transferi (LMCT) geçişlerin altında kalır (Şekil 10,11).



Şekil 11. Cu(L₁)₂ ve Cu(L₃)₂ komplekslerinin UV-VIS spektrumları

Ligandların NMR spektrumları dötoro kloroformda (CDCl₃) alınmıştır. Elde edilen kayma değerleri ligand sisteminin amaçlandığı gibi gerçekleştiğini göstermekte ve yapıyı desteklemektedir. Ligandların ¹H NMR spektrumlarında OH grubuna ait proton piki singlet ligandının kloroformda alınan ¹H NMR spektrumunda OH grubuna ait proton piki 13.10-13.86 ppm'de singlet, HC=N azometin grubunda proton piki 8.31-8.38 ppm'de singlet aromatik halkaya ait pikler 6.92-7.72 ppm'de multipler pik şeklinde gözlenmektedir (Şekil 12).



Şekil 12. L₁, L₂ ve L₃ ligantlarının ¹H NMR ve ¹³C NMR spektrumları

SONUÇ

Araştırma sonuçlarına göre; 2,4,6-tri-*tert*-bütilanilin ile 3,5-di-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit, 3-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit ve 5-*tert*-butil-2-hidroksibenzaldehit reaksiyonundan yeni sterik engelli 3 adet salisilaldimin ligandı sentezlendi. Daha sonra elde edilen bu ligandların Cu(II) tuzu ile reaksiyonundan 2 tane Cu(II) kompleksi olmak üzere toplam 3 ligand ve 2 metal kompleks sentezlendi. Sentezlenen tri-*tert*-bütilanilin temelli yeni sterik engelli salisilaldimin ligand ve metal komplekslerinin yapıları, erime noktası, UV-Vis, FT-İr, elementel analiz, manyetik süseptibilite, ¹H NMR ve ¹³C NMR ile karakterize edildi.

Çalışmada hazırlanan Schiff bazları ve bunların Cu(II) kompleksleri ilk kez sentezlenmiştir. Sentezlenmiş olan bu bileşiklerin biyolojik ve katalitik aktivitelerinin incelenmesiyle yüksek aktivite göstereceği öngörülmektedir. Bununla birlikte, literatürde yer alan Schiff bazlarında tersiyer bütil grupları bulunduran bileşikler ile gerçekleştirilen antikanser çalışmalarında aktiviteyi olumlu etkilemesi (Kasumov ve ark., 2014) ve bu nedenle sentezlenmiş olan bileşiklerin yapısında yer alan tersiyer bütil gruplarının da literatürden farklı olarak molekülün her iki tarafında da bulunması ile aktiviteyi arttıracak yönde bir katkı sağlayacağı ortaya konmaktadır. Literatürde yeni olan bu bileşiklerin diğer bilimsel çalışmalarda da öncü olacağı düşünülmektedir. Bununla birlikte salisilaldiminler alanında da yeni olan bu bileşiklerin ilgili alana da önemli katkı sağlayacağı öngörülmektedir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Harran Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü (HÜBAP) tarafından “16195 ve 18205” kodlu proje ile desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Allan JR, Gardner AR, Mccloy B ve Smith WE, 1992. Structural and Thermal Studies of the Chlorocomplexes of Cobalt, Nickel and Copper with 2,6- Diaminopyridine and an Assessment of their Suitability as Antistatic Additives for Polyethylene. *Thermoch Acta*, 208:125-131.
- Dirisio RJ, Armstrong JE, Frank MA, Lake WR, Mcnamara WR, 2017. Cobalt Schiff-Base Complexes For Electrocatalytic Hydrogen Generation. *Dalton Transactions*, 46:10418-10425.
- Duman H, 2007. 1,10-Fenantrolin Türevi Bir Schiff Bazı ve Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi Spektroskopik ve Termal Analizi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Erdemir S, 2007. Schiff Bazı ve Polimerlerinin Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu ve Oksidasyon Olarak Etkilerinin İncelenmesi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Fessenden RJ, Fessenden JS, 1990. Organik Kimya. Güneş Kitabevi, s.16-192.
- Gündüz T, 1987. Enstrümental Analiz. Gazi Kitabevi, s.71-185.
- Hartavi S, 2019. Trimetil Anilinler Temelinde Yeni Sterik Engelli Salisilaldiminlerin Cu (II) ve Pd (II) Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Karaca EO, 2018. Synthesis of New Schiff Base Compounds And Identification of Their Structures. *Journal of Polytechnic-Politeknik Dergisi*, 21(1):245-249.

- Kasumov VT, Süzergöz F, Sahin E, Çelik Ö, Aslanoğlu M, 2014. Synthesis, characterization and effect of the fluorine substitution on the redox reactivity and in vitro anticancer behaviors of N-polyfluorophenyl-3, 5-di-*tert*-butylsalicylaldehydes and their Cu (II) complexes. *Journal of Fluorine Chemistry*, 162: 78-89.
- Kıyak S, 2013. İki Uçlu Schiff Bazlarının Sentezi ve Salen Heteronükleer Komplekslerin İncelenmesi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Özbülbül A, 2006. Oligofenol Esaslı Yeni Tip Oligomer Schiff Bazlarının Sentezi ve Karakterizasyonu, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Öztürk NS, 1998. Değişik Piridin Aldehitler ile Çeşitli Anilinlerden Türeyen Schiff Bazlarının Sentezi ve Bazı Geçiş Metal Komplekslerinin Hazırlanması, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Reddy KH, Reddy PS, 2000. Nuclease Activity of Mixed Ligand Complexes of Copper(II) with Heteroaromatic Derivatives and Picoline. *Transition Metal Chemistry*, 25(5):505-510.
- Redshaw C, 2017. Use of Metal Catalysts Bearing Schiff Base Macrocycles For The Ring Opening Polymerization (Rop) of Cyclic Esters. *Catalysts*, 7(5):165-176.
- Roberts DW, Schultz TW, Api AM, 2017. Skin Sensitization Qmm For Hript Noel Data: Aldehyde Schiff-Base Domain. *Chemical Research in Toxicology*, 30(6):1309- 1316.
- Sak ZHA, Süzergöz F, Kasumov VT, Gürol AO, 2021. Anticancer Properties of Fluorinated Aminophenylhydrazines on A549 Lung Carcinoma Cell Line. *Iranian Journal of Public Health*, 50(3): 550-556.
- Serin S, Gök Y, 1988. Hidroksi Schiff Bazı Metal Komplekslerinin Tekstil Boyamacılığında Kullanabilirliğinin İncelenmesi. *Türk Kimya Derneği*, 12(3):325- 331.
- Sharaby CM, Amine MF, Hamed AA, 2017. Synthesis, Structure Characterization and Biological Activity of Selected Metal Complexes of Sulfonamide Schiff Base as A Primary Ligand and Some Mixed Ligand Complexes with Glycine as A Secondary Ligand. *Journal of Molecular Structure*, 1134:208-216.
- Singh DP, Rana VB, 1986. Dinuclear Trivalent Chromium, Manganese, Iron and Cobalt Complexes Bridges by Aromatic Diamines. *Transition Metal Chemistry*, 11(1):23-26.
- Trafder MTH, Miah MAL, 1986. Novel Peroxo Complexes of Zirconium Containing Organic-Ligands. *Inorganic Chemistry*, 25(13):2265-2268.
- Upadhyay KK, Kumar A, Upadhyay S, Mishra PC, 2008. Synthesis, Characterization, Structural Optimization Using Density Functional Theory and Superoxide İon Scavenging Activity of Some Schiff Bases. *Journal of Molecular Structure*, 873:5-16.
- Vigato PA, Tamburini S, 2004. The challenge of Cyclic and Acyclic Schiff Bases and Related derivatives. *Coordination Chemistry Reviews*, 248:1717-2128.

Atf İçin: Korkmaz A, 2022. Synthesis, Characterization, ADMET prediction, and Molecular Docking Studies of Novel Coumarin Sulfonate Derivatives. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 918-932.

To Cite: Korkmaz A, 2022. Synthesis, Characterization, ADMET prediction, and Molecular Docking Studies of Novel Coumarin Sulfonate Derivatives. Journal of Institute of Science and Technology, 12(2): 918-932.

Synthesis, Characterization, ADMET prediction, and Molecular Docking Studies of Novel Coumarin Sulfonate Derivatives

Adem Korkmaz^{1*}

ABSTRACT: It was depicted that the coumarin sulfonate derivatives were synthesized and reported tyrosinase and pancreatic lipase inhibitory effects *in silico* application. In addition, the coumarin compounds were designed by introducing a sulfonyl group bearing functional groups such as nitro, methoxy, chlorine, methyl, and bearing naphthyl and thiophenyl motifs. The characterizations of the coumarin sulfonate derivatives were carried out utilizing ¹H NMR, ¹³C NMR, and HRMS analyses. Also, pancreatic lipase and tyrosinase inhibitory activities *in silico* application of the coumarin sulfonate compounds were studied using AutoDock Vina and Chimera software. Moreover, the absorption, distribution, metabolism, excretion, and toxicity properties of the coumarin sulfonate derivatives were performed to explore the properties of target compounds using the preADMET program. Overall, these results exhibited that compound **2c** could accomplish as a potential pancreatic lipase inhibitory.

Keywords: Coumarin sulfonate compounds, tyrosinase, pancreatic lipase, molecular docking, ADMET

INTRODUCTION

Organic compounds bearing the coumarin motif are a class of structure used in many fields such as drug discovery, cosmetics industry, and food industry (Carneiro et al., 2021; Dorababu, 2022). The having such biological properties of coumarin derivatives pointed out the importance of these compounds (Li et al., 2022). Although coumarin motifs were discovered past time, these compounds have been continued interest by researchers (Tolba et al., 2022). An example of these studies recently was reported human cancer activities of fused tricyclic coumarin sulfonate derivatives with effective results (El-Gamal et al., 2014). Also, the coumarin scaffolds have been used on structure-activity relationships in anti-HIV studies (Xu et al., 2021). In addition, coumarin sulphonate derivatives were reported as alkaline phosphatase inhibition (Iqbal et al., 2018). In another study, sulfonate derivatives bearing coumarin fragments were investigated for their reactive oxygen species (ROS) inhibitory effect (Salar et al., 2018).

Enzymes are important objectives for ordered metabolism. So, enzyme inhibition studies are a vital route to treating metabolic disorders (Bursal et al., 2021; Buldurun et al., 2020; Turkan et al., 2019; Taslimi et al., 2019; Cetin et al., 2021a; Cetin et al., 2021b). Furthermore, tyrosinase and pancreatic lipase activity require to be controlled at particular levels to avoid the destructive conclusions of extreme melanin production. Various synthesized novel compounds for tyrosinase inhibitors have been still investigated but it should not be forgotten that side effects have existed (Korkmaz and Bursal, 2022a; Korkmaz and Bursal, 2022b). Tyrosinase inhibitors of synthetic compounds like arbutin, kojic acid, and hydroquinone have been still discussed as safe from a biosafety point of view due to their side effects. In this context, investigating effective tyrosinase inhibitors with fewer side effects has been still scanned by researchers (Zhang, et al., 2020). For example, peptides (Hariri, et al., 2020), benzothiazole (Korkmaz and Bursal, 2022a), flavones, (Arroo, et al., 2020), and Schiff bases (Alyar, et al., 2019), were investigated for tyrosinase inhibition effects. Moreover, recently, new compounds containing the coumarin motif fragment have been synthesized and their activities on the tyrosinase enzyme have been investigated (Ashooriha, et al., 2019). Pancreatic lipase is known to be a key enzyme for the treatment of obesity (Huo, et al., 2021). Pancreatic lipase inhibitors, which can reduce the absorption of lipids, are used in the treatment of obesity (Sultana, et al., 2020). Instead of orlistat, which has potent activity as a pancreatic lipase inhibitor, research is still ongoing for new and different inhibitors with fewer side effects.

This paper was evaluated the synthesis of novel coumarin sulfonate derivatives and their efficacy for skin problems and obesity by *in silico* application as inhibitors of tyrosinase and pancreatic lipase. Moreover, drug-likeness, pharmacokinetic and physicochemical properties of the novel coumarin sulfonate derivatives were evaluated by defining ADMET.

MATERIALS AND METHODS

General

The melting points of the compounds were obtained from Thermo scientific. The ^1H NMR and ^{13}C NMR spectra were analyzed by Bruker 400 spectrometer. HRMS spectra were analyzed at 6200 series TOF/6500 series Q-TOF B.08.00 (B8058.0, acquisition SW Version). The 7-hydroxy-4-methyl-2*H*-chromen-2-one (99.5%), 4-hydroxy-2*H*-chromen-2-one (98%), 2,5-dichlorobenzenesulfonyl chloride (98%), 2,5-dimethoxybenzenesulfonyl chloride (98%), 2-thiophenylsulfonyl chloride (96%), 4-methyl-5-nitrobenzenesulfonyl chloride (97%), 2-naphthylsulfonyl chloride (99%), 2,4,6-trimethylbenzenesulfonyl chloride (99%), hexane (95%), benzene (99%), *N,N*-dimethylformamide

(DMF, 99.8%), 2,4,6-trimethylbenzenesulfonyl chloride (99%), and triethylamine (TEA) (99.5%) were utilized without any purification.

The general synthesis process of the coumarin sulfonate derivatives

The TEA-mediated method was used to synthesize the novel coumarin sulfonate derivatives (Korkmaz and Bursal, 2022a; Korkmaz and Bursal, 2022b). The coumarin substrates (3.425 mmol) and TEA (4.110 mmol) were put into a 150 mL flask. Also, DMF solvent (2.7 mL) was put into the flask. Later, corresponding aryl sulfonyl chloride reagents (3.425 mmol) were added to the reaction vessel. The reaction time was scanned by checked Thin Layer Chromatography. Adding 10 mL of water to the reaction vessel was obtained crude product. The obtained product was filtered and dried with a desiccator. The resulted products were crystallized easily with benzene-hexane solvent (1:6).

2-Oxo-2H-chromen-4-yl thiophene-2-sulfonate (1a): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 67%; M.p. : 128-129 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 7.96-7.82 (m, 2H), 7.74-7.57 (m, 2H), 7.42-7.29 (m, 2H), 7.26-7.18 (m, 1H), 6.50-6.39 (m, 1H); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.6 (-C=O), 157.7, 153.4, 136.7, 136.3, 133.5, 133.4, 128.1, 124.6, 123.1, 117.0, 114.8, 104.0; HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₃H₈O₅S₂ [M+ H]⁺= 308.98 found 308.98919

2-Oxo-2H-chromen-4-yl 2-methyl-5-nitrobenzenesulfonate (1b): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 64%; M.p. : 162-165 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 8.93 (s, 1H), 8.50 (d, J= 8.2 Hz, 1H), 7.77-7.61 (m, 3H), 7.48-7.31 (m, 2H), 6.26 (s, 1H), 2.92 (s, 3H, CH₃); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.1 (-C=O), 157.2, 153.5, 146.2, 146.0, 135.4, 134.5, 133.7, 129.3, 125.5, 124.8, 122.8, 117.2, 114.5, 103.9, 20.8 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₆H₁₁NO₇S [M+ H]⁺= 362.03 found 362.03255

2-Oxo-2H-chromen-4-yl 2,4,6-trimethylbenzenesulfonate (1c): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 68%; M.p. : 141-143 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 7.78 (d, J=7.7 Hz, 1H), 7.61 (d, J= 7.4 Hz, 1H), 7.40-7.32 (m, 2H), 7.07 (s, 2H), 6.02 (s, 1H), 2.70 (s, 6H, 2 units of CH₃), 2.37 (s, 3H, CH₃); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.8 (-C=O), 158.0, 153.5, 145.2, 140.3, 133.2, 132.4 (2 units of Ar-C), 130.2, 124.6, 123.28, 123.29 116.9, 115.1, 102.5, 22.7 (2 units of CH₃), 21.5 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₈H₁₆O₅S [M+ H]⁺= 345.07 found 345.07866.

4-Methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl 2,4,6-trimethylbenzenesulfonate (2a): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 67%; M.p. : 166-167 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 7.57 (d, J=8.6 Hz, 1H), 7.12-7.06 (m, 1H), 7.00 (s, 2H), 6.83 (s, 1H), 6.26 (s, 1H), 2.58 (s, 6H), 2.42 (s, 3H), 2.35 (s, 3H); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.1 (-C=O), 153.8, 151.8, 151.7, 151.5, 144.5, 140.3, 132.0 (2 units of Ar-C), 130.0, 125.7, 118.7 (2 units of Ar-C), 114.9, 110.9, 22.7 (2 units of CH₃), 21.1 (CH₃), 18.7 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₉H₁₈O₅S [M+ H]⁺= 359.06 found 359.09400.

4-Methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl thiophene-2-sulfonate (2b): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 59%; M.p. : 156-158 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 7.80 (s, 1H), 7.75-7.59 (m, 2H), 7.16 (s, 2H), 7.04-6.93 (m, 1H), 6.31 (s, 1H), 2.47 (s, 3H, CH₃); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.0 (-C=O), 153.9, 151.6, 151.4, 135.8, 135.2, 134.0, 127.8, 125.8, 119.1, 118.7, 115.3, 110.8, 18.7 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₄H₁₀O₅S₂ [M+ H]⁺= 323.00 found 323.00346

4-Methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl naphthalene-2-sulfonate (2c): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 80%; M.p. : 156-157 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 8.42 (s, 1H), 8.12-7.85 (m, 4H), 7.83-7.63 (m, 2H), 7.54 (d, J=8.7 Hz, 1H), 7.09 (d, J=8.7 Hz, 1H), 6.94 (s, 1H), 6.26 (s, 1H), 2.40 (s, 3H, CH₃); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.0 (-C=O), 153.9, 151.6, 151.55,

151.50, 135.6, 131.8, 130.6, 129.97, 129.92, 129.5, 128.1, 125.79, 125.75, 122.5, 118.9, 118.6, 115.1, 110.9, 18.7 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₂₀H₁₄O₅S [M+ H]⁺= 367.06 found 367.06274

4-Methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl 2,5-dichlorobenzenesulfonate (2d): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 69%; M.p. : 180-181 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 7.93 (s, 1H), 7.65-7.59 (m, 3H), 7.21 (dd, J=8.7, J=2.3 Hz, 1H), 7.07 (d, J=2.2 Hz, 1H), 6.30 (s, 1H), 2.43 (s, 3H, CH₃); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 159.8 (-C=O), 154.0, 151.6, 150.8, 135.6, 134.3, 133.5, 133.4, 132.0, 131.5, 126.0, 119.3, 118.3, 115.3, 110.6, 18.9 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₆H₁₀Cl₂O₅S [M+ H]⁺= 384.96 found 384.96961.

4-Methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl 2,5-dimethoxybenzenesulfonate (2e): Color: White crystal (benzene-hexane (1:6)); yield: 59%; M.p. : 145-147°C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃), ppm: 7.58 (d, J=8.6 Hz, 1H), 7.32 (s, 1H), 7.26-7.16 (m, 2H), 7.12-6.99 (m, 2H), 6.28 (s, 1H), 4.00 (s, 3H, OCH₃), 3.77 (s, 3H, OCH₃), 2.43 (s, 3H, CH₃); ¹³C NMR, (400 MHz, CDCl₃), ppm: 160.1(-C=O), 153.9, 152.93, 151.8, 151.7, 125.6, 123.0, 122.7, 118.8, 118.6, 115.94, 115.93, 115.0, 114.16, 110.72, 56.9 (OCH₃), 56.0 (OCH₃), 18.7 (CH₃); HRMS (ESI) m/z: calculated for C₁₈H₁₆O₇S [M+ H]⁺= 377.06 found 377.06817.

Molecular docking

Molecular docking studies were implemented based on the processing published by us (Korkmaz and Bursal, 2022a; Korkmaz and Bursal, 2022b). UCSF Chimera, AutoDock Vina, Avogadro software, Biovia Discovery Studio Visualizer, and PyMOL visualization software have utilized the process (Trott and Olson, 2009; Pettersen, et al., 2004; Hanwell et al., 2012; Biovia, 2021; Schrödinger, 2021). The binding pocket coordinates with tyrosinase and pancreatic lipase were performed as center x,y,z: -7.59, 46.56, 84.98 / Size x,y,z: 11.00, 11.00, 11.00 and as center x,y,z: 54.73, 46.87, 122.10 / size x,y,z: 14, 14, 14 respectively.

Prediction ADMET studies

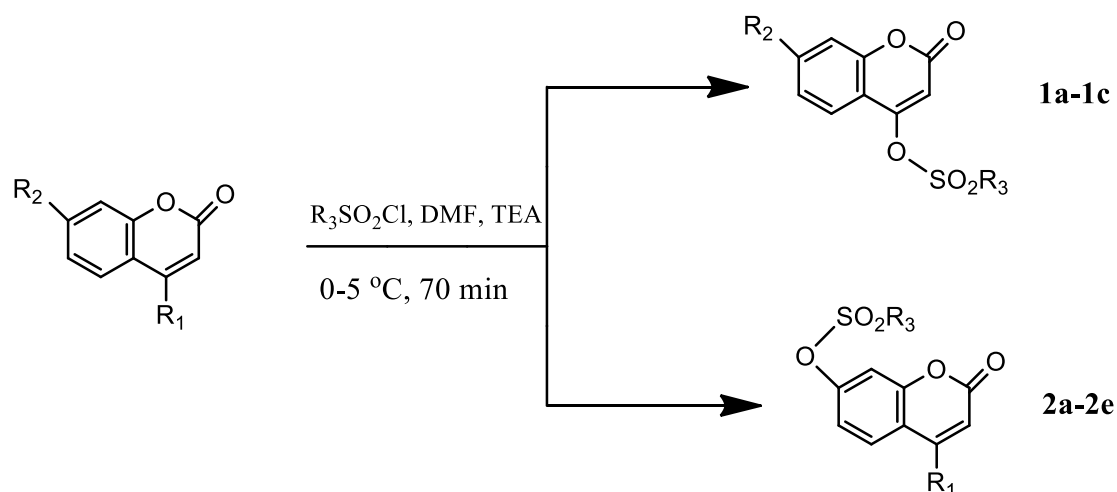
ADME, physicochemical properties, drug-likeness, and toxicity prediction of the coumarin sulfonate compounds were employed by using PreADMET and Molinspiration software (Lee, et al., 2017; Molinspiration, 2011).

RESULTS AND DISCUSSION

Chemistry

Coumarin sulfonate derivatives were carried out utilizing 4-hydroxy-2H-chromen-2-one and 7-hydroxy-4-methyl-2H-chromen-2-one with various functional aryl sulfonyl chloride reagents. In our previous studies, various bases were used for the synthesis of sulfonated derivatives (Korkmaz and Bursal, 2022a; Korkmaz and Bursal, 2022b). For example, 1,5-diazabicyclo[4.3.0]non-5-ene, TEA, *N,N*-diisopropylethylamine, potassium tert-butoxide, and 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-ene. As a result of our previous studies, TEA was found to be a more appropriate base in the reaction. In this context, TEA was used for the synthesis of coumarin sulfonate derivatives. The best reaction conditions were obtained at 0-5 °C, 70 min, and 1.2 TEA stoichiometric ratio.

Target coumarin sulfonate derivatives bearing both electron-withdrawing (such as chloride) and electron-donating substituents (Such as methoxy and methyl) were synthesized under mild reaction conditions (Scheme 1). Moreover, thiophenyl and naphthyl motifs have been achieved to integrate into target coumarin sulfonate derivatives.



	R_1	R_2	R_3
1a	OH	H	2-Thiophenyl
1b	OH	H	2-Me-5-NO ₂ C ₆ H ₃
1c	OH	H	2,4,6-(Me) ₃ C ₆ H ₂
2a	Me	OH	2,4,6-(Me) ₃ C ₆ H ₂
2b	Me	OH	2-Thiophenyl
2c	Me	OH	2-Naphthyl
2d	Me	OH	2,5-(Cl) ₂ C ₆ H ₃
2e	Me	OH	2,5-(MeO) ₂ C ₆ H ₃

Scheme 1. Synthetic route of synthesized **1a-1c** and **2a-2e**

The obtained coumarin derivatives were characterized by utilizing spectra (¹H NMR, ¹³C NMR, and HRMS). According to ¹³C NMR spectra, the carbonyl carbon peaks (-C=O) of the target compounds (**1a-1c** and **2a-2e**) were observed as 160.6, 160.1, 160.8, 160.1, 160.0, 160.0, 159.8, and 160.1 ppm, respectively (Figure 1). It was found that the observed carbon numbers of compounds **1a**, **1b**, **2b**, **2c**, **2d**, and **2e** (13C, 16C, 14C, 20C, 16C, and 18C, respectively) were compatible with the expected carbon numbers. It was observed that two methyl signals in the ortho position on compound **1c** overlapped as single signals at 22.7 ppm. Similarly, two Ar-C signals on compound **1c** overlapped as single signals at 132.4 ppm. In addition, it was defined that the two methyl signals (2 units of CH₃) in the ortho position on compound **2a** overlapped at 22.7 ppm as a single signal as well as four Ar-C signals were overlapped at 132.0 (2 units of Ar-C) and 118.7 ppm (2 units of Ar-C) as singlets. Also, expected two methoxy carbon signals in compound **2e** were found at 56.9 (OCH₃) and 56.0 ppm (OCH₃).

Furthermore, the observed ¹H NMR spectra of the target compounds were found suitable for the expected values of the peaks in the aromatic and aliphatic regions (Figure 2). Moreover, the HRMS spectra results of the target compounds (**1a-1c** and **2a-2e**) were observed as [M⁺H]⁺ values (Figure 3).

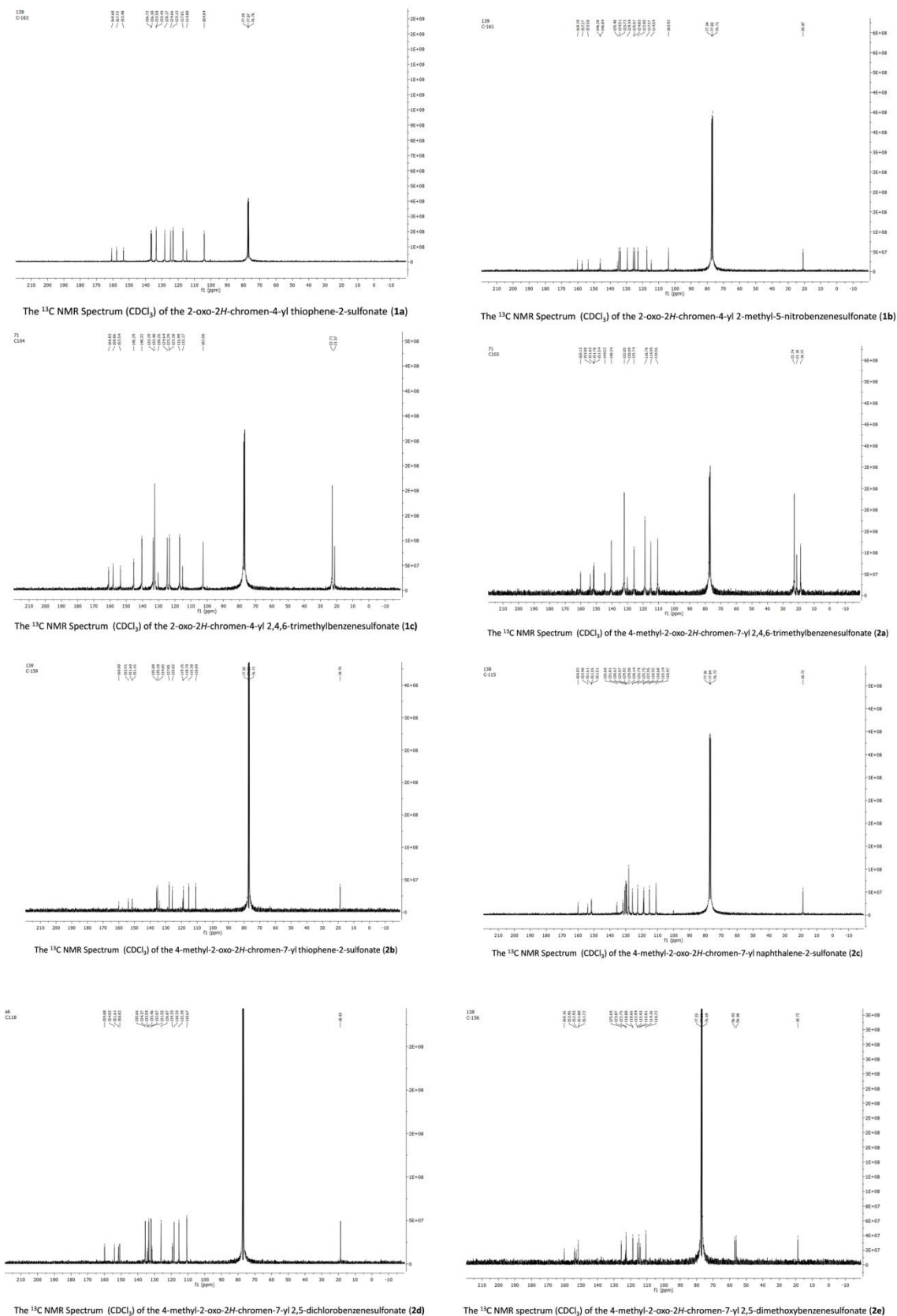


Figure 1. The ^{13}C NMR spectra (CDCl_3) of the coumarin sulfonate derivatives (**1a-1c** and **2a-2e**)

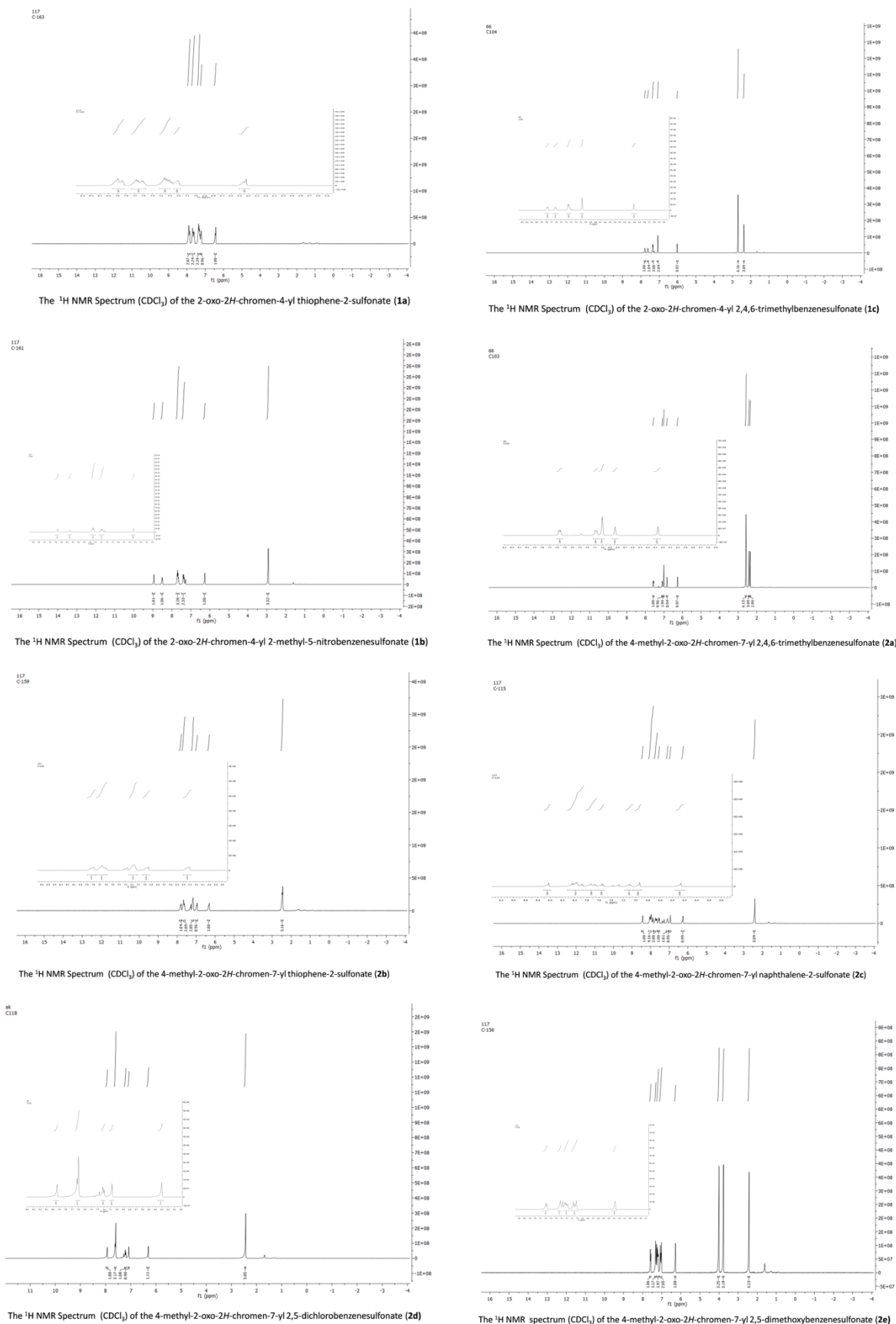
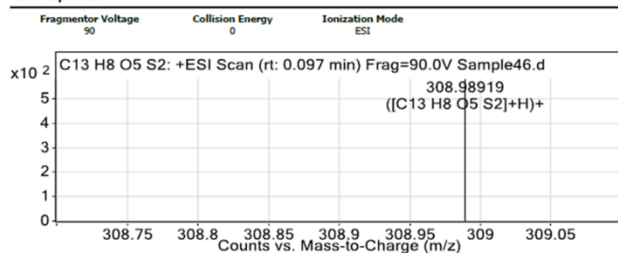


Figure 2. The ¹H NMR spectra (CDCl₃) of the coumarin sulfonate derivatives (**1a-1c** and **2a-2e**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

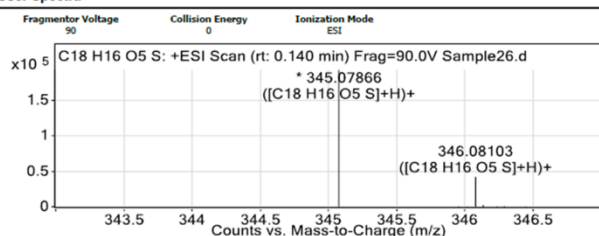
User Spectra



The Q-TOF Spectrum of the the 2-oxo-2H-chromen-4-yl thiophene-2-sulfonate (**1a**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

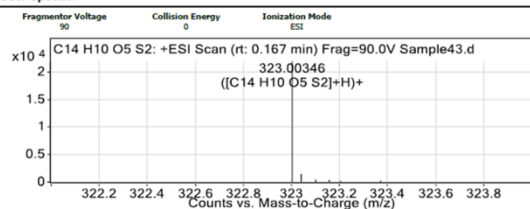
User Spectra



Q-TOF Spectrum of the 2-oxo-2H-chromen-4-yl 2,4,6-trimethylbenzenesulfonate (**1c**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

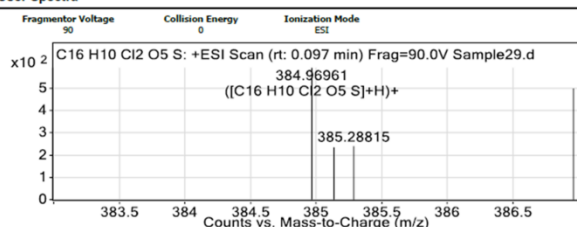
User Spectra



Q-TOF Spectrum of the 4-methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl thiophene-2-sulfonate (**2b**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

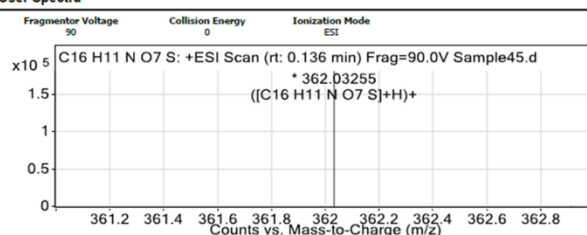
User Spectra



Q-TOF Spectrum of the 4-methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl 2,5-dichlorobenzenesulfonate (**2d**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

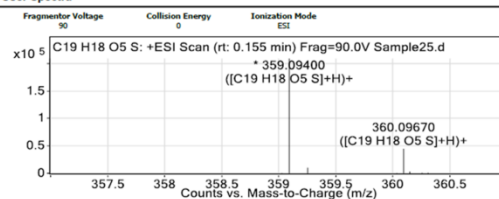
User Spectra



Q-TOF Spectrum of the 2-oxo-2H-chromen-4-yl 2-methyl-5-nitrobenzenesulfonate (**1b**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

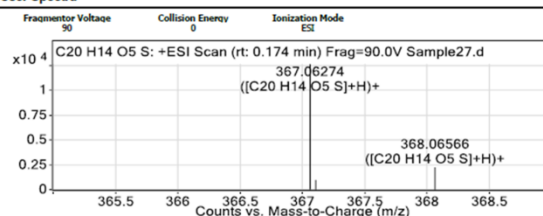
User Spectra



Q-TOF Spectrum of the 4-methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl 2,4,6-trimethylbenzenesulfonate (**2a**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

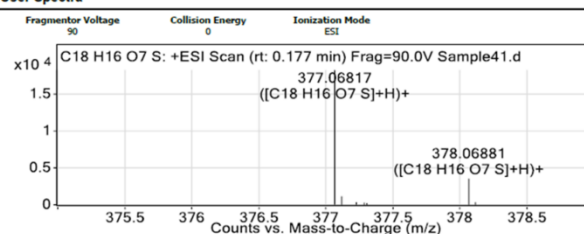
User Spectra



Q-TOF Spectrum of the 4-methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl naphthalene-2-sulfonate (**2c**)

Sample Group Info.
Stream Name LC 1 Acquisition SW Versior6200 series TOF/6500 series
Q-TOF B.08.00 (B8058.0)

User Spectra



Q-TOF spectrum of the 4-methyl-2-oxo-2H-chromen-7-yl 2,5-dimethoxybenzenesulfonate (**2e**)

Figure 3. The Q-TOF spectra of the coumarin sulfonate derivatives (**1a-1c** and **2a-2e**)

Molecular docking studies of tyrosinase and pancreatic lipase with the coumarin sulfonate compounds

Binding affinity values were calculated to determine the effectiveness of compounds (**1a-1c** and **2a-2e**) in both tyrosinase and pancreatic lipase inhibition. The binding affinities of the coumarin sulfonate derivatives (**1a-1c** and **2a-2e**) with tyrosinase enzyme were calculated as -8.0, -7.7, -7.2, -7.1, -6.9, -7.8, -7.2, and -6.6 kcal/mol, respectively. The best affinity with tyrosinase enzyme was found with 2-oxo-2*H*-chromen-4-yl thiophene-2-sulfonate (**1a**) (-8.0 kcal/mol), (Table 1). The 2D structure and H-bond pose of the compounds showing only the best and worst binding affinity with tyrosinase were displayed in **Figure 4**.

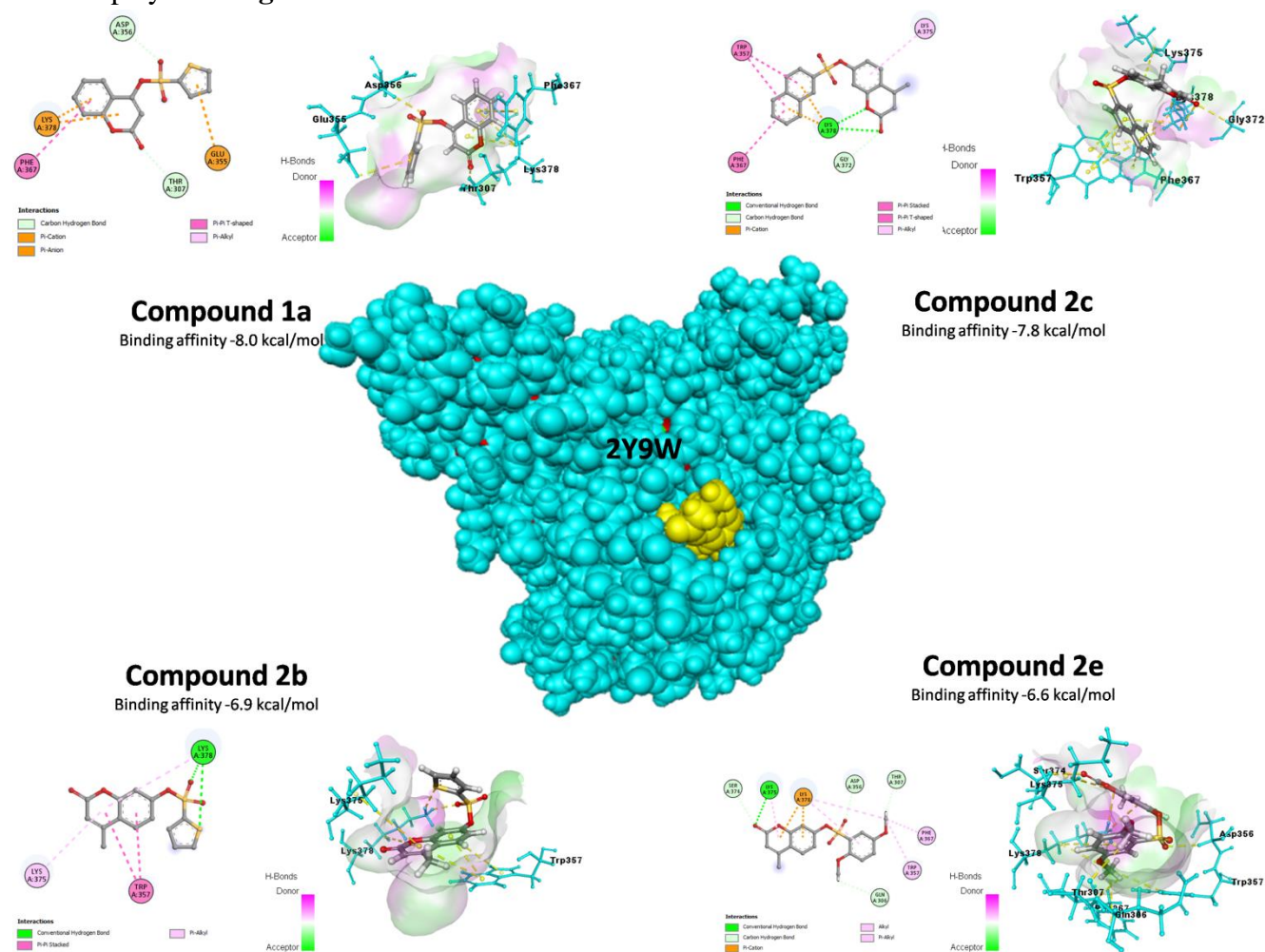


Figure 4. The 2D-structure and H-bond interaction poses of the **1a**, **2b**, **2c**, and **2e** with tyrosinase enzyme

The best interaction of the compound **1a** with tyrosinase was displayed as π -anion interaction (GLU A:375), π - π T-shaped interaction (PHE A:367), π -cation interaction (LYS A:378), π -alkyl interaction (LYS A:378), and carbon hydrogen bond interactions (THR A:307 and ASP A:356). The interactions of the carbon-hydrogen bond (GLY A:372), π -cation (LYS A:378), π - π stacked (TRP A:357), π -alkyl (LYS A:375 and LYS A:378), conventional hydrogen bond (LYS A:378), and π - π T-shaped (PHE A:367) were observed on compound **2c** with tyrosinase enzyme. It was found that **1a** compound has the best binding affinity value compared to other compounds that interact with amino acids GLU A:355 and LYS A:375 like kojic acid as a standard. Compounds **2b** and **2c** were exhibited the same amino acid interaction (LYS A:375) similar to kojic acid (Korkmaz and Bursal, 2022a). In addition, GLN A:306, LYS A:375 amino acid interaction of compound **2e** with tyrosinase was

observed similar to kojic acid. Moreover, the affinity values of all compounds were calculated to be more effective than the affinity value of the standard kojic acid. All these results support these data (Table 1).

Table 1. Molecular docking interactions of tyrosinase

Compounds	Affinity (kcal/mol)	Type of Interactions	Residue Information
1a	-8.0	Carbon-Hydrogen Bond	THR A:307; ASP A:356
		π -Cation	LYS A:378
		π -Anion	GLU A:355
		π - π T-shaped	PHE A:367
		π -Alkyl	LYS A:378
2c	-7.8	Conventional Hydrogen Bond	LYS A:378
		Carbon-Hydrogen Bond	GLY A:372
		π -Cation	LYS A:378
		π - π stacked	TRP A:357
		π - π T-shaped	PHE A:367
2b	-6.9	π -Alkyl	LYS A:375; LYS A:378
		Conventional Hydrogen Bond	LYS A:378
		π - π stacked	TRP A:357
		π -Alkyl	LYS A:375; LYS A:378
		Conventional Hydrogen Bond	LYS A:375
2e	-6.6	Carbon-Hydrogen Bond	ASP A:356; SER A:374; GLN A:306; THR A:307
		π -Cation	LYS A:378
		Alkyl	LYS A:378
		π -Alkyl	TRP A:357; PHE A:367; LYS A:378; LYS A:375
		π -Alkyl	TRP A:357; PHE A:367; LYS A:378; LYS A:375

Similarly, the binding affinities of the compounds (**1a-1c** and **2a-2e**) with pancreatic lipase were found at -9.0, -10.3, -10.2, -10.1, -9.1, -11.3, -9.8, and -8.8 kcal/mol, separately (Table 2). It has been observed that the compounds (**1a-1c** and **2a-2e**) have higher affinity values than the binding affinity values of orlistat (-7.1 kcal/mol), which is used as a standard for pancreatic lipase (Korkmaz and Bursal, 2022a). The best affinity with pancreatic lipase enzyme among the compounds was found for compound **2c** (-11.3 kcal/mol). The 2D structure and H-bond pose of the compounds showing only the best (**2c** and **1b**) and worst (**1a** and **2e**) binding affinity with pancreatic lipase were displayed in **Figure 5**.

The interactions of the **2c** with pancreatic lipase were determined as hydrogen bonds including carbon-hydrogen bond as ARG A:257 and conventional hydrogen bond as ARG A:257. Also, π -sulfur interaction was monitored as HIS A:264. In addition, the interaction of SER A:153 was found as an unfavorable acceptor-acceptor bond. Furthermore, π - π stacked aminoacid interactions of compound **2c** were observed PHE A:216 and TYR A:115. Moreover, the interaction of π - π T-shaped was observed as PHE A:78. Alkyl interaction was found as VAL A:260, as well as π -alkyl interactions were predicted ILE A:79, VAL A:260, and PRO A:181.

All interactions of the compounds **1a** and **1b** with pancreatic lipase were found similar to orlistat (Korkmaz and Bursal, 2022a). For example, the interactions of compound **1b** were demonstrated as SER A:153, PRO A:181, PHE A:78, TYR A:115, HIS A:264, ALA A:261, LEU A:265, PHE A:216, ARG A:257, and VAL A:260. Also, the interactions of compound **1b** were calculated as HIS A:152, SER A:153, PHE A:78, HIS A:264, PHE A:216, VAL A:260, ALA A:261, and LEU A:265. The interactions of compound **2e** were noted as SER A:153, ALA A:179, PHE A:216, ARG A:257, HIS A:264, PHE A:78, ALA A:261 VAL A:260, PRO A:181, LEU A:265, TYR A:115, HIS A:152, TRP A:253, LEU A:265. It is known that the best interaction type of intermolecular is the hydrogen bond. The interactions hydrogen bond of compounds **1a**, **1b**, and **2e** have been observed similar to orlistat (SER A:153). It means that these compounds have strong interactions with pancreatic lipase.

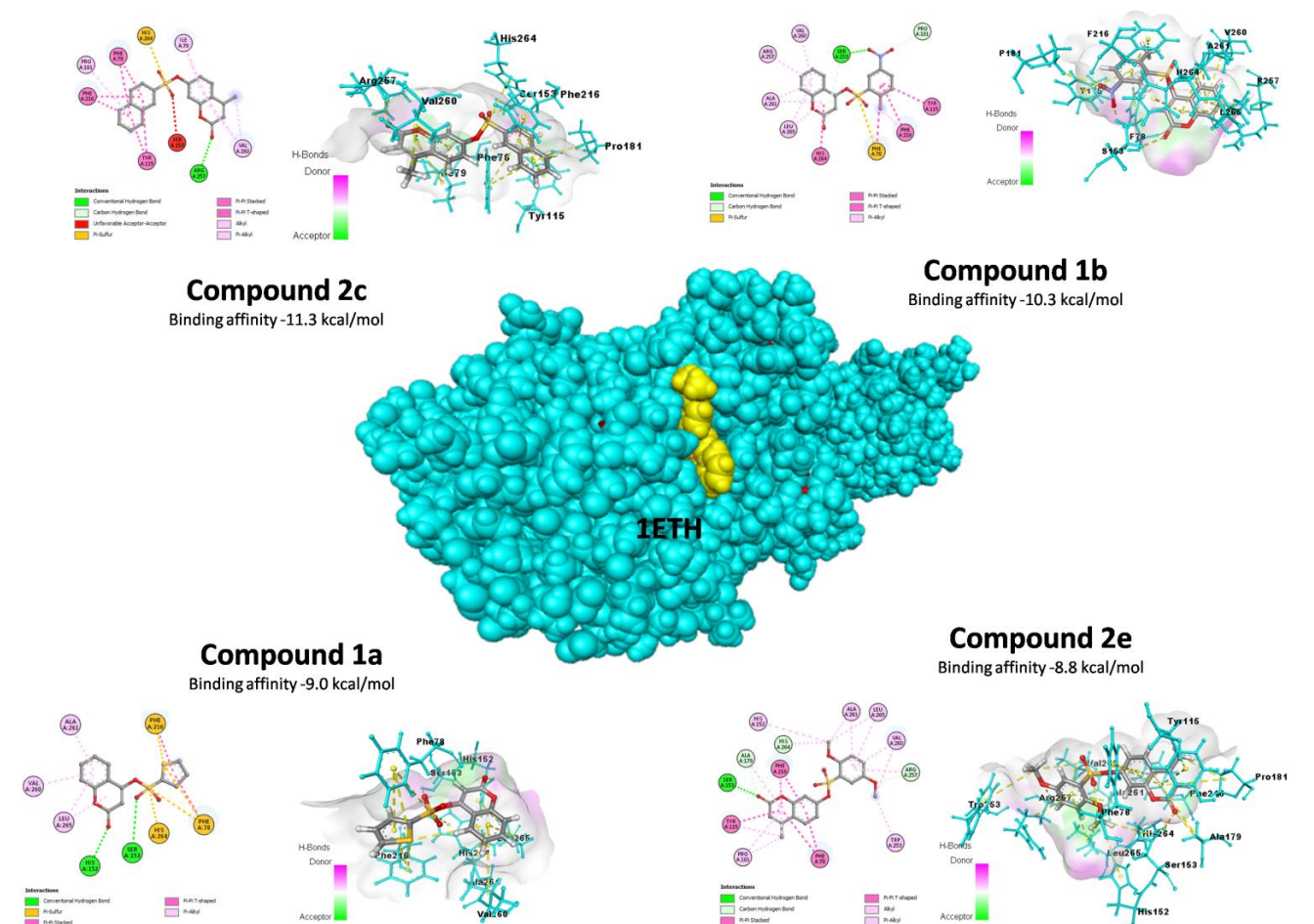


Figure 5. The 2D-structure and H-bond interaction poses of the **1a**, **1b**, **2c**, and **2e** with pancreatic lipase enzyme

Table 2. Molecular docking interactions of pancreatic lipase

Compounds	Affinity (kcal/mol)	Type of Interactions	Residue Information
2c	-11.3	Conventional Hydrogen Bond	ARG A:257
		Carbon-Hydrogen Bond	ARG A:257
		Unfavorable acceptor-acceptor	SER A:153
		π --Sulfur	HIS A:264
		π - π stacked	PHE A:216; TYR A:115
		π - π T-shaped	PHE A:78
		Alkyl	VAL A:260
1b	-10.3	π -Alkyl	ILE A:79; VAL A:260; PRO A:181
		Conventional Hydrogen Bond	SER A:153
		Carbon-Hydrogen Bond	SER A:153; PRO A:181
		π --Sulfur	PHE A:78
		π - π Stacked	PHE A:216; TYR A:115; HIS A:264
1a	-9.0	π - π T-shaped	PHE A:78
		π - π stacked	PHE A:216
		π - π T-shaped	PHE A:78
		π -Alkyl	ALA A:261; LEU A:265; VAL A:260
2e	-8.8	Conventional Hydrogen Bond	SER A:153
		Carbon-Hydrogen Bond	ALA A:179; ARG A:257; HIS A:264
		π - π stacked	PHE A:216; TYR A:115
		π - π T-shaped	PHE A:78
		Alkyl	ALA A:261; LEU A:265; VAL A:260; PRO A:181
		π -Alkyl	TYR A:115; HIS A:152; PHE A:216; TRP A:253; HIS A:264; ARG A:257; VAL A:260; ALA A:261; LEU A:265; ALA A:179; PRO A:181

In silico ADMET predictions

It was investigated to define the pharmacokinetics, drug-likeness, and toxicity properties of coumarin sulfonate compounds using the preADMET and Molinspiration software (Lee, et al., 2017; Molinspiration, 2011).

The human intestinal absorption (HIA) values were calculated as >70 for all coumarin sulfonate derivatives. So, it was concluded that the HIA values of the compounds were pointed to be well absorbed (from 70% to 100%) (Oja and Maran., 2018). Caco2 values of the **1a**, **1b**, and **2b** were noted low permeability (Caco2 < 4 is low), as well as the other compounds (**1c**, **2a**, **2c**, **2d**, **2e**), were noticed with middle permeability (Caco2 = 4–70) (Li, et al., 2020). Blood-brain barrier (BBB) value of the **1b** was observed as central nervous system (CNS)-inactive (BBB > 0.40) and the other compounds (**1a**, **1c**, **2a**, **2b**, **2c**, **2d**, and **2e**) were exhibited as CNS-active (BBB < 0.40) (Chen, et al., 2021). Furthermore, skin permeability values of the coumarin sulfonate derivatives were gives an inference of good absorption by the skin (Nunes, et al., 2020).

Table 3. Drug-likeness / ADME/ toxicity prediction data of the structures

Druglikeness / ADME/ toxicity prediction of coumarin sulfonate compounds												
Rule of five	^a Caco2	HIA	^b BBB	Anes test	Carcino mouse	Carsino rat	hERG inhibition	^c MDCK nm/s	Skin permeability	Buffer solubility (mg/L)	PPB	
1a	suitable	0.9329	98.280	0.5311	mutagen	positive	negative	Low risk	27.3244	-2.21512	2152.17	100.000
1b	suitable	0.4347	93.877	0.3545	mutagen	positive	negative	Low risk	10.889	-2.02558	94.7019	100.000
1c	suitable	18.163	98.827	2.8408	mutagen	negative	negative	Medium risk	4.2006	-1.7889	685.409	100.000
2a	suitable	19.013	98.685	3.6159	non-mutagen	negative	negative	Medium risk	0.1652	-1.71019	113.336	100.000
2b	suitable	1.3714	98.646	0.92126	mutagen	positive	negative	Medium risk	10.1597	-2.0819	357.501	100.000
2c	suitable	17.503	97.741	3.17437	non-mutagen	negative	negative	Medium risk	0.13334	-1.81414	18.8756	100.000
2d	suitable	12.096	97.751	3.5325	mutagen	positive	positive	Medium risk	0.09171	-1.88244	71.0537	100.000
2e	suitable	19.483	99.276	1.2256	non-mutagen	negative	positive	Medium risk	0.09494	-2.03154	177.503	100.000

The compounds **2a**, **2c**, and **2e** were determined as non-mutagen and the other compounds **1a**, **1b**, **2b**, and **2d** were shown to mutagen. The compounds **1c**, **2a**, **2c**, and **2e** were observed negative for the carcinogenicity mouse, and the other compounds **1a**, **1b**, **2b**, and **2d** exhibited positive. Also, the compounds were noted as negative for carcinogenicity rat except for compounds **2d** and **2e**. The hERG inhibition was determined medium risk for compounds **1c**, **2a**, **2b**, **2c**, **2d**, and **2e**. On the other hand, the hERG inhibition of compounds **1a** and **1b** were exhibited low risk. According to obtained results, the coumarin sulfonate derivatives (**1b**, **1c**, **2a**, **2b**, **2c**, **2d**, and **2e**) were found low cell permeability for the Mandin Darby Canine Kidney (MDCK) except for **1a** which was medium permeability. Furthermore, it was determined that the plasma protein bind (PPB) values of the coumarin sulfonate derivatives (**1a-1c** and **2a-2e**) showed strongly bounding (Moussa, et al., 2018).

Table 4. *In silico* physicochemical properties of the coumarin sulfonate derivatives

Compound	MW	miLog	TPSA	HBA	HBD	nrotB
1a	231.12	2.85	73.59	5	0	3
1b	280.31	3.24	119.41	8	0	4
1c	290.09	4.11	73.59	5	0	3
2a	306.65	4.53	73.59	5	0	3
2b	247.68	3.28	73.59	5	0	3
2c	300.96	4.51	73.59	5	0	3
2d	284.04	4.62	73.59	5	0	3
2e	308.06	3.37	92.06	7	0	5

Topological polar surface area (TPSA) values of the coumarin sulfonate derivatives were determined at lower than 140 Å (Angstrom) (Whitty, et al., 2017). It was might be concluded to appear

drug-likeness properties thanks to the TPSA values of the compounds. Moreover, It was determined that all coumarin sulfonate derivatives were suitable for Lipinski's "Rule of five" (Table 4).

CONCLUSION

To summarise, the novel coumarin sulfonate derivatives were synthesized with mild reaction conditions and characterized (^1H NMR, ^{13}C NMR, and HRMS) for pancreatic lipase and as tyrosinase inhibitors *in silico* application. According to *in silico* molecular docking analyses, compounds **1a** and **2c** were exhibited more effective tyrosinase inhibition. On the other hand, compounds **1b** and **2c** were displayed the most inhibitory activities than other compounds for pancreatic lipase. Furthermore, the compounds were calculated in ADMET studies to determine pharmacological, drug-likeness, and physicochemical properties. As uncovered data results, it was observed that all compounds obeyed Lipinski's "Rule of five". Also, **1a** and **1b** were exhibited low risk for hERG inhibition. Deeply, compound **2c** having properties of the non-mutagen, negative carcinogenicity (rat and mouse), and good inhibition of pancreatic lipase and tyrosinase, has been uncovered to the fore in this study.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author thanks DAYTAM for the 20% discount on HRMS analyses.

Conflict of Interest

The article author declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

Adem Korkmaz carried out the design, synthesis of coumarin sulfonate compounds, analysis of the structures, written the draft, review, ADMET studies and molecular docking studies by *in silico* process.

REFERENCES

- Alyar S, Şen T, Özmen ÜÖ, Alyar H, Adem Ş, Şen C, 2019. Synthesis, spectroscopic characterizations, enzyme inhibition, molecular docking study, and DFT calculations of new Schiff bases of sulfa drugs. *Journal of Molecular Structure* 1185: 416-424.
- Arroo RR, Sari S, Barut B, Özel A, Ruparelia KC, Şöhretoğlu D, 2020. Flavones as tyrosinase inhibitors: kinetic studies *in vitro* and *in silico*. *Phytochemical Analysis* 31(3): 314-321.
- Ashooriha M, Khoshneviszadeh M, Khoshneviszadeh M, Rafiei A, Kardan M, Yazdian-Robati R, Emami S, 2020. Kojic acid-natural product conjugates as mushroom tyrosinase inhibitors. *European Journal of Medicinal Chemistry* 201: 112480.
- Biovia DS, 2021. Discovery studio visualizer. San Diego, CA, USA, 936.
- Buldurun K, Turan N, Bursal E, Mantarcı A, Turkan F, Taslimi P, Gülçin İ, 2020. Synthesis, spectroscopic properties, crystal structures, antioxidant activities and enzyme inhibition determination of Co (II) and Fe (II) complexes of Schiff base. *Research on Chemical Intermediates* 46(1): 283-297.
- Bursal E, Yılmaz MA, İzol E, Türkan F, Atalar MN, Murahari M, Ahmad M, 2021. Enzyme inhibitory function and phytochemical profile of *Inula discoidea* using *in vitro* and *in silico* methods. *Biophysical Chemistry* 277: 106629.
- Carneiro A, Matos MJ, Uriarte E, Santana L, 2021. Trending topics on coumarin and its derivatives in 2020. *Molecules* 26(2): 501.

- Cetin A, Bursal E, Türkan F, 2021a. 2-methylindole analogs as cholinesterases and glutathione S-transferase inhibitors: Synthesis, biological evaluation, molecular docking, and pharmacokinetic studies. *Arabian Journal of Chemistry* 14(12): 103449.
- Cetin A, Türkan F, Bursal E, Murahari M, 2021b. Synthesis, Characterization, Enzyme Inhibitory Activity, and Molecular Docking Analysis of a New Series of Thiophene-Based Heterocyclic Compounds. *Russian Journal of Organic Chemistry* 57(4): 598-604.
- Chen W, Yao S, Wan J, Tian Y, Huang L, Wang S, Zhang X, 2021. BBB-crossing adeno-associated virus vector: An excellent gene delivery tool for CNS disease treatment. *Journal of Controlled Release* 333: 129-138.
- Dorababu A, 2022. Pharmacological report of recently designed multifunctional coumarin and coumarin–heterocycle derivatives. *Archiv der Pharmazie* 355(2): 2100345.
- El-Gamal MI, Oh CH, 2014. Synthesis, in vitro antiproliferative activity, and in silico studies of fused tricyclic coumarin sulfonate derivatives. *European Journal of Medicinal Chemistry* 84: 68-76.
- Hanwell MD, Curtis DE, Lonie DC, Vandermeersch T, Zurek E, Hutchison GR, 2012. Avogadro: an advanced semantic chemical editor, visualization, and analysis platform. *Journal of cheminformatics* 4(1): 1-17.
- Hariri R, Saeedi M, Akbarzadeh T, 2021. Naturally occurring and synthetic peptides: Efficient tyrosinase inhibitors. *Journal of Peptide Science* 27(7): e3329.
- Huo PC, Hu Q, Shu S, Zhou QH, He RJ, Hou J, Ge GB, 2021. Design, synthesis and biological evaluation of novel chalcone-like compounds as potent and reversible pancreatic lipase inhibitors. *Bioorganic & Medicinal Chemistry* 29: 115853.
- Iqbal J, El-Gamal MI, Ejaz SA, Lecka J, Sévigny J, Oh CH, 2018. Tricyclic coumarin sulphonate derivatives with alkaline phosphatase inhibitory effects: In vitro and docking studies. *Journal of enzyme inhibition and medicinal chemistry* 33(1): 479-484.
- Korkmaz A, Bursal E, 2022a. Benzothiazole Sulfonate Derivatives Bearing Azomethine: Synthesis, Characterization, Enzyme Inhibition, and Molecular Docking Study. *Journal of Molecular Structure* 1257: 132641.
- Korkmaz A, Bursal E, 2022b. An in vitro and in silico study on the synthesis and characterization of novel bis (sulfonate) derivatives as tyrosinase and pancreatic lipase inhibitors. *Journal of Molecular Structure* 1259: 132734.
- Lee SK, Kang Y, Chang GS, Lee IH, Park SH, Park J, 2017. Bioinformatics and Molecular Design Research Center. Yonsei University, Seoul <https://preadmet.bmdrc.kr>.
- Li Y, Xu Y, Pan C, Ren Z, Yang X, 2020. TRIF is essential for the anti-inflammatory effects of Astragalus polysaccharides on LPS-infected Caco2 cells. *International Journal of Biological Macromolecules* 159: 832-838.
- Li Z, Kong D, Liu Y, Li M, 2022. Pharmacological perspectives and molecular mechanisms of coumarin derivatives against virus disease. *Genes & Diseases* 9(1): 80-94.
- Molinspiration C, 2011. Calculation of molecular properties and bioactivity score. <http://www.molinspiration.com/cgi-bin/properties>.
- Moussa G, Alaaeddine R, Alaeddine LM, Nassra R, Belal AS, Ismail A, Hazzaa A, 2018. Novel click modifiable thioquinazolinones as anti-inflammatory agents: Design, synthesis, biological evaluation and docking study. *European journal of medicinal chemistry* 144: 635-650.

- Nune, AMV, de Andrade FDCP, Filgueiras LA, de Carvalho Maia OA, Cunha RL, Rodezno SV, Mendes AN, 2020. preADMET analysis and clinical aspects of dogs treated with the Organotellurium compound RF07: A possible control for canine visceral leishmaniasis?. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 80: 103470.
- Oja M, Maran U, 2018. pH-permeability profiles for drug substances: Experimental detection, comparison with human intestinal absorption and modelling. *European Journal of Pharmaceutical Sciences* 123: 429-440.
- Pettersen EF, Goddard TD, Huang CC, Couch GS, Greenblatt DM, Meng EC, Ferrin TE, 2004. UCSF Chimera—a visualization system for exploratory research and analysis. *Journal of computational chemistry* 25(13): 1605-1612.
- Salar U, Khan KM, Jabeen A, Faheem A, Fakhri MI, Saad SM, Hameed A, 2016. Coumarin sulfonates: As potential leads for ROS inhibition. *Bioorganic chemistry* 69: 37-47.
- Schrodinger, L. L. C. 2021. The PyMOL molecular graphics system. Version, 2(5): 1.
- Sultana R, Alashi AM, Islam K, Saifullah M, Haque CE, Aluko RE, 2020. Inhibitory activities of Polyphenolic extracts of Bangladeshi vegetables against α -amylase, α -glucosidase, pancreatic lipase, renin, and angiotensin-converting enzyme. *Foods* 9(7): 844.
- Taslimi P, Türkan F, Cetin A, Burhan H, Karaman M, Bildirici I, Şen F, 2019. Pyrazole [3, 4-d] pyridazine derivatives: Molecular docking and explore of acetylcholinesterase and carbonic anhydrase enzymes inhibitors as anticholinergics potentials. *Bioorganic Chemistry* 92: 103213.
- Tolba M, El-Dean A, Geies A, Radwan S, Zaki R, Sayed M, Abdel-Raheem S, 2022. An overview on synthesis and reactions of coumarin based compounds. *Current Chemistry Letters* 11(1): 29-42.
- Trott O, Olson AJ, 2009. Software news and update AutoDock Vina: improving the speed and accuracy of docking with a new scoring function. *Efficient Optimization, and Multithreading. Journal of computational chemistry* 31: 455-461.
- Turkan F, Çetin A, Taslimi P, Karaman M, Gulçin İ, 2019. Synthesis, biological evaluation and molecular docking of novel pyrazole derivatives as potent carbonic anhydrase and acetylcholinesterase inhibitors. *Bioorganic chemistry* 86: 420-427.
- Whitty A, Viarengo LA, Zhong M, 2017. Progress towards the broad use of non-peptide synthetic macrocycles in drug discovery. *Organic & Biomolecular Chemistry* 15(37): 7729-7735.
- Xu Z, Chen Q, Zhang Y, Liang C, 2021. Coumarin-based derivatives with potential anti-HIV activity. *Fitoterapia* 150: 104863.
- Zhang Y, Fu X, Yan Y, Liu J, 2020. Microwave-assisted synthesis and biological evaluation of new thiazolyldrazone derivatives as tyrosinase inhibitors and antioxidants. *Journal of Heterocyclic Chemistry* 57(3): 991-1002.

Atf İçin: Ergin M, 2022. Yıkama Metodu Kullanılarak Saflaştırılan Amoksisilin Trihidratın Taguchi Yöntemi ile Optimizasyonu. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 933-945.

To Cite: Ergin M, 2022. Optimization of Amoxicillin Trihydrate Purified Using Washing Method by Taguchi Method. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 933-945.

Yıkama Metodu Kullanılarak Saflaştırılan Amoksisilin Trihidratın Taguchi Yöntemi ile Optimizasyonu

Mustafa ERGİN^{1*}

ÖZET: Saf bir kristal ürün elde etmek için tekrar tekrar uygulanan kristalizasyon basamakları veya farklı kimyasallara başvurulması, bitmiş ürünün veriminde farklı sorunlara neden olabilir. Bundan dolayı, kristal ağıın içerisindeki safsızlıklar, ana ürünü etkilemeden uzaklaştırılmalıdır. Bu çalışmada, Amoksisilin trihidrat (Amct) ve safsızlık olarak 4-hidroksifenilglisin (4-HPG) kullanılmıştır. Amct kristal kafesinden, safsızlık olarak 4-HPG'nin yıkama yöntemleri kullanılarak uzaklaştırılması gösterilmiştir. Ayrıca, bu çalışmada ilk kez, yıkama verimi ile yıkama yöntemleri, çözeltiler ve sıcaklıklar arasındaki ilişkiyi incelemek için Taguchi metodu kullanılmıştır. Denemelerde bir Büchner cam hunisi istenilen sıcaklıkta ve ürün kaybı olmadan çalışılacak şekilde yeniden tasarlanmıştır ve denemeler burada yapılmıştır. Bu çalışma, farklı yıkama yöntemleri, kullanılan Taguchi metot ve yeniden tasarlanan Büchner cam hunisi ile literatüre farklılık katmaktadır. Etki grafiklerinden yıkama verim değerlerini etkileyen faktörler sırasıyla yıkama yöntemi, sıcaklık ve çözelti olarak belirlenmiştir. En yüksek verim, tek aşamalı yıkama yöntemi ile Etilalkol kullanılarak 15°C'de elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Amoksisilin trihidrat, 4-hidroksifenilglisin, kristalizasyon, saflandırma, Taguchi metot

Optimization of Amoxicillin Trihydrate Purified Using Washing Method by Taguchi Method

ABSTRACT: Repeated crystallization operations or the employment of several chemicals to achieve a pure crystalline product might result in a variety of issues with the completed product's yield. As a result, the impurities in the crystal mesh must be eliminated while the core product remains unaffected. Amoxicillin trihydrate (Amct) and 4-hydroxyphenylglycine (4-HPG) were employed as impurities in this investigation. Washing methods were proven to be effective in removing 4-HPG contaminants from the Amct crystal lattice. In addition, for the first time in this study, the Taguchi technique was employed to investigate the link between yield and washing procedures, solutions, and temperatures. A Büchner glass funnel was developed in the experiments to work at the required temperature with no product loss, and testing were undertaken here. This study makes a difference to the literature with different washing methods, the Taguchi method used and the redesigned Büchner glass funnel. From the effect graphs, it was determined that the factors affecting the yield values were washing method, temperature and solution, respectively. The highest washing yield was obtained at 15°C by using ethanol with the one-stage washing method.

Keywords: Amoxicillin trihydrate, 4-hydroxyphenylglycine, crystallization, purification, Taguchi method

¹Mustafa ERGİN ([Orcid ID: 0000-0003-4158-368X](https://orcid.org/0000-0003-4158-368X)), İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye

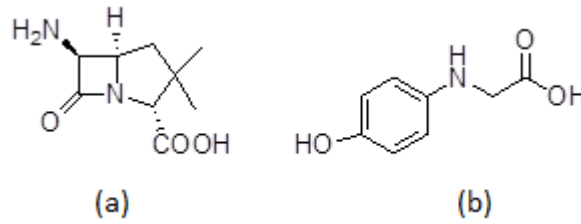
*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mustafa ERGİN, e-mail: mfergin@iuc.edu.tr

GİRİŞ

Amoksisilin trihidrat (Amct), birçok hastalığın tedavisinde yaygın olarak kullanılan geniş spektrumlu β -laktam antibiyotiklerin en çok tercih edilenlerinden biridir. Dünya'da Amct tek başına 4.4 milyar USD'lik bir pazar payına sahip olarak son Dünya Sağlık Örgütü verilerine göre 65 ülkenin 60'ında en çok reçete edilen antimikrobiyal ilaçtır (WHO, 2018). β -laktam ilaçlara olan talebin, 2000'li yıllardan itibaren özellikle düşük ve orta gelirli ülkelerde iki katından daha fazla arttığı belirlenmiştir (Klein ve ark., 2018). Dolayısıyla, bu ilaçların arz-talep ilişkisinin, coğrafi olarak değişim gösterdiği söylenebilir. Bununla beraber, Kasım 2019'de COVID-19 pandemisinin başlaması ile Çin'in üretimini durdurduğu Amct hammadesine erişimde dünya çapında bir problem yaşanmıştır (FDA, 2021). Dolayısıyla, bu antibiyotik ve safsızlık ürünlerinin belirlenmesi için maliyeti, çevresel etkiyi (Yasa ve ark., 2016), kontaminasyonu (Ergin ve Ergin, 2021), atığı ve daha fazlasını en aza indirmek için gerekli teknolojilerden ve tasarım (Onar ve Vardar, 2018; Yasa, 2020) ilkelerinden yararlanmak oldukça önemli hale gelmiştir.

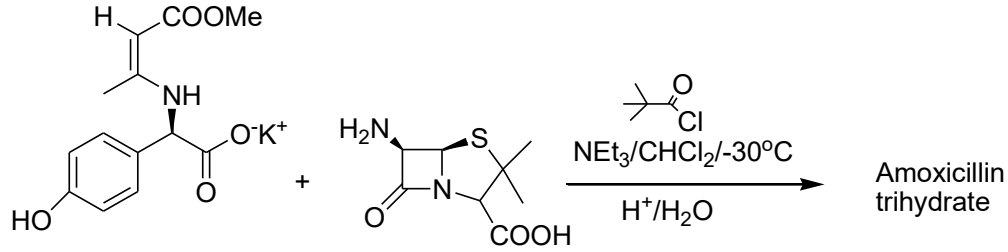
Ayırma işlemi, kimya ve ilaç endüstrilerinde, işletme maliyetinin yaklaşık %40-70'ini oluşturur. İlaç ve gıda gibi insan sağlığını doğrudan etkileyen ve ikinci kalite ürünlerin asla kabul edilemeyeceği birçok endüstride, bitmiş veya ara ürünlerin geri kazanılması ve saflaştırılması için ayırma işlemleri sıklıkla kullanılmaktadır. Ancak, işletmecilerin bu sektörlerde ticari hayatlarını devam ettirebilmeleri için kaliteli ürünlerin yanı sıra verimli ürünler üretebilecek ekonomik süreçleri araştırmaları ve kullanmaları gerekmektedir. Bunu başarmak için kullanılan işlemde yüksek saflıkta ve verimli bir ürün elde edilmelidir. Bu nedenle, işlemde kaynaklanan safsızlıkları gidermek için pahalı farklı kimyasallar veya maliyetli üretim teknikleri yerine yıkama işleminin kolay ve basit modifikasyonları tercih edilebilir.

Bu çalışmada kullanılan yıkama metodunun pratik olarak endüstri kullanımı ile karşılaştırmak ve mekanizmasını ortaya çıkarmak için gerçek ilaç/safsızlık sistemi Amct/4HPG (bkz. Şekil 1) kullanılmıştır.



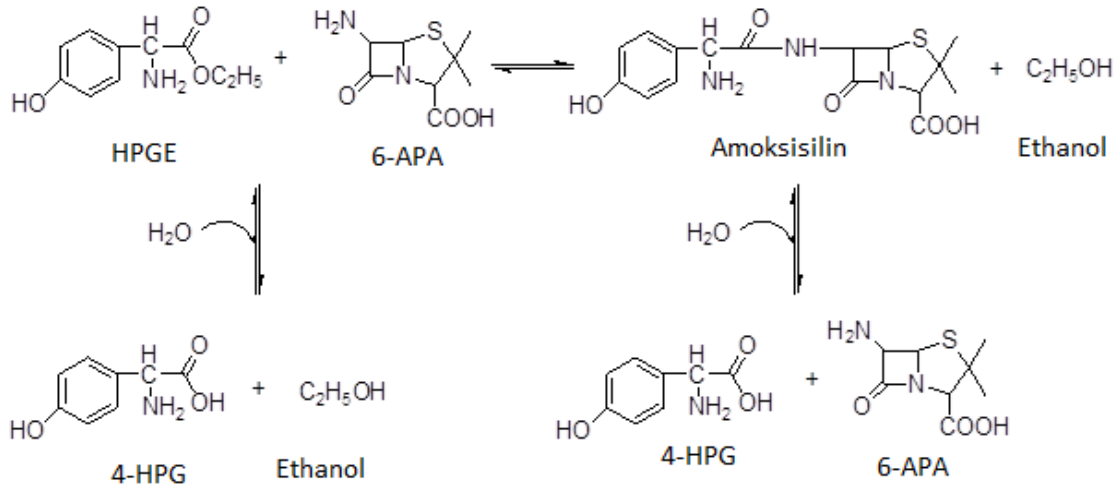
Şekil 1. a) Amoksisilin trihidrat ve b) 4-hidroksifenilglisin'in moleküler yapısı

Amct, kimyasal ve enzimatik olmak üzere iki farklı üretim metodu ile yarı sentetik olarak üretilmektedir (Giron ve ark., 2002; Youshko ve ark., 2004). Kullanılan her iki yöntem için de başlangıç materyali, amid bağının [-CONH-] kırılmasının ardından meydana gelen 6-APA'dır (Bruggink ve ark., 1998; Engel ve Kleemann, 2003; Elander, 2003; Alemzadeh ve ark., 2010). Amoksisilin üretimi için kullanılan ilk metot "Dane tuzu" adı verilen kimyasal yöntemdir (bkz. Şekil 2). Bu yöntemde, reaksiyonun gerçekleşmesi için oldukça düşük sıcaklıklar (-30°C) gerekmektedir. Ayrıca, insan sağlığı ve çevre koşullarına zararlı olduğu düşünülen bazı reaktif ve solventler de bu proseste kullanılmaktadır. Prosesin sonucunda ortaya çıkan atık türü/miktarı ve bunların uzaklaştırılması günümüzde ayrıca önemli bir sorundur (Bruggink ve ark., 1998).



Şekil 2. Amoksisilin üretimi için kimyasal yöntem

İkinci yöntem ise enzimatik yöntemdir (bkz. Şekil 3). Bu yöntem; ılıman reaksiyon koşulları ve daha az işlem adımı nedeniyle kimyasal yöntemle göre günümüzde üretim için daha çok tercih edilen üretim metodudur. Bu yöntemde, 4-hidroksifenilglisin etil ester (HPGE) ve 6-Aminopenisilanik asit (6-APA), amoksisilin oluşturmak üzere reaksiyona girer. İki hidroliz reaksiyonu aynı anda meydana gelir. İlk aşamada, reaktif HPGE; 4- hidroksifenilglisin (4-HPG) ve etilalkol oluşturmak üzere su varlığında penisilin G asilaz (PGA) tarafından hidrolize edilir. İkinci aşamada, Amct (Amoksisilin trihidrat) ürünü, 4-HPG ve 6-APA'yı oluşturmak için su varlığında PGA tarafından hidrolize edilir (Hsi ve ark., 2013). Prosesin sonunda amoksisilin yanında safsızlık olarak 6-APA ve 4-HPG'nin bulunması kaçınılmazdır.



Şekil 3. Amct üretimi için enzimatik sentez

Amct üretmek için tercih edilen her iki prosesin sonucunda da şartlar farklı olsa da kullanılan hammaddeler nedeniyle benzer safsızlıklar meydana gelmektedir. Oluşan safsızlık ürünleri, ham madde verimini düşürerek bir sonraki saflaştırma ve ayırma işlemlerini etkilemekte ve ayrıca bitmiş ürünün üretiminde sorunlara neden olmaktadır. Dolayısıyla bu safsızlıkların kolay, ucuz şekilde belirlenebilmesi ve uzaklaştırılabilmesi oldukça önemlidir. Bunun için yıkama prosesi kullanılması (Ergin, 2021) veya farklı kimyasal maddeler (Alvarez ve Myerson, 2010; Vartak ve Myerson, 2017) ile safsızlıklar uzaklaştırılmaya çalışılmıştır.

Bu çalışma, literatürdeki yıkama prosesi ile ilgili bazı boşlukları doldurmayı amaçlamıştır. İlk olarak, farklı kimyasallar veya tekrarlanan kristalizasyon aşamaları kullanılmadan, sadece farklı yıkama yöntemlerinden faydalanılarak Amct'nin kristal kafesi içindeki proses kaynaklı bozunma ürününün uzaklaştırılmasını içermektedir. Böylece, çalışma yıkama işleminin zaman-maliyet etkisi açısından önemini ortaya koymayı amaçlamıştır. Yine bu doğrultuda ilk kez yıkama verimi ile üç farklı yıkama yöntemi, üç farklı solvent ve iki farklı sıcaklık arasındaki ilişki "Taguchi Metodu" kullanılarak araştırılması hedeflenmiştir. Son olarak, çalışma Büchner cam hunisini ürün verimini

istenilen sıcaklıkta çalışacak şekilde yeniden tasarlayarak literatüre yenilik getirmeyi amaçlanmıştır. Çalışma, maliyet-verimlilik-saflık-zaman çerçevesi dikkate alınarak pandemilerle başa çıkma gerçeğiyle karşı karşıya kalan dünyada önemli olan tüm β -laktam antibiyotiklere Amct yıkama işlemlerinin verimli bir şekilde uygulanabilirliğini teşvik etmek için önemli bir yol olacaktır. Ayrıca çalışmada, yıkama yöntemleri, sıcaklık ve araştırılan çözeltiler arasındaki farklılıklar ve benzerlikler çerçevesinde Amct/4-HPG'nin yıkama verim değerleri incelenmiştir. Elde edilen veriler, sadece Amct değil, tüm β -laktam antibiyotiklerin üretiminde yıkama işlemi için etkili stratejiler geliştirmeye yardımcı olabilir.

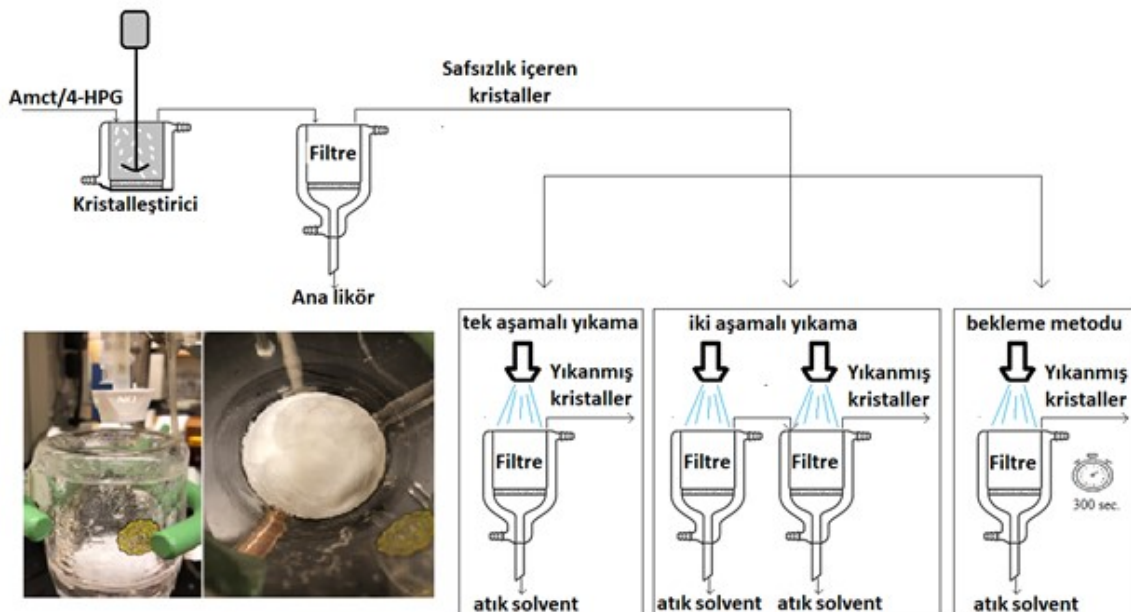
MATERYAL ve METOT

Kimyasallar

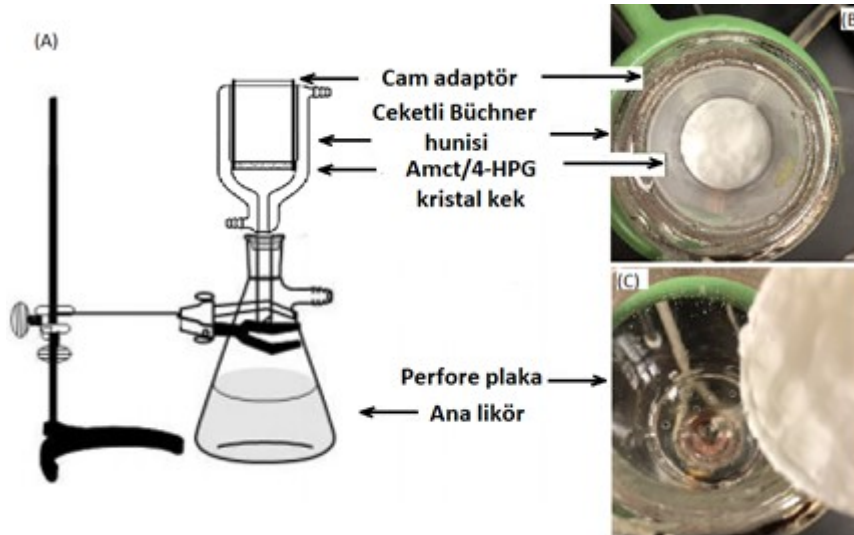
Bu çalışmada kullanılan tüm kimyasal bileşikler, ilave bir saflaştırma olmadan kullanılmıştır. Amct, North China Pharmaceutical Inc., Hebei, Çin'den temin edilmiştir. 4-HPG, isopropilalkol, Etilalkol, mono-potasyum fosfat (KH_2PO_4) ve dibazik potasyum fosfat (K_2HPO_4), Sigma Aldrich'ten (ABD) satın alınmıştır. Çalışma boyunca kullanılan distile su Milli-Q sistemi (Millipore, ABD) ile hazırlanmıştır. Hidroklorik asit, Sigma-Aldrich'ten satın alınmış ve 1.0 L'lik bir ölçülü balonda 1.0 M HCl hazırlanmıştır. Sodyum hidroksit, Sigma-Aldrich'ten temin edilmiş ve 5.0 M NaOH çözeltisi kullanılmıştır.

Metot

Amct/4-HPG kristalleştirme ve yıkama işlemi için kullanılan proses Şekil 4'de gösterilmiştir. 100 mL'lik özel olarak tasarlanmış bir Büchner cam hunisi (bkz. Şekil 5) ve iki adet 150 mL'lik ceketli reaktör, kararlı durum koşullarını sağlamak için tüm kristalizasyon deneylerinde kullanılmıştır. Bu çalışmada, yapılan tüm denemelerde ürün kaybı olmadan ürünün kolayca alınabilmesi ve istenilen sıcaklıkta çalışabilmesi için Büchner cam hunisi yeniden tasarlanmıştır. Proses sıcaklığı, sirkülasyonlu bir su banyosu (VWR Science 1150) ile istenilen çalışma sıcaklığına ayarlanmıştır ve sistemin 30 dakika boyunca stabilize olmasına izin verilmiştir. Tüm solventler, çalışma ortamıyla aynı sıcaklıkta olmaları amacıyla her denemeden bir saat önce, su banyosunda tutulmuştur. Her deneme ilk olarak belirtilen koşullarda kristalize edilmiş, ardından aynı koşullarda yıkama işlemine tabii olmuştur.



Şekil 4. Amoksisilin kristalizasyon prosesinin şematik gösterimi (Fatih, 2021)



Şekil 5. Amct/4-HPG'nin yıkama işlemi için kullanılan aparat. (A) Yıkama işlemi için filtrasyon aparatının bileşenleri. (B) Amct/4-HPG'nin hazırlanması için kullanılan filtrasyon kurulumu. Not: Kristallerin filtreden daha kolay çıkarılmasını ve filtre duvarlarına yapışmamasını sağlamak için bir cam adaptör kullanılmıştır. (C) Yıkanmış Amct/4-HPG kristallerinin filtreden çıkarılması (Fatih, 2021)

Kristalizasyon ve yıkama işlemleri sırasıyla 15°C ve 25°C olmak üzere iki farklı sıcaklık için ve pH 6 koşullarında gerçekleştirilmiştir. Bu işlem her şarj için ayrı ayrı tekrarlanmıştır. Reaktör 2'deki safsızlık süspansiyonu, maksimum pompa akış hızı (120 rpm) ile reaktör 1'deki ana malzeme süspansiyonuna taşınmıştır. 300 rpm'de 5 dakika karıştırıldıktan sonra, aynı sıcaklıkta 1 M HCl, tüm süspansiyon çözünene kadar (pH 1.8, yaklaşık 50 ml HCl) 20 rpm akış hızında ceketli reaktör 1'e beslenmiştir. Çözünmemiş parçacıkları uzaklaştırmak için 0.45 µm Whatman naylon filtre kağıdı kullanılmıştır. Çözelti, sistemle aynı sıcaklıkta 5 M NaOH çözeltisi ile beslenmiştir ve istenen pH'a ayarlandıktan sonra 30 dakika boyunca kristalleşmesine izin verilmiştir. HCl ve NaOH adımlarının pH'ı, bir pH metre (Fischer Scientific AE 150, ABD) ile sürekli olarak kontrol edilmiştir.

Daha sonra elde edilen kristaller bir pompa ile yavaşça Büchner cam hunisine aktarılmıştır. Safsızlıklar içeren kristaller, 0.2 µm Whatman naylon filtre kağıdından süzülmüştür. Ana likörün kristallerden tamamen uzaklaştığından emin olmak için vakum bir süre daha uygulanmıştır. Filtrasyon sonunda ana likör ve yıkanmamış kristal numuneler birbirinden dikkatlice ayrılmıştır.

Yıkama denemesi

Tüm yıkama deneyleri, 100 ml özel olarak tasarlanmış Büchner cam huni kullanılarak 10 ml yıkama solventi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan yıkama solventinin hacmi kristal keki tamamen kaplayacak şekilde 10 ml olarak belirlenmiştir. Yıkama deneylerinde USP Farmakopesi'nde belirtilen düşük toksisite değerleri nedeniyle yıkama solventi olarak Etilalkol, isopropilalkol ve distile su tercih edilmiştir. Çözücü, ıslak keke etkili bir şekilde uygulamak için belli bir mesafeden püskürtülmüştür. Böylece solvent hem miktarı hem de uygulama yöntemi ile yaş kek üzerine homojen olarak dağılmış ve safsızlıkların giderilmesinde etkin rol oynamıştır. Yıkanan kristaller, bir vakum pompası kullanılarak 0.2 µm Whatman naylon filtre kağıdından süzülmüştür. Filtrasyon sonunda çözücü ve yıkanan kristal numuneler birbirinden dikkatlice ayrılmış ve hassas kristal numuneler kurutulmuştur.

Kristal kafes yapısındaki safsızlıkları gidermek için elde edilen kristallere üç farklı yıkama yöntemi uygulanmıştır. Tek aşamalı yıkama yönteminde, kristaller taze çözücü kullanılarak bir kez yıkanmış ve çözücü tamamen filtrelene kadar vakum uygulanmıştır. Çift aşamalı yıkama yöntemi olarak adlandırılan ikili yıkama sisteminde, tek aşamalı sistemle yıkanan kristaller aynı miktarda taze

çözücü kullanılarak ikinci kez yıkanmış ve çözücü tamamen süzülene kadar vakum uygulanmıştır. Bekletme yöntemi olarak adlandırılan son yöntemde, kristallere diğer yöntemlerde olduğu gibi aynı miktarda taze çözücü uygulanmış ve çözücü kristal üzerinde 5 dakika bekletildikten sonra çözücü tamamen uzaklaşana kadar vakum yapılmıştır. Ayrıca, yıkama solventinin filtrelenmesi için uygulanan vakum süresi, yaklaşık 30 s olarak tüm denemelere eşit olarak gerçekleştirilmiştir.

Taguchi metot

Bir çalışmada istemeden yapılan küçük hatalar zaman kaybına, önemli ekonomik kayıplara ve hatta ampirik geçerliliğin geçersiz olmasına neden olabilir, çünkü iyi bir deneysel plan dahilinde çalışmak başarı için kilit faktörlerden biridir. Yıkama aşaması, kristalizasyon sisteminin vazgeçilmez bir aşaması olmasına rağmen, yıkama işleminin işlevi daha önce literatürde detaylı olarak çalışılmamıştır. Bu nedenle bu çalışmada yıkama sisteminin başarılı bir şekilde değerlendirilmesi için iyi bir deney planı çerçevesinde denemeler yapılmıştır. Bu çalışmada, kullanılacak malzemeler (Amct ve 4-HPG) ile proses koşulları arasındaki ilişkiyi ortaya çıkarmak için farklı yıkama yöntemleri, farklı çözeltiler ve sıcaklıklar kullanılarak birkaç pilot deneme yapılmıştır. Bu pilot denemeler ile "malzeme kullanılan sistem-süreç koşulları" arasındaki ilişki gözden geçirilerek olası hatalar, zaman ve ekonomik kayıplar ortadan kaldırılmıştır. Yıkama işleminde kullanılan parametrelerin sistem üzerindeki etkilerini ortaya çıkarmak için "Taguchi Method" tasarımı kullanılmıştır. Bu deney tasarımı yönteminde kontrol edilemeyen ve açıklanamayan değişkenlerin kontrolünü sağlar (Lin, 2004). Bu faktörlere karşı performans karakteristik kontrol faktörü seviyesinin belirlenmesinde Taguchi yönteminde amaç fonksiyon değerleri bir sinyal/gürültü (S/N) oranına dönüştürülür, yani deneysel veri kalitesi özelliklerini gösteren istenmeyen rastgele gürültü değeri için istenen sinyal oranı olarak ortaya konur.

Bu yöntemi kullanmanın temel amacı, daha az deneme ile çok daha anlaşılır sonuçlara ulaşmaktır. Deney tasarımındaki diğer bir adım, süreç parametrelerinin seviyelerini ayarlamaktır. Bu çalışma, önceki pilot deneylerin sonuçları ile literatür taramasından elde edilen bilgiler dikkate alınarak ve uzmanlarla istişare edilerek gerçekleştirilmiştir. Çizelge 1, deneysel çalışmada kullanılan parametreleri ve bunların seviyelerini, üç seviye yıkama metodu, üç seviye solüsyon ve iki seviye sıcaklık ile sunulmuştur. Taguchi L18 ($2^1 \times 3^2$) ortogonal dizi, optimum yıkama metotlarının belirlenmesi, solüsyon ve sıcaklık etkilerinin analizi için en uygun olarak seçilmiş ve Minitab 19 yazılımı kullanılmıştır.

Çizelge 1. Taguchi deney tasarımı için kullanılan proses parametreleri ve seviyeleri

No.	Proses Parametresi	Seviye 1	Seviye 2	Seviye 3
1	Yıkama metodu	Tek aşamalı	İki aşamalı	Bekleme
2	Çözeltiler	Etilalkol	İsopropilalkol	Distile Su
3	Sıcaklık	15°C	25°C	-

Yıkama verim değeri kalite karakteristik faktörü olduğundan, bu çalışma için "daha büyük-daha iyi" özelliği seçilmiştir. Eşitlik (1), "daha büyük-daha iyi" özelliğinin S/N oranını ifade eder.

$$\text{Daha büyük-daha iyi: } \frac{S}{N} = -10 \log n \sum_{i=1}^n y_i^2 \quad (1)$$

Burada, n , tekrarlanan deneylerin sayısını, y_i , deneysel veriyi, i , ortalama ölçülen değeri temsil etmektedir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Kristalizasyon sonrası elde edilen Amct kristallerinin belirlenen solüsyon ile yıkanması sonrası elde edilen kristal miktarının, yıkama öncesi kristal miktarına bölünmesi sonucunda yıkama verimi elde edilmiştir.

Gürültü-sinyal (S/N) oranının analizi

Amct kristallerinin yıkanmasının ardından Taguchi L18 deneysel tasarımı ile elde edilen S/N oranları ve deneysel yıkama verim değerleri Çizelge 2’de gösterilmektedir. Taguchi tabanlı yanıt tablosu kullanılarak deneysel yıkama verim özelliklerinin optimal seviyeleri için yıkama prosesi, solüsyon ve sıcaklık kontrol faktörleri arasında en etkili olanı belirlenmiştir.

Çizelge 2. Deneysel sonuçlar ve S/N oranları

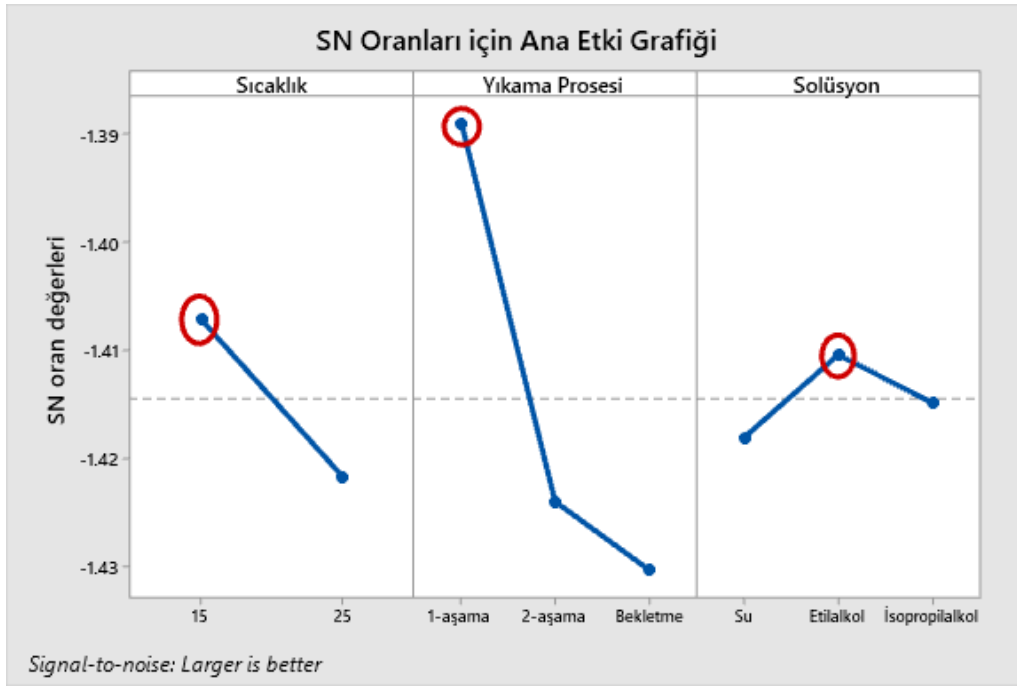
No.	Sıcaklık (°C)	Yıkama Prosesi	Solüsyon	Yıkama Verimi (%)	Verim için S/N Oranı
1	15	1-aşama	Distile Su	85.28	-1.38306
2	15	1-aşama	Etilalkol	85.34	-1.37695
3	15	1-aşama	İsopropilalkol	85.31	-1.38
4	15	2-aşama	Distile Su	84.89	-1.42287
5	15	2-aşama	Etilalkol	84.98	-1.41367
6	15	2-aşama	İsopropilalkol	84.94	-1.41775
7	15	Bekletme	Distile Su	84.85	-1.42696
8	15	Bekletme	Etilalkol	84.92	-1.4198
9	15	Bekletme	İsopropilalkol	84.88	-1.42389
10	25	1-aşama	Distile Su	85.11	-1.40039
11	25	1-aşama	Etilalkol	85.16	-1.39529
12	25	1-aşama	İsopropilalkol	85.13	-1.39835
13	25	2-aşama	Distile Su	84.76	-1.43618
14	25	2-aşama	Etilalkol	84.90	-1.42185
15	25	2-aşama	İsopropilalkol	84.80	-1.43208
16	25	Bekletme	Distile Su	84.73	-1.43926
17	25	Bekletme	Etilalkol	84.77	-1.43516
18	25	Bekletme	İsopropilalkol	84.75	-1.43721

Çizelge 3, S/N response tablosunu sunar ve yıkama verimi üzerindeki en etkili parametre olarak yıkama prosesini en az etkili parametre olarak ise sıcaklığı gösterir.

Çizelge 3. Sinyal gürültü oranları için response tablosu

Seviye	Sıcaklık	Yıkama Prosesi	Solüsyon
1	-1.407	-1.389	-1.418
2	-1.422	-1.424	-1.410
3	-	-1.430	-1.415
Delta	0.015	0.041	0.008
Rank	2	1	3

Amct’ın kristalizasyonunda yıkama verimi için S/N değerleri üzerindeki kontrol faktörünün etkileri Şekil 6’da ortaya koymuştur. Yıkama verimi (bkz. Şekil 6) için optimal yıkama prosesi parametreleri (en yüksek değerler) 1 aşamalı yıkama prosesi, solüsyonun 2. seviyesi olan etilen ve sıcaklık için 15°C bulunmuştur.



Şekil 5. Yıkama verimi için ortalama S/N oranı üzerindeki proses parametresi etkileri

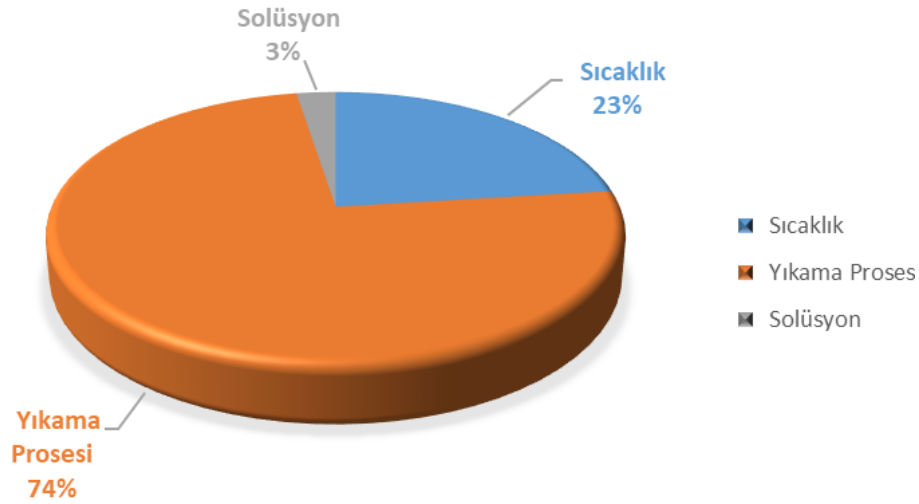
Varyans analizi

Bir deney tasarımında tüm kontrol faktörlerinin birbirleri ile olan etkileşimlerini belirlemek için varyans analizi (ANOVA) kullanılmıştır. Çizelge 4, %95 güven düzeyinde ve %5 anlamlılık düzeyinde yıkama prosesi, solüsyon ve sıcaklık kontrol faktörlerinin yıkama verimi üzerindeki etkilerini ortaya koyan ANOVA sonuçlarını göstermektedir. Kontrol faktörlerinin önemini belirlemek için her bir kontrol faktörünün F değeri karşılaştırılmıştır (Kumar ve Choudhury, 2008). Yıkama verimliliğinde hangi faktörün daha etkili olduğu Şekil 7'de çizilen pasta grafiğinde gösterilmektedir. Toplam değişkenlik üzerindeki etkilerin %74'ünü yıkama yöntemi, %23'ünü sıcaklık ve %3'ünü çözelti oluşturdu. Elde edilen bu değerler çerçevesinde en etkili değer "yıkama yöntemi" olduğu açıkça görülmektedir.

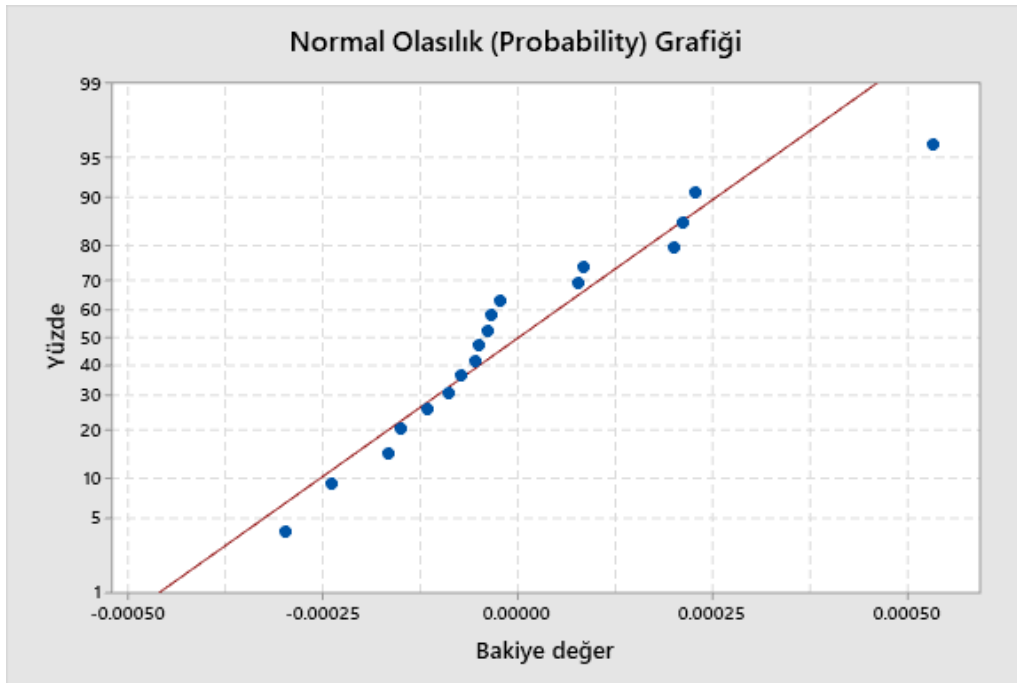
Çizelge 4. Sinyal gürültü oranları için response tablosu

Kaynak	DF	Seq SS	Katkı	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Sıcaklık	1	0.000009	%13.27	0.000009	0.000009	163.84	0.00000
Yıkama Prosesi	2	0.000057	%83.28	0.000057	0.000029	514.27	0.00000
Solüsyon	2	0.000002	%2.48	0.000002	0.000001	15.31	0.00050
Error	12	0.000001	%0.97	0.000001	0.000000		
Total	17	0.000069	%100.00				

Normal olasılık grafiği (Normal probability plot), regresyon modeli denklemine kıyasla bireysel değerlerin sapmasını gösterir. Çizginin etrafındaki kümelenmiş noktalar düşük sapma gösterir. Yıkama verimi için artık (residual) grafik Şekil 8'de gösterilmektedir. Normal olasılık grafiğinin, hataların normal dağıldığını gösteren neredeyse doğrusal bir yanıt gösterdiği açıktır.



Şekil 6. Yıkama verimindeki faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği



Şekil 7. Yıkama veriminin S/N oranları için artık grafik

Regresyon analizi

Regresyon analizi, bir bağımlı değişken ile bir veya daha fazla bağımsız değişken arasındaki ilişkinin modellenmesi ve analizi için uygulanır (Kıvak, 2014). Bu çalışmada, yıkama verimini denklemler yoluyla hesaplamak için regresyon analizi kullanılmıştır. Denklem tahminleri, lineer ve kuadratik modeller olarak formüle edilmiştir. Çizelge 5, çıktı parametreleri için tahmin edilen ikinci dereceden ve doğrusal denklemleri göstermektedir. Lineer regresyon modeli denklemleri aracılığıyla bulunan R^2 değeri yıkama verimi için %99.03 olarak bulunmuştur. Tahmin edilen değerler ile deneysel sonuçlar arasında çok iyi bir korelasyon ortaya konmuştur.

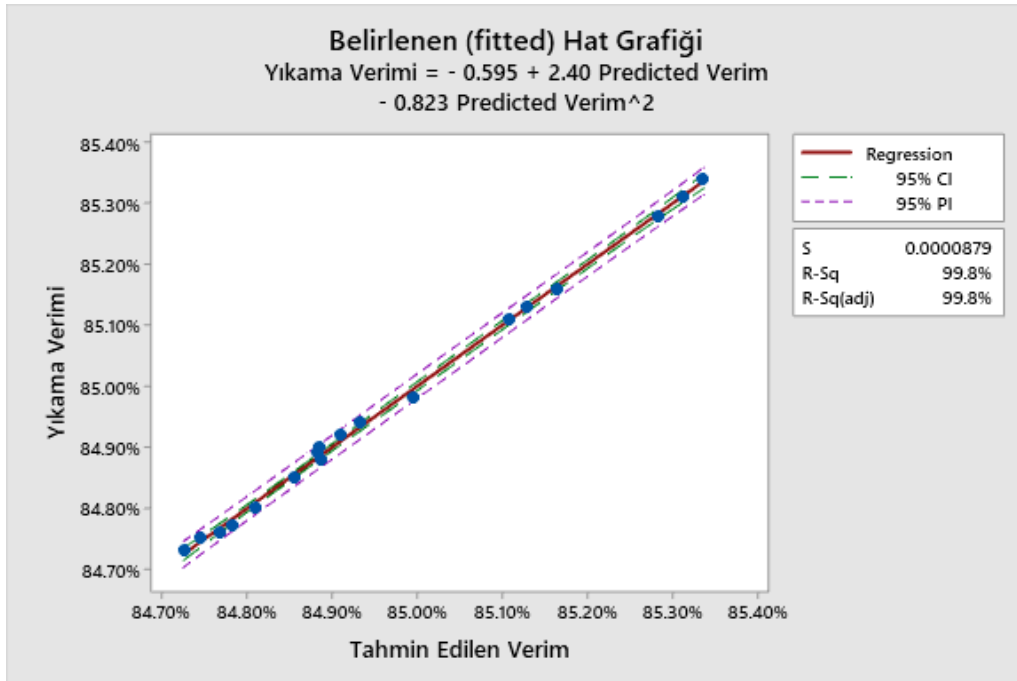
Çizelge 5. Yıkama veriminin tahmini için denklemler**R-sq %99.03**

$$\begin{aligned} \text{Yıkama Verimi} &= 0.852572 + 0.0 \text{ Sıcaklık}_{15} - \\ &0.001422 \text{ Sıcaklık}_{25} + 0.0 \text{ Yıkama Prosesi}_{1\text{-aşama}} - \\ &0.003433 \text{ Yıkama Prosesi}_{2\text{-aşama}} \\ &- 0.004050 \text{ Yıkama Prosesi}_{\text{Bekletme}} + 0.0 \text{ Solüsyon}_{\text{Su}} \\ &+ 0.000750 \text{ Solüsyon}_{\text{Etil}} \\ &+ 0.000317 \text{ Solüsyon}_{\text{İzopropil}} \end{aligned}$$

R-sq %99.83

$$\text{Yıkama Verimi} = -0.595 + 2.40 \text{ Predicted Verim} - 0.823 \text{ Predicted Verim}^2$$

İkinci dereceden regresyon modelinde deneysel sonuçlarla karşılaştırıldığında tahmin edilen değerler Şekil 9'da görülebilir. İkinci dereceden regresyon modeli ile gerçekleştirilen denklemlerde R^2 değeri yıkama verimi için %99.83 olarak belirlenmiştir. İkinci dereceden regresyon modeli ile elde edilen tahmin değerleri, doğrusal regresyon modeli ile elde edilenlerden daha yoğundur, bu da ikinci dereceden regresyon modelinin yıkama verimi tahmininde başarılı olduğunu gösterir.



Şekil 8. Yıkama verimi için deneysel sonuçlarla karşılaştırıldığında ikinci dereceden regresyon modeli

Amct üretimi sırasında ortaya çıkan safsızlıkların uzaklaştırılması konusunda farklı çalışmalar yapılmıştır. Alvarez ve Myerson (2010) ve Vartak ve Myerson (2017), Amct/4-HPG kristal örgüsüne, safsızlık 4-HPG ile kompleks yapmak üzere 47 adet bileşik kullanmıştır. Çalışma sonucunda 11 bileşen ile 4-HPG'nin kompleks oluşturduğu ve süzme metodu ile kolayca uzaklaştırıldığından bahsetmiş ve yüksek verim elde edildiğini ortaya koymuştur (Alvarez ve Myerson, 2010; Vartak ve Myerson, 2017). Ancak, Amct gibi oldukça hassas bir ilaca yeni bir kimyasalın eklenmesi ürünün raf ömrünü negatif olarak etkileyecektir. Shaohua Feng, (2006) ise yapmış olduğu çalışmada Amct'nin, 4°C'de pH 4.7'de kristalleştirildiğini belirtmiştir. Türbidimetrimin endüstriyel kristalizasyonda çekirdeklenmeyi tespit etmek için etkili bir teknik olduğu göstermiştir. İndüksiyon periyodu aşırı doygunluğun artmasıyla azalır ve bozunma ürünleri çekirdeklenme sürecini engellediğini ifade etmiştir (Shaohua Feng, 2006). Bunların dışında, Ergin (2021) ise farklı kompleks oluşturmak için kimyasal kullanmak yerine sadece proses koşullarını iyileştirerek daha saf ve verimli bir ürün elde etmeyi

amaçlamıştır. Bunun için yıkama metodunu, yıkama için farklı solüsyonları ve farklı sıcaklıkları kullanmıştır. Ayrıca, çalışmayı genel faktöriyel tasarım kullanarak optimize etmiştir. Çalışma sonucunda, oldukça yüksek ürün saflığı ve ürün verimi elde edildiği belirtilmiştir (Ergin, 2021).

Amct üretim prosesinin son aşaması olan yıkama prosesi, farklı yıkama metotları, farklı yıkama solüsyonları ve farklı sıcaklıklar kullanılarak Taguchi metodu ile gürültü-sinyal (S/N) oranının analizine başvurulmuş ilk defa bu çalışmada incelenmiştir. Çalışma sonucunda prosesin optimizasyonu noktasında bu güne kadar ihmal edilen yıkama prosesinin oldukça önemli olduğu görülmüştür. Sıcaklığın pH 6'da 15°C'den 25°C'ye yükseltilmesi, Amct'nin çözünürlüğü üzerinde önemli bir etkiye sahip değildir.

Rudolf ve ark., (2001) ve Diender ve ark., (2002) çalışmalarında, aynı pH aralığında 268 K'dan 298 K'ya 5 K'lık bir artışın Amct'nin çözünürlüğünde yaklaşık 0.44 mM'lik bir ortalama artışa neden olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle, sıcaklığın Amct'nin çözünürlüğü üzerinde önemli bir etkisinin olmadığını gösterdiler. Literatürde, safsızlık olarak kullanılan 4-HPG için aynı pH aralığında 268 K'dan 298 K'ya her 5 K sıcaklık artışında 6 mM'lik bir azalma olduğu belirtilmektedir (Rudolph ve ark., 2001; Diender ve ark., 2002). Böylece sunulan veriler ışığında, sıcaklığın safsızlık olan 4-HPG'nin çözünürlüğünde daha etkili olduğu söylenebilir. Sıcaklığın bileşiklerin çözünürlüğü üzerindeki etkisi, kristal yapının entalpisinin sıfıra doğru eğilim gösterdiğini göstermiştir. Ayrıca kristal yapının entropisinin sıcaklığa duyarlı olmadığını da ortaya çıkarmıştır.

Rudolph ve ark., (2001), Amct/4-HPG kristal kafesinin yukarıda bahsedilen sıcaklığa karşı davranışına ilave olarak, bu iki maddenin farklı koşullar altında çözünürlüğünü etkileyen en önemli faktörlerden biri de hidrofobik özellikleridir. Rudolph ve ark. yaptıkları çalışmada Amct'nin 4-HPG'den neredeyse iki kat daha fazla hidrofobik özelliğe sahip olduğunu ortaya koymuşlardır (Rudolph ve ark., 2001).

Douhéret ve ark., (2001), Franks, (2013), Bezerra ve ark., (2013) ise Amct ve 4-HPG'nin moleküler yapılarının birbirine benzer olmasına rağmen, 4-HPG'nin moleküler ağırlığının Amct'den daha küçük olduğunu, bunun da birçok çözücüde çözünmesini kolaylaştırdığını ifade etmişlerdir. Su ve Etilalkol dielektrik sabitleri sırasıyla 78.35 ve 24.60'dır. Dolayısıyla, Etilalkolün, polar çözünenleri çözme yeteneği suyunkinden daha düşüktür (Douhéret ve ark., 2001; Franks, 2013; Bezerra ve ark., 2013). Dolayısıyla, Etilalkol ve isopropilalkol kullanımı, çözünmüş moleküller arasındaki elektrostatik etkileşim yoluyla kümelenmeye izin verir. Çalışmada Etilalkol ve isopropilalkol kullanımı ortamın dielektrik sabitinde ve su aktivitesinde azalmaya neden olacağından çözünürlükte azalmaya neden olmuştur.

Bu çalışmada, bekletme süresinin etkisini göstermek amacıyla Amct/4-HPG kristal kafes üzerine tek aşamalı yıkama yöntemi, iki aşamalı yıkama yöntemi ve bekletme yöntemi, farklı yıkama solventleri uygulanmıştır. Bekleme süresinin artması ile kristalin ve kullanılan solventlerin temas süresi uzamıştır. Bu nedenle, kullanılan çözücüye bağlı olarak, Amct nispeten daha az çözülmüş ve kristal kafes içinde kalmış, 4-HPG ise çözelti fazına geçmiştir. Amct'nin yıkama verimi kalış süresinin 10 s'den 300 s'ye çıkarılmasıyla önemli ölçüde azalmıştır.

SONUÇ

Amoksisilin'in kristal yapısına moleküler yapı bakımından benzer olan 4-HPG'nin bir safsızlık olarak eklendiğinde kristal kafesten farklı kimyasallar kullanılmadan, sadece farklı yıkama yöntemleri kullanılarak uzaklaştırılmasının araştırılması literatür için oldukça önemli bir çalışmadır. Bu detaylı çalışma hem kesikli hem de sürekli proseslerin önemli bir parçası olan yıkama prosesine ışık tutmakta ve yıkamanın kristalizasyondaki önemini geniş bir perspektiften incelemektedir. Bu çalışma, üç

seviyeli yıkama yöntemi, üç seviyeli solvent ve iki seviye sıcaklık kullanılarak tasarlanmış ve deneyler Taguchi metoduna göre gerçekleştirilmiştir. Özellikle sanayide kullanılan tek aşamalı yıkama yöntemi, maliyet-etkinlik-saflık-zaman dörtlü dengesi dikkate alınarak iki aşamalı yıkama ve bekleme yöntemi ile karşılaştırılmıştır. Ana etki grafiğinden yıkama verim değerini etkileyen kritik faktörlerin sırasıyla yıkama yöntemi, sıcaklık ve çözelti olduğu görülmüştür. Tek aşamalı yıkama yöntemi, yıkama yöntemleri arasında en yüksek verim değerlerini ortaya koymuştur. Islatma yönteminde solüsyonun kalış süresinin etkisinden dolayı daha düşük yıkama verimi elde edilmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Alemzadeh I, Borghei G, Vafi L, Roostaazad R, 2010. Enzymatic synthesis of amoxicillin with immobilized penicillin g acylase. *Scientia Iranica. (Transaction C, Chemistry, Chemical Engineering)*, 17: 106-113.
- Alvarez AJ, Myerson AS, 2010. Continuous plug flow crystallization of pharmaceutical compounds. *Crystal Growth*, 10: 2219-2228.
- Bezerra I, Chiavone-Filho O, Mattedi S, 2013. Solid-liquid equilibrium data of amoxicillin and hydroxyphenylglycine in aqueous media. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 30: 45-54.
- Bruggink A, Roos EC, de Vroom E, 1998. Penicillin acylase in the industrial production of β -lactam antibiotics. *Organic Process Research & Development*, 2(2): 128-133.
- Diender MB, Straathof AJJ, Van Der Does T, Ras C, Heijnen JJ, 2002. Equilibrium modeling of extractive enzymatic hydrolysis of penicillin g with concomitant 6-aminopenicillanic acid crystallization. *Biotechnology and bioengineering*, 78(4): 395-402.
- Douhéret G, Davis MI, Reis JCR, Blandamer MJ, 2001. Isentropic compressibilities—experimental origin and the quest for their rigorous estimation in thermodynamically ideal liquid mixtures. *ChemPhysChem*, 2: 148-161.
- Elander RP, 2003. Industrial production of β -lactam antibiotics. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 61: 385-392.
- Engel J, Kleemann A, Kutscher B, Reichert D, 2014. *Pharmaceutical Substances, 2009: Syntheses, Patents and Applications of the Most Relevant APIs*. Georg Thieme Verlag.
- Ergin A, Ergin MF, 2021. The role of antifouling coating in the marine industry. *Research & Reviews in Engineering*, 53.
- Ergin MF, 2021. Purification of amoxicillin trihydrate in the presence of degradation products by different washing methods. *CrystEngComm*, 23(46), 8121-8130.
- FDA, 2021. Drug Shortages [Online]. <https://www.fda.gov/drugs/drug-safety-and-availability/drug-shortages>. [Accessed].
- Franks F, 2013. *Water in crystalline hydrates aqueous solutions of simple nonelectrolytes (Vol. 2)*, Springer Science & Business Media.
- Giron D, Goldbronn C, Mutz M, Pfeffer S, Piechon P, Schwab P, 2002. Solid state characterizations of pharmaceutical hydrates. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 68: 453-465.
- Hsi KHY, Concepcion AJ, Kenny M, Magzoub AA, Myerson ASJC, 2013. Purification of amoxicillin trihydrate by impurity-coformer complexation in solution. *CrystEngComm*, 15: 6776-6781.
- Kıvık T, 2014. Optimization of surface roughness and flank wear using the Taguchi method in milling of Hadfield steel with PVD and CVD coated inserts. *Measurement*, 50: 19-28.
- Klein EY, Van Boeckel TP, Martinez EM, Pant S, Gandra S, Levin SA, Goossens H, Laxminarayan R, 2018. Global Increase and Geographic Convergence in Antibiotic Consumption Between 2000 and 2015. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 115: E3463-E3470.
- Kumar KK, Choudhury S, 2008. Investigation of tool wear and cutting force in cryogenic machining using design of experiments. *Journal of Materials Processing Technology*, 203: 95-101.
- Lin C, 2004. Use of the Taguchi method and grey relational analysis to optimize turning operations with multiple performance characteristics. *Materials And Manufacturing Processes*, 19: 209-220.

- Onar HÇ, Vardar BA, 2018. Synthesis and antioxidant activity of novel 8-formyl-4-substitued coumarins. Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia, 32: 175-178.
- World Health Organization (WHO), 2018. Who Report On Surveillance Of Antibiotic Consumption: 2016-2018 Early Implementation.
- Rudolph ESJ, Zomerdijk M, Ottens M, Van Der Wielen LAM, 2001. Solubilities and partition coefficients of semi-synthetic antibiotics in water+ 1-butanol systems. Industrial & Engineering Chemistry Research, 40: 398-406.
- Vartak S, Myerson AS, 2017. Continuous crystallization with impurity complexation and nanofiltration recycle. Organic Process Research & Development, 21: 253-261.
- Yaşa H, 2020. A Study On Catalyst Used In Mannich Reaction To Obtain B-Amino Carbonyl Compounds In Recent Years. Theory Research In Science Mathematics II, 73.
- Yaşa H, Ergin MF, Ergin A, Alkan G, 2016. Importance of inert gases for chemical transportation. Proceedings Book, 825.
- Youshko MI, Moody HM, Bukhanov AL, Boosten WH, Švedas VK, 2004. Penicillin acylase-catalyzed synthesis of β -lactam antibiotics in highly condensed aqueous systems: Beneficial impact of kinetic substrate supersaturation: Beneficial impact of kinetic substrate supersaturation. Biotechnology and Bioengineering, 85: 323-329.

Atf İçin: Batır G G, Arık M, 2022. Suda Çözünabilir Grafen/Boyar Madde Kompozitlerinin Spektroskopik Özelliklerinin İncelenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(2): 946-956.

To Cite: Batır G G, Arık M, 2022. Investigation of Spectroscopic Properties of Water-Soluble Graphene / Dye Composites. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(2): 946-956.

Suda Çözünabilir Grafen/Boyar Madde Kompozitlerinin Spektroskopik Özelliklerinin İncelenmesi

Gökhan Güven BATIR^{1*}, Mustafa ARIK²

ÖZET: Grafen, tek atom kalınlığındaki karbon nanomateriyallerden biri olarak, üstün optik ve elektriksel özelliklerinden dolayı araştırmacılar arasında büyük ilgi uyandırmaktadır. Boyar maddeler medikal ve teknolojik uygulamalarda sıklıkla kullanılan optik malzemeler olup bu materyaller ile boyar maddeler kullanılarak elde edilen nanokompozitlerin optiksel ve morfolojik karakterizasyonu, optik sensörler, optoelektronik cihazlar gibi potansiyel uygulama alanları için büyük öneme sahiptir. Ksanten türevleri, geniş absorpsiyon ve floresans spektrumları, ışığa karşı dayanıklılıkları, in vivo çalışmalarda düşük toksisite ve suda nispeten yüksek çözünürlük gibi birkaç karakteristik özelliklerinden dolayı nanokompozit eldesinde kullanılabilir en iyi boyar maddeler arasında yer almaktadır. Bu çalışmada, modifiye edilmiş Hummers yöntemiyle sentezlenen grafenden indirgenmiş grafen oksit (rGO) eldesi gerçekleştirildi. rGO ve ksanten türevi boyar maddeler (Rodamin 101, Floresin ve Eosin Y) ile sulu ortamda yeni kompozitler sentezlendi. Bu kompozitlerin morfolojik ve optiksel özellikleri; X-ışını kırınımı (XRD), Raman spektroskopisi, Fourier dönüşümü kızıl ötesi spektroskopisi (FTIR), UV-görünür spektroskopisi ve durgun-hal floresans spektroskopisi ile aydınlatıldı. Elde edilen kompozitlerin optik ve morfolojik özelliklerine rGO ve boyar madde derişimlerinin etkisi incelenmiştir. Kompozitlerin absorpsiyon spektrumlarında rGO miktarına bağlı olarak çeşitli değişiklikler (batokromik ve hipsokromik kayma, hipokromik etki gibi) gözlemlendi. Ayrıca, kompozitlerde rGO miktarı arttırıldığında boyar maddelerin floresans şiddetlerinin etkili bir şekilde sönümlendiği belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Grafen, ksanten boyar maddeler, rGO

Investigation of Spectroscopic Properties of Water-Soluble Graphene / Dye Composites

ABSTRACT: Graphene, as one of single-atom-thick carbon nanomaterial, has recently interested among researchers due to its superior optical and electrical properties. Dyes are frequently used optical materials in medical and technological applications. Optical and morphological characterization of nanocomposites that is obtained by using these materials and dyes have great importance for potential applications such as optical sensors, optoelectronic devices, etc. Xanthene derivatives are one of the best dyes used in obtaining nanocomposites since they have several characteristic features including large absorption and fluorescence, light resistance, low toxicity in-vivo, and relatively high solubility in water. In this work, reduced graphene oxide (rGO) was synthesized with modified Hummers' method. Novel composites with rGO and xanthene derivative dyes (Rhodamine 101, Florescein and Eosin Y) were synthesized in an aqueous medium. Morphological and optical properties of these composites was confirmed with X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), UV-visible spectroscopy and steady-state fluorescence spectroscopy. The effect of rGO and dye concentrations on optical and morphological properties of synthesized composites was investigated. Various changes (such as bathochromic and hypsochromic shift, hypochromic effect) were observed in the absorption spectra of the composites depending on the amount of rGO. Also, when amounts of rGO in composites was increased, the fluorescence intensities of dyes were influentially quenched.

Keywords: Graphene, xanthene dyes, rGO

¹Gökhan Güven BATIR ([Orcid ID: 0000-0001-9568-5767](https://orcid.org/0000-0001-9568-5767)), Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Yıldızeli Meslek Yüksekokulu, Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü, Sivas, Türkiye

² Mustafa ARIK ([Orcid ID: 0000-0001-5788-4466](https://orcid.org/0000-0001-5788-4466)), Siirt Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Fakültesi, İş Sağlığı ve Güvenliği Bölümü, Siirt, Türkiye

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Gökhan Güven BATIR, e-mail: gokhanbatir@cumhuriyet.edu.tr

Bu çalışma Gökhan Güven BATIR'ın Doktora tezinden üretilmiştir. Makale 9-12 Mayıs 2018 tarihlerinde Antalya'da düzenlenen "3rd International Conference on Advances in Natural Applied Sciences'da" sözlü olarak sunulmuştur.

GİRİŞ

2004 yılında karbon allotropu olan iki boyutlu (2D) grafenin keşfi tüm dünyada büyük ilgi uyandırmıştır. Basitçe grafitin tek katmanlı hali olarak tanımlanabilen grafen, karbon atomlarının bal peteği yapısında ve tek atom kalınlığında dayanıklı bir malzemedir. Grafen oldukça geniş bir yüzey alana ($2630 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$) sahip olan bir malzemedir (Bolotin ve ark., 2008; Morozov ve ark., 2008). Bunun yanı sıra grafen yüksek taşıyıcı mobilite ($200.000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$), kütsüz ve ışık hızına yakın bir hız ile hareket eden Dirac parçacığı benzeri elektronlar ve çok az sapma gösteren elektronik bir taşıyıcıdır (Bolotin ve ark., 2008; Morozov ve ark., 2008). Grafen bu özelliklerinden dolayı yüksek frekanslı transistörlerde, sensörlerde ve şeffaf elastik elektrot olarak kullanımında fayda sağlamaktadır.

Görünür bölge boyar maddeleri kullanılarak sabit büyüklükte band boşluğu enerjisine sahip yarıiletkenlerin foto seçiciliği son yıllarda yaygın bir şekilde araştırmalara konu olmuştur. Boyar maddeler ile çalışılırken bilinmesi gereken konuların başında fotofizik ve fotokimya gelmektedir. Fotofiziksel ve fotokimyasal olayların temelini ışık-madde etkileşimi oluşturmaktadır.

Floresans kuençleşme reaksiyonları ilk olarak 1960'ın sonları ile 1970'in başları arasında biyokimyasal problemler için uygulanmış ve o zamandan beri proteinler, membranlar ve diğer makromoleküler topluluklar için önemli bir araştırma konusu olmuştur (Lakowicz, 2013).

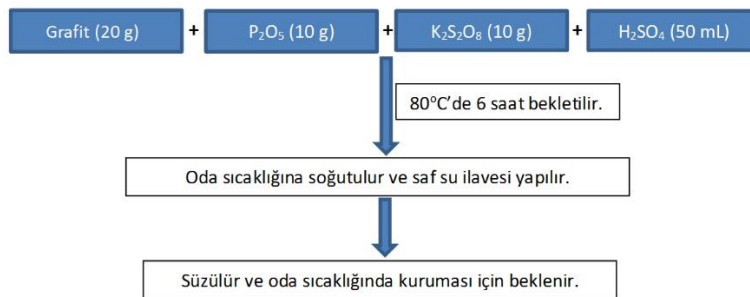
Çalışmamızda sulu ortamda Rodamin 101, Floresin ve Eosin Y gibi ksanten türevi boyar maddeler ile grafenin etkileşimleri incelenmiştir.

MATERYAL ve METOT

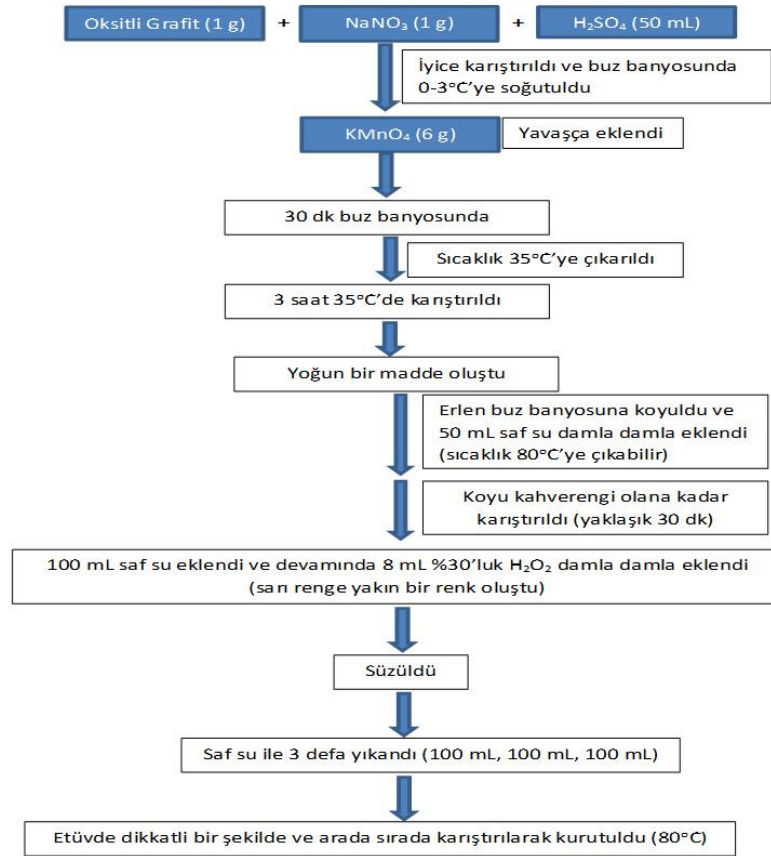
Modifiye Hummers Metodu ile Grafenin Sentezi

Boyar maddelerle sulu ortamda çalışılacağı ve daha kolay işlendiği için Modifiye Hummers metodu ile sentezlenen grafen kullanıldı. Modifiye Hummers metodu ile grafen sentezi aşağıda gösterildiği gibi 3 basamaktan oluşmaktadır. İlk basamakta grafit oksitlenir, ikinci basamakta grafit oksit eldesi sağlanır ve son olarak tek tabakalı hali olan grafen oksit elde edilir.

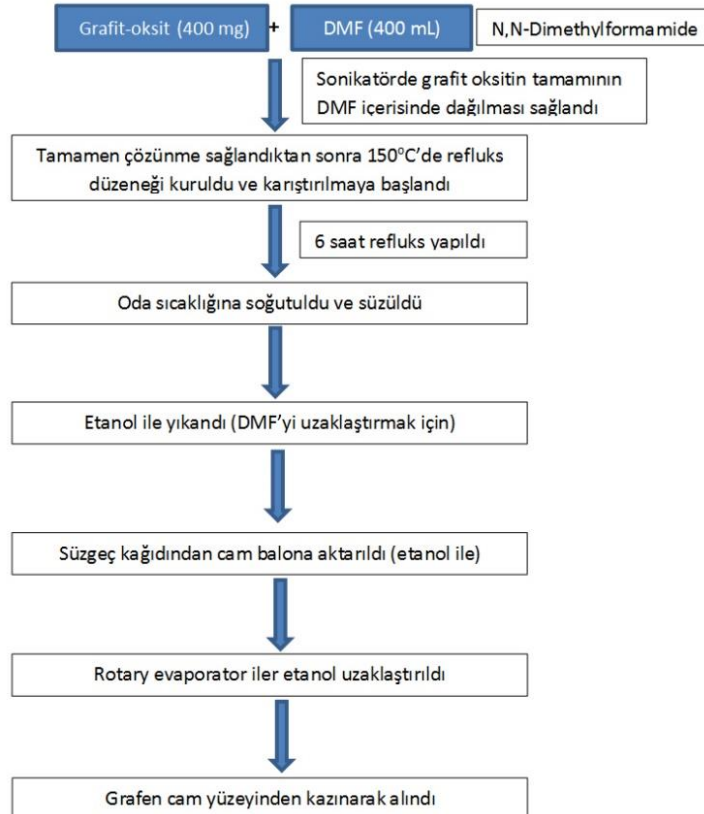
1. Basamak: Grafit'i Oksitlemek (daha ince grafen tabakası elde edebilmek için)



2. Basamak: Grafit-oksit Sentezi



3. Basamak: Grafen Sentezi



Kompozitlerin hazırlanması

Rodamin 101 ve Eosin Y bileşiğinin suda 1.0×10^{-3} M'lik stok çözeltisi hazırlandı. Floresin bileşiği suda tam olarak çözünmediği için etanolde 1.0×10^{-3} M'lik stok çözeltisi hazırlandı. Referans makalelere uygun olarak ilk etapta boyar maddelerin oranı sabit tutulup (1.0×10^{-5} M) rGO miktarları 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 2.5 mg olarak değiştirildi ve rGO miktarının boyar maddelerin spektroskopik özellikleri üzerine etkisi incelendi. Daha sonra sabit rGO miktarında (1.5 mg) boyar maddelerin derişimleri 1.0×10^{-6} ; 5.0×10^{-6} ; 1.0×10^{-5} ; 1.5×10^{-5} ; 2.0×10^{-5} M olacak şekilde değiştirildi. Elde edilen kompozitlerin spektroskopik özelliklerini incelemek için 200-1100 nm dalga boyu aralığına sahip Perkin-Elmer firmasına ait Lambda 35 model spektrofotometre cihazı (UV-Vis) ve Shimadzu firmasına ait (model RF-5301 PC Spectrofluorophotometer) durgun-hal emisyon ve eksatasyon ölçümlerinin yapılabildiği spektrofotometre cihazı kullanılmıştır.

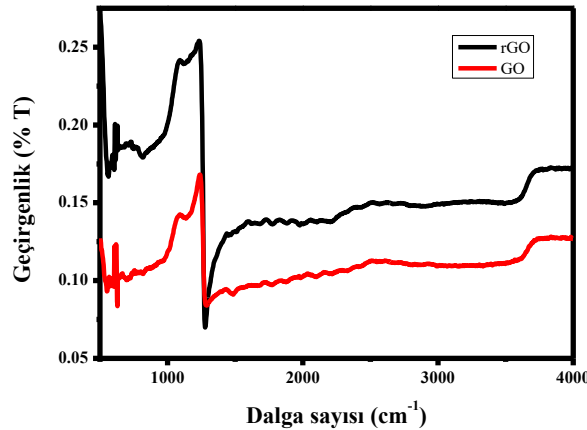
Çözücü buharlaştırma (Cast-Coating) tekniğiyle film hazırlama

Çözücü buharlaştırma filmleri hazırlanırken, oda şartlarında hazırlanmış çözeltilerden otomatik pipetlerle 100 µl alınarak temiz bir ortamda, düz olduğundan emin olunan bir destek üzerine tutturulmuş cam alttaş üzerine damlatıldı. Bu şekilde hazırlanan kompozitlere ait filmlerde çözücünün buharlaşması için ısıtıcıda 80°C 'de bekletildi. Elde edilen filmler XRD, Raman ve FTIR analizleri yapılmak için tozdan arınmış kaplarda saklandı.

BULGULAR ve TARTIŞMA

FTIR Spektroskopisi

GO yapısında $-\text{OH}$, $-\text{C}=\text{O}$, $-\text{C}-\text{OH}$ ve $-\text{C}-\text{O}$ gibi fonksiyonel grupları bulunmaktadır. Bu fonksiyonel grupları yapıdan uzaklaştırmak, grafen omurgasında bulunan sp^3 hibrit sayısını azaltmak ve bu şekilde iletkenliği ve esnekliği artırmak için çeşitli indirgenme prosedürleri uygulanmaktadır. Böylece rGO yapısı oluşmaktadır. Fakat uygulanan farklı indirgenme yöntemlerinden hiç biri GO yapısında bulunan bütün oksijenli fonksiyonel grupları indirgemek için yeterli olmamaktadır (Stankovich ve ark., 2006).

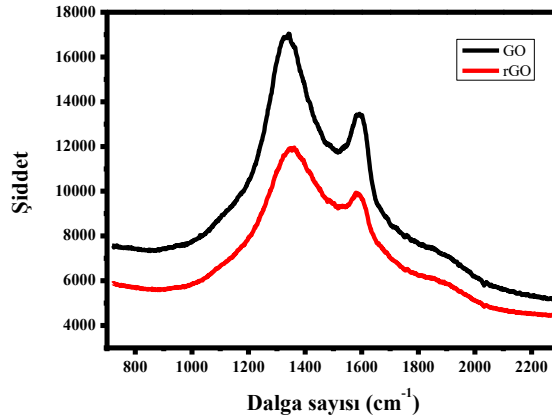


Şekil 1. GO ve rGO'ya ait FTIR spektrumları

Şekil 1.'de verilen GO'ya ait FT-IR spektrumu incelendiğinde, 3450 cm^{-1} dalga sayısında oluşan geniş ve yayvan pikin $-\text{OH}$ gerilimine, 1734 cm^{-1} dalga sayısında karbonil ve karboksil gruplarında bulunan $-\text{C}=\text{O}$ bağının gerilim titreşimine, 1623 cm^{-1} dalga sayılarında grafenin omurgasında bulunan $-\text{C}=\text{C}-$ bağının gerilim titreşimine, 1222 cm^{-1} ve 1051 cm^{-1} dalga sayılarında ise $-\text{C}-\text{OH}$ titreşimine ve $-\text{C}-\text{O}-$ bağının deformasyonuna karşılık gelen piklerin olduğu görülmektedir. GO yapısında fonksiyonel gruplara ait bağlardan başka 2973 cm^{-1} dalga sayısında grafen omurgasında bulunan $-\text{C}-\text{H}$ bağlarının simetrik gerilimlerine karşılık gelen pikin de olduğu belirlendi.

Raman spektroskopisi

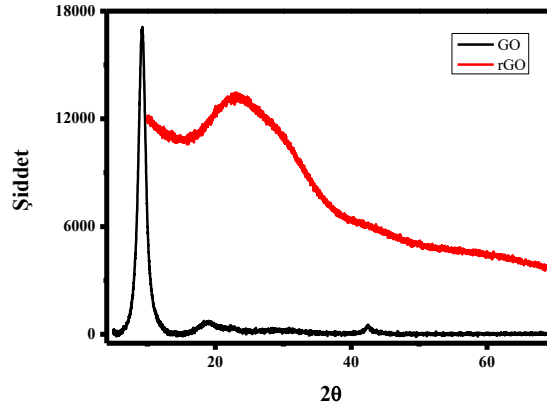
Raman spektroskopisi GO'dan rGO'ya indirgenmenin doğruluğunu kanıtlamak için kullanılan iyi bir yöntemdir. Şekil 2.'de GO ve rGO'ya ait Raman spektrumları görülmektedir. sp² hibritleşmesini gösteren D bandı pikleri, GO için 1336 cm⁻¹ ve rGO için 1354 cm⁻¹ dalga sayılarında görülmektedir (Ferrari ve Robertson, 2000). Bu pikler bütün sp² yapısına sahip karbon materyaller için C-C gerilim bandını göstermektedir. 1588 cm⁻¹ ve 1582 cm⁻¹ civarındaki G pikleri sırasıyla GO ve rGO için sp² C atomlarının E_{2g} fotonlarının saçılmasını göstermektedir (Ferrari ve Robertson, 2000). D bandının şiddeti sp² düzleminin boyutu ile bağlantılıdır (Guo ve ark., 2012). D pikinin şiddetinin artması daha fazla sp² formuna sahip olduğunu kanıtlamaktadır. D ve G piklerinin oranı sp² hibritleşmesi ve boyutların düzeni hakkında bilgi vermektedir (Akhavan ve Ghaderi, 2012; Guo ve ark., 2012). GO ve rGO için D/G oranları 1.25 ve 1.20 olarak bulunmuştur. D/G oranındaki bu azalma sp² düzlemsel bölgesinde boyuttaki azalmayı ve uç bölgesinde artışı kanıtlamaktadır (Ferrari ve ark., 2006; Fu ve ark., 2013).



Şekil 2. GO ve rGO'ya ait Raman spektrumları

XRD

GO'nun indirgenmesi yapısal değişikliklere neden olacaktır. İndirgenme gerçekleştiğinde yapısında bulunan epoksite, karboksilik asit, eter ve hidroksit gibi fonksiyonel grupların yapıdan uzaklaşması ve geride kalan tabakaların birbirlerine yaklaşması sağlanmaktadır. Oksijen içeren fonksiyonel gruplar yapıdan uzaklaştırıldıktan sonra geride kalan karbon atomları kendi aralarında birleşeceklerdir. Karbon örgüsünün tekrar meydana gelmesinden dolayı grafen (rGO) yapısı gözlenebilecektir. GO ve rGO yapısı XRD tekniği ile kolayca takip edilebilir. GO ve rGO nun XRD spektrumları karşılaştırmalı olarak Şekil 3.'de gösterilmiştir. XRD spektrumları incelendiği zaman; GO'ya ait yaklaşık 9,2°'de gözlenen pik indirgenmeden sonra kaybolmuş ve tekrar 23°'de ortaya çıkmıştır. rGO için gözlenen bu pik grafenin (002) kristal yapısı ile uyumlu olup; indirgenme sonucu grafen yapısının oluşumunu göstermektedir (Liu ve ark., 2014; Wang ve ark., 2014).



Şekil 3. GO ve rGO'ya ait XRD spektrumları

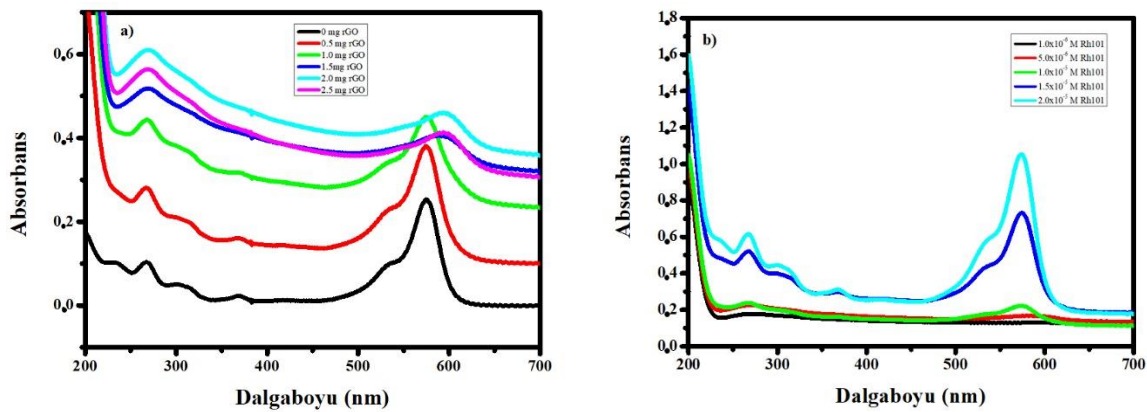
Boyar Madde-rGO kompozitlerinin sentezi

Deneylerimizde ksanten türevi olan Rodamin 101, Eosin Y ve Floresin kullanıldı. Boyar maddelerin sulu stok çözeltileri hazırlandı (Floresinin suda çözünürlüğü iyi olmadığı için etanolde çözünerek stok çözeltisi hazırlandı). Boyar maddeler stok çözeltilerinden seyreltilerek ve üzerine çeşitli oranlarda rGO eklenerek kompozitler hazırlandı. Kompozitleri elde etmek için boyar madde ve rGO 20°C'de ultrasonik banyoda 2 saat karıştırıldı.

Rh101-rGO kompozitlerinin spektroskopik özellikleri

UV-Vis spektroskopisi

Rodamin türevi boyar maddeler tekstil ve gıda boyalarında sıkça kullanılan sentetik boyar maddelerdir (Shen ve ark., 2015). Şekil 4a.'da sabit Rh101 derişiminde farklı rGO miktarları verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi rGO miktarı arttırıldıkça 300 nm civarında rGO'ya özgü olan absorpsiyon piki gözlenmiştir. Ayrıca Rh101'e ait olan 575 nm civarındaki keskin pik rGO miktarı arttırıldıkça etkileşimden dolayı yayvanlaşmış ve 598 nm'ye batokromik (kırmızı bölgeye) kayma gerçekleşmiştir (Bozkurt ve ark., 2014; Collison ve ark., 2008; Geng ve Jung, 2010). Rh101 π konjugasyonuna sahiptir ve rGO ile π - π ve elektrostatik etkileşime girerek batokromik kayma gerçekleştirir (Şinforoğlu ve ark., 2013).

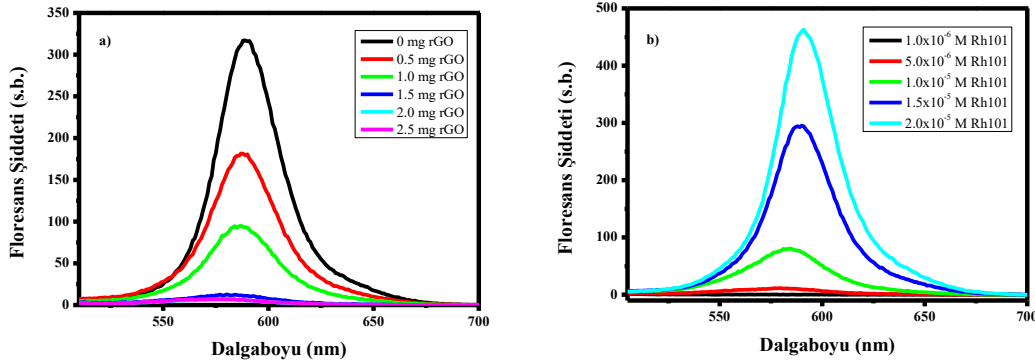


Şekil 4. a) Sabit Rh101 (1.0×10^{-5} M) derişiminde farklı rGO miktarı ilavesinin absorpsiyon spektrumları b) Sabit rGO (1.5 mg) miktarında farklı Rh101 derişimlerinin absorpsiyon spektrumları

Şekil 4b.'de sabit rGO (1.5 mg) miktarında Rh101 derişimleri değiştirilmiştir. Rh101 miktarının az olduğu durumlarda Rh101'e özgü absorpsiyon piki gözlenmemiştir. Rh101 miktarı arttırıldıkça boyaya ait olan pik gözlenmeye başlanmıştır.

Floresans spektroskopisi

Grafen, GO ve rGO'nun floresans kuençır özelliğine sahip olduğu bilinmektedir (Morales-Narváez ve ark., 2012). Şekil 5a.'da sabit Rh101 derişiminde farklı rGO miktarlarının floresans spektrumları verilmiştir. Grafik incelendiğinde rGO miktarı arttırıldıkça doğru orantılı olarak floresans şiddetleri düştüğü görülmektedir. rGO miktarının en fazla olduğu noktada ise Rh101'in floresansının tamamen kuençleştüğü gözlenmiştir.



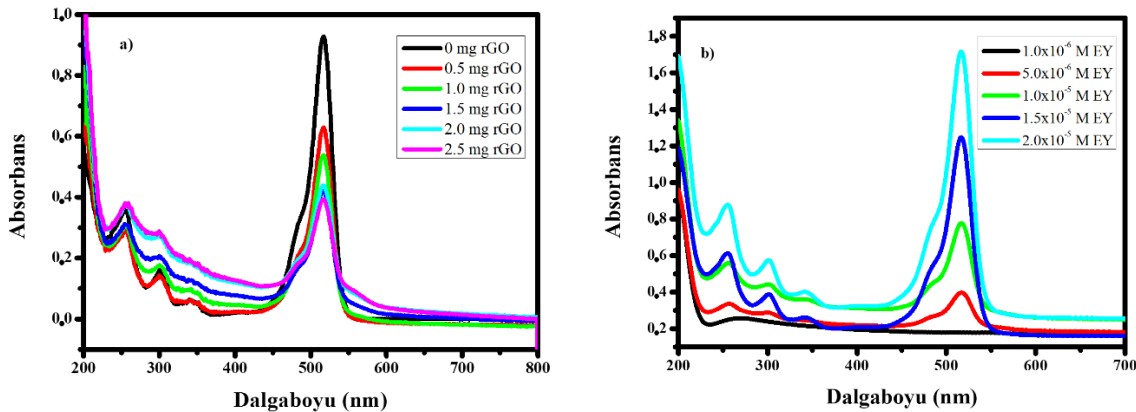
Şekil 5. a) Sabit Rh101 (1.0×10^{-5} M) derişiminde farklı rGO miktarı ilavesinin floresans spektrumları (b) Sabit rGO (1.5 mg) miktarında farklı Rh101 derişimlerinin floresans spektrumları ($\lambda_{eks}=500$ nm)

Şekil 5b.'de sabit rGO miktarında farklı Rh101 derişimlerinin floresans spektrumları verilmiştir. Grafiğe bakıldığında Rh101 derişimi arttırıldığında floresans şiddetinin de orantılı olarak artış gösterdiği görülmektedir. Bu durum, ortamda boyar madde konsantrasyonu arttıkça rGO ile etkileşen boyar madde dışında çözelti ortamında serbest halde bulunan boyar maddelerin varlığı ile açıklanmaktadır (Samanta ve ark., 2018).

Eosin Y-rGO kompozitlerinin spektroskopik özellikleri

UV-Vis spektroskopisi

Eosin Y, düşük maliyet ve toksisite nedeniyle daha çok homojen fotokataliz alanlarında yapılan çalışmalarda kullanılmaktadır (Hari ve König, 2011; Mou ve ark., 2011; Neumann ve ark., 2011; Koegl ve ark., 2020.). Şekil 6a.'da sabit Eosin Y derişiminde farklı rGO miktarlarının absorpsiyon spektrumları verilmiştir. Spektrumlar incelendiğinde rGO miktarı arttırıldıkça Eosin Y'nin 517 nm'deki absorpsiyon pik şiddetinde azalma (hipokromik etki) olduğu görülmektedir (Mou ve ark., 2011; W. Zhang ve ark., 2016). Ayrıca 250 nm civarındaki rGO'ya ait pikte artış gözlenmiştir.

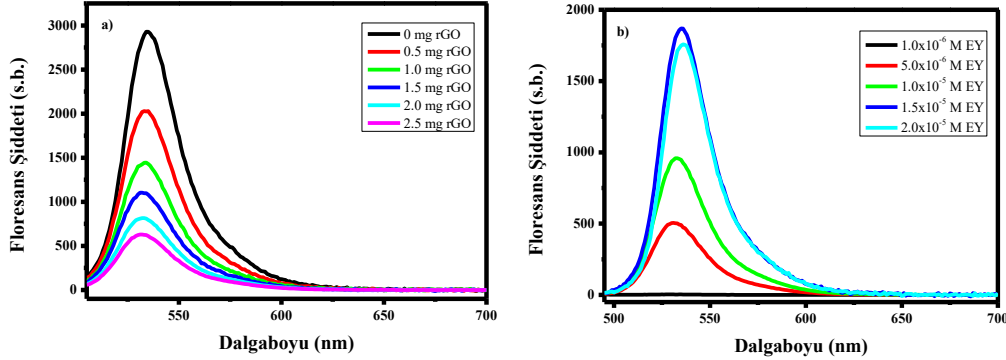


Şekil 6. a) Sabit Eosin Y (1.0×10^{-5} M) derişiminde farklı rGO miktarı ilavesinin absorpsiyon spektrumları b) Sabit rGO (1.5 mg) miktarında farklı Eosin Y derişimlerinin absorpsiyon spektrumları

Şekil 6b’de sabit rGO miktarında farklı derişimlerde Eosin Y’nin absorpsiyon spektrumları verilmiştir. Eosin Y derişimi en düşük olduğunda herhangi bir absorpsiyon piki gözlenmemiştir. Boya miktarı arttırıldığında Eosin Y’ye ait absorpsiyon pikleri gözlenmiştir.

Floresans spektroskopisi

Şekil 7a ve Şekil 7b’de sabit Eosin Y derişiminde farklı rGO miktarları ve sabit rGO miktarında farklı derişimlerde Eosin Y’nin floresans spektrumları verilmiştir. rGO’nun iyi bir kuençır olduğu bilinmektedir (Srivastava ve ark., 2018). Dolayısıyla spektrumlar incelendiğinde rGO miktarı arttırıldıkça floresans şiddetlerindeki düşüş net bir şekilde görülmektedir.

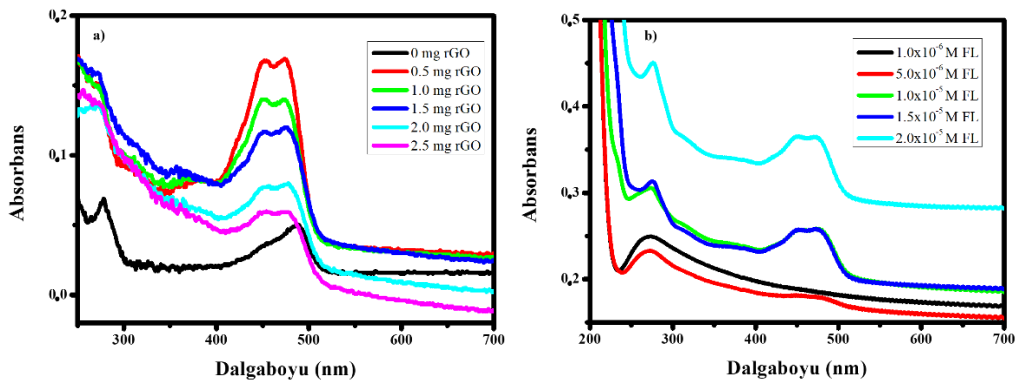


Şekil 7. a) Sabit Eosin Y (1.0×10^{-5} M) derişiminde farklı rGO miktarı ilavesinin floresans spektrumları b) Sabit rGO (1.5 mg) miktarında farklı Eosin Y derişimlerinin floresans spektrumları ($\lambda_{eks}=500$ nm)

Floresin-rGO kompozitlerinin spektroskopik özellikleri

UV-Vis spektroskopisi

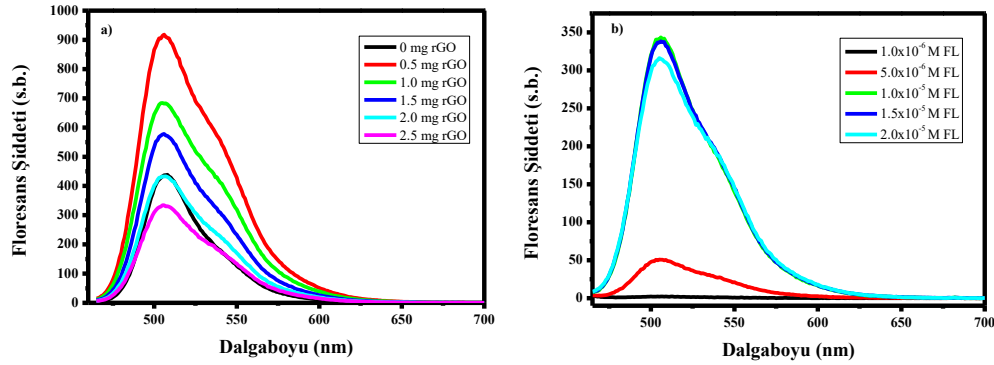
Şekil 8a ve Şekil 8b’de sabit Floresin derişiminde farklı rGO miktarları ve sabit rGO miktarında farklı derişimlerde Floresin için UV-Vis spektrumları verilmiştir. Spektrumlar incelendiğinde floresine özgü pikler 490 nm civarında görülmektedir (Dave ve Dhayal, 2017; Muthulingam ve ark., 2015; Şenol ve ark., 2017; X.-F. Zhang ve ark., 2013; Zhu ve ark., 2017; Li ve ark., 2020). rGO miktarı arttırıldıkça rGO’ya özgü pik olan 250 nm civarında belirginleşmeye başlamıştır. Ayrıca rGO miktarı arttıkça floresinin absorpsiyon pikinde hipsokromik kaymaya (maviye kayma) neden olmuştur. Şekil 8b’de floresin miktarının az olduğu yerlerde sadece rGO’ya ait pikler görünürken, floresinin miktarı arttırıldığında boyaya özgü pikler görülmeye başlamıştır.



Şekil 8. a) Sabit Floresin (1.0×10^{-5} M) derişiminde farklı rGO miktarı ilavesinin absorpsiyon spektrumları b) Sabit rGO (1.5 mg) miktarında farklı Floresin derişimlerinin absorpsiyon spektrumları

Floresans spektroskopisi

Şekil 9a ve Şekil 9b.’de sabit floresin derişiminde farklı rGO miktarları ve sabit rGO miktarında farklı derişimlerde floresine ait floresans spektrumları verilmiştir. rGO miktarı arttırıldıkça kuençleşme gerçekleşmiştir.



Şekil 9. a) Sabit Floresin (1.0×10^{-5} M) derişiminde farklı rGO miktarı ilavesinin floresans spektrumları b) Sabit rGO (1.5 mg) miktarında farklı Floresin derişimlerinin floresans spektrumları

SONUÇ

Modifiye Hummers metodu ile GO ve rGO sentezi gerçekleştirildi. Sentezlenen rGO'nun ksanten türevi boyar maddeler olan Rodamin 101, Eosin Y ve Floresin ile kompozitleri elde edildi. Boyar madde-rGO kompozitlerin spektroskopik analizleri UV-VIS spektroskopisi, durgun- hal floresans spektroskopisi ile yapıldı. Sabit Rh101 derişiminde kompozit absorpsiyonunda 23 nm civarında batokromik (kırmızıya) ve sabit FL derişiminde kompozit absorpsiyonunda 28 nm hipsokromik (maviye) kayma meydana geldiği gözlemlendi. Sabit EY derişiminde ise kompozit absorpsiyonunda hipokromik (absorpsiyon şiddetinde azalma) etki gözlemlendi. Boyar madde-rGO kompozitlerinde kullanılan boyar maddelerin tamamı ksanten türevi olmasına rağmen, ksanten halkasına bağlı olan süstitüe gruplara göre farklı absorpsiyon davranışları gösterdiği gözlemlendi. Boyar madde-rGO kompozitlerinin hepsinde rGO miktarı arttırıldıkça rGO'nun kuençır olmasından dolayı floresans şiddetlerinde belirgin düşüşler olduğu gözlemlendi. Kompozitte rGO daha baskın ve bal peteği yapısında olduğu için boyar maddelerin, rGO tabakalarının arasına yerleştiği önerildi. Sabit rGO miktarında, boyar madde miktarı arttırıldıkça boyar maddelerin floresans spektrumlarındaki şiddetin artması, boyar madde ve rGO etkileşimlerinin kimyasal olarak değil daha çok fiziksel olarak veya daha zayıf bağlar olan van der Waals bağları ile gerçekleştiği düşüncesini destekledi.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, TÜBİTAK 2214-A-Yurt Dışı Doktora Sırası Araştırma Burs Programı projeleri tarafından "1059B141400602" kodlu proje ile desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Akhavan, O., Ghaderi, E. 2012. "Escherichia coli bacteria reduce graphene oxide to bactericidal graphene in a self-limiting manner". *Carbon*, 50(5), 1853–1860.
- Bolotin, K. I., Sikes, K. J., Jiang, Z., Klima, M., Fudenberg, G., Hone, J. ea, ... Stormer, H. L. 2008. "Ultrahigh electron mobility in suspended graphene". *Solid state communications*, 146(9–10), 351–355.

- Bozkurt, E., Acar, M., Onganer, Y., Meral, K. 2014. "Rhodamine 101–graphene oxide composites in aqueous solution: the fluorescence quenching process of rhodamine 101". *Physical Chemistry Chemical Physics*, *16*(34), 18276–18281.
- Collison, C. J., O'Donnell, M. J., Alexander, J. L. 2008. "Complexation between Rhodamine 101 and Single-Walled Carbon Nanotubes Indicative of Solvent– Nanotube Interaction Strength". *The Journal of Physical Chemistry C*, *112*(39), 15144–15150.
- Dave, K., Dhayal, M. 2017. "Fluorometric estimation of amino acids interaction with colloidal suspension of FITC functionalized graphene oxide nanoparticles". *Applied Surface Science*, *396*, 978–985.
- Ferrari, A. C., Meyer, J. C., Scardaci, V., Casiraghi, C., Lazzeri, M., Mauri, F., ... Roth, S. 2006. "Raman spectrum of graphene and graphene layers". *Physical review letters*, *97*(18), 187401.
- Ferrari, A. C., Robertson, J. 2000. "Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon". *Physical review B*, *61*(20), 14095.
- Fu, C., Zhao, G., Zhang, H., Li, S. 2013. "Evaluation and characterization of reduced graphene oxide nanosheets as anode materials for lithium-ion batteries". *Int. J. Electrochem. Sci*, *8*(5), 6269–6280.
- Geng, J., Jung, H.-T. 2010. "Porphyrin functionalized graphene sheets in aqueous suspensions: from the preparation of graphene sheets to highly conductive graphene films". *The Journal of Physical Chemistry C*, *114*(18), 8227–8234.
- Guo, Y., Sun, X., Liu, Y., Wang, W., Qiu, H., Gao, J. 2012. "One pot preparation of reduced graphene oxide (RGO) or Au (Ag) nanoparticle-RGO hybrids using chitosan as a reducing and stabilizing agent and their use in methanol electrooxidation". *Carbon*, *50*(7), 2513–2523.
- Hari, D. P., König, B. 2011. "Eosin Y catalyzed visible light oxidative C–C and C–P bond formation". *Organic letters*, *13*(15), 3852–3855.
- Koegl, M., Weiß, C., Zigan, L. 2020. "Fluorescence Spectroscopy for Studying Evaporating Droplets Using the Dye Eosin-Y". *Sensors*, *20*(21), 5985.
- Lakowicz, J. R. 2013. "*Principles of fluorescence spectroscopy*". Springer science & business media.
- Li, T., Li, F., Altuzarra, C., Classen, A., Agarwal, G. S. 2020. "Enhanced Two-photon Absorption Fluorescence of Fluorescein Biomarkers Using Squeezed Light Excitation". İçinde *CLEO: Applications and Technology* (ss. JTh3N-5). Optical Society of America.
- Liu, W.-W., Chai, S.-P., Mohamed, A. R., Hashim, U. 2014. "Synthesis and characterization of graphene and carbon nanotubes: A review on the past and recent developments". *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, *20*(4), 1171–1185.
- Morales-Narváez, E., Pérez-López, B., Pires, L. B., Merkoçi, A. 2012. "Simple Förster resonance energy transfer evidence for the ultrahigh quantum dot quenching efficiency by graphene oxide compared to other carbon structures". *Carbon*, *50*(8), 2987–2993.
- Morozov, S. V., Novoselov, K. S., Katsnelson, M. I., Schedin, F., Elias, D. C., Jaszczak, J. A., Geim, A. K. 2008. "Giant intrinsic carrier mobilities in graphene and its bilayer". *Physical review letters*, *100*(1), 16602.
- Mou, Z., Dong, Y., Li, S., Du, Y., Wang, X., Yang, P., Wang, S. 2011. "Eosin Y functionalized graphene for photocatalytic hydrogen production from water". *international journal of hydrogen energy*, *36*(15), 8885–8893.
- Muthulingam, S., Lee, I.-H., Uthirakumar, P. 2015. "Highly efficient degradation of dyes by carbon quantum dots/N-doped zinc oxide (CQD/N-ZnO) photocatalyst and its compatibility on three different commercial dyes under daylight". *Journal of colloid and interface science*, *455*, 101–

109.

- Neumann, M., Fuldner, S., König, B., Zeitler, K. 2011. "Metal-free, cooperative asymmetric organophotoredox catalysis with visible light". *Angewandte Chemie International Edition*, 50(4), 951–954.
- Samanta, M., Mukherjee, M., Ghorai, U. K., Sarkar, S., Bose, C., Chattopadhyay, K. K. 2018. "Ultrasound assisted catalytic degradation of textile dye under the presence of reduced Graphene Oxide enveloped Copper Phthalocyanine nanotube". *Applied surface science*, 449, 113–121.
- Şenol, A. M., Onganer, Y., Meral, K. 2017. "An unusual "off-on" fluorescence sensor for iron (III) detection based on fluorescein–reduced graphene oxide functionalized with polyethyleneimine". *Sensors and Actuators B: Chemical*, 239, 343–351.
- Shen, K., Gondal, M. A., Al-Saadi, A. A., Li, L., Chang, X., Xu, Q. 2015. "Visible light-induced photodegradation of rhodamine dyes over BiOCl, and the vital importance of the frontier orbital energy of the dye molecules in the reaction kinetics". *Research on Chemical Intermediates*, 41(5), 2753–2766.
- Şinforoğlu, M., Gür, B., Arık, M., Onganer, Y., Meral, K. 2013. "Graphene oxide sheets as a template for dye assembly: graphene oxide sheets induce H-aggregates of pyronin (Y) dye". *Rsc Advances*, 3(29), 11832–11838.
- Srivastava, S., Senguttuvan, T. D., Gupta, B. K. 2018. "Highly efficient fluorescence quenching with chemically exfoliated reduced graphene oxide". *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena*, 36(4), 04G104.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H. B., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., ... Ruoff, R. S. 2006. "Graphene-based composite materials". *nature*, 442(7100), 282–286.
- Wang, L., Park, Y., Cui, P., Bak, S., Lee, H., Lee, S. M., Lee, H. 2014. "Facile preparation of an n-type reduced graphene oxide field effect transistor at room temperature". *Chemical Communications*, 50(10), 1224–1226.
- Zhang, W., Li, Y., Peng, S. 2016. "Facile synthesis of graphene sponge from graphene oxide for efficient dye-sensitized H₂ evolution". *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8(24), 15187–15195.
- Zhang, X.-F., Liu, S.-P., Shao, X.-N. 2013. "Noncovalent binding of xanthene and phthalocyanine dyes with graphene sheets: The effect of the molecular structure revealed by a photophysical study". *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 113, 92–99.
- Zhu, X., Jin, H., Gao, C., Gui, R., Wang, Z. 2017. "Ratiometric, visual, dual-signal fluorescent sensing and imaging of pH/copper ions in real samples based on carbon dots-fluorescein isothiocyanate composites". *Talanta*, 162, 65–71.

Atf İçin: Kilic D, 2022. Yeni Seçici Fosfoinositid 3-Kinaz Gama İnhibitörlerin *İn Siliko* Yaklaşımlarla Belirlenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 957-966.

To Cite: Kilic D, 2022. Determination of Novel Selective Phosfoinositide 3-Kinase Gamma Inhibitors by *In Silico* Approaches. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 957-966.

Yeni Seçici Fosfoinositid 3-Kinaz Gama İnhibitörlerin *İn Siliko* Yaklaşımlarla Belirlenmesi

Deryanur KILIÇ^{1*}

ÖZET: Lipid kinaz fosfoinositid 3-kinaz (PI3K) izoformları arasındaki ATP bağlanma bölgelerinin yüksek sekans homolojisi göz önüne alınarak, PI3K γ 'nin seçici inhibitörleri geliştirilmiştir. Bu çalışmada ise bilinen seçici inhibitörünün PI3K γ enzimine bağlanma afinitesini arttırmak için R-grubu enumerasyon kitaplık taraması gerçekleştirildi. Glide SP/XP doking protokollerine tabi tutularak sanal tarama yapıldı. Taramayla belirlenen moleküller ile PI3K γ proteini arasındaki etkileşimler incelendi. Ayrıca bu moleküllerin ADME analizleri yapıldı ve hedef moleküller (**3**, **4**) belirlendi. Bu hedef moleküllerin potansiyel PI3K γ seçici inhibitörleri olabileceği *in siliko* yaklaşımlarla belirlendi. Ayrıca bu hedef moleküller, PI3K γ proteinini hedef alan diğer moleküllerin tasarlanması için öncü moleküller olarak da kullanılabilir.

Anahtar Kelimeler: PI3K γ , sanal tarama, inhibitör

Determination of Novel Selective Phosfoinositide 3-Kinase Gamma Inhibitors by *In Silico* Approaches

ABSTRACT: In view of the high sequence homology of the ATP binding sites between the lipid kinase phosphoinositide 3-kinase (PI3K) isoforms, selective inhibitors of PI3K γ have been developed. In this study, R-group enumeration library screening was performed to increase the binding affinity of the known selective inhibitor to the PI3K γ enzyme. Virtual screening was performed using Glide SP/XP docking protocols. The interactions between the molecules identified by screening and the PI3K γ protein were examined. In addition, ADME analyzes of these molecules were performed and hit molecules (**3**, **4**) were determined. It was determined by *in silico* approaches that these hit molecules could be potential PI3K γ inhibitors. In addition, these hit molecules can be used as lead to design other molecules targeting the PI3K γ protein.

Keywords: PI3K γ , virtual screening, inhibitör

¹ Deryanur KILIÇ ([Orcid ID: 0000-0002-9115-136X](https://orcid.org/0000-0002-9115-136X)), Atatürk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Erzurum, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Deryanur KILIÇ, e-mail: deryanurerdem@atauni.edu.tr

GİRİŞ

Fosfoinositid 3-kinazlar (PI3K'ler), fosfatidilinositol 3,4,5 trifosfat üretmek için 3 konumunda fosfatidilinositolün fosforilasyonunu katalize eden bir lipid kinaz ailesidir. Üretilen bu fosfatidilinositol 3,4,5 trifosfat hücre büyümesi, farklılaşma, çoğalma, hayatta kalma ve göçün düzenlenmesini etkilemek için efektör proteinlerle etkileşime girer (Cantley, 2002; Hawkins ve ark., 2006). PI3K'ler yapıları ve substrat özgüllükleri göz önüne alınarak üç sınıfa ayrılmaktadır. İlk sınıfta PI3K α , PI3K β , PI3K γ ve PI3K δ yer almaktadır. Bu sınıftaki üyeler büyük ölçüde homolojiye sahip katalitik alt birimlerden oluşan heterodimerik komplekslerdir. Ayrıca bunlar düzenleyici bir alt birime bağlanmaktadır (Vanhaesebroeck ve ark., 2010; Fritsch ve ark., 2013).

PI3K γ ve PI3K δ 'nin bidentat inhibitörleri kanser tedavisi için araştırılmaktadır (Porcu ve ark., 2014; Okkenhaug ve ark., 2016). PI3K γ 'nin seçici inhibisyonu, hastalık ve yaralanmaya karşı beynin yerleşik bağışıklık savunması olan Mikroglia'nın etkisini engelleyerek bağışıklık modüle edici aktiviteye sahip olabilir. Çoklu Skleroz (MS) gibi nörodejeneratif hastalıklarda mikroglia immün aktivasyona maruz kalabilir. Aşırı aktive olan mikroglia, sitokinler, kemokinler ve reaktif oksijen türleri (ROS) gibi proinflatuar mediatörleri salgılayarak nörodejenerasyona katkıda bulunur (Rommel ve ark., 2007; Perry ve Holmes, 2014).

Li ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada PI3K γ inhibitörü AS-60485023 ile sistemik tedavinin, CNS' de sızan lökositlerin sayısını azalttığı ve deneysel otoimmün ensefalomyelit (EAE) klinik semptomları hafiflettiği gösterilmiş ve tedavi edilen EAE farelerinin omurilikinde miyelinasyon ve akson sayısında artış olduğu görülmüştür (Li ve ark., 2013). Bu sonuçlar PI3K γ inhibisyonunun MS tedavisi için faydalı olabileceğini göstermektedir. Geleneksel yöntemlerle bu yapısal özellikleri moleküler düzeyde ortaya çıkarmak zordur. Bu nedenle, bilgisayar destekli ilaç tasarımı, yüksek derecede seçiciliğe sahip PI3K γ inhibitörlerinin keşfine veya tasarımına yardımcı olmak için uygun bir seçimdir (Tang ve ark., 2014; Zhu ve ark., 2019; Taha ve ark., 2014). Bu amaçla bu çalışmada potansiyel yeni PI3K γ inhibitörlerinin belirlenmesi amaçlandı ve hesaplamalı olarak yeni potansiyel PI3K γ inhibitörleri belirlendi.

MATERYAL VE METOT

Ligand ve Protein Hazırlanması

Protein Veri Bankası'nda (www.rcsb.org) depolanan 2,31 Å çözünürlüklü bir pirolopiridinon inhibitörüne bağlı fosfoinositid 3-Kinaz gama reseptörün kristal yapısı (PDB-ID: 6C1S) kullanılarak sanal tarama çalışması yapıldı (Come ve ark., 2018). Fosfoinositid 3-Kinaz gama reseptör kristal yapısı, Schrödinger protein hazırlama sihirbazı aracı kullanılarak hazırlandı. Süreç boyunca, eksik yan zincirler ve halkalar Prime kullanılarak birleştirildi. Amino asit rezidüleri ve ligand için orijinal olanlar silindikten sonra hidrojen atomları eklendi. ASP, GLU, ARG, LYS ve HIS'in protonasyon ve tautomerik durumları, PROPKA kullanılarak pH 7,4'e uyacak şekilde ayarlandı. ASN ve GLN rezidülerinin olası yönelimleri oluşturuldu. Ligandın 5,0 Å ötesindeki aktif bölge su molekülleri silindi, ardından protein konformasyonunun optimizasyonu ve minimizasyonu yapıldı. Daha sonra, protein-ligand kompleksi, OPLS4 kuvvet alanı kullanılarak geometri iyileştirmesine tabi tutuldu (Sastry ve ark., 2013; Jacobson ve ark., 2002).

Tüm ligand molekülleri, her giriş yapısından çeşitli iyonizasyon durumları, tauomerler, stereo kimyasal özellikler ve halka konformasyonları ile birkaç yapı üretebilen LigPrep sihirbaz aracı kullanılarak hazırlandı. OPLS4 kuvvet alanı, ligandların düşük enerjili konformasyonlarını üreten

optimizasyon için kullanıldı (Schrödinger Release 2021-4: LigPrep, Schrödinger, LLC, New York, NY, 2021).

Sanal Kütüphanenin Hazırlanması ve Sanal Tarama

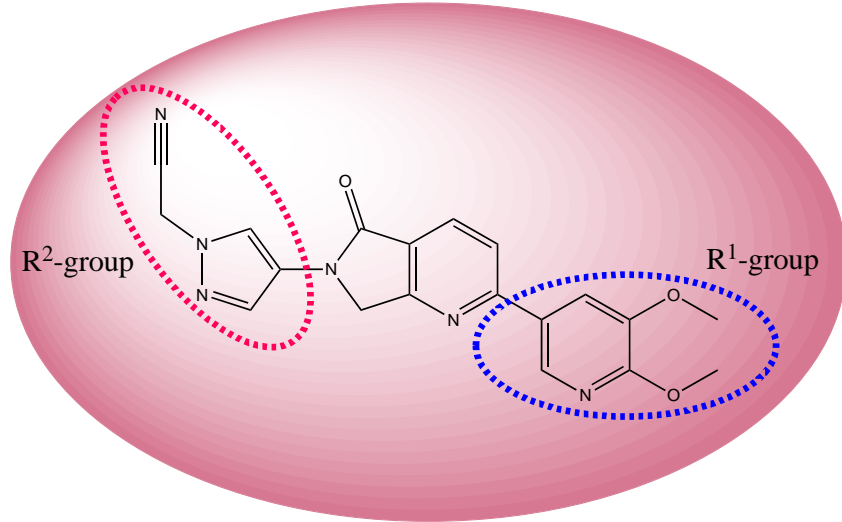
Hazırlanan sanal kitaplık, Maestro kullanıcı arayüzü üzerinden erişilebilen Glide sanal tarama iş akışında (VSW) doking ve puanlama algoritmaları kullanılarak filtrelendi. Glide VSW'de ilk olarak Glide standart hassaslığı (Glide SP) doking kullanıldı ve en yüksek puan alan moleküllerin yalnızca yüzde 5'i korundu ve bu moleküller Glide ekstra hassas (XP) algoritmaları kullanılarak tarandı yüzde 20'si korundu. Tüm aşamalarda, en iyi bağlanma pozu için çoklu konformasyon aramasıyla esnek ligand dokingleri gerçekleştirildi. Ligand başına 4 poz korundu, ancak burada yalnızca en iyi poz rapor edildi. Sonuç olarak Glide XP sonuçları elde edildi ve skorlar molekülleri sıralamak için kullanıldı (Friesner ve ark., 2004; Halgren ve ark., 2004; Friesner ve ark., 2006).

ADME Tahmini

Maestro Schrödinger Qikprop modülü ile stars, CNS, mol_MW, dipol, SASA, donorHB, acceptHB, QPlogPo/w, QPlogS, QPlogHERG, QPPCaco, QPlogBB, QPlogKp, Percent Human Oral Absorption, RuleOfFive ve RuleOfThree gibi bazı yaygın moleküler tanımlayıcılar ile ADME özellikleri hesaplandı (Schrödinger Release 2021-4: QikProp, Schrödinger, LLC, New York, NY, 2021).

BULGULAR VE TARTIŞMA

PI3K γ proteinin X-ray kristalografik (PDB-ID: 6C1S) yapı ligandı azaisoindolinon molekülünün (Şekil 1) proteine bağlama özelliğini artırmak için R¹ ve R² grup türevlendirmeleri yapılarak kitaplık oluşturuldu. Bu kitaplık da bulunan 1364 molekül içerisinde PI3K γ proteine ilgisi en fazla olan molekülleri tespit etmek amacıyla sanal tarama yapıldı. Tarama sırasında Glide SP/XP doking algoritmaları kullanıldı ve proteine en fazla ilgisi olan yirmi beş molekül tespit edildi. Bu moleküller ve Glide gskorları Şekil 2'de verildi. Bu skorların -10,247 ile -8,871 kcal mol⁻¹ aralığında değiştiği gözlemlendi. Ayrıca PI3K γ inhibitörü olarak bilinen ko-kristal ligand (Şekil 1) Glide XP ile dock edildi ve skoru -7,889 kcal mol⁻¹ olarak belirlendi. Sabbah ve grubu tarafından yapılan çalışmada, bilinen 33 PI3K inhibitörünün PI3K γ ile etkileşimlerinin ayrıntılı olarak incelenmesi için Glide doking çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen doking skorlarının -13,05 ile -5,73 arasında değiştiği belirlenmiştir (Sabbah ve ark., 2010). Zhu ve grubunun yaptığı bir çalışmada ise sanal tarama sonucu belirlenen JN-KI3 bileşiğinin seçici PI3K γ inhibitörü ve Glide skorun -7,841 kcal mol⁻¹ olduğu belirlenmiştir (Zhu ve ark., 2019). Bu çalışmada PI3K γ proteinine en fazla ilgisi olduğu belirlenen bileşiklerin skorlarının yukarıda bahsi geçen çalışmalarda belirlenen inhibitörlerin Glide skorların içerisinde olması bu bileşiklerin potansiyel PI3K γ inhibitörü olabileceğini göstermektedir. Böylece sanal tarama sonucu elde edilen türevlerin proteine ilgisinin daha fazla olduğu sonucuna varıldı.



Şekil 1. Fosfoinositid 3-kinaz gama inhibitörü pirolopiridinon inhibitörünün R¹ ve R² grupları

glide gscore -10.247	glide gscore -10.162	glide gscore -10.099	glide gscore -10.143	glide gscore -9.833
glide gscore -9.914	glide gscore -9.914	glide gscore -9.381	glide gscore -9.418	glide gscore -9.371
glide gscore -9.353	glide gscore -9.321	glide gscore -9.321	glide gscore -9.22	glide gscore -9.135
glide gscore -9.095	glide gscore -9.029	glide gscore -9.02	glide gscore -9.424	glide gscore -9.424
glide gscore -8.995	glide gscore -8.993	glide gscore -8.881	glide gscore -8.871	

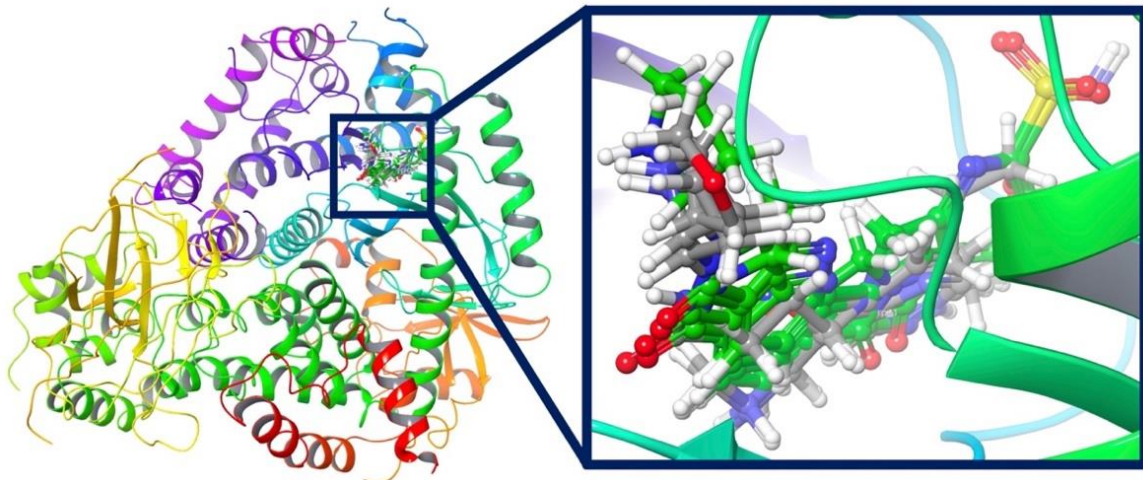
Şekil 2. Sanal tarama sonucu belirlenen proteine ilgisi en fazla olan yirmi beş molekül ve Glide gskorları

QikProp aracılığıyla hesaplamalı olarak ADME (Absorpsiyon, Dağılım, Metabolizma ve Boşaltım) özellikleri analiz edildi. ADME analizi, molekülün ilaç benzerliğinin yanı sıra fizikokimyasal özelliklerini ve biyolojik işlevlerini belirler. Bu yüzden ADME analizi ilaç moleküllerinin etkinliğinin değerlendirilmesi açısından önemlidir. MW, dipol, IP, EA, SASA, FOSA, FISA, PISA, WPSA, PSA, volume, #rotor, donorHB, accptHB, glob, QPpolrz, QPlogPC16, QPlogPoct, QPlogPw, QPlogPo/w, logS, QPLogKhsa, QPlogBB, #metabol gibi parametrelerin benzer ilaçlarla kıyaslanması sonucu #stars sayıları, CNS, moleküler ağırlık (mol_MW), dipol, solventle erişilebilir yüzey alanı (SASA), hidrojen bağı donörü (donorHB) ve alıcı özellikleri (accptHB), oktanol/su katsayısı (QPlogPo/w), suda çözünürlük (QPlogS), HERG K⁺ kanallarının bloke edilmesi için tahmini IC₅₀ değeri (QPlogHERG), tahmini Caco-2 hücre geçirgenliği (QPPCaco), tahmini beyin/kan bölme katsayısı (QPlogBB), tahmini cilt geçirgenliği (QPlogKp), tahmin edilen insan oral absorpsiyon yüzdesi (Percent Human Oral Absorption), Lipinski'nin beş kuralı (RuleOfFive), Jorgensen üç kuralı (RuleOfThree) gibi tanımlayıcıların değerleri tespit edildi ve Çizelge 1'de sunuldu. Zhu ve arkadaşlarının belirlediği hedef bileşik JN-KI3'ün ADMET özellikleri de incelenmiş ve tamamının kabul edilebilir aralıklarda olduğu belirlenmiştir (Zhu ve ark., 2019). Bu çalışma için de incelenen ADME değerlerinin tamamının kabul edilebilir aralıklarda olduğu belirlendi. Bu yirmi beş molekülün Glide doking çalışması sonucunda elde edilen pozları kullanılarak protein üzerindeki konumları 3 boyutlu olarak sunuldu (Şekil 3). Ayrıca Glide gskoru 10.000 kcal mol⁻¹'den büyük olan dört molekül ve referansın (Şekil 1) proteinle yaptığı etkileşimler iki boyutlu olarak sunuldu (Şekil 4). Bu iki boyutlar incelendiğinde, 1 nolu molekülün R¹ grubu (piridin) Val 882 rezidüsü ile R² grubu (tetrahidrofuran) Ser806 rezidüsü ile sadece birer hidrojen bağı yaptığı, 2 nolu molekülün ise R¹ grubu (metansülfonamid) Ala885 bir hidrojen bağı yaptığı, R² grubu (piperidin) ise Glu880 ile bir hidrojen bağı ve Tyr867 ile pi- katyon etkileşimi yaptığı belirlendi. Ayrıca 2 nolu molekülün ana iskeletinin (pirolopiridinon) Trp812 ile pi-pi ve Val882 ile bir hidrojen bağı yaptığı gözlemlendi. 3 nolu molekülün R¹ grubu (piridin) Val882 ile bir hidrojen bağı, R² grubu ise (pirolidin) bir hidrojen bağı ve bir tuz köprüsü oluşturduğu belirlendi. 4 nolu molekülün R¹ grubu (metansülfonamid) Ala885 ile bir hidrojen bağı, R² grubu (morfolin) ise Glu 880 ile bir hidrojen bağı ve bir pi-katyon etkileşim oluşturduğu gözlemlendi. Ayrıca 4 nolu molekülün ana iskeleti (pirolopiridinon) Val 882 ile bir hidrojen bağı ve Trp 812 ile bir pi-pi etkileşimi oluşturduğu belirlendi. Referans molekülün R¹ grubu (2,3-dimetokspiridin) Lys 833 ve bir su molekülü ile birer hidrojen bağı, R² (2-(1H-pirazol-1-il) asetonitril) grubunun ise Trp812 ile pi-pi etkileşimi oluşturduğu belirlendi. Ayrıca referans molekülün ana iskeletinin (pirolopiridinon) Val 882 rezidüsü ile bir hidrojen bağı ve Tyr 867 rezidüsü ile pi-pi etkileşimi oluşturduğu tespit edildi. Sonuç olarak 1, 2, 3 ve 4 nolu moleküllerin protein rezidüleri ile oluşturduğu etkileşimler referans molekülün etkileşimleri ile kıyaslandığında, 3 ve 4 nolu moleküllerin referans moleküldeki gibi ana iskeletlerinin bir pi-pi ve bir hidrojen bağı oluşturdukları belirlendi. Ayrıca referans molekülün R¹ grubunun iki hidrojen bağı oluşturduğu fakat 3 ve 4 nolu moleküllerin sadece bir hidrojen bağı oluşturduğu belirlendi. Referans molekülün R² grubu sadece bir pi -pi bağı oluşturmaktayken, 3 ve 4 nolu moleküllerin R² gruplarının bir hidrojen bağı bir pi-katyon etkileşimi oluşturduğu belirlendi. Bilinen 33 PI3Kγ inhibitörünün etkileştiği rezidüler ise (Ala 805, Ser 806, Lys 807, Lys 833, Asp 841, Val 882, Glu 880, Lys 890, Asn 951, Asp 964) olarak belirlenmiştir (Sabbah ve ark., 2010). Zhu ve grubu tarafından yapılan sanal tarama sonucu belirlenen hedef bileşik JN-KI3'ün PI3Kγ protein (Val 882, Thr 886, Thr 887) rezidüleri ile etkileştiği belirlenmiştir (Zhu ve ark., 2019). Çalışmalarda bahsi geçen rezidülerin, 3 ve 4 nolu bileşiklerin etkileştiği rezidülerle (Glu 880, Val 882, Asp 964) ortaklıkların olduğu gözlemlenmiştir. Sonuç olarak 3 ve 4 nolu moleküllerin R² grup etkileşimlerinin referansa kıyasla fazla olması ve bilinen inhibitörler ile ortak etkileşimlere sahip

Çizelge 1 Sanal tarama sonucu belirlenen proteine ilgisi en fazla olan yirmi beş molekülün ADME özellikleri

Molekül	#stars	CNS	mol_MW	dipol	SASA	donorHB	acctHB	QPlogPo/w
1	0	0	281.313	4.043	520.721	0	7.200	1.353
2	0	-2	296.343	3.764	523.545	3.000	10.000	-1.223
3	0	1	280.329	4.513	548.100	0	6.000	1.443
4	0	-2	298.316	3.405	514.495	3.000	11.700	-1.923
5	0	0	266.302	4.829	521.965	0	4.500	2.303
6	0	-1	255.279	8.331	500.145	1.000	5.000	1.615
7	0	-1	255.279	8.331	500.145	1.000	5.000	1.615
8	0	-1	261.280	7.014	473.414	2.000	8.200	0.082
9	1	-1	297.331	2.616	519.226	3.000	10.500	-2.093
10	0	-1	260.295	6.257	498.548	3.000	8.000	-0.516
11	0	0	281.313	2.988	513.252	0	7.200	1.269
12	0	0	269.305	4.867	523.778	0	6.500	1.515
13	0	0	269.305	4.867	523.778	0	6.500	1.515
14	0	0	311.358	3.580	548.233	2.000	10.500	-1.479
15	0	-1	311.355	4.321	528.562	1.000	10.200	-0.120
16	0	1	245.280	5.623	496.297	0	6.500	0.188
17	0	0	270.290	3.237	540.648	0	7.200	1.319
18	0	-2	297.328	4.517	521.771	2.000	10.200	-0.595
19	0	1	283.332	7.907	529.818	2.000	7.500	0.613
20	0	1	283.332	7.907	529.818	2.000	7.500	0.613
21	0	0	270.290	3.271	495.742	0	7.200	0.999
22	0	1	245.280	5.507	497.910	1.000	7.500	0.045
23	0	-2	295.356	2.925	531.647	2.000	8.500	0.189
24	0	-2	261.280	8.230	498.067	2.000	8.200	0.086
Aralıklar	0-5	- 2(İNaktif), +2(aktif)	130.0- 725.0	1.0- 12.5	300.0- 1000.0	0.0-6.0	2.0-20.0	-2.0-6.5

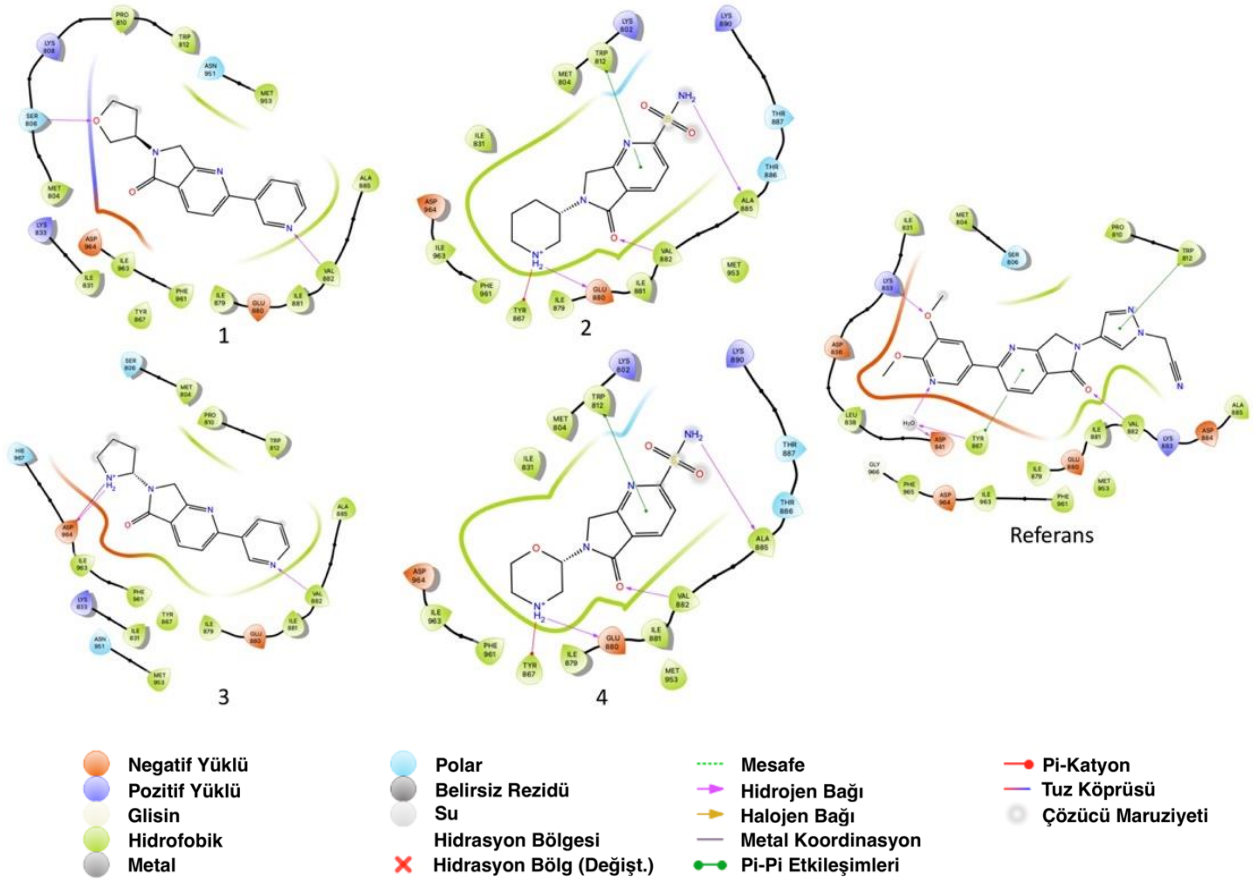
olması, bu moleküllerin protein ile olan etkileşimlerinde kararlı durum dinamikleri gösterebileceğini ve böylece potansiyel PI3K γ inhibitörleri olabileceklerini göstermektedir.



Şekil 3. Sanal tarama sonucu belirlenen proteine ilgisi en fazla olan yirmi beş molekülün PI3K γ proteini üzerindeki 3B gösterimi

Çizelge 1 Sanal tarama sonucu belirlenen proteine ilgisi en fazla olan yirmi beş molekülün ADME özellikleri (Devamı)

Molekül	QPlogS	QPlogHERG	QPPCac	QPlogBB	QPlogKp	Percent Human Oral Absorption	Rule Of Five	Rule Of Three
1	-2.152	-4.879	1570.286	-0.249	-2.120	92.071	0	0
2	-1.464	-5.022	17.198	-1.241	-7.300	41.898	0	1
3	-2.080	-5.989	219.857	-0.141	-4.666	77.313	0	0
4	-1.033	-5.014	16.853	-1.248	-7.318	37.640	0	1
5	-3.589	-5.135	766.752	-0.580	-2.724	92.060	0	0
6	-3.675	-4.762	374.269	-0.803	-3.624	82.457	0	0
7	-3.675	-4.762	374.269	-0.803	-3.624	82.457	0	0
8	-2.377	-3.641	254.472	-0.892	-4.209	70.480	0	0
9	-0.094	-5.776	3.180	-0.978	-9.616	23.681	0	1
10	-1.667	-4.790	34.079	-0.829	-6.794	51.354	0	0
11	-2.011	-4.811	1571.844	-0.241	-2.120	91.588	0	0
12	-2.739	-4.930	1274.897	-0.298	-2.504	91.397	0	0
13	-2.739	-4.930	1274.897	-0.298	-2.504	91.397	0	0
14	-248	-5.834	7.400	-0.653	-8.939	33.841	0	1
15	-2.095	-4.031	312.719	-0.963	-3.997	70.904	0	0
16	-0.836	-4.917	128.169	-0.316	-5.677	65.774	0	0
17	-2.693	-5.508	1476.356	-0.280	-2.220	91.392	0	0
18	-2.404	-4.270	111.645	-1.430	-4.831	60.113	0	0
19	-2.309	-5.517	138.311	-0.245	-5.355	68.850	0	0
20	-2.309	-5.517	138.311	-0.245	-5.355	68.850	0	0
21	-1.842	-4.528	1478.710	-0.191	-2.377	89.533	0	0
22	-1.447	-4.954	115.212	-0.366	-5.763	64.107	0	0
23	-2.977	-4.321	128.562	-1.384	-4.709	65.804	0	0
24	-2.723	-4.174	215.712	-1.068	-4.346	69.220	0	0
Aralıklarla	-6.5-0.5	<-5	<25 zayıf, >500 güçlü	-3.0-1.2	-8.0- 1.0	>80% yüksek <25% zayıf	max 4	max 3



Şekil 4. Proteine ilgisi en yüksek olan 4 molekül ve referans molekülün proteinle etkileşimlerinin 2B gösterimi

SONUÇ

Bu çalışmada PI3K γ inhibitörü olarak bilinen ve protein ile X-ray kristalografik yapısı bulunan bir inhibitör seçildi. Bu inhibitörün R¹ ve R² grupları türevlendirilerek 1364 yeni molekül oluşturuldu. Oluşan bu inhibitörlerin PI3K γ proteinine olan ilgilerine göre sıralama yapıldı ve en iyi yirmi beş molekül belirlendi. Bu yirmi beş molekülün ADME özellikleri incelendi ve hepsinin istenilen aralıklarda olduğu tespit edildi. Son olarak Glide gskoru 10.000 kcal mol⁻¹ ve üzeri olan dört molekülün iki boyutlu etkileşimleri referans moleküle kıyaslandı ve 3, 4 moleküllerin potansiyel PI3K γ inhibitörleri olabileceği belirlendi.

Çıkar Çatışması

Makalenin planlanması, yürütülmesi ve yazılması sırasında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederim.

Yazar Katkısı

Makalenin planlanmasının, yürütülmesinin ve yazılmasının makalenin tek yazarı olarak tarafımdan yapıldığını beyan ederim.

KAYNAKLAR

- Cantley LC, 2002. The Phosphoinositide 3-Kinase Pathway. *Science* 296, 1655–1657.
- Come JH, Collier PN, Henderson JA, Pierce AC, Davies RJ, Le Tiran A, O’Dowd H, Bandarage UK, Cao J, Deininger D, Grey R, 2018. Design and Synthesis of a Novel Series of Orally Bioavailable, CNS-Penetrant, Isoform Selective Phosphoinositide 3-Kinase Γ (PI3K γ) Inhibitors with Potential For The Treatment of Multiple Sclerosis (MS). *Journal of Medicinal Chemistry*, 61(12): 5245-5256.
- Friesner RA, Banks JL, Murphy RB, Halgren TA, Klicic JJ, Mainz DT, Repasky MP, Knoll EH, Shaw DE, Shelley M, Perry JK, Francis P, Shenkin PS, 2004. Glide: A New Approach for Rapid, Accurate Docking and Scoring. 1. Method and Assessment of Docking Accuracy. *Journal of Medicinal Chemistry*, 47(7): 1739–1749.
- Friesner RA, Murphy RB, Repasky MP, Frye LL, Greenwood JR, Halgren TA, Sanschagrin PC, Mainz DT, 2006. Extra Precision Glide: Docking and Scoring Incorporating a Model of Hydrophobic Enclosure for Protein-Ligand Complexes. *Journal of Medicinal Chemistry*, 49(21): 6177–6196.
- Fritsch R, de Krijger I, Fritsch K, George R, Reason B, Kumar MS, Diefenbacher M, Stamp G, Downward J, 2013. RAS and RHO Families of Gtpases Directly Regulate Distinct Phosphoinositide 3-Kinase Isoforms. *Cell*, 153(5): 1050–1063.
- Halgren TA, Murphy RB, Friesner RA, Beard HS, Frye LL, Pollard WT, Banks JL, 2004. Glide: A New Approach for Rapid, Accurate Docking and Scoring. 2. Enrichment Factors in Database Screening. *Journal of Medicinal Chemistry*, 47(7): 1750–1759.
- Hawkins PT, Anderson KE, Davidson K, Stephens LR, 2006. Signalling Through Class I PI3Ks in Mammalian Cells. *Biochemistry Society Transactions*. 34(5): 647–662.
- Jacobson MP, Friesner RA, Xiang Z, Honig B, 2002. On the Role of Crystal Packing Forces in Determining Protein Sidechain Conformations. *Journal of Molecular Biology*, 320(3): 597-608.
- Li D, Park D, Abdul-Muneer PM, Xu B, Wang H, Xing B, Wu D, Li S, 2013. PI3K γ Inhibition Alleviates Symptoms and Increases Axon Number in Experimental Autoimmune Encephalomyelitis Mice. *Neuroscience*, 253, 89–99.
- Okkenhaug K, Graupera M, Vanhaesebroeck B, 2016. Targeting PI3K in Cancer: Impact on Tumor Cells, Their Protective Stroma, Angiogenesis, and Immunotherapy. *Cancer Discovery*, 6, 1090–1105.
- Perry VH, Holmes C, 2014. Microglial Priming in Neuro- Degenerative Disease. *Nature Reviews Neurology*, 10, 217–224.
- Porcu P, Flinn I, Kahl BS, Horwitz SM, Oki Y, Byrd J C, Sweeney J, Allen K, Faia K, Ni M, Stern HM, Kelly P, O’Brien S, 2014. Clinical Activity of Duvelisib (IPI-145), A Phosphoinositide- 3-Kinase- Δ, Γ Inhibitor, in Patients Previously Treated with İbrutinib. *Blood*, 124(21), 3335.
- Rommel C, Camps M, Ji H, 2007. PI3K δ and PI3K γ : Partners in Crime in Inflammation in Rheumatoid Arthritis And Beyond? *Nature Reviews Immunology*, 7(11): 191–201.
- Sabbah D. A, Vennerstrom J.L, & Zhong, H. 2010. Docking Studies on Isoform-Specific Inhibition of Phosphoinositide-3-Kinases. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 50(10): 1887-1898.
- Sastry GM, Adzhigirey M, Day T, Annabhimoju R, Sherman W, 2013. Protein and Ligand Preparation: Parameters, Protocols, and Influence on Virtual Screening Enrichments, *Journal of Computer-Aided Molecular Design*, 27(3), 221-234.

- Taha MO, Al-Sha'er MA, Khanfar MA, Al-Nadaf AH, 2014. Discovery of Nanomolar Phosphoinositide 3-Kinase Gamma (PI3K γ) Inhibitors Using Ligand-Based Modeling and Virtual Screening Followed by *in vitro* Analysis. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 84, 454-465.
- Tang J, Zhu J, Yu Y, Zhang Z, Chen G, Zhou X, Qiao C, Hou T, Mao X, 2014. A Virtual Screen Identified C96 as A Novel Inhibitor of Phosphatidylinositol 3-Kinase that Displays Potent Preclinical Activity Against Multiple Myeloma *in vitro and in vivo*. *Oncotarget*, 5(11): 3836-3848.
- Vanhaesebroeck B, Guillermet-Guibert J, Graupera M, Bilanges B, 2010. The Emerging Mechanisms of Isoform-Specific PI3K Signaling. *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, 11, 329–341.
- Zhu J, Li K, Xu L, Cai Y, Chen Y, Zhao X, Li H, Huang G, Jin J, 2022. Discovery of Novel Selective PI3K γ Inhibitors Through Combining Machine Learning-Based Virtual Screening with Multiple Protein Structures and Bio-Evaluation. *Journal of Advanced Research*, 36, 1-13.
- Zhu J, Wang M, Yu Y, Qi H, Han K, Tang J, Zhang Z, Zeng Y, Cao B, Qiao C, Zhang H, 2019. Correction: A Novel PI3K Inhibitor PIK-C98 Displays Potent Preclinical Activity Against Multiple Myeloma. *Oncotarget*, 10 (65): 7010-7011.

Atf İçin: İmak A, 2022. AZ63 Magnezyum Alaşımının Sürtünme Kaynağı ile Birleştirilebilirliğinin Araştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 967-977, 2022.

To Cite: İmak A, 2022. Investigation of the Friction Welding Weldability of AZ63 Magnesium Alloy. Journal of Institute of Science and Technology, 12(2): 967-977, 2022.

AZ63 Magnezyum Alaşımının Sürtünme Kaynağı ile Birleştirilebilirliğinin Araştırılması

Anıl İMAK^{1*}

ÖZET: Bu çalışmada, magnezyum alaşımlı anot çubuklarının (AZ63) sürtünme kaynak yöntemiyle kaynak edilebilirliği araştırılmıştır. Bu amaçla magnezyum alaşımlı çubuklar, sürtünme kaynak yöntemiyle kaynak edilmiştir. Sürtünme kaynakları, 1800 dev dak⁻¹, 2000 dev dak⁻¹ ve 2200 dev dak⁻¹ devirlerinde gerçekleştirilmiştir. Kaynak işleminin ardından, yapılan kaynakların etkilerinin incelenmesi için mikro yapı incelenmeler ve mekanik testler yapılmıştır. Bu amaçla, kaynaklı birleştirmelerin mikro yapı incelenmeleri için SEM görüntüler alınmıştır. Mekanik dayanımlar için ise sertlik ölçme ve çekme testler gerçekleştirilmiştir. Çekme testi neticesinde en yüksek çekme kuvveti 2000 dev dak⁻¹ ile birleştirilen numunede 2969.68 N olarak elde edilmiştir. Deneysel çalışmaların sonunda, magnezyum alaşımlı anot çubukların sürtünme kaynak yöntemi ile problemsiz bir şekilde kaynak edilebildiği gözlemlenmiştir. Ancak SEM ve mekanik testler sonucunda en iyi birleşmenin 2000 dev dak⁻¹ parametresinden elde edildiği görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: AZ63, sürtünme kaynağı, çekme testleri, kırılma yüzeyleri

Investigation of the Friction Welding Weldability of AZ63 Magnesium Alloy

ABSTRACT: In this study, the weldability of magnesium alloy anode bars (AZ63) by friction welding method was investigated. Friction welding was used to join magnesium alloy bars for this work. Friction welds were carried out at 1800 rpm, 2000 rpm and 2200 rpm. Microstructure analyses and mechanical tests were performed after the welding process to determine the effects of the welds. SEM pictures of the microstructure of the welded joints were acquired for this purpose. For mechanical strengths, hardness measurement and tensile tests were carried out. As a result of the tensile test, the highest tensile force was obtained as 2969.68 N in the sample combined with 2000 rpm. The magnesium alloy anode bars may be welded without any problems using the friction welding method, according to the experiment results. However, as a result of SEM and mechanical tests, it was seen that the best coupling was obtained from the 2000 rpm parameter.

Keywords: AZ63, friction welding, tensile testing, fracture surfaces

¹Anıl İMAK ([Orcid ID: 0000-0001-6091-1584](https://orcid.org/0000-0001-6091-1584)) Bingöl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Bingöl, Türkiye

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Anıl İMAK, e-mail: aimak@bingol.edu.tr

GİRİŞ

Endüstriyel uygulamada kullanılan malzemelerde dayanım ve hafiflik önemli bir parametredir. Metalik malzemeler içerisinde en hafifi magnezyumdur. Ağırlık olarak magnezyum, alüminyumdan %36, demir ve çelikten %78 daha hafiftir. Buna bağlı olarak magnezyum esaslı kompozitlerin kullanımı her geçen gün artış göstermektedir. Magnezyum aynı zamanda mühendislik plastiklerine nazaran geri dönüşümü daha fazla olan bir malzemedir. Hafifliğinin yanında geri dönüşüm özelliği ile hammadde ve enerji kaynaklarının korunması için malzeme seçiminde önemli bir etkidir. Düşük ergime sıcaklığı ve iyi kaynak kabiliyetine sahip olan magnezyum, elektronik, otomotiv, uzay ve havacılık sanayisinde yaygın bir kullanım alanı bulmaktadır (Park ve ark., 2003; Koç, 2008; Bulut, 2009; Katı ve ark., 2012; Akgün ve ark., 2014).

Bu alaşımlar içerisinde anot çubukların birçok uygulamasının da var olduğu düşünüldüğünde bu çubukların sorunsuz bir şekilde birleştirilmelerinin de gerekliliğini ortaya koymaktadır. Magnezyum alaşımlarının ergitme kaynak yöntemleriyle birleştirilmelerinde birçok olumsuz sonuç ortaya çıkmaktadır bunların başlıcaları kaynak kırılmaları, kılcal çatlaklar, ITAB (ısı tesiri altındaki bölge) sertliği ve tane irileşmesi gibi olumsuzluklardır. Bu olumsuzlukları minimize etmek maksadıyla sürtünme kaynağı tercih edilmektedir. Sürtünme kaynağı, eksenel düzlemde karşılıklı olarak bir biriyle hizalanmış temas eden iki parçadan biri belirli bir devirde dönerken, diğeri dönmesi engellenerek sabitlenir ve hidrolik bir basınç yardımı ile bastırılır. Temas eden yüzeylerde sürtünmeden dolayı mekanik enerji ısı enerjisine dönüşür ve ortaya çıkan ısı sonucu eksenel basınçla ara yüzeyde plastik deformasyonla yardımıyla yapılan bir birleştirme biçimidir(Kırık, 2012).

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, magnezyum alaşımlı çubukların kaynak edilebilirliği ve sürtünme kaynağı ile ilgili çalışmaların olduğu görülmüştür. Bu çalışmalardan bazıları, Çalgülü ve ark. 2018, AZ63 ve AA6063 sürtünme kaynağıyla birleştirerek radyografik olarak incelemiştir. Kaynak işlemi için farklı yığma basıncı, devir sayısı ve sürtünme basıncı uygulayıp geri kalan parametreleri sabit tutmuşlardır. X-Ray incelemeleri neticesinde uyguladıkları parametrelerin iki malzemenin birleşmesinde yetersiz olduğunu gözlemlemiştir. Akgün ve ark. 2014, Döküm yöntemi ile üretmiş oldukları AZ91 magnezyum alaşımının işlenebilirliğini incelemiştir. Yüzey pürüzlülüğü açısından yapmış oldukları incelemede ilerleme hızının azalmasına bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü değerlerinde de azalma gözlemlemiştir. Katı ve ark. 2012, AM50 ve AM60 magnezyum alaşımlarının sürtünme kaynağı ile birleştirilebilirliğini incelemiştir. Kaynak bölgelerinde makro ve mikro düzeyde çatlaklara, bağlantısız bölgelere rastlamamışlardır. Kırık ve Özdemir, 2012, sürtünme kaynağı ile birleştirdikleri AISI1040/DUPLEX paslanmaz çeliğin birleştirme aşamasında sürtünme süresinin etkisini incelemiştir. Mikroyapı analizi ve mekanik testler neticesinde sürtünme süresinin bağlantı mukavemetine önemli bir etkisi olduğunu gözlemlemiştir. Torun, 2019, sürtünme kaynağıyla farklı süreler kullanarak saf bakır ve AZ91 magnezyum alaşımını birleştirmiştir. Mikroyapı ve mekanik analizler neticesinde sorunsuz bir kaynak gerçekleştiğini gözlemlemiştir. Torun ve Çelikyürek, 2019, AZ91 ve Fe₃Al alaşımlarının sürtünme kaynağına sürtünme basıncının etkisini incelemiştir. Numuneleri silindirik olarak 8 mm çapında ve 40 mm uzunluğunda işlemişlerdir. Sürtünme kaynağı işlemleri 20, 40 ve 60 MPa sürtünme basınçlarında 12 sn sürtünme süresi, 100 MPa yığma basıncı, 10 sn yığma süresi ve 1000 rpm dönme hızı altında gerçekleştirmişlerdir. Optik ve mikroyapı incelemeleri neticesinde kaynak ara yüzeylerinde herhangi bir çatlak veya gözenek olmaksızın düzgün bir morfolojiye sahip olduğunu gözlemlemiştir. Mirzaei ve ark. 2020, AZ91 magnezyum alaşımının çift omuzlu sürtünme karıştırma kaynağı üzerine sayısal bir çalışma yapmıştır. Pim profilinin sıcaklık ve gerinim dağılımları, malzeme akışı, malzeme birleşmesi, tane boyutu ve

çekme özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Baradarani ve ark. 2019, Ultrasonik destekli sürtünme karıştırma kaynağının AZ91-C magnezyum alaşımının mikro yapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini incelemişler ve AZ91-C magnezyum alaşımı UaFSW tarafından başarıyla kaynaklamışlardır. 1400 dev dak⁻¹ takım dönüş hızı ve 40 mm dak⁻¹ hareket hızı uygulanarak kusursuz birleştirme gerçekleştirmişlerdir. Sarsılmaz ve ark. 2017, SCR 420/AISI 1040 çelik çiftlerini sabit sürtünme süresi ve yığma süresi ile üç farklı devir, yığma basıncı ve sürtünme basıncı ile sürtünme kaynağıyla birleştirmişlerdir. Kaynak ara yüzeyinde herhangi bir bağlantısız bölge, çatlak görünmemesinin yanı sıra artan devir sayısına bağlı olarak ısı tesiri altındaki bölgenin genişlemesi ve aşırı deformasyona uğramış alanda martenzit oluşumuyla birlikte sertliğin arttığını gözlemlemişlerdir.

Bu çalışmada, magnezyum alaşımlı AZ63 anot çubuklarının katı hal kaynak yöntemlerinden biri olan sürtünme kaynağı ile birleştirilmiştir. Kaynaklı birleştirme işleminde üç farklı devir sayısı kullanılmıştır. Devir sayılarının birleştirme bağlantıları üzerindeki etkilerinin belirlenmesi için mikroyapı (SEM) analizleri ve mekanik testler gerçekleştirilmiştir.

MATERYAL ve METOT

Bu çalışmada kullanılan AZ63 anot çubukları 18 mm çapında ve 100 mm uzunluğunda ticari olarak Yıldırım Döküm Anot Sanayi firmasından temin edilmiştir. Kullanılan malzemelerin kimyasal özellikleri Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. AZ63 kimyasal özellikleri

Malzeme	Alaşım Elementleri (%)							
	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni	Mg
AZ63	5.3-6.7	2.5-3.5	0.25-0.40	0.3	0.08	0.03	0.003	Kalan

Kaynak ile birleştirme işlemi yapılmadan önce ticari olarak temin edilen magnezyum alaşımlı anot çubukların birleşme yüzeyleri aseton ile temizlenerek kir ve pastan arındırılmıştır. Sürtünme kaynakları Fırat Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarında sürekli tahrikli sürtünme kaynak makinesinde Çizelge 2’de verilen kaynak parametreleri kullanılarak yapılmıştır. Şekil 1’de sürtünme kaynak işlemlerinin yapıldığı kaynak makinesi verilmiştir.

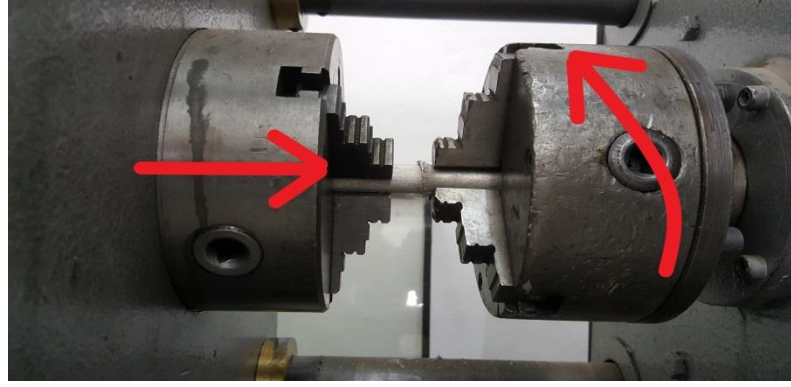
Çizelge 2. Numunelerin birleştirmelerinde kullanılan sürtünme kaynak parametreleri

Numune No	Devir Sayısı (dev dak ⁻¹)	Sürtünme Süresi (sn)	Sürtünme Basıncı (MPa)	Yığma Basıncı (MPa)	Yığma Süresi (sn)
S1	1800	6	40	80	12
S2	2000	6	40	80	12
S3	2200	6	40	80	12

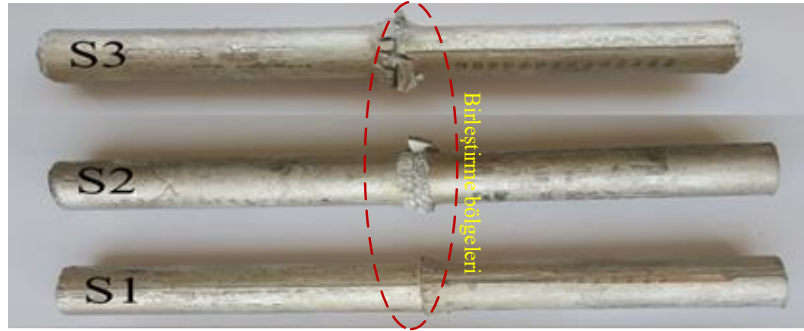


Şekil 1. Sürekli tahrikli sürtünme kaynak makinesi

Birleştirilmek üzere eşleştirilen AZ63 anot çubuklar, Şekil 2’deki düzende, tezgâha bağlanmış ve Şekil 3’teki gibi numuneler elde edilmiştir.



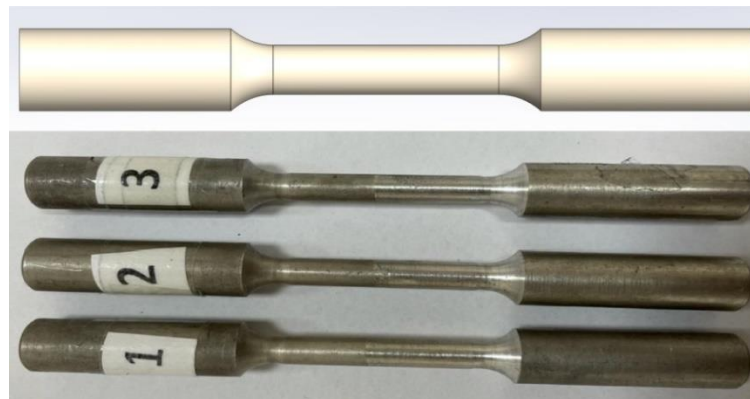
Şekil 2. Magnezyum alaşımlı anot çubukların tezgâha bağlanma şekli



Şekil 3. S1, S2 ve S3 nolu numuneler

Kaynak işleminin ardından, bağlantıların birleşme yüzeyinde oluşan yapısal değişimi incelemek için, magnezyum alaşımlı numuneler birleşme yüzeyine dik kesilip yüzeyleri 80-1200 mesh'lik zımpara ile zımparalanmasının ardından 3 μm 'lik Elmas pasta ile parlatılmış ve mikroyapı incelemeleri için Nital kimyasal dağlayıcı kullanılarak dağlama işlemi yapılmıştır. Daha sonra hazırlanan numunelerin mikroyapı incelemeleri için optik ve SEM incelemeleri yapılmıştır. Mikrosertlik ölçümleri, Bingöl Üniversitesi, Makine Mühendisliği Laboratuvarında AOB marka cihazda 20 gr yük altında 1 mm aralıklarla kaynak bölgesine dik kesitte Vickers (Hv) biriminde ölçümler alınmıştır. Ölçülen değerler bilgisayar ortamına alınarak mikrosertlik grafikleri oluşturulmuştur.

Sürtünme kaynağı ile birleştirilen AZ63 çubukların mekanik özelliklerini incelemek için bütün numuneler çekme testine tabi tutulmuştur. Bunun için öncelikle çekme numuneleri CNC torna tezgâhında ASTM E8 standartlarına göre işlenmiştir. İşlenen numunelerin makro görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir. Çekme deneyleri, 50 000 N yük kapasitesine sahip SHIMADZU marka çekme cihazında, 1 mm dak^{-1} çekme hızı uygulanarak yapılmıştır. Ayrıca çekme sonrası kırık yüzey incelemeleri için SEM analizleri yapılmıştır.

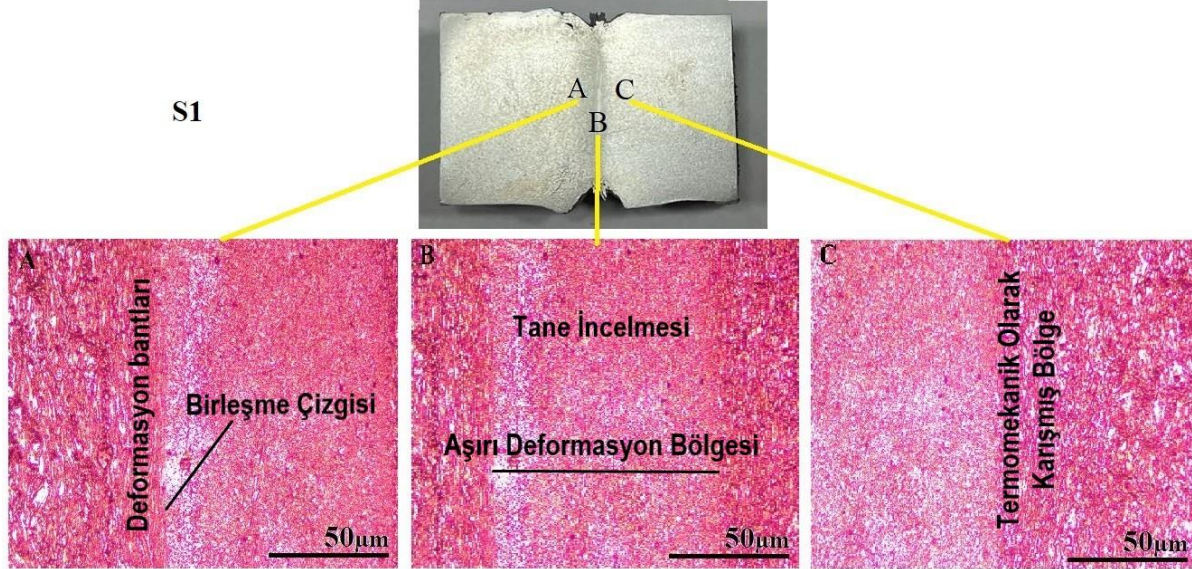


Şekil 4. SolidWorks çizimi ve CNC torna tezgâhında işlenmiş numunelerin makro görüntüsü

BULGULAR ve TARTIŞMA

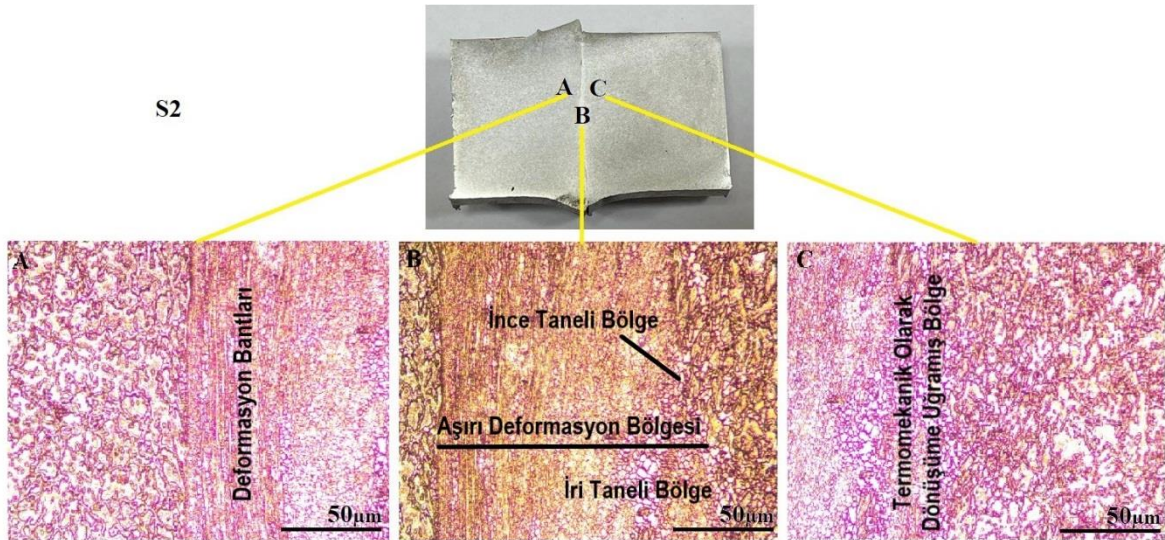
Mikroyapı İncelemeleri

1800 dev dak^{-1} devir sayısı ile birleştirilen S1 nolu numuneye ait sürtünme kaynak sonrası birleşme bölgesine ait optik görüntüler Şekil 5'te verilmiştir.



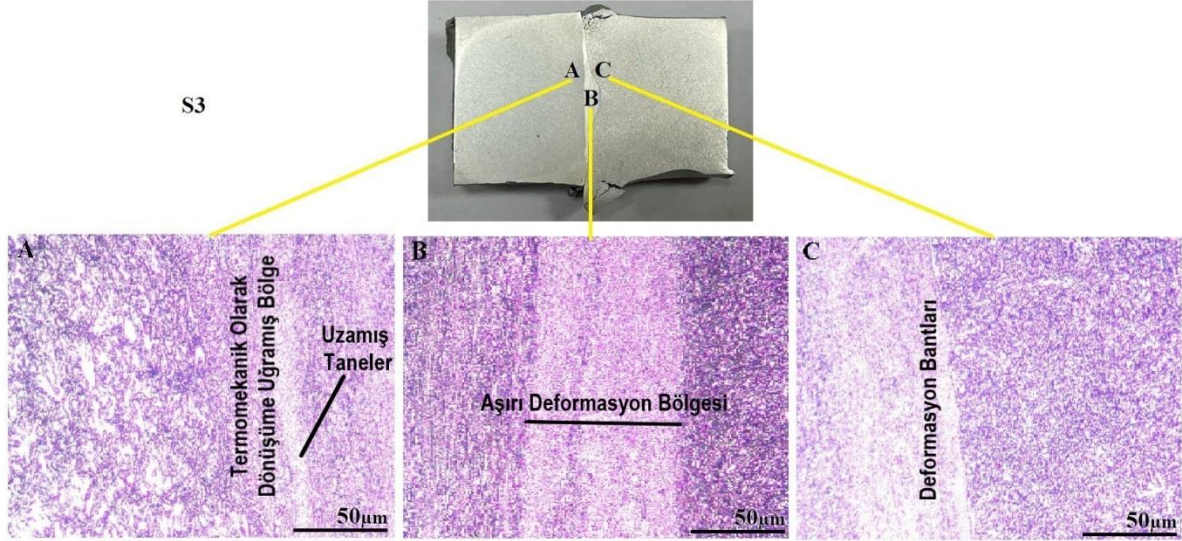
Şekil 5. S1 nolu numunenin optik görüntüsü

Optik resimlerde açıkça görüldüğü gibi devir sayısı ve sürtünme basıncına bağlı olarak meydana gelen plastik deformasyon etkisiyle dışarı taşan flanş miktarında bir farklılık olduğu gözlemlenmiş ve düşük devir sayısında flanş miktarının çok düşük olduğu açıktır. Ayrıca optik fotoğraflarından literatüre uygun üç farklı bölgenin var olduğu görülmüştür (Cetkin ve ark., 2019; Cetkin ve ark., 2020). Bu bölgeleri aşırı deformasyon bölgesi (ADB), termomekanik olarak karışmış bölge (TMOKB) ve esas malzeme bölgesi (EMB) olarak tanımlanabilir. ADB yaklaşık olarak 100 μm genişliğinde ve tane incelmeye maruz kalmıştır. Plastik deformasyon ve dönmenin etkisiyle deformasyon bantları aşırı deforme olmuş bölgenin hemen bitişiğinde görülmektedir (Kırık ve ark., 2013).



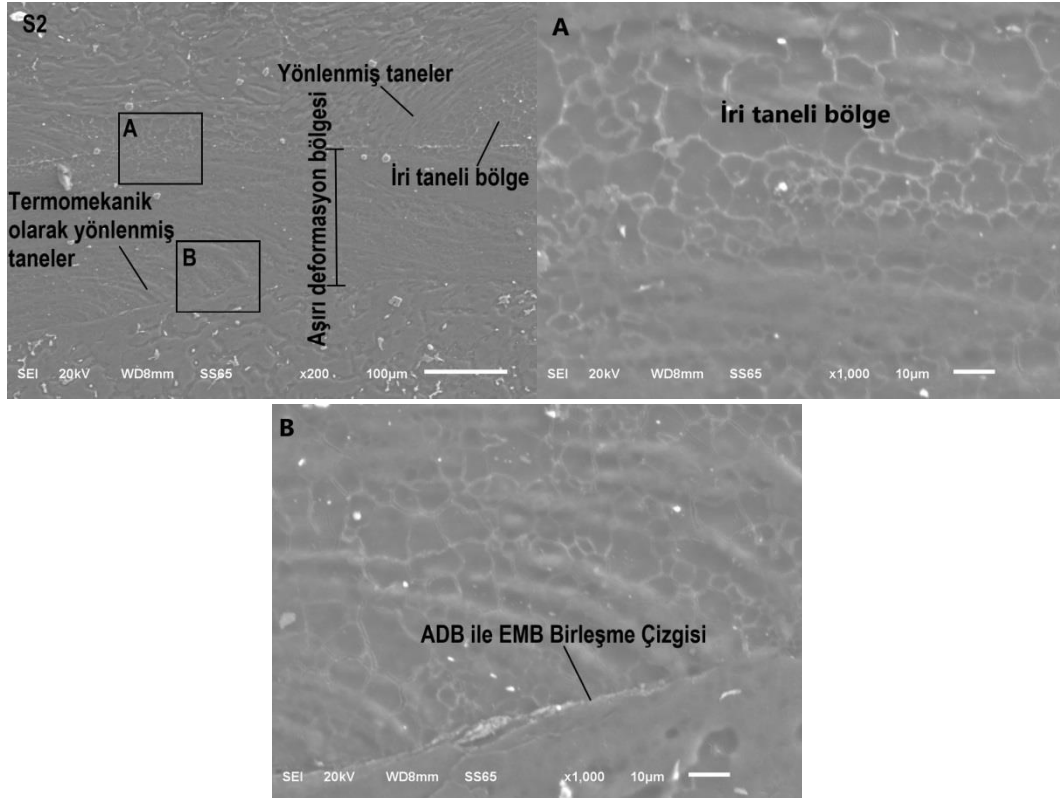
Şekil 6. S2 nolu numunenin mikroyapı optik görüntüsü

Devir sayısının 200 dev dak^{-1} artırılmasıyla birleştirilen S2 nolu numuneye ait mikroyapı optik görüntüsü Şekil 6'da verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi herhangi bir çatlak, bağlantısız bölge veya kaynak hatasının olmadığı görülmektedir. ADB'nin artan devir sayısı ile genişlediği ve kaynak ara bölgesinde birbirinden farklı iri ve ince taneli bölgelerin var olduğu görülmüştür.



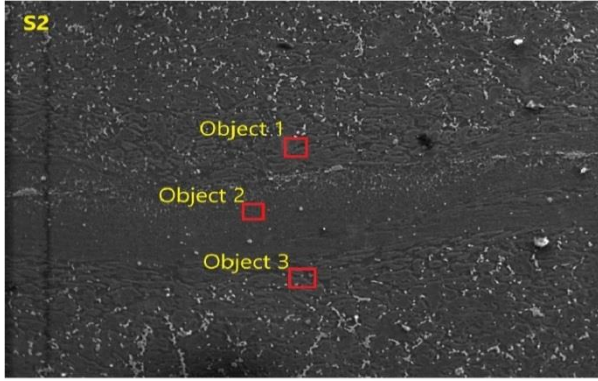
Şekil 7. S3 nolu numunenin optik resmi

$2200 \text{ dev dak}^{-1}$ kullanılarak birleştirilen S3 nolu numuneye ait mikroyapı resimleri Şekil 7'de verilmiştir. Artan devir sayısı ile sürtünme basıncından kaynaklı birleştirilen numunelerin temas yüzeylerinde viskozitesi artan malzeme daha kolay dışarı doğru flanş olmasından kaynaklı ADB'de bir daralmanın var olduğu gözlemlenmiştir. Devir sayısının yüksek olması ve aksel basıncın etkisiyle ayrıca tane inceliğiyle beraber uzamış tanelerinde var olduğu görülmüştür (Sarsılmaz ve ark., 2017).



Şekil 8. S2 nolu numunenin SEM görüntüsü

Sürtünme kaynağıyla birleştirilen S2 nolu numuneye ait SEM görüntüleri Şekil 8’de verilmiş olup herhangi gözenek bağlantısız bölge ve çatlak görülmemiştir. Ancak termomekanik etki ile sürtünme ve aksenal basınçtan kaynaklı tercihli yönelmiş tane grupları görülmektedir. SEM görüntülerinden iri taneli bölgelerin varlığı net bir şekilde görülmektedir. Ayrıca birleşme bölgesinin daha yüksek büyütmelelerdeki görüntüleri Şekil 8. A ve B de görüldüğü birleşme çizgisi açık bir şekilde görülmüştür.



Object 1

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	28.68	2.162	15.959	wt.%	
Mg	Ka	554.51	8.679	73.878	wt.%	
Al	Ka	26.67	2.148	9.051	wt.%	
Si	Ka	1.63	0.907	0.456	wt.%	
Mn	Ka	1.29	0.738	0.380	wt.%	
Ni	Ka	0.63	0.466	0.276	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

Object 3

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	23.86	1.959	19.588	wt.%	
Mg	Ka	329.57	6.698	69.265	wt.%	
Al	Ka	19.35	1.807	9.666	wt.%	
Si	Ka	1.33	0.765	0.553	wt.%	
Mn	Ka	1.64	0.769	0.732	wt.%	
Ni	Ka	0.29	0.553	0.196	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

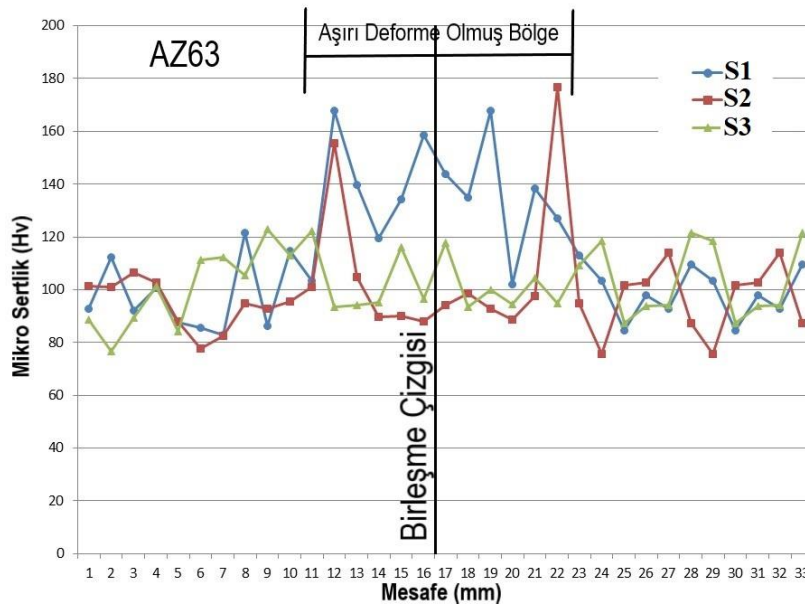
Object 2

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	16.24	1.664	28.741	wt.%	
Mg	Ka	102.94	3.770	54.738	wt.%	
Al	Ka	13.72	1.502	14.064	wt.%	
Si	Ka	1.09	0.635	1.000	wt.%	
Mn	Ka	0.53	0.411	0.544	wt.%	
Ni	Ka	0.60	0.282	0.913	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

Şekil 9. S2 nolu numunenin EDS analizi sonuçları

Sürtünme kaynaklı bağlantıya ait Şekil 9’da verilen EDS analiz sonucunda ADB’nin hemen bitişiğinde alınan object 1 nolu bölgeden object 2’ye göre oksijen miktarı düşüktür. Ayrıca object 3’ün de ADB’e göre oksijen miktarının düşük olduğu görülmektedir. Bunun nedeni ara bölgedeki sıcaklığın yüksek olmasından dolayı bu bölgedeki Mg’nin O’ya olan eğiliminin fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca ADB’de Mg oranının düştüğü, Al miktarının arttığı görülmüştür.

Mikrosertlik analizi

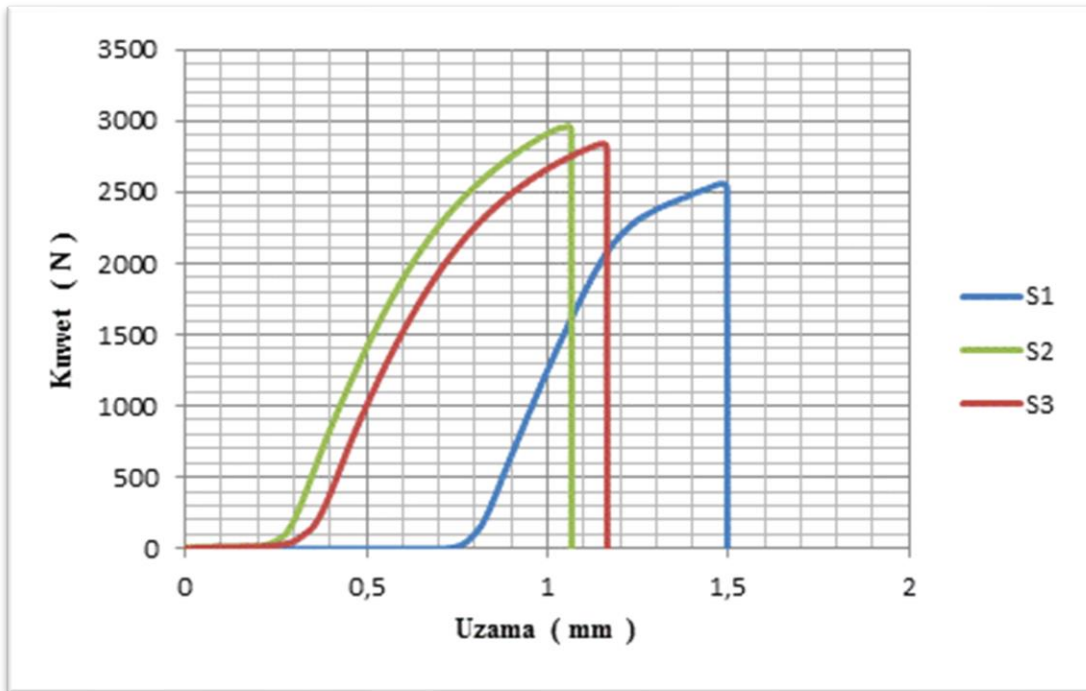


Şekil 10. S1, S2 ve S3 nolu numunelerin mikrosertlik sonuçları

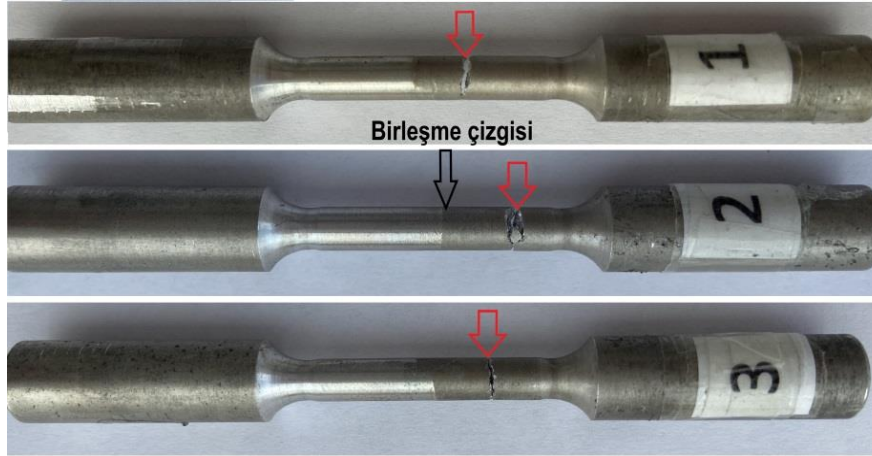
Birleştirilen magnezyum alaşımının sertlik grafikleri Şekil 10'da incelendiğinde neredeyse her üç numunede de sertliğin ara kesitte yüksek olduğu görülmektedir. Birleşme çizgisinin hemen bitişiğinde bir miktar düşüş sergilese de hemen akabinde 5 mm mesafeye kadar yüksek olduğu ardından esas malzemenin sertliğine inmiştir. Düşük devir sayısında birleştirilen S1 ve S2 nolu numunelerde sertliğin aşırı deforme olmuş bölgede en yüksek değerlere ulaştığı görülmektedir. S1 ve S2 nolu numunelerde ADB'lerin geniş olmasından da kaynaklanan sertlikte yüksek olmuştur ve en yüksek sertlik 176.8 Hv ölçülmüştür. Daha önce yapılan çalışmalarda incelendiğinde kaynak bölgesinde yüksek sıcaklığa çıkılmasından kaynaklı meydana gelen yapısal değişim ve metaller arası bileşiklerden kaynaklanan bir sertlik artışının var olduğu aktarılmaktadır (Kırık ve ark., 2013).

Çekme testi ve kırık yüzey analizi

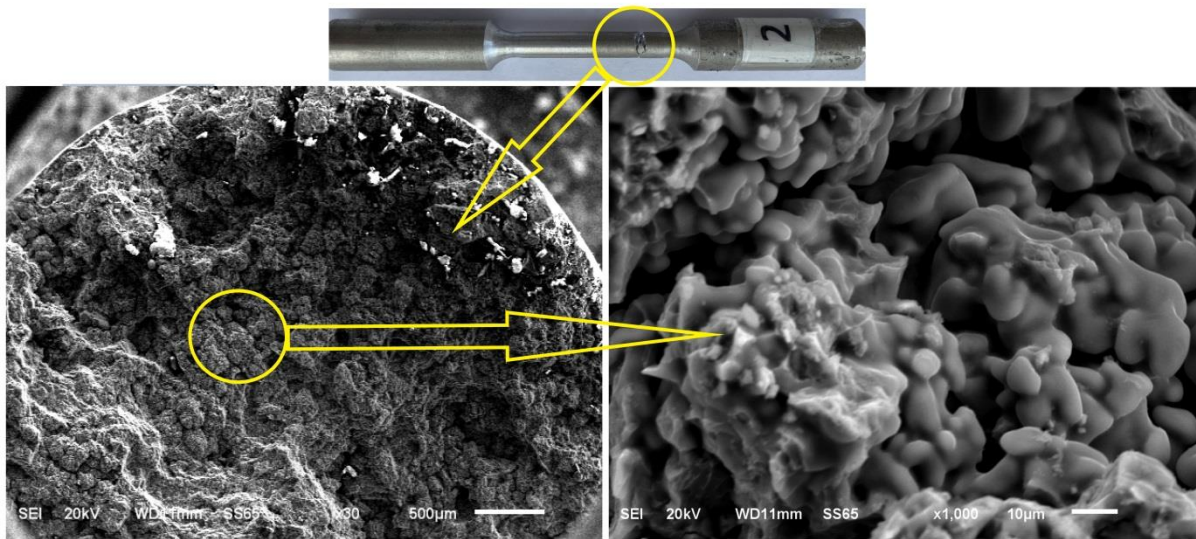
Birleştirilmiş numunelerin kuvvet-uzama diyagramı Şekil 11'de ve çekme testinden sonraki makro resimleri Şekil 12'de verilmiştir. Çekme dayanımları incelendiğinde en yüksek çekme kuvveti S2 nolu numunede 2969.68 N olarak elde edilmiştir. Çekme sonrası makro fotoğraflarından S1 ve S3 nolu numuneler kaynak bölgesine yakın ancak S2 nolu numunede kaynak bölgesi dışında herhangi bir boyca uzama göstermeden gevrek kırılma örneği sergilemiştir. Artan devir sayısına bağlı olarak çekme dayanımlarında artış olmuştur. Bu sonuçlardan devir sayısını sürtünme kaynağı ile birleştirilen AZ63 magnezyum alaşımının dayanımları üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu söylenilebilir.



Şekil 11. Numunelerin kuvvet-uzama diyagramı



Şekil 12. Çekme testi sonrası sürtünme kaynaklı numunelerin makro resimleri



Şekil 13. S2 nolu numunenin kırık yüzey SEM görüntüleri

2000 dev dak^{-1} kullanılarak birleştirilen S2 nolu numuneye ait çekme testi sonrası kırık yüzey SEM görüntüleri Şekil 13'te verilmiştir. Şekilden de açıkça görüldüğü gibi kırılma mekanizması gevrek bir kırılma davranışı sergilemiş ve SEM yüzeylerinde ani kopmalar olduğu gözlemlenmiştir.

SONUÇ

Bu çalışmada, magnezyum alaşımlı AZ63 anot çubuklarının sürtünme kaynağı yöntemiyle birleştirilebilirliği incelenmiştir. Bu amaçla AZ63 anot çubukları 1800, 2000 ve 2200 dev dak^{-1} kaynak parametrelerinde kaynak edilmiştir. Parametrelerin etkilerinin incelenmesi için kaynaklı birleştirmelerin SEM analizleri ve mekanik testleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

- 1800, 2000 ve 2200 dev dak^{-1} 'da sürtünme kaynağıyla birleştirilen AZ63 çubukların kaynak bölgelerinde herhangi bir çatlak veya birleşmeme sorunuyla karşılaşılmamıştır.
- Numunelerin mikroyapı sonuçlarında literatüre uygun, aşırı deformasyon bölgesi (ADB), termomekanik olarak karışmış bölge (TMOKB) ve esas malzeme bölgesi (EMB) olmak üzere üç farklı bölge görüntülenmiştir.
- Artan devir sayısına bağlı olarak numunelerde taşan flanş miktarında bir farklılık olduğu ve artış gerçekleştiği gözlemlenmiştir.

• Mikrosertlik analizlerinde üç numunede de sertliğin ara kesitte yüksek olduğu görülmektedir. Düşük devir sayısında birleştirilen S1 ve S2 nolu numunelerde sertliğin aşırı deforme olmuş bölgede en yüksek değerlere ulaştığı görülmektedir. En yüksek sertlik değeri S2 nolu numunede 176.8 Hv olarak tespit edilmiştir.

• Çekme testi sonrası makro fotoğrafları incelendiğinde S1 ve S3 nolu numuneler kaynak bölgesine yakın ancak S2 nolu numunede kaynak bölgesi dışında gevrek kırılma gerçekleşmiştir. Artan devir sayısına bağlı olarak çekme dayanımlarında artış olmuştur. Maksimum çekme kuvveti 2000 dev dak⁻¹ ile birleştirilen S2 nolu numunede 2969.68 N elde edilmiştir.

KAYNAKLAR

- Akgün M, Özger G, Ulaş HB, 2014. Döküm Yöntemiyle Üretilmiş AZ91 Magnezyum Alaşımının İşlenebilirliğinin Yüzey Pürüzlülüğü Açısından Değerlendirilmesi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 30(5): 323-328.
- Baradarani F, Mostafapour A, Shalvandi M, 2019. Effect of Ultrasonic Assisted Friction Stir Welding on Microstructure and Mechanical Properties of AZ91-C Magnesium Alloy, Transactions Nonferrous Metals Society of China, 29: 2514-2522.
- Batı S, Kılıç M, Kırık İ, 2016. Friction Welding of Dissimilar AISI 304 and AISI 8460 Steels, European Journal of Technic, 6(2):79-86.
- Bulut R, 2009. Magnezyum AZ31 Alaşımının Sürtünme Karıştırma Kaynağı ile Birleştirilebilirliğinin İncelenmesi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi(Basılmış).
- Cetkin E, Celik YH, Temiz S, 2019. Microstructure and Mechanical Properties of AA7075/AA5182 Joined by FSW, Journal of Materials Processing Technology, 268: 107-116.
- Cetkin E, Celik YH, Temiz S, 2020. Effect of Welding Parameters on Microstructure and Mechanical Properties of AA7075/AA5182 Alloys Joined by TIG and MIG Welding Methods, 42(34):34.
- Çalgülü U, Türkmen M, Katı N, Kalli R, 2018. Sürtünme Kaynak Yöntemi ile Birleştirilmiş AZ63-AA6063 Alaşımının Radyografik Olarak İncelenmesi, The 1st International Engineering and Technology Symposium (IETS'18), 3-5 Mayıs, Batman.
- Katı N, Aktaş M, Kırık I, Ozan S, 2012. AM50/AM60 Magnezyum Alaşım Çiftinin Sürtünme Kaynak Yöntemiyle Kaynak Edilebilirliğinin Araştırılması, 2. Uluslararası Kaynak Teknolojileri Konferansı Ve Sergisi, 23-25 Mayıs, Ankara.
- Kırık I, 2012. Sürtünme Kaynağı ile Birleştirilmiş AISI 1040/AISI 304L Çelik Çiftinin Elektrokimyasal Korozyon Davranışının Araştırılması, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalürji Eğitimi Anabilim Dalı, Doktora Tezi(Basılmış).
- Kırık I, Özdemir N, 2012. Sürtünme Kaynağıyla Birleştirilmiş AISI 1040/DUPLEX Paslanmaz Çelik Çiftinde Sürtünme Süresinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi, SAÜ Fen Bilimleri Dergisi, 16(2):69-75.
- Kırık I, Özdemir N, Çalgülü U, 2013. Effect of Particle Size and Volume Fraction of the Reinforcement on the Microstructure and Mechanical Properties of Friction Welded MMC to AA6061 Aluminum Alloy, Kovove Materials, 51: 221-227.
- Koç E, 2008. Alaşım Elementlerinin Magnezyum Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi(Basılmış).
- Mirzaei M, Asadi P, Fazli A, 2020. Effect of Tool Pin Profile on Material Flow in Double Shoulder Friction Stir Welding of AZ91 Magnesium Alloy, International Journal of Mechanical Sciences, 183:1-35.

- Park SHC, Sato YS, Kokawa H, 2003. Effect of Micro-Texture on Fracture Location in Friction Stir Weld of Mg Alloy AZ61 During Tensile Test, Scripta Material, 49.
- Sarsılmaz F, Kırık I, Ay M, 2017. Sürtünme Kaynak Yöntemi ile Birleştirilmiş SCR 420/ AISI 1040 Çelik Çiftlerinin Arayüzey Mikroyapı Özelliklerinin İncelenmesi, Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 29(2): 51-56.
- Torun O, 2019. Saf Bakır Ve AZ91 Magnezyum Alaşımının Sürtünme Kaynağı, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Dergisi, 27(2):110-115.
- Torun O, Çelikyürek I, 2019. The effect of The Friction Pressure on the Friction Welding of AZ91 and Fe₃Al Alloys, The Eurasia Proceedings of Science, Technology, Engineering, Mathematics, 7: 175-180.

Atf İçin: Özen M, Daş R, Açıkgöz A, Aktaş B, Demircan G, Hançer L N, Balak M V, 2022. Grafen-Si₃N₄ Takviyeli Hidroksiapatit Nanokompozitlerin Mekanik ve Yapısal Özellikleri. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 978-989

To Cite: Özen M, Daş R, Açıkgöz A, Aktaş B, Demircan G, Hançer L N, Balak M V, 2022. Mechanical and Structural Properties of Graphene-Si₃N₄ Reinforced Hydroxyapatite Nanocomposites. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 978-989

Grafen-Si₃N₄ Takviyeli Hidroksiapatit Nanokompozitlerin Mekanik ve Yapısal Özellikleri

Mustafa ÖZEN¹, Ruken DAŞ¹, Abuzer AÇIKGÖZ^{1*}, Bülent AKTAŞ¹, Gökhan DEMİRCAN¹,

Levent Nazım HANÇER², Mehmet Vehbi BALAK¹

ÖZET: Hidroksiapatitin (HA) kemik ve dişlerin inorganik yapısına benzerlik gösterdiği bilinmektedir. Fakat düşük mekanik özelliklere sahip olduğu için saf haldeki HA'nın kemik-diş implantlarında kullanımı sınırlıdır. Bu sorunun üstesinden gelmek için çeşitli biyo seramikler kullanılarak kompozit oluşturulabilir. Bu çalışmada HA'ya farklı miktarlarda grafen ve sabit miktarda Si₃N₄ takviye edilmesiyle yüksek mekanik dayanıma sahip ve biyoyumlu yeni bir kompozit malzeme üretilmesi amaçlanmıştır. Farklı miktarlarda takviye oranlarına sahip 5 farklı Hidroksiapatit- Silisyum Nitrür- Grafen biyokompozitler tek eksenli pres yardımıyla pellet haline getirilmiş ve nihai mukavemeti kazanması içinde 1100 °C sıcaklıkta 2 saat sinterlenmiştir. Numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre belirlenmiş, mikro yapısı taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile analiz edilmiştir ve oluşan fazlar XRD analizi ile tespit edilmiştir. Ayrıca numunelerin sertlikleri Microvickers ile ölçülmüştür. Yapılan çalışmalar sonucunda HA'ya grafen ve Si₃N₄ takviye edilmesiyle sertlik ve yoğunluk değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca SEM görüntülerinde kırılma tokluğunu arttıran mekanizmalar gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Biyomalzeme, hidroksiapatit, kompozitler, mekanik özellikler, sertlik

Mechanical and Structural Properties of Graphene-Si₃N₄ Reinforced Hydroxyapatite Nanocomposites

ABSTRACT: It is known that hydroxyapatite is similar to the inorganic structure of bones and teeth. However, the use of pure HA in bone-tooth implants is limited because it has low mechanical properties. To overcome this problem, composites can be formed with various bio-ceramics. In this study, it was aimed to produce a new biocompatible composite material with high mechanical strength by adding different amounts of graphene and a constant amount of Si₃N₄ to HA. 5 different Hydroxyapatite-Silicon Nitride-Graphene bio composites with different reinforcement ratios were turned into pellets with the help of a single-axis press and sintered at 1100 °C for 2 hours to gain final strength. The densities of the samples were determined according to the Archimedes principle, the microstructure was analysed by scanning electron microscopy (SEM) and the formed phases were determined by XRD analysis. In addition, the hardness of the samples was measured with Microvickers. As a result of the studies, it was determined that the hardness and density values increased by adding graphene and Si₃N₄ to HA. In addition, mechanisms that increase fracture toughness were observed in SEM images.

Keywords: Biomaterial, hydroxyapatite, composites, mechanical properties, hardness

¹ Mustafa ÖZEN ([Orcid ID: 0000-0002-0282-9387](https://orcid.org/0000-0002-0282-9387)), Ruken DAŞ ([Orcid ID: 0000-0001-7423-7711](https://orcid.org/0000-0001-7423-7711)), Abuzer AÇIKGÖZ ([Orcid ID: 0000-0002-2648-3560](https://orcid.org/0000-0002-2648-3560)), Bülent AKTAŞ ([Orcid ID: 0000-0002-9396-1534](https://orcid.org/0000-0002-9396-1534)), Gökhan DEMİRCAN ([Orcid ID: 0000-0002-9579-6878](https://orcid.org/0000-0002-9579-6878)), Mehmet Vehbi BALAK ([Orcid ID: 0000-0002-1374-2199](https://orcid.org/0000-0002-1374-2199)), Harran Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Şanlıurfa, Türkiye

²Levent Nazım HANÇER ([Orcid ID: 0000-0001-9171-097X](https://orcid.org/0000-0001-9171-097X)), Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İzmir Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Abuzer AÇIKGÖZ, e-mail:a.abuzer@harran.edu.tr

GİRİŞ

Çeşitli nedenlerle meydana gelen kemik ve diş hasarlarının tedavisinde cerrahi ve biyomalzeme uygulamaları gibi çeşitli yöntemler oldukça yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Gunduz ve ark., 2014). Cerrahi yöntemlerde kullanılan altın gibi malzemeler standart olarak kabul edilen allogreft (aynı türün farklı kişiler arasında yapılan doku aktarımı) ve otogreft (kişinin kendisinden alınıp, başka bir bölgesine aktarılan doku) tedavileri için kullanılmaktadır. Fakat bu yöntemlerin çeşitli dezavantajları mevcuttur. Bu dezavantajlar arasında; doku transferi yapacak donörün az bulunması, immün yanıtın oluşması ve patojenlerin aktarımıyla birlikte greft uygulanan alanda enfeksiyon meydana gelmesi gibi nedenler sayılabilir. Bu tedavi yöntemlerinin olumsuz etkileri, biyomalzemelerin araştırılmasına ve gelişimine yol açmıştır (Gao ve ark., 2006).

Yapısında çeşitli organik ve inorganik bileşikleri bulunduran kemik dokularının mekanik yüklerle karşı dayanım gücü yüksektir (Goodman, Yao, Keeney, ve Yang, 2013). Kemik grefti olarak kullanılması hedeflenen malzemelerin; biyoyumlu, yüksek mukavemet ve aşınma direnci gibi özelliklere sahip olması gerekmektedir. Biyoseramikler tüm bu özellikleri yerine getirebilecek gereksinimlere sahip olması nedeniyle biyomedikal uygulamalarda iyi bir alternatif malzeme potansiyeline sahiptirler (Precnerová ve ark., 2015).

Hidroksiapatit malzemeler (HA, Ca₁₀(OH)₂(PO₄)₆), kemik ve dişlerin inorganik bileşenleriyle benzer yapıda olan, mükemmel osteoiletkenlik ve osteoindüktivite gösteren biyoseramiklerdir. Dental ve ortopedi alanlarında implant olarak kullanılan ve biyoaktif özellik gösteren HA kemik büyümesini teşvik edici özelliklere sahiptir (Bonfield, Grynpas, Tully, Bowman, ve Abram, 1981; Goodman ve ark., 2013; M. Li ve ark., 2018). Bununla birlikte saf haldeki HA, düşük kırılma tokluğu, gerilme mukavemeti ve aşınma direnci gibi zayıf mekanik özelliklere sahiptir (V. Silva ve Lameiras, 2000; Oktar, Sayrak, Ozsoy, ve Heybeli, 2001; Valério ve ark., 2004; M. Li ve ark., 2018; Nosrati, Sarraf-Mamoory, Ahmadi, ve Canillas Perez, 2020). HA'nın zayıf olan mekanik özelliklerinin geliştirilmesi için çeşitli takviye malzemeleri kullanılmaktadır. En yaygın kullanılan takviye malzemeleri; polietilen (PE) (Bonfield ve ark., 1981), alüminyum oksit (Al₂O₃) (Ramires, Romito, Cosentino, ve Milella, 2001), titanyum dioksit (TiO₂) (Ramires ve ark., 2001), yitrium katkılı zirkonya (YSZ) (J. Li, Liao, ve Hermansson, 1996), karbon nanotüpler (CNTs) (Lahiri, Singh, Keshri, Seal, ve Agarwal, 2010), grafen (M. Li ve ark., 2018), silisyum nitrür (Si₃N₄) (Precnerová ve ark., 2015) ve biyocam (45S5) malzemelerdir (Goller, Demirkıran, Oktar, ve Demirkesen, 2003). Bu takviye malzemeleri ve HA'nın birleştirilmesiyle yüksek mekanik özelliklere sahip ve biyoyumluluk özelliğini koruyan yeni bir kompozit malzeme elde edilebilir (Erkmen, Genc, ve Oktar, 2007).

Grafen, altıgen bal peteği örgüsüne bağlı tek bir karbon atomu katmanı olup yüksek mekanik özelliklere sahip malzemelerdir. Geniş yüzey alanına sahip ve iyi biyoyumluluk özelliği gösteren grafen bazlı kompozitler kök hücrelerin farklılaşmasını indükleyebildiğinden dolayı kemik onarımını desteklemektedir (Lee ve ark., 2011; Nayak ve ark., 2011; Crowder ve ark., 2013; Yoon ve ark., 2014). Takviye malzemesi olarak az miktarda grafen kullanılarak hazırlanan kompozit malzemelerin yüksek esneklik ve mekanik özelliklere sahip olduğu görülmüştür (M. Li ve ark., 2018).

Diğer takviye malzemeleriyle kıyaslandığında daha iyi biyoyumluluk ve yüksek mekanik özellikler gösterdiği için daha fazla tercih edilmektedir (Shin ve ark., 2016; Qu ve ark., 2018; Nie ve ark., 2019).

Yapılan son çalışmalarda grafen takviyeli HA kompozitlerin toz, kaplama ve doku iskelesi formunda hazırlanabileceği araştırılmıştır (Rodríguez-Lorenzo, Benito-Garzón, Barroso-Bujans, ve Fernández, 2009). Ayrıca bazı çalışma sonuçlarına göre HA'lara grafen eklenerek oluşturulan

kompozitlerin biyolojik özelliklerinin artmasının yanında iyi mekanik özellikler gösterdiği de tespit edilmiştir (Baradaran ve ark., 2014; S. Wang, Zhang, Wang, Sun, ve Sun, 2017). Grafenin takviye malzemesi olarak fazla miktarda eklenmesi ise bağıl yoğunluğu azaltacağından dolayı mekanik özellikleri düşürmektedir (Nosrati, Mamoozy, Le, ve Bünger, 2019). Grafen ve türevleri ile hazırlanan HA kompozitlerin çatlak köprüleme ve çatlak sapması gibi kırılma tokluğunu artırıcı özellikler gösterdikleri için saf HA malzemesine göre daha iyi kırılma tokluğu değerlerine sahiptirler (Lahiri, Ghosh, ve Agarwal, 2012).

Silisyum nitrür (Si₃N₄), yüksek kırılma tokluğu, sertlik (Dusza ve Sajgalik, 1995) ve mükemmel aşınma direncine sahip oksit olmayan seramik biyomalzemelerdir. Sahip oldukları yüksek mekanik özelliklerinden dolayı kalça-diz implantlarında metal alaşımların yerine kullanılmaktadırlar. (Bal ve ark., 2008; Guedes e Silva ve ark., 2008; Bal ve Rahaman, 2012). Bu malzemeler kimyasal olarak stabil yapıda olup biyoinert özellik göstermektedir. Ayrıca biyoaktivitesi yüksek olan HA ile kompozit malzeme oluşturmalarında biyomedikal uygulamalar için daha geniş alanda uygulama potansiyeline sahiptirler (C. C. G. Silva, Rigo, Marchi, Bressiani, ve Bressiani, 2008). Ayrıca bu malzemeler insan osteoblast hücrelerinin çoğalmasını desteklediğinden dolayı implantların yapı malzemelerini oluşturmaktadırlar (Mazzocchi ve Bellosi, 2008; Webster, Patel, Rahaman, ve Bal, 2012; Bal ve Rahaman, 2012; Catauro, Bollino, Papale, Ferrara, ve Mustarelli, 2015;).

Bu çalışmanın amacı düşük mekanik özelliklere sahip olan HA'ya farklı miktarlarda grafen ve sabit miktarda Si₃N₄ takviye edilmesiyle yüksek mekanik özellikli ve biyoyumlu yeni bir kompozit malzeme üretmektir. Farklı miktarlarda takviye oranlarına sahip 5 farklı HA/Si₃N₄/Grafen biyokompozitler üretilmiş ve bu biyo kompozitlerin fiziksel, mekanik ve mikroyapı özellikleri belirlenmiştir. Malzemenin mikroyapı özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile, oluşan fazlar XRD analizi ile, mekanik özellikler sertlik ölçümleri ile değerlendirilmiştir. Bu çalışmada elde edilen kompozitlerden mekanik açıdan en uygun olanının biyomedikal uygulamalar için belirlenmesi amaçlanmıştır.

MATERYAL VE METOT

Malzemelerin Hazırlanması

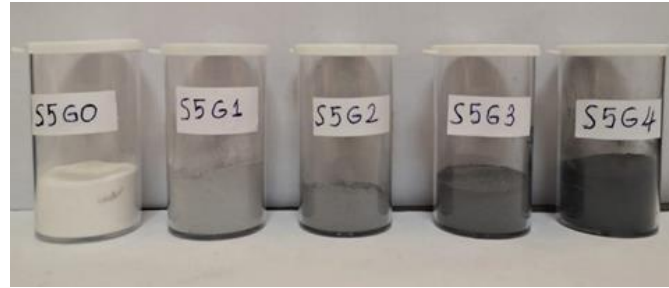
Bu çalışmada ana matris malzemesi olarak hidroksiapatit mikro partikülleri (%99.5, 40-50 µm, Nanografi Nanoteknoloji A.Ş., Türkiye), sabit oranlarda Silisyum nitrür (Si₃N₄) nanopartikülleri (%99.5, 20-35 nm, Nanografi Nanoteknoloji A.Ş., Türkiye) takviye elemanı olarak grafen nanoplakalar (%99.9, 3 nm kalınlık, 1.5 µm çap, Nanografi Nanoteknoloji A.Ş., Türkiye) kullanılmıştır. Bu malzemeler ile farklı oranlarda kompozit numuneler elde edilmiş ve deneysel çalışmalar yapılmıştır. Karşımlar ve kodlamalar Çizelge 1'de verilen oranlara (ağırlıkça) göre hazırlanmıştır.

Çizelge 1. Hazırlanan biyokompozitlerin kimyasal kompozisyonları

Numune kodu	Hidroksiapatit	Si ₃ N ₄	Grafen
S5G0	95	5	0
S5G1	94.75	5	0.25
S5G2	94.5	5	0.5
S5G3	94	5	1
S5G4	92	5	3

Çalışmadaki en önemli kısımlardan biri seramik kompozisyonu oluşturan tozların homojen karışımıdır. Bunun için literatürde nano ve mikron büyüklüğündeki tozların karışımı için önerilen dual karıştırma (ultrasonik ve manyetik karıştırıcının aynı anda kullanılması) yapılmıştır (Demircan ve ark.,

2020; Demircan ve ark., 2021). Birinci aşamada grafen katkısız numune için belirlenen miktardaki HA mikro partikülleri ve Si₃N₄ nanopartikülleri 250 ml etil alkol içerisinde eklendi ve dual karıştırma modunda 2 saat boyunca karıştırıldı. Buna ilaveten ikinci aşamada grafen katkılı numuneler için belirlenen miktarda grafen nanoplakaların tartımı yapıldı ve 150 ml etil alkol içerisinde dual karıştırma ile 1 saat boyunca karıştırıldı. Grafen katkılı kompozitlerin üretiminde birinci aşamada elde edilen süspansiyon ile ikinci aşamada elde edilen süspansiyon birleştirilerek 1 saat daha dual karıştırma yapıldı. Daha sonra süspansiyonlar 120 °C etüv fırında 24 saat kurutuldu. Son olarak kurutulmuş tozların öğütülmesi ve karıştırılması için 1/10 hacminde bilye kullanılarak 475 dev dk⁻¹ karıştırma hızında bilyeli değirmen kullanıldı. Elde edilen kompozit tozlar Şekil 1'de verilmiştir. Seramikleri şekillendirmek için her bir toz karışımından 3 gr tartılmış ve tek yönlü manuel pres yardımıyla 32 mm çapındaki çelik kalıplarda 40 MPa basınç uygulanarak pelletler üretilmiştir.



Şekil 1. Farklı miktarlarda takviye oranlarına sahip 5 farklı HA/ Si₃N₄ /Grafen karışımları



Şekil 2. Kompozit numunelerin üretim aşamaları

Daha sonra pelletler sinterleme fırınına (MSE Fırını) alınmıştır. Öncelikle kalıpların yağlamasında kullanılan çinko stearat'ın buharlaşması için fırın 5 °C/dk ısıtma hızında 400 °C'ye kadar ısıtılmıştır. 60 dakika bu sıcaklıkta bekletildikten sonra nihai sinterleme için sıcaklık aynı ısıtma hızında 1100 °C'ye çıkarılmıştır ve 2 saat bekletildikten sonra oda sıcaklığına soğutulmuştur. Çalışmada kullanılan ekipmanların resimleri Şekil 2'de verilmiştir. Şekil 2'de 1 ve 2 numara süspansiyonları, 3 numara dual karıştırma yöntemini, 4 numara etüv fırını, 5 numara bilyalı değirmeni, 6 numara izostatik presi, 7 numara pelletten çıkarılan numuneyi, 8 numara sinterleme fırını göstermektedir.

HA/Si₃N₄/Grafen Kompozitlerin Karakterizasyonu

Sinterleme işleminden sonra üretim aşaması tamamlanan HA/Si₃N₄/Grafen kompozit numunelerin analizleri yapılmıştır. Kompozit numunelerin mikro yapılarını incelemek ve sertlikleri ölçmek için yüzey hazırlama işlemi yapılmıştır. Pellet numunelerin yüzeyi 320, 600, 1000 ve 1200

gritlik zımparalar ile zımparalanmış ve daha sonra parlatma keçelerine 1 ve 3 µm elmas solüsyon pastalar sürülmüş ve yüzeyler parlatılmıştır. Yüzeyleri zımparalanan ve parlatılan numuneler etil alkol ile temizlenmiştir.

Yoğunluk Ölçümü

Tüm numunelerin yoğunlukları Arşimet metodu ile ölçülmüştür. Yoğunluk ölçümü yapılırken her bir parametre için beş farklı numunedan alınan değerlerin ortalamaları kullanılmıştır. Arşimet prensibinde katıların yoğunluğu ölçülürken numune önce havada tartılır, daha sonra yoğunluğu bilinen daldırma sıvısı olarak saf suda tartılır. Numunenin yoğunluğu (ρ) şu şekilde hesaplanır;

$$\rho = \frac{w_a}{w_a - w_b} \times \rho_{dw} \quad (1)$$

Burada ρ_{dw} ; distile suyun yoğunluğunu, W_a ; numunenin havadaki ağırlığı, W_b ; numunenin saf su içindeki ağırlığını ifade etmektedir.

Numunelerin teorik yoğunluğu ise şu şekilde hesaplanır;

$$D_t = [(\%W_{HA} \times D_{HA}) + (\%W_{Si_3N_4} \times D_{Si_3N_4}) + (\%W_{grafen} D_{grafen})] \quad (2)$$

Burada D_t ; Numunenin teorik yoğunluğu (gr/cm^3), D_{HA} ; Hidroksiapatit yoğunluğu (gr/cm^3), $D_{Si_3N_4}$; Silisyum Nitrür yoğunluğu (gr/cm^3), D_{grafen} ; Grafen yoğunluğu (gr/cm^3), $\%W_{HA}$; Ağırlıkça Hidroksiapatit yüzde oranı, $\%W_{Si_3N_4}$; Ağırlıkça Silisyum Nitrür yüzde oranı, $\%W_{grafen}$; Ağırlıkça Grafen yüzde oranını ifade etmektedir. Ölçülen yoğunluk değerleriyle teorik yoğunluk değerlerin oranlanmasıyla Bağıl yoğunluk (%) değerleri elde edilmektedir.

Mikrosertlik Ölçümü

Numunelerin sertlik ölçümleri Şekil 3'de gösterilen sertlik test cihazı ile 5 kg'lık yük 15 saniye boyunca uygulanarak ve malzeme üzerinde iz oluşturularak tespit edilmiştir. Her bir kompozit için 5 farklı bölgeden izler oluşturulmuş ve ortalama Vickers sertlik değerleri SEM (taramalı elektron mikroskopu) cihazı yardımıyla belirlenmiştir.



Şekil 3. Vickers sertlik test cihazı

XRD Analizleri

Hazırlanan numunelerin faz analizi X-Işını kırınımı tekniği ile CuK_{α} ($\lambda=1.5405\text{\AA}$) radyasyonunda Rigaku-Dmax 2000 model X ışını kırınım (XRD) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Numuneler sürekli tarama modunda 2θ açısında 10 ile 90° aralığında $0.02^\circ/dak$ tarama hızında yapılmıştır.

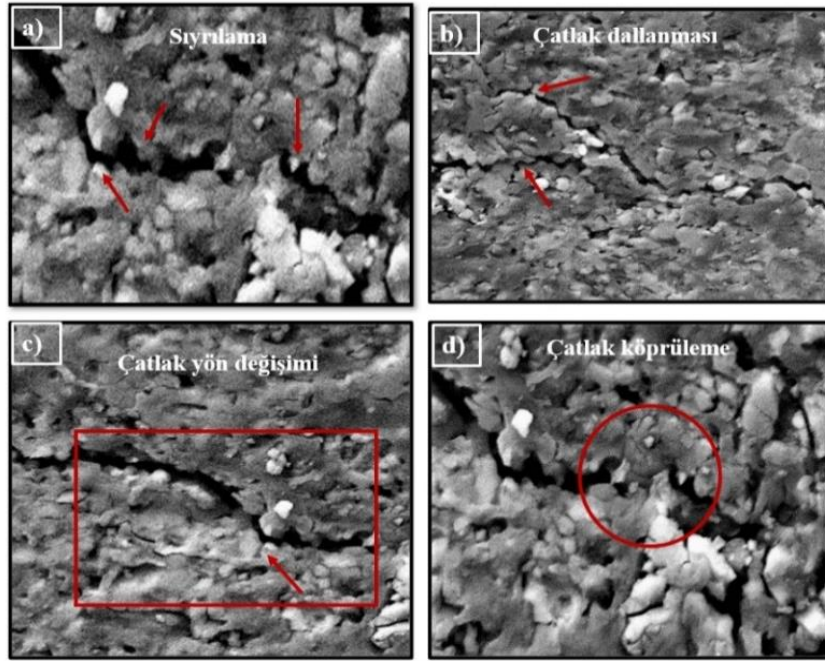
SEM Analizleri

Seramik kompozitlerin mikro yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Yapılan tüm test ve analizlerden elde edilen sonuçlar değerlendirilerek, HA/Si₃N₄/Grafen kompozit numunelerin mekanik özellikleri ortaya konularak, HA içerisindeki malzeme katkı oranlarının optimum miktarlarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Ayrıca, saf HA malzeme ile karşılaştırılarak, Si₃N₄ ve Grafen malzemelerinin saf HA malzemesine kazandırdığı özellikler yorumlanmıştır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

HA/Si₃N₄/Grafen kompozitlerin kırılma mekanizması, çatlak ve SEM analizi

HA/Si₃N₄/Grafen kompozit numunelerinin kırılma tokluğu hakkındaki bilgiler Şekil 4'te gösterilen SEM görüntülerine göre değerlendirilmiştir. Numunelere uygulanan 5 kg yük seramiklerin tamamında sertlik izlerinin ucunda çatlaklar oluşturmamıştır. Buna bağlı olarak kırılma tokluğu değerleri de sağlıklı bir şekilde elde edilemediğinden değerler burada paylaşılmamıştır. Ancak oluşan çatlaklardan toklaştırma mekanizmaları analiz edilmiştir. Şekil 4'te gösterilen (a) çatlak dallanması (b), çatlak yön değişimi (c), çatlak köprüleme (d) gibi toklaştırma mekanizmaları gözlemlenmiştir. Şekil 5.'de ayrıca numunelerin SEM yüzey görüntüleri verilmiştir.

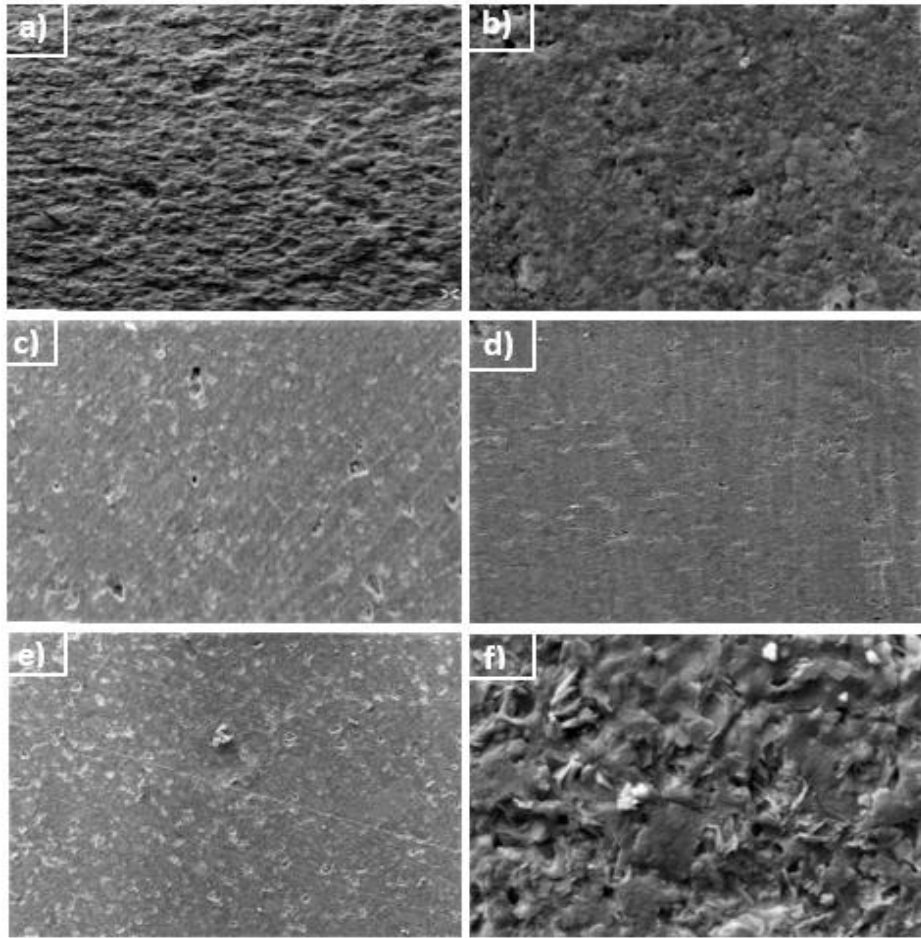


Şekil 4. Karakteristik toklaştırma mekanizmaları: a) Sıyılma b) çatlak dallanması c) çatlak yön değiştirmesi d) çatlak köprüleme

Toklaştırma mekanizmaları malzemelerin kırılma tokluğunun arttığını gösteren öncü bilgilerden biridir. Grafen ve türevleri ile hazırlanan HA kompozitleri çatlak köprüleme ve çatlak sapması gibi kırılma tokluğunu artırıcı özellikler gösterdikleri için saf HA malzemesine göre daha iyi kırılma tokluğuna sahip olduğu bilinmektedir (Lahiri ve ark., 2012). Literatürde toklaştırma mekanizmalarıyla ilgili benzer örnekler çeşitli çalışmalarda da yer almaktadır. Walker ve ark. Si₃N₄+Grafen malzemeleriyle yeni bir kompozit malzeme geliştirmişlerdir. Kompozit malzemenin yüzeyine 20 kg'lık yük uygulayarak kırılma tokluğunu incelemiştir. SEM sonuçlarına göre grafen plakaların çatlak köprüleme, sıyılma, çatlak sapması gibi çeşitli toklaştırma mekanizmalarının oluşmasını sağlayarak malzemenin sertliğini arttırdığı tespit edilmiştir (Walker, Marotto, Rafiee, Koratkar, ve Corral, 2011).

Kvetkova ve ark. çeşitli oranlarda Si₃N₄+Grafen Kompozit malzemeleri üreterek kompozitlerin kırılma çizgilerinin ve kırılma yüzeylerinin fraktografik incelemesini yapmışlardır. Üretilen bu kompozit malzeme üzerinde grafen farklı toklaştırma mekanizmaları oluşmasını sağlamıştır. Oluşan başlıca toklaştırma mekanizmaları; çatlak dallanması, çatlak sapması ve çatlak köprülenmesidir (Kvetková ve ark., 2013). Bu çalışmada bulunan sonuçlar ile Walker ve Kvetkova'nın bulduğu sonuçlar çok iyi bir uyum sağlamaktadır.

HA/Si₃N₄/Grafen nano kompozitlerin morfolojisini analiz etmek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Sinterlenmiş numunelerin yüzey morfolojileri Şekil 5'de gösterilmiş olup, eklenen grafenin kompozit numunelerin yüzeyindeki gözenekleri azalttığı görülmektedir. Numunelerin gözeneklerindeki azalma mekanik özelliklerin özellikle sertliğin artmasının temel sebeplerinden bir tanesidir. Ayrıca grafen bazlı nano tabakalar, matris malzemesi ile artan temas alanı sağlayan yüksek spesifik yüzey alanına sahiptir (M. Li ve ark., 2013). Grafenin yüksek Young modülü ve esnekliği nedeniyle, grafen tane sınırlarının etrafına yerleşebilir ve bu durum da matris içerisinde mekanik yapışma ve kilitleme etkisi oluşturması beklenmektedir (P. E. Wang ve Chaki, 1993; Zhao ve ark., 2013). Şekil 5-f'de görüldüğü gibi grafen nano plakaları tane sınırlarına yerleşmiş ve matrisin hizalanmasını sağlamıştır. Ayrıca mekanik kilitleme ve yapışma mekanizmalarının olduğu da görüntülerden anlaşılmaktadır.

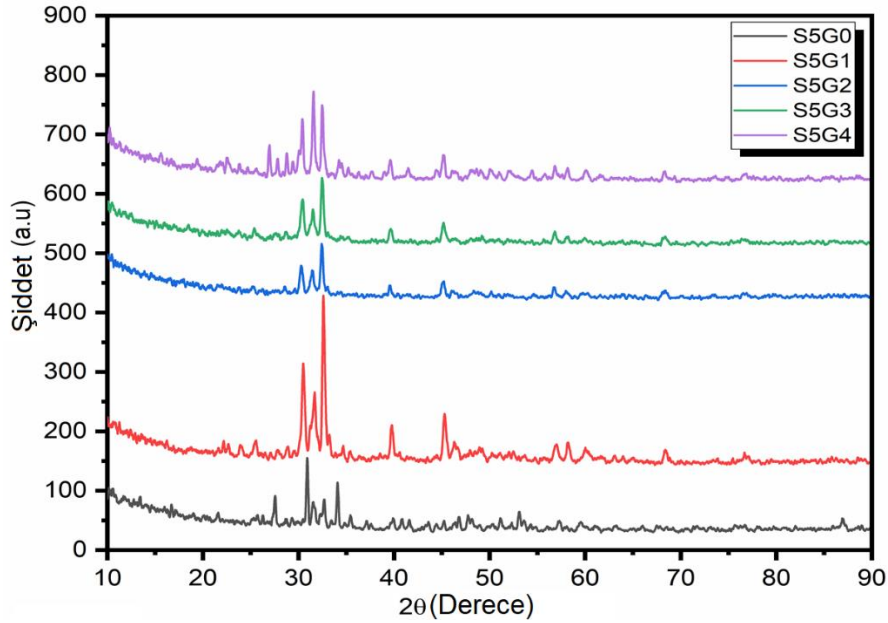


Şekil 5. SEM yüzey görüntüleri a) S5G0 b) S5G1 c) S5G2 d) S5G3 e) S5G4 f) SEM mikroyapı (S5G3)

XRD Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Şekil 6, farklı miktarlarda grafen içeren sinterlenmiş numunelerin XRD modellerini göstermektedir. Kırınım modelleri incelendiğinde ana piklerin HA'dan olduğu net bir şekilde görülmektedir (JCPDS PDF No. 9-432). Bununla beraber α -tri kalsiyum fosfat (α -TCP) fazları (JCPDS PDF No. 29-359, $2\theta = 30.71, 22.89$ ve 34.21) tüm numunelerde gözlemlenmiştir. Öte yandan, β -TCP'nin en yüksek üç zirvesi (en yüksek tepe: $2\theta = 30.9$, ikinci en yüksek tepe: $2\theta = 34.37$ ve üçüncü en yüksek tepe: $2\theta = 27.77$, JCPDS PDF No. 9-169) her numunede gözlemlenmemiştir. XRD analizi, sinterleme sırasında yavaş işleme koşulları ve düşük sinterleme sıcaklığı (1100 C°) nedeniyle HA'nın

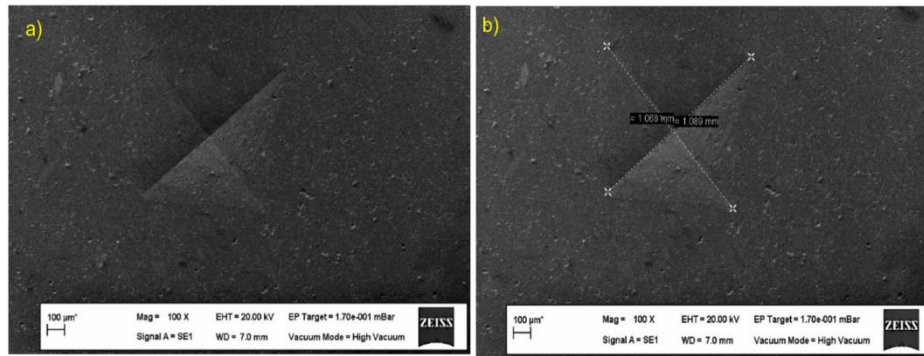
β -TCP'ye çok az ayrışmasının meydana geldiğini göstermektedir. Ayrıca kırınım modellerinde Si₃N₄ fazları (JCPDS PDF No.73-1210) belirgin bir şekilde gözlemlenmiştir.



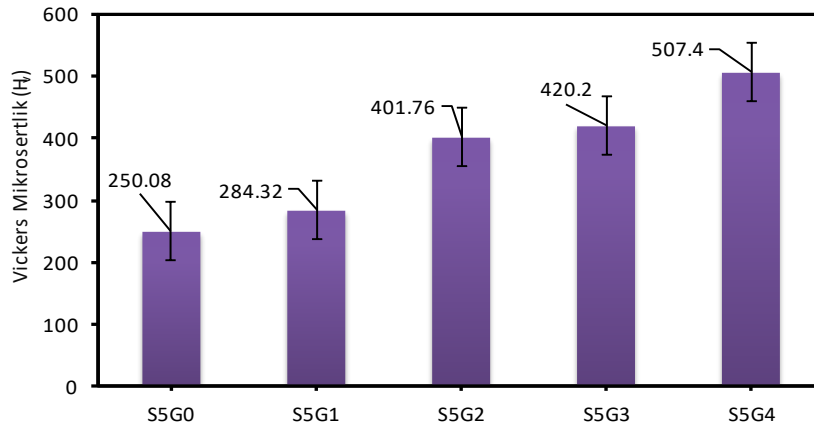
Şekil 6. Numunelerin XRD spektrumları

Vickers Mikrosertlik Ölçümlerinin Değerlendirilmesi

Pellet haline getirilmiş 1 100 °C sıcaklıkta sinterlenmiş olan numunelerin Vickers mikrosertlik ölçümleri mikrosertlik test cihazı ile 5 kg'lık kuvvet 15 saniye boyunca uygulanarak malzeme üzerinde izler oluşturularak (Şekil 7.) tespit edilmiştir. Tüm kompozitler için 5'er numune üzerinde 5'er farklı bölgeden izler oluşturulmuş ve ortalama Vickers sertlik değerleri SEM cihazı yardımıyla belirlenerek Şekil 8'de gösterilmiştir. Mikrosertlik değerlerine göre Grafen takviye oranı arttıkça sertlik değerlerinin artma eğiliminde olduğu gözlenmektedir. Özellikle S5G4 numunesinde grafen miktarının artmasına bağlı olarak sertlik değerinin diğer numunelere göre en yüksek değerde olduğu görülmektedir. Daha önce yapılan çalışmalarda da HA'ya grafen ve türevlerinin eklenmesiyle biyokompozitlerin mekanik özelliklerinde artış sağlandığı tespit edilmiştir (M. Li ve ark., 2013; Zanin ve ark., 2013). Ayrıca literatürde Si₃N₄'ün HA'larda takviye malzemesi olarak kullanılmasıyla kompozitin sertlik değerlerinin ve kırılma tokluklarının saf HA'ya göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir (Nordström, Yokobori Jr, Yokobori, ve Aizawa, 1998; C. C. G. Silva ve ark., 2008).



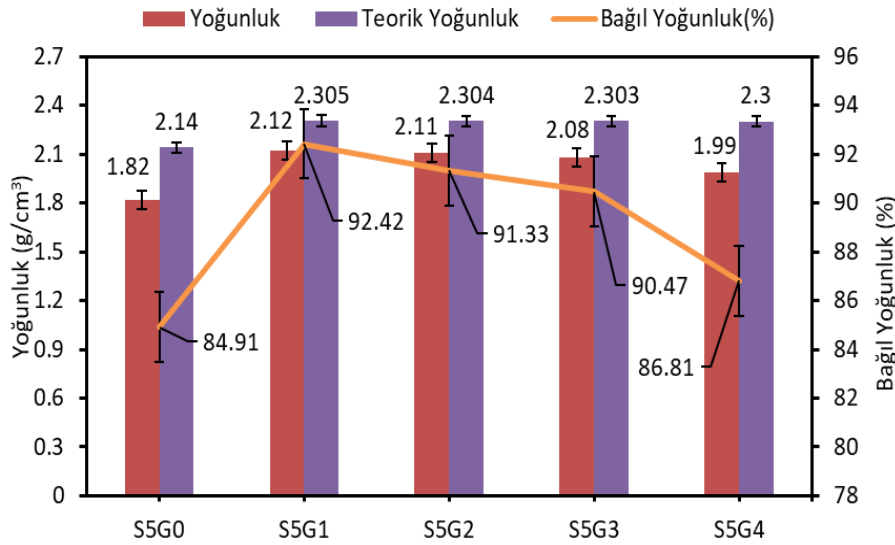
Şekil 7. Numunene yüzeyinde iz oluşumu (a) oluşturulan iz (b) sertlik değerinin ölçülmesi



Şekil 8. Vickers mikro sertlik değerleri

Yoğunluk Ölçümlerinin Değerlendirilmesi

Yoğunluk hesabında her bir parametre için en az 5 farklı kompozit numuneden alınan değerlerin aritmetik ortalaması alınmıştır. Yoğunluk ölçümleri 1 100 °C sıcaklıkta sinterlenen tüm numuneler için Arşimet metodu kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar Şekil 9’da gösterilmiştir. Grafiğe göre grafen katkı miktarı arttıkça kompozitin yoğunluk değeri önce artış göstermiştir. Fakat daha sonra yoğunluk değerlerinde yavaş yavaş azalma meydana gelmiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda 1 000 °C üzerindeki sıcaklıklarda sinterlenen Hidroksiapatitin, trikalsiyum fosfata ayrışmasından kaynaklı yoğunluğunda az miktarda düşüş yaşandığı bilinmektedir (P. E. Wang ve Chaki, 1993).



Şekil 9. Katkı oranlarına göre numunelerin yoğunluk değerleri

SONUÇ

Hidroksiapatit düşük mekanik özelliklere sahip olduğundan dolayı saf halde kemik-diş implant malzemesi olarak kullanılma alanları sınırlıdır. Buna istinaden bu çalışma kapsamında düşük mekanik özelliklere sahip olan HA’ya farklı miktarlarda grafen ve sabit miktarda Si₃N₄ takviye edilerek yüksek mekanik özellikli ve biyouyumlu olması amaçlanarak yeni bir kompozit malzeme üretilmiştir. Üretilen bu kompozitlerin fiziksel, mekanik, mikroyapı özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

Her kompozit numune için HA’ya %5 sabit katkı oranı olacak şekilde Si₃N₄ ilave edilmiştir. Ayrıca her numuneye sırasıyla %0, 0.25, 0.5, 1 ve 3 katkı oranlarında grafen ilave edilerek sırasıyla

S5G0, S5G1, S5G2, S5G3 ve S5G4 kodlama işlemi uygulanmıştır. Manuel pres ile pellet şekline getirilen numunelerin yoğunluk testi sonuçlarına göre, grafen miktarının artmasıyla yoğunluk değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Kompozit yapıdaki grafen takviye malzeme miktarındaki artıştan dolayı, kompozit malzemelerin sertlik değerleri önemli ölçüde artmıştır. Tüm bu sonuçlara göre biyomedikal alanında kemik-diş implantı olarak kullanılması amaçlanan HA/Si₃N₄/Grafen kompozit numunelerden fiziksel, mekanik ve mikroyapı özellikleri sonucuna dayanarak en uygun kompozit malzemenin S5G4 olduğu sonucuna varılmıştır. S5G0 numunesinin ise en düşük mekanik özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. İleri ki çalışmalarda bu malzemelerin biyoaktivitelerini değerlendirmek için in vitro-in vivo biyouyumluluk testlerinin ayrıca yapılması amaçlanmaktadır.

TEŞEKKÜR

Yazar Ruken DAŞ Biyomalzeme ve Doku Mühendisliği alt alanında 100/2000 YÖK Doktora Bursiyeridir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler

KAYNAKLAR

- Bal B S, Khandkar A, Lakshminarayanan R, Clarke I, Hoffman A A, Rahaman, M N, 2008. Testing of silicon nitride ceramic bearings for total hip arthroplasty. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 87(2), 447-454.
- Bal B S, Rahaman M, 2012. Orthopedic applications of silicon nitride ceramics. *Acta biomaterialia*, 8(8), 2889-2898.
- Baradaran S, Moghaddam E, Basirun W J, Mehrali M, Sookhakian M, Hamdi M, Alias Y, 2014. Mechanical properties and biomedical applications of a nanotube hydroxyapatite-reduced graphene oxide composite. *Carbon*, 69, 32-45.
- Bonfield W, Grynpas M, Tully A, Bowman J, Abram J, 1981. Hydroxyapatite reinforced polyethylene--a mechanically compatible implant material for bone replacement. *Biomaterials*, 2(3), 185-186.
- Catauro M, Bollino F, Papale F, Ferrara C, Mustarelli P, 2015. Silica-polyethylene glycol hybrids synthesized by sol-gel: Biocompatibility improvement of titanium implants by coating. *Materials Science and Engineering: C*, 55, 118-125.
- Crowder S W, Prasai D, Rath R, Balikov D A, Bae H, Bolotin K I, Sung H J, 2013. Three-dimensional graphene foams promote osteogenic differentiation of human mesenchymal stem cells. *Nanoscale*, 5(10), 4171-4176.
- Demircan G, Kisa M, Ozen M, Acikgoz A, 2021. Quasi-Static Penetration Behavior of Glass-Fiber-Reinforced Epoxy Nanocomposites. *Mechanics of Composite Materials*, 1-14.
- Demircan G, Kisa M, Özen M, Açikgöz A, Aktaş B, Ali Kurt M, 2020. A bio-based epoxy resin from rosin powder with improved mechanical performance. *Emerging Materials Research*, 9(4), 1076-1081.
- Dusza J, Sajgalik P, 1995. Fracture toughness and strength testing of ceramic composites. *Handbook of advanced materials testing (A 95-20351 04-23)*, New York, Marcel Dekker, Inc. (Materials Engineering., 9, 399-435.
- Erkmen Z, Genc Y, Oktar F, 2007. Microstructural and mechanical properties of hydroxyapatite-zirconia composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(9), 2885-2892.

- Gao Y, Cao W L, Wang X Y, Gong Y D, Tian J M, Zhao N M, Zhang X F, 2006. Characterization and osteoblast-like cell compatibility of porous scaffolds: bovine hydroxyapatite and novel hydroxyapatite artificial bone. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 17(9), 815-823.
- Goller G, Demirkıran H, Oktar F N, Demirkesen E, 2003. Processing and characterization of bioglass reinforced hydroxyapatite composites. *Ceramics international*, 29(6), 721-724.
- Goodman S B, Yao Z, Keeney M, Yang F, 2013. The future of biologic coatings for orthopaedic implants. *Biomaterials*, 34(13), 3174-3183.
- Guedes e Silva C C, König Jr B, Carbonari M J, Yoshimoto M, Allegrini Jr S, Bressiani J C, 2008. Tissue response around silicon nitride implants in rabbits. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 84(2), 337-343.
- Gunduz O, Gode C, Ahmad Z, Gökçe H, Yetmez M, Kalkandelen C, Oktar F, 2014. Preparation and evaluation of cerium oxide-bovine hydroxyapatite composites for biomedical engineering applications. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 35, 70-76.
- Kvetková L, Duszová A, Kašiarová M, Dorčáková F, Dusza J, Balázs C, 2013. Influence of processing on fracture toughness of Si₃N₄+ graphene platelet composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(12), 2299-2304.
- Lahiri D, Ghosh S, Agarwal A, 2012. Carbon nanotube reinforced hydroxyapatite composite for orthopedic application: a review. *Materials Science and Engineering: C*, 32(7), 1727-1758.
- Lahiri D, Singh V, Keshri A K, Seal S, Agarwal A, 2010. Carbon nanotube toughened hydroxyapatite by spark plasma sintering: microstructural evolution and multiscale tribological properties. *Carbon*, 48(11), 3103-3120.
- Lee W C, Lim C H Y, Shi H, Tang L A, Wang Y, Lim C T, Loh K P, 2011. Origin of enhanced stem cell growth and differentiation on graphene and graphene oxide. *ACS nano*, 5(9), 7334-7341.
- Li J, Liao H, Hermansson L, 1996. Sintering of partially-stabilized zirconia and partially-stabilized zirconia—hydroxyapatite composites by hot isostatic pressing and pressureless sintering. *Biomaterials*, 17(18), 1787-1790.
- Li M, Wang Y, Liu Q, Li Q, Cheng Y, Zheng Y, Wei S, 2013. In situ synthesis and biocompatibility of nano hydroxyapatite on pristine and chitosan functionalized graphene oxide. *Journal of Materials Chemistry B*, 1(4), 475-484.
- Li M, Xiong P, Yan F, Li S, Ren C, Yin Z, Zheng Y, 2018. An overview of graphene-based hydroxyapatite composites for orthopedic applications. *Bioactive Materials*, 3(1), 1-18.
- Mazzocchi M, Bellosi A, 2008. On the possibility of silicon nitride as a ceramic for structural orthopaedic implants. Part I: processing, microstructure, mechanical properties, cytotoxicity. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 19(8), 2881-2887.
- Nayak T R, Andersen H, Makam V S, Khaw C, Bae S, Xu X, Pastorin G, 2011. Graphene for controlled and accelerated osteogenic differentiation of human mesenchymal stem cells. *ACS nano*, 5(6), 4670-4678.
- Nie C, Ma L, Li S, Fan X, Yang Y, Cheng C, Zhao C, 2019. Recent progresses in graphene based bio-functional nanostructures for advanced biological and cellular interfaces. *Nano Today*, 26, 57-97.
- Nordström E, Yokobori Jr A, Yokobori T, Aizawa Y, 1998. Fracture toughness of hydroxyapatite/mica composite, packed hydroxyapatite, alumina ceramics, silicon nitride and carbide. *Bio-medical materials and engineering*, 8(1), 37-43.
- Nosrati H, Mamoory R S, Le D Q S, Bünger C E, 2019. Preparation of reduced graphene oxide/hydroxyapatite nanocomposite and evaluation of graphene sheets/hydroxyapatite interface. *Diamond and Related Materials*, 100, 107561.
- Nosrati H, Sarraf-Mamoory R, Ahmadi A H, Canillas Perez M, 2020. Synthesis of graphene nanoribbons—hydroxyapatite nanocomposite applicable in biomedicine and theranostics. *Journal of Nanotheranostics*, 1(1), 6-18.

- Oktar F, Sayrak H, Ozsoy S, Heybeli N, 2001. Histological study on a novel bone graft substitute: Human derived tooth-hydroxyapatite compared with coralline hydroxyapatite. Paper presented at the 2001 Conference Proceedings of the 23rd Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society.
- Precnerová M, Bodišová K, Frajkorová F, Galusková D, Nováková Z V, Vojtaššák J, Šajgalík P, 2015. In vitro bioactivity of silicon nitride-hydroxyapatite composites. *Ceramics International*, 41(6), 8100-8108.
- Qu Y, He F, Yu C, Liang X, Liang D, Ma L, Wu J, 2018. Advances on graphene-based nanomaterials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering: C*, 90, 764-780.
- Ramires P, Romito A, Cosentino F, Milella E, 2001. The influence of titania/hydroxyapatite composite coatings on in vitro osteoblasts behaviour. *Biomaterials*, 22(12), 1467-1474.
- Rodríguez-Lorenzo L M, Benito-Garzón L, Barroso-Bujans F, Fernández M, 2009. Synthesis and biocompatibility of hydroxyapatite in a graphite oxide matrix. Paper presented at the Key Engineering Materials.
- Shin S R, Li Y-C, Jang H L, Khoshakhlagh P, Akbari M, Nasajpour A, Khademhosseini A, 2016. Graphene-based materials for tissue engineering. *Advanced drug delivery reviews*, 105, 255-274.
- Silva C C G, Rigo E C d S, Marchi J, Bressiani A H d A, Bressiani J C, 2008. Hydroxyapatite coating on silicon nitride surfaces using the biomimetic method. *Materials Research*, 11, 47-50.
- Silva V, Lameiras F, 2000. Synthesis and characterization of composite powders of partially stabilized zirconia and hydroxyapatite. *Materials Characterization*, 45(1), 51-59.
- Valério P, Oktar F N, Ozyegin L, Goller G, Goes A, Leite M F, 2004. Biocompatibility evaluation of dentine, enamel and bone derived hydroxyapatite.
- Walker L S, Marotto V R, Rafiee M A, Koratkar N, Corral E L, 2011. Toughening in graphene ceramic composites. *ACS nano*, 5(4), 3182-3190.
- Wang P E, Chaki T, 1993. Sintering behaviour and mechanical properties of hydroxyapatite and dicalcium phosphate. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 4(2), 150-158.
- Wang S, Zhang S, Wang Y, Sun X, Sun K, 2017. Reduced graphene oxide/carbon nanotubes reinforced calcium phosphate cement. *Ceramics International*, 43(16), 13083-13088.
- Webster T J, Patel A A, Rahaman M, Bal B S, 2012. Anti-infective and osteointegration properties of silicon nitride, poly (ether ether ketone), and titanium implants. *Acta biomaterialia*, 8(12), 4447-4454.
- Yoon H H, Bhang S H, Kim T, Yu T, Hyeon T, Kim B S, 2014. Dual roles of graphene oxide in chondrogenic differentiation of adult stem cells: cell-adhesion substrate and growth factor-delivery carrier. *Advanced Functional Materials*, 24(41), 6455-6464.
- Zanin H, Saito E, Marciano F R, Ceragioli H J, Granato A E C, Porcionatto M, Lobo A O, 2013. Fast preparation of nano-hydroxyapatite/superhydrophilic reduced graphene oxide composites for bioactive

Atf İçin: Uzun M, Akçadağ B, 2022. Sikloid, Episikloid, Evolvent, 45° Eğri Yüzeylerin Yapıştırılması ve Mekanik Özelliklerinin Sonlu Elemanlar Yöntemi ile Araştırılması. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 990-1002.

To Cite: Uzun M, Akçadağ B, 2022. Bonding of Cycloid, Epicycloid, Involute, 45° Curved Surfaces and Investigation of Mechanical Properties by Finite Element Method. Journal of the University Institute of Science and Technology, 12(2): 990-1002.

Sikloid, Episikloid, Evolvent, 45° Eğri Yüzeylerin Yapıştırılması Ve Mekanik Özelliklerinin Sonlu Elemanlar Yöntemi İle Araştırılması

Mahir UZUN^{1*}, Bahar AKÇADAĞ¹

ÖZET: Bu çalışmada, farklı yüzey geometrisine sahip sikloid, episikloid, evolvent ve 45 derece eğriler matematiksel formüller yardımıyla Solidworks programında modellenmiştir. Oluşturulan eğri yüzeyli uç uca yapıştırılan yapıştırma bağlantı modellerinin ANSYS analiz programında mesh işlemi yapılmıştır. Bu işlemde sonra bağlantı numunelerinin çekme ve eğme sonlu eleman analizleri yapılmıştır. Analizler esnasında yapıştırılan malzeme olarak St52 yapı çeliğinin malzeme özellikleri tanımlanmıştır. 45 derece eğri yüzeye sahip numunelerde, yapıştırıcı bağlantıların hasar yükü bulunmuş ve daha sonra bu hasar yükü referans alınarak diğer eğri yüzeye sahip numunelere de sırasıyla uygulanmıştır. Yapılan analizler sonucunda maksimum çekme ve maksimum eğme dayanımına sahip olan eğri yüzeyin, 45 derece eğri yüzey olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Eğri yüzey, çekme analizi, eğme analizi, yapıştırıcı, sonlu elemanlar, hasar yükü

Bonding of Cycloid, Epicycloid, Involute, 45° Curved Surfaces and Investigation of Mechanical Properties by Finite Element Method

ABSTRACT: In this study, cycloid, epicycloid, involute and 45 degree curves with different surface geometries were modeled in Solidworks program with the help of mathematical formulas. Meshing process was performed with the ANSYS analysis program of the curved surface models created. After this process, tensile and bending finite element analysis of the test samples were made. During the analyses, the material properties of the St52 structural steel were defined as the test sample. In the samples with 45 degree curved surface, the damage load of the adhesive interface was found and then this damage load was applied to the other curved surface samples, respectively. As a result of the analysis, it was determined that the curved surface with the maximum tensile and maximum bending strength is a 45 degree curved surface.

Keywords: Curved surface, tensile analysis, bending analysis, adhesive, finite elements, damage load

¹Mahir UZUN ([Orcid ID: 0000-0002-0907-6875](https://orcid.org/0000-0002-0907-6875)), Bahar AKÇADAĞ ([Orcid ID: 0000-0001-8597-3351](https://orcid.org/0000-0001-8597-3351)), İnönü Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Malatya, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mahir UZUN, e-mail: mahir.uzun@inonu.edu.tr

Bu çalışma Bahar AKÇADAĞ'ın Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Yapıştırma yönteminin; diğer birleştirme yöntemleriyle kıyaslandığında, kolay uygulanması, malzemenin kristal yapısında farklılığa neden olmaması, malzemede gerilme yığılması oluşturmaması gibi pek çok avantaja sahip olduğu bilinmektedir. Literatürde yapıştırıcılarla yapılan birçok çalışmada, yapıştırıcı çeşitlerinin kıyaslanması, yapıştırılan yüzeylerin karşılaştırılması, malzemeyi açılı yapıştırmanın çekme mukavemetine etkisi, farklı bindirmenin çekme mukavemetine etkileri, farklı yapıştırıcının yapışmaya etkisi, farklı uç açılarının bağlantının mukavemetine etkisi, yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin belirlenmesi gibi pek çok çalışma mevcuttur. Yapılan bir çalışmada farklı yapısal yapıştırıcılar literatürdeki alternatifleriyle karşılaştırılmış ve kayma gerilmesi analizi yapılmıştır. Hangi yöntemin mekanik özellikleri belirlemede etkili olduğu araştırılmıştır. Thick Adherend Shear Test (TAST) yönteminin, yapısal yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin belirlenmesinde en uygun yöntem olduğu tespit edilmiştir (Aydın ve ark., 2015). Borularda eğrisel yüzey oluşturulup yapıştırıldıktan sonra iç basınca maruz bırakılarak düz yüzey ve açılı yüzeyler karşılaştırılmıştır. Eğrisel yüzeylerde eğrilik yarıçapı, boru cidar kalınlığı ve bindirme uzunluğunun mukavemet üzerinde etkisi incelenmiştir. Eğrisel yüzeylerde yayın uzunluğu arttıkça yapıştırıcının uygulandığı yüzeyin alanı ve iç basınç artmıştır (Çitil ve Bozkurt, 2017). Yapıştırılan malzemenin bindirme uçlarını farklı açılarda (90, 75, 60, 45, 30 ve 15 derece) tasarlayıp bu açılarının bağlantının mukavemetine olan etkisi incelenmiştir. Çalışma kapsamında, kullanılan altı farklı uç açılı modelin ANSYS'de gerilme ve hasar analizi yapılmıştır. Yapılan analizler sonucunda modeller karşılaştırıldığında en fazla mukavemet artışı %29,1 oranıyla model 15 derecede tespit edilmiştir (Saraç, 2020). Farklı türden yapıştırıcılar kullanılmış, yapıştırıcıların içerisine titanyum oksit ve alüminyum dioksit karıştırılıp elde edilen tek tesirli bindirme bağlantılarının mekanik özellikleri çeki yükü altında deneysel olarak incelenmiştir. Hasar yükü arttıkça kuvvet şekil değiştirme eğrileri olumlu etki göstermiştir (Akpınar, 2016). Elastik modülleri farklı olan yapıştırıcılar belirli yapıştırma türlerinde hibrit olarak bir araya getirildikten sonra oluşturulan yapıştırılmalı bağlantının bindirme bölgesindeki soyulma ve kayma gerilmelerine olan etkileri incelenmiştir. Hibrit olarak bir araya getirilen yapıştırılmalı bağlantıların soyulma ve kayma gerilmelerinde önemli azalma görülmüştür (Kırkayak, 2019). Hasara uğrayan galvanizli çelik boruların tamir edilmesinde çelik, alüminyum ve kompozit olmak üzere üç farklı yama malzemesi kullanılarak yapıştırıcı üzerinde nasıl bir mekanik davranış sergileyeceği araştırılmıştır. Sonuç olarak hasara uğrayan galvanizli boruların tamirinde; malzemenin cinsi, yama kalınlığı ve bindirme açısı önemli etki gösterirken, bindirme uzunluğunun çok fazla etkisinin olmadığı gözlenmiştir (Çitil, 2017). Epoksi ve akrilik bazlı yapıştırıcılar incelenmiştir. Yapıştırıcılar kıyaslandığında çekme mukavemeti maksimum olan 42 MPa ile akrilik bazlı yapıştırıcı Erde GTS olarak tespit edilmiştir (Aydın ve ark., 2011). Bir başka çalışmada ise yapısal yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin belirlenmesi için kullanılan deneysel yöntemler değerlendirilmiştir. Sonuç olarak, bir yapıştırıcının mekanik özellikleri tespit edilirken; uygun yöntemin seçimi o yapıştırıcının şekil değiştirme oranına, uygun numunelerin elde edilebilirliğine ve ölçümde kullanılan aparatlara bağlıdır (Aydın ve ark., 2004). Cam elyaf kompozit malzemelerin alüminyum plaka ile yapıştırılmasında kullanılan farklı yapıştırıcı türlerinin mekanik özellikler üzerine olan etkisi, deneysel olarak araştırılmıştır. Karbonkleber CG-49 tipi epoksi yapıştırıcı bağlantılarının daha yüksek mukavemetli olduğu belirlenmiştir (Çakır ve Kınay, 2016). Çok duvarlı karbon nanotüp ilave edilmiş, epoksi yapıştırıcıda nanotüp oranının ve yüzey pürüzlülüğünün yapışma mukavemetine etkisi belirlenmiştir. Yapılan deneyler sonucunda yapışma mukavemetinde artış sağlandığı tespit edilmiştir (Aydın ve Fertelli, 2018). Bazı yapısal yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin belirlenmesi amaç

edinilmiştir. Çekme deneyi sonucunda yapıştırıcıların mekanik değerleri bulunmuştur. Burada yapıştırıcıların elastik şekil değişimi gösterdikleri görülmüştür (İşcan ve ark., 2012). Yapıştırma bağlantılarının mekanik özelliklerini tespit edebilmek için analizler yapılmıştır. Çeki yüküne maruz bırakılarak test edilmiştir. Sonuç olarak gerilmeler açısından 2 boyutlu ve 3 boyutlu çözümler arasında büyük farklılıklar olduğu ve deneylerden elde edilen sonuçların 3 boyutlu çözümlerden elde edilen sonuçlara daha yakın olduğu gözlemlenmiştir (Akpınar ve Aydın, 2012). Epoksi yapıştırıcıların içerisine karbon nanopartikül parçalarının eklenmesiyle oluşturulan yapıştırma bağlantılarında, nanopartikül oranının pürüzlü yüzeylerdeki yapışma dayanımına olan etkisi incelenmiştir. Yapılan deneyler sonucunda nanopartiküllerin belirli bir orana kadar yapışma dayanımına olumlu etki gösterdiği, sonrasında ise bu etkilerinin azaldığı görülmüştür (Aydın, 2019). Bindirme bağlantılarının kenarlarında oluşan yapıştırıcı birikintilerinin uç açılara bağlı olarak mukavemete etkisi incelenmiştir. Sonuçta aynı yükleme şartları için dalgalı bindirmenin daha avantajlı olacağı görülmüştür (Solmaz ve Yıldırım, 2018). Çift takviyeli yamaları gömülü olan yapıştırma bağlantılarının eğilmeye maruz kalması sonucundaki davranışı ve yapıştırma bağlantılarındaki parça kalınlığına etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak parça kalınlığı arttıkça gerilmelerin azaldığı görülmüştür (Ayaz ve Temiz, 2012). Epoksi yapıştırıcının içine %2 oranında Al₂O₃ nanopartikül katkısız epoksi yapıştırıcıyla kullanılarak tek tesirli bindirme bağlantıları oluşturulmuş ve bu bağlantıların mekanik özellikleri çekme yükü altında 20 mm, 25 mm ve 30 mm bindirme boylarında deneysel olarak araştırılmıştır. Sonuç olarak bindirme boylarının artması, yapıştırma alanını arttırdığından dolayı bağlantıların hasar yükünün artmasına sebep olmuştur. Bindirme boylarının artışı aynı zamanda bağlantıların kayma hasar gerilmesini azaltmıştır (Saraç ve ark., 2016).

Bu çalışmada diğer çalışmalardan farklı olarak sikloid, episikloid, evolvent ve 45 derece eğrisel yapışma yüzeylerine sahip levhalar Solidworks programında tasarlanmıştır. Bu eğrilere sahip yüzeyler yapıştırıldıktan sonra mekanik özelliklerinden çekme ve üç nokta eğme dayanımı, sonlu elemanlar yöntemini kullanan ANSYS paket programı ile belirlenmiş ve kıyaslanmıştır.

MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada öncelikle sikloid, episikloid, evolvent ve 45 derece eğriler matematiksel bağıntılar yardımıyla Solidworks paket programı kullanılarak modellenmiştir.

Sikloid eğri denklemi;

$$x = r(t - \sin t) \quad (1)$$

Episikloid eğri denklemi;

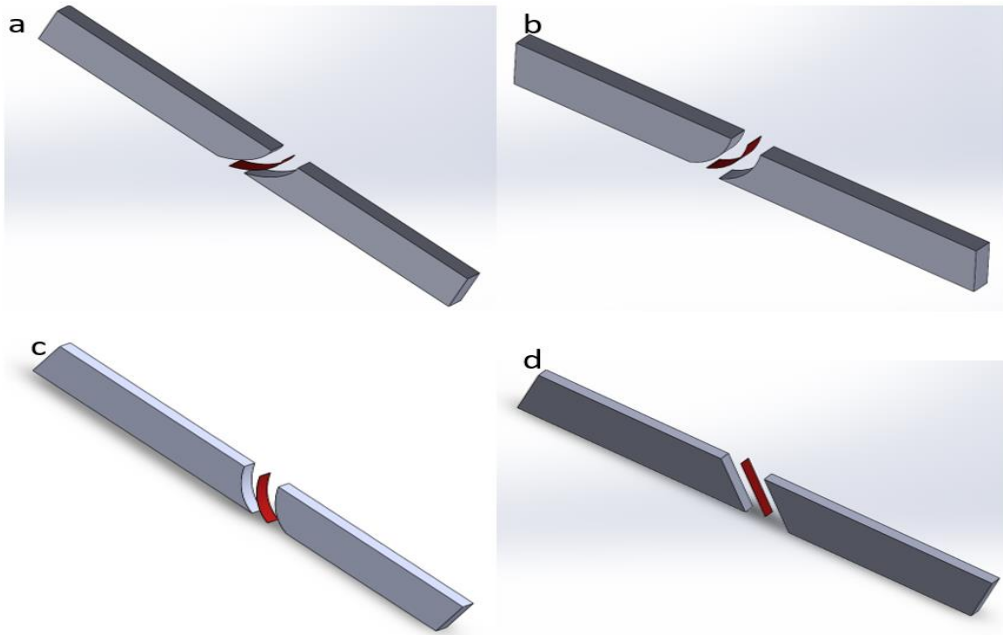
$$x = r(k + 1)\cos t - r\cos(k + 1)t \quad (2)$$

Evolvent eğri denklemi ;

$$x = r(\cos t + (t - a)\sin t) \quad (3)$$

şeklindedir. 1, 2 ve 3 nolu denklemlerde x , x kordinatındaki apsisi (mm), r yarıçap değerini, $0 \leq t \leq 2\pi$ koşuluna bağlı olarak t hareket eden noktanın açısai değerini (derece), k katsayıyı, a orjine (0,0) olan uzaklığı ifade eder.

Denklem 1 kullanılarak Solidworks paket programında sikloid eğri oluşturulmuş, daha sonra bu eğri kullanılarak sikloid parça ile yapıştırıcı modeli oluşturulmuş ve bunlar birleştirilerek analiz parçası simülasyonu gerçekleştirilmiştir (Şekil 1a). Aynı şekilde sırasıyla Denklem 2 yardımıyla episikloid yüzeyli analiz parçası (Şekil 1 b), Denklem 3 kullanılarak da evolvent eğri yüzeyli analiz parçası (Şekil 1c) ile birlikte 45 derece eğri yüzeye sahip analiz parçası (Şekil 1d) simülasyonları oluşturulmuştur.



Şekil 1. Modellenmiş analiz parça simülasyonları

Solidworks paket programında, modeli oluşturulan eğri yüzeyli uç uca yapıştırılmış yapıştırma bağlantıların ANSYS programında analizlerinin yapılabilmesi için mesh işlemleri gerçekleştirilmiştir. Mesh işlemi yapılırken, farklı mesh teknikleri denenerek mesh kalitesi açısından en uygun meshin edge sizing olduğu tespit edilmiştir (Şekil 2). Analizler yapılırken deney numuneleri olarak St52 yapı çeliğinin mekanik özellikleri ANSYS kütüphanesinden alınmıştır (Çizelge 1). Yapıştırıcı türü olarak metallerin yapıştırılmasında oldukça verimli, hızlı mukavemet yapısına sahip 3M markasına ait Dp8405 nolu akrilik yapıştırıcı kullanılmıştır (Çizelge 2).

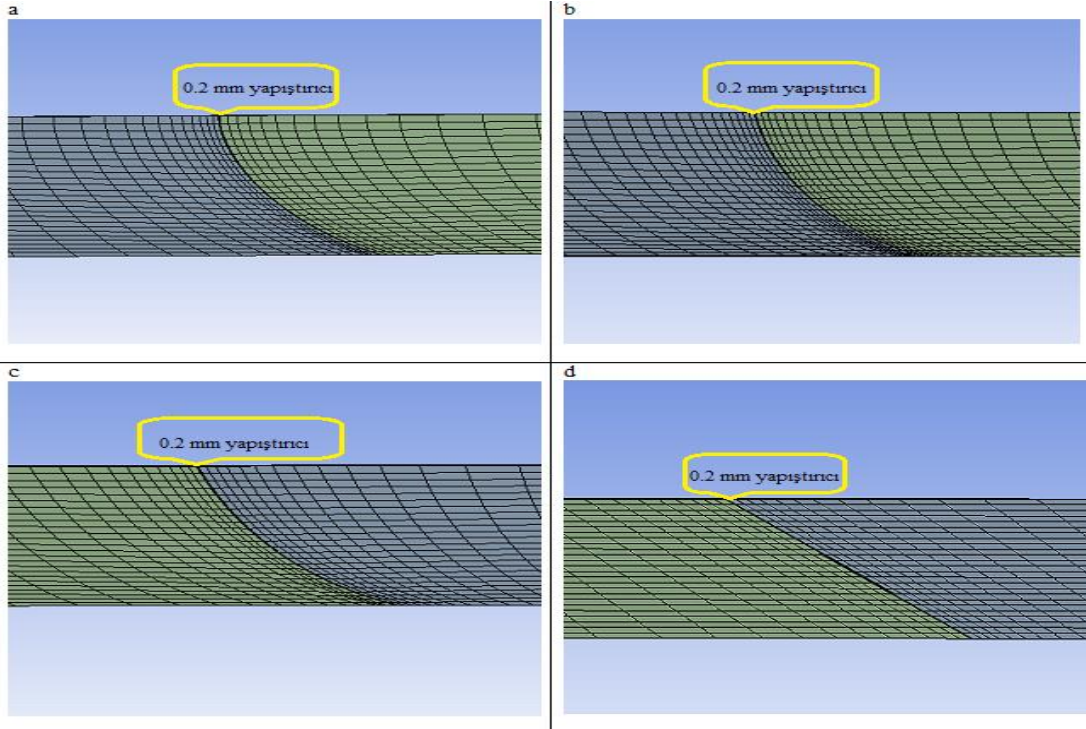
Çizelge 1. St52 Yapı Çeliğinin Mekanik Özellikleri

ÖZELLİKLER	
Yoğunluk	7 850 kg m ⁻³
Young Modülü	2E+5 MPa
Poisson Oranı	0.3
Bulk Modülü	16 667E+5 MPa
Kayma Modülü	76 923E+4 MPa

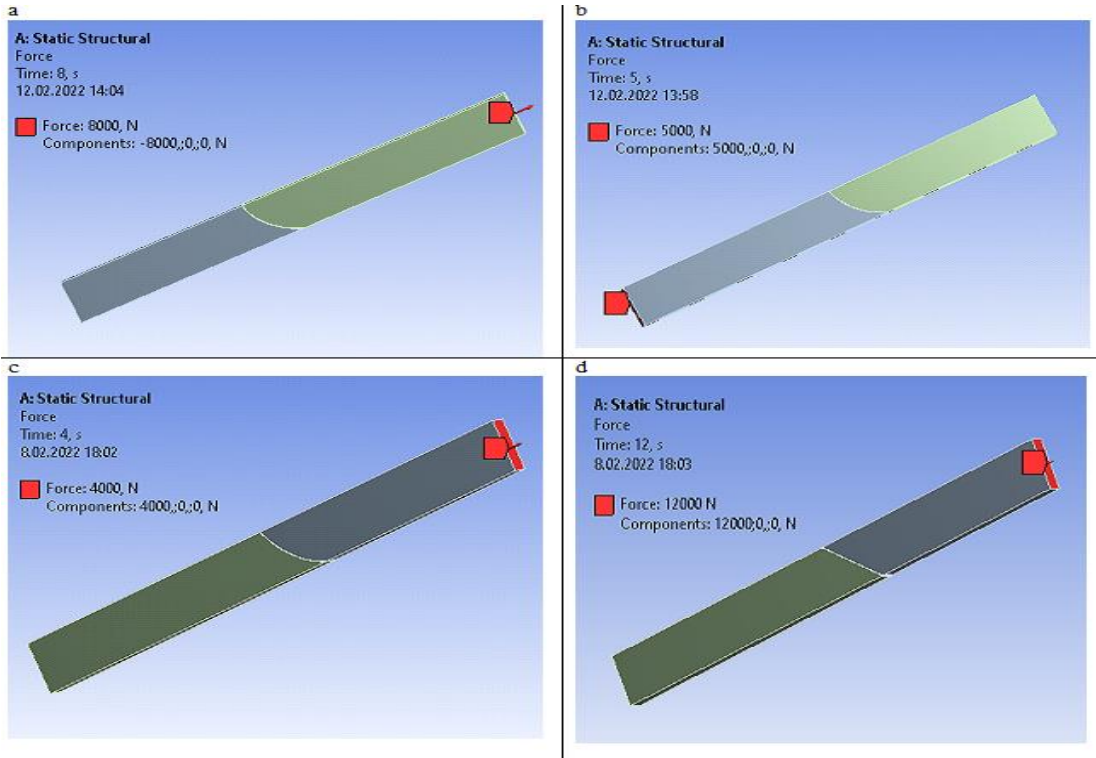
Çizelge 2. Dp8405 Yapıştırıcının Mekanik Özellikleri

ÖZELLİKLER	
Yoğunluk	1 030 kg m ⁻³
Young Modülü	62E+02 MPa
Poisson Oranı	0.3
Bulk Modülü	51 667E+02 MPa
Kayma Modülü	23 846E+02MPa

Çekme analizleri için sikloid (Şekil 2a), episikloid (Şekil 2b), evolvent (Şekil 2c) ve 45 derece eğri (Şekil 2d) yüzeylere sahip modellerde, mesh işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra analiz için gerekli olan sınır şartları tek tek tanımlanmış ve kuvvet step (time) şeklinde girilerek yapıştırıcı üzerinde akma gerilmesi 16,5 MPa'a yakın olan yük, hasar yükü olarak alınmıştır (Şekil 3).

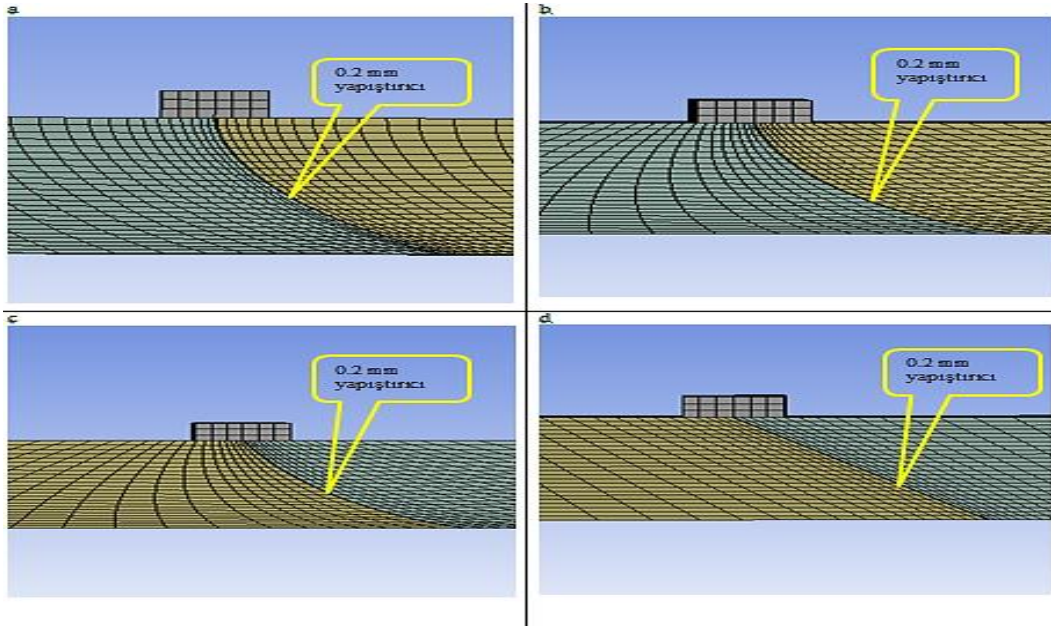


Şekil 2. Eğri yüzeyli parça mesh modelleri

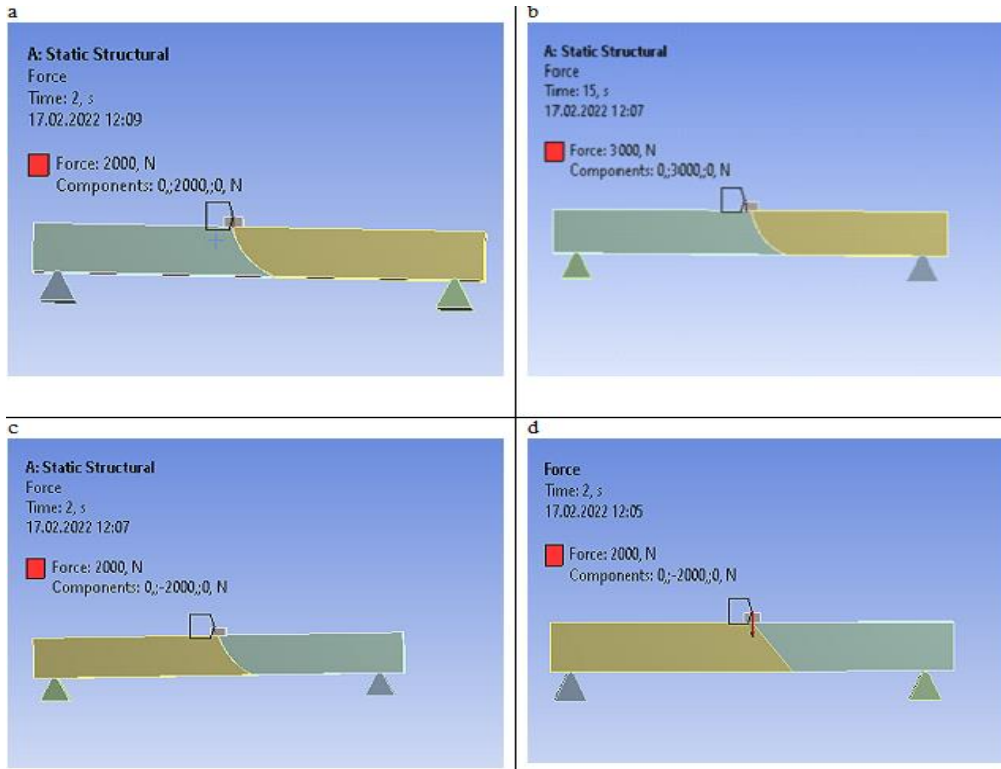


Şekil 3. Sınır şartları belirlenmiş ANSYS eğri yüzeyli çekme parça modelleri

Üç nokta eğme analizi için benzer sikloid (Şekil 4a), episikloid (Şekil 4b), evolvent (Şekil 4c) ve 45 derece (Şekil 4d) eğri yüzeylerde şekilde mesh optimizasyonu yapılmıştır. Bu işlemlerden sonra gerekli olan sınır şartları tanımlanmış, analiz kuvveti step şeklinde girilerek yapıştırıcının akma gerilmesi 16,5 MPa'a yakın olan yük, hasar yükü olarak alınmıştır (Şekil 5).



Şekil 4. Eğri yüzeyli parça mesh modelleri

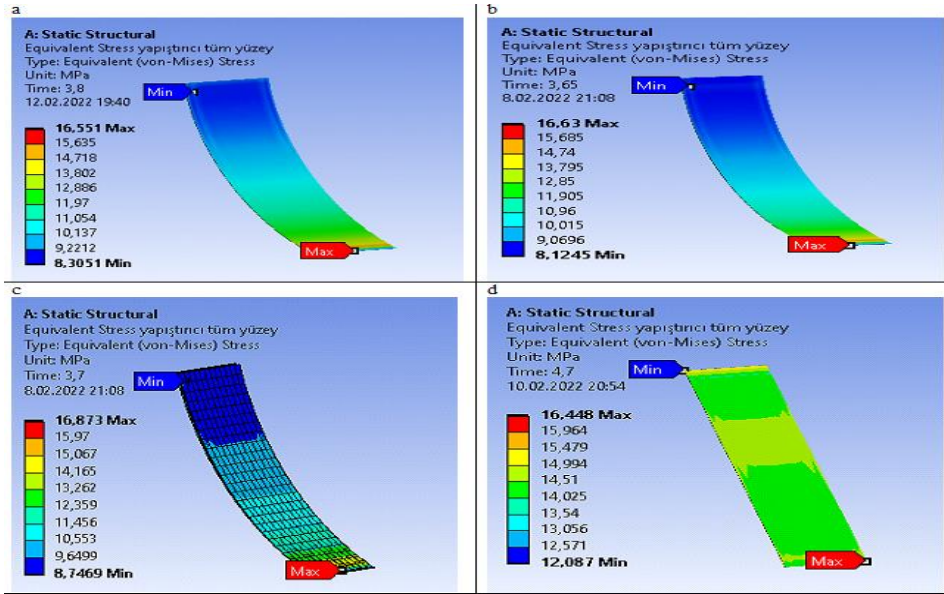


Şekil 5. Sınır şartları belirlenmiş ANSYS eğri yüzeyli üç nokta eğme parça modelleri

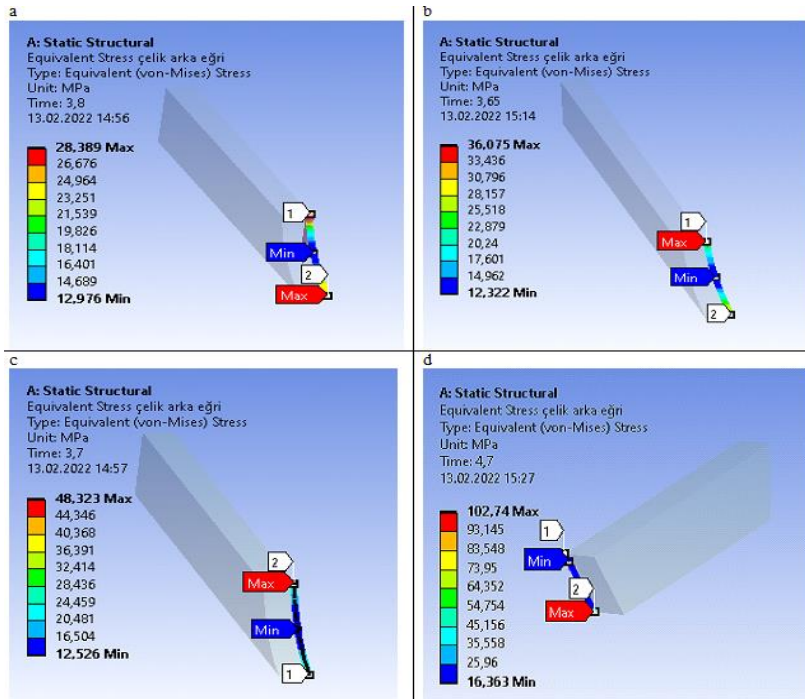
BULGULAR VE TARTIŞMA

ANSYS’de mesh işlemi yapıldıktan sonra sikloid, episikloid, evolvent ve 45 derece eğri yüzeylere çekme analizi uygulanmıştır. Analiz neticesinde maksimum gerilmenin, yapıştırıcının arka yüzeyin alt kısmında oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 6). Kuvvetler step şeklinde yüklenmiş, yapıştırıcı üzerindeki Von Mises gerilmesinin akma dayanımına yaklaştığı step aşaması numune için maksimum dayanım kuvveti olarak referans alınmıştır. Çekme analizi sonucunda maksimum dayanım kuvveti sikloid (Şekil 6a), episikloid (Şekil 6b), evolvent (Şekil 6c) ve 45 derece (Şekil 6d) eğri yüzeye sahip modellerde sırasıyla; 3.800 N, 3.650 N, 3.700 N ve 4.700 N olarak belirlenmiştir. Yapılan bir

çalışmada, ANSYS analiz programında ve deneysel olarak açılı yapıştırılan cam elyaf numuneleri çekme yüküne maruz bırakılmıştır. 15, 30, 45, 60, 75 derece açılı alın bağlantısı kullanılarak çekme yüküne maruz bırakılan numunede, bindirme açısı 45 dereceye çıkarıldığı zaman hasar yükünün bağlantıların tümünde azaldığı anlaşılmıştır. 45 derecelik açıda bağlantı mukavemetinin değeri en yüksek değer olarak tespit edilmiştir (Adin, 2012). Başka bir çalışmada, eğrisel ve düz bindirmeli modeller oluşturulmuş, alüminyum alaşımlı plakalar imal edilip yapıştırıcı ile yapıştırılmıştır. Oluşturulan numuneler çekme yüküne maruz bırakıldığında, eğrisel bindirme bağlantısının düz bindirme bağlantısına kıyasla daha fazla hasar yükü çektiği tespit edilmiştir (Çitil ve Bozkurt, 2019). Aynı ve farklı tür alüminyum, çelik yapıştırma bağlantı modelleri oluşturulmuş, yapıştırma ve çekme deneyi neticesinde, eğrisel yapıştırma bağlantısında yapıştırıcının daha fazla hasar yükü çektiği görülmüştür (Çitil, 2018).



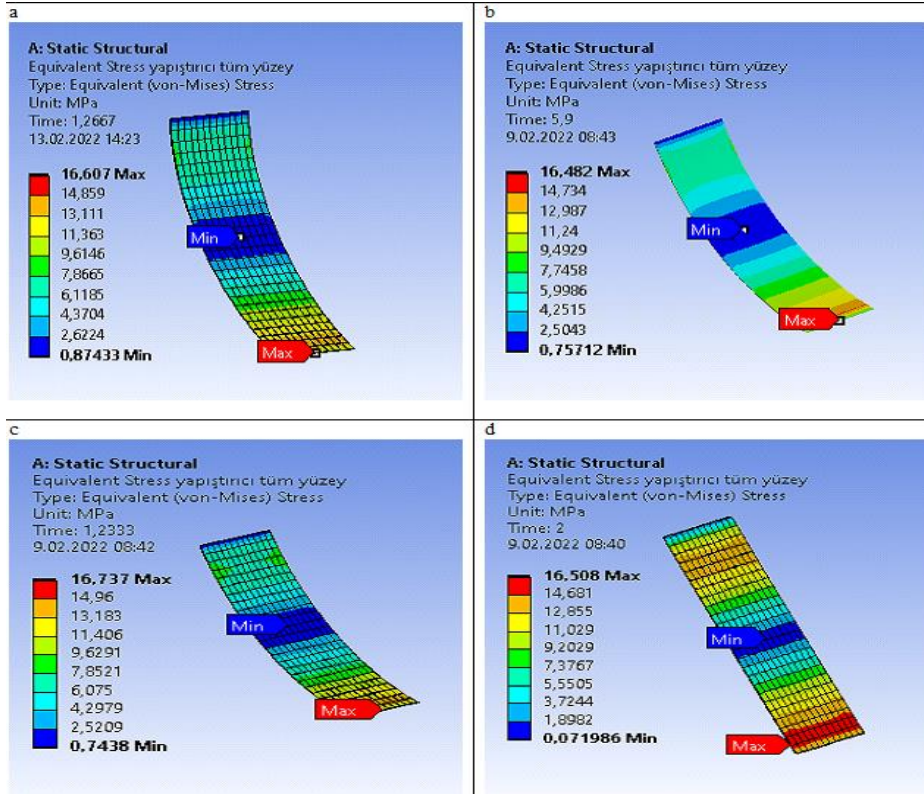
Şekil 6. Eğri yüzeyli yapıştırıcının gerilme değerleri (sırasıyla şekil 6a, 6b, 6c, 6d)



Şekil 7. Çelik numune yüzeylerinde oluşan maksimum gerilme değerleri

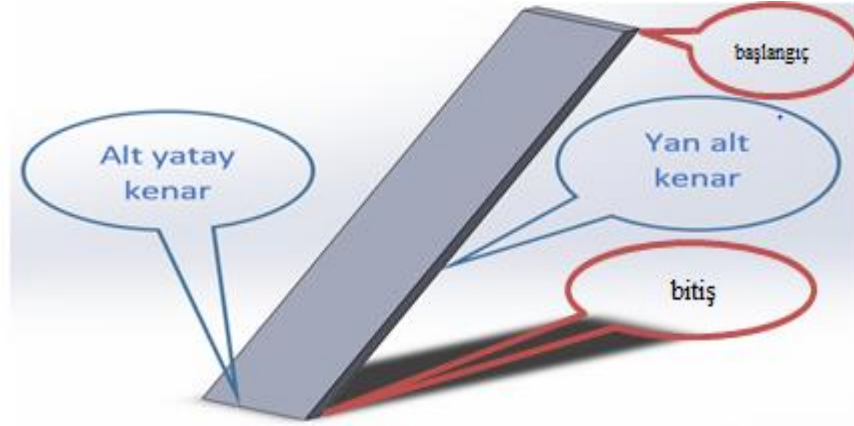
Bu çalışmaya ek olarak ANSYS’de sikloid yüzey (Şekil 7a) çelik için çekme analizi sonucunda maksimum gerilme 28,389 MPa olup bunun arka eğri için alt yüzeyde olduğu belirlenmiştir. Benzer şekilde maksimum gerilmenin episikloid (Şekil 7b) için 36,075 MPa ve arka eğri için üst yüzeyde, evolvent (Şekil 7c) için 48,323 MPa ve arka eğri için üst yüzeyde, 45 derecede (Şekil 7d) 102,74 MPa ve arka eğri için alt yüzeyde oluşmuştur.

Sikloid, episikloid, evolvent ve 45 derece eğri yüzeye sahip numunelere üç nokta eğme analizi uygulanmıştır. Analizler sonucunda yapıştırıcı yüzeyindeki maksimum dayanım, arka yüzeyin alt kısmında olduğundan maksimum gerilme burada oluşmuştur. Sikloid (Şekil 8a), episikloid (Şekil 8b), evolvent (Şekil 8c) ve 45 derece (Şekil 8d) yüzeye sahip modellerde sırasıyla; 1.266 N, 1.180 N, 1.233 N ve 2.000 N olarak tespit edilmiştir.



Şekil 8. Eğri yüzeyli yapıştırıcının gerilme değerleri

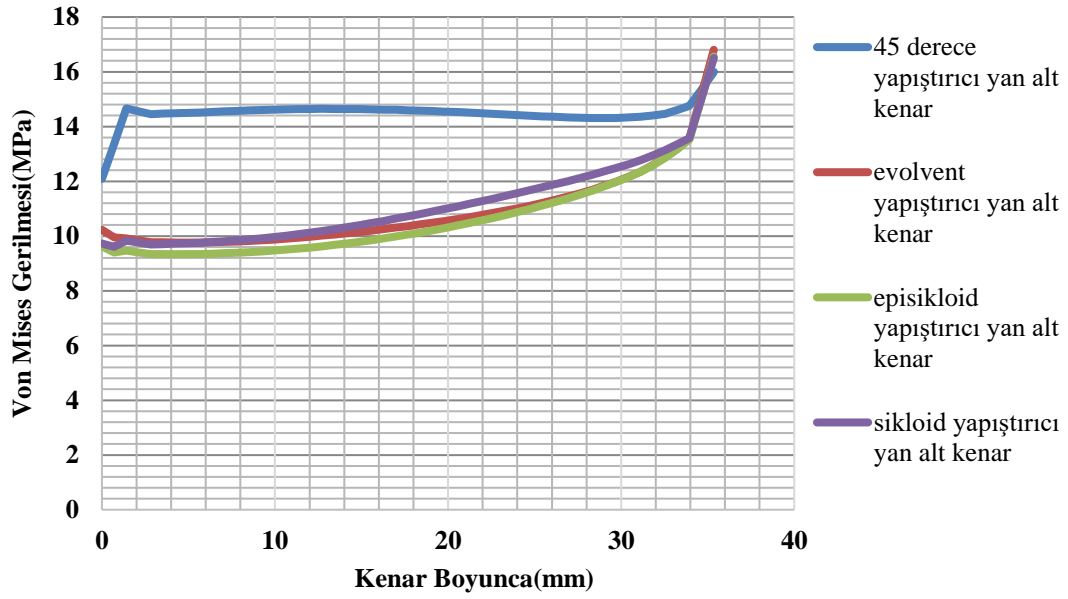
Şekil 1 referans alınarak yapıştırıcı ve çelik eğri bölümleri belirlenmiştir. Analizler sonucunda yapıştırıcı yan alt kenar ve alt yatay kenar boyunca Von Mises gerilme değerleri elde edilmiştir. Yan alt kenar uzunluğu 35,36 mm olup, alt yatay kenar ise 10 mm olarak alınmıştır (Şekil 9). Yapıştırıcı üzerinde gerilme değerlerinin maksimum olduğu yerler, yan alt kenar ve alt yatay kenar olduğundan bu kenarlar üzerindeki gerilme değişimi Şekil 10 ve Şekil 11’de verilmiştir.



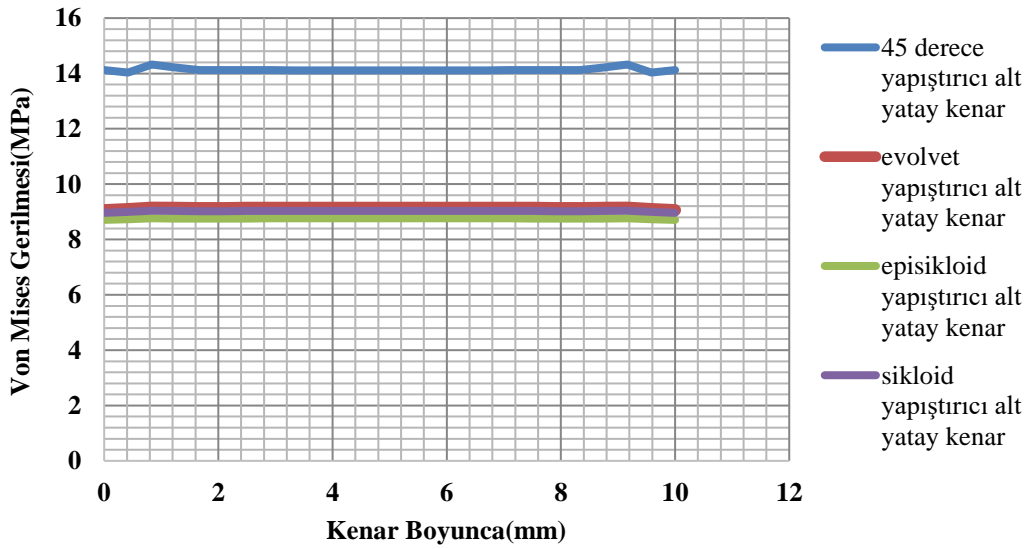
Şekil 9. Modellenen yapıştırıcı ara tabakası

Şekil 9’da modellenen yapıştırıcı yan alt kenar yüzeyinde eğrilere X eksenini boyunca uygulanan kuvvet altında Von Mises gerilmeleri karşılaştırılmıştır. Sikloid yüzey yapıştırıcı yan alt kenar gerilme değeri başlangıçta 9,7303 MPa olmuş, uç kısmında akma değerine yaklaşıp 16,507 MPa değerine yükselmiştir. Aynı şekilde episikloid eğrinin yüzey gerilme değeri başlangıçtaki 9,6226 MPa’dan uçtaki 16,558 MPa’ya, evolvent eğrinin 10,223 MPa’dan 16,804 MPa’ya, 45 derece eğri yüzeyin ise 12,087 MPa’dan 15,998 MPa’ya ulaştığı gözlenmiştir (Şekil 10). Gerilmelerin eğri yüzeylerde doğrusala yakın bir artışla uç noktaya yaklaştığı ve uç noktada ani bir doğrusal artışla pik yaptığı gözlemlenirken, 45 derece eğri yüzeyde başlangıçta hızlı bir artış yaşamakla beraber uç noktaya kadar yüzey boyunca sabit kaldığı ve eğri yüzeylerdekine benzer şekilde uç noktada pik yaptığı gözlemlenmiştir. Dolayısıyla 45 derece numunede eğri yüzeyin yatayla yaptığı açı eşit olduğundan gerilme dağılımı tüm yüzeyde eşit olurken eğri yüzeyli parçalarda eğri boyunca yatayla olan açı arttığından her noktada yüzeye gelen kuvvetlerin bileşkesi değişirken gerilme dağılımı da buna paralel olarak değişkenlik göstermektedir. 45 derece numune en dayanıklı yüzey olduğundan sonucumuz böyle çıkmıştır.

Yapıştırıcı alt yatay kenar yüzeyinde ise eğrilere X eksenini boyunca uygulanan kuvvet altında Von Mises gerilmeleri karşılaştırılmıştır. Sikloid yapıştırıcı alt yatay kenar gerilme değeri başlangıçta 8,9637 MPa olup, 9,038 MPa değerine kadar yükselip tekrar başlangıç değerine ulaşmıştır. Episikloid eğri yüzeyde başlangıç gerilme değeri 8,7098 MPa olup, 8,7611 MPa değerine yükselip daha sonra başlangıç değerine ulaşmıştır. Evolvent alt yatay kenarda ise başlangıçta 9,0622 MPa olup, 9,0985 MPa değerine yükselip tekrar başlangıç değerine ulaştığı anlaşılmıştır. 45 derecede ise başlangıçta 14,127 MPa olup, daha sonra 14,323 MPa değerine yükselip en son başlangıç değerine ulaştığı tespit edilmiştir (Şekil 11). Numunelerin yatay kesitleri boyunca yapılan analizlerde ise gerilme dağılımlarının yatay kesit boyunca sabit kaldığı görülmektedir. Bu da bütün numunelerde yatay kesitler boyunca kuvvet bileşkeslerinin değişmediğini, başka bir deyişle sabit kaldığını göstermektedir.

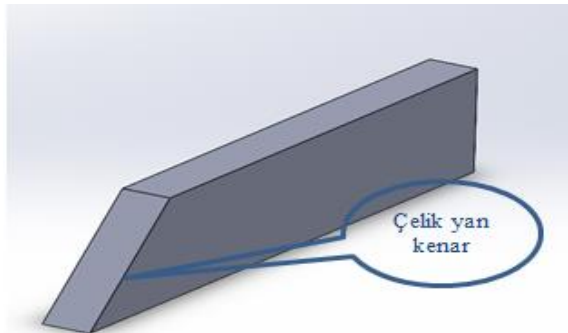


Şekil 10. Yapıştırıcı yan alt kenar boyunca gerilme grafiği



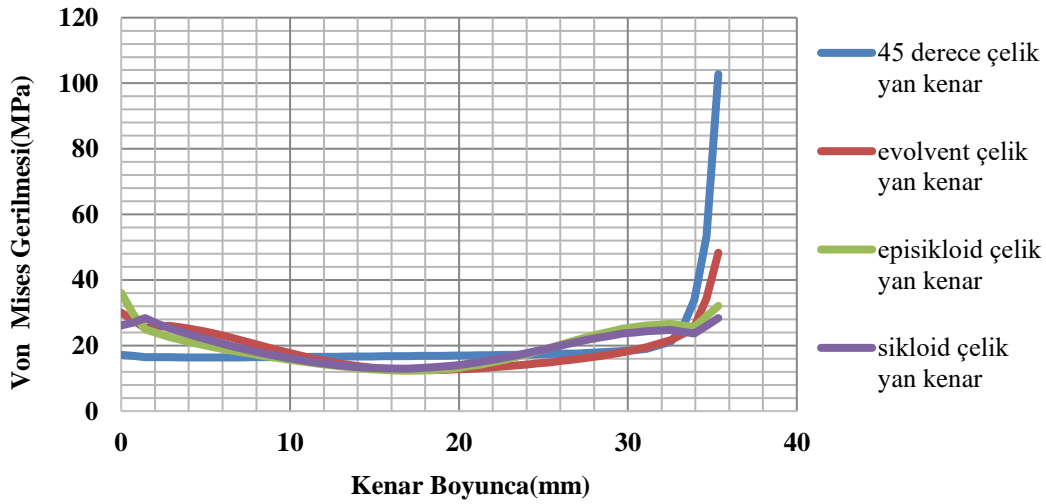
Şekil 11. Yapıştırıcı alt yatay kenar boyunca gerilme grafiği

Çelik numune yüzeylerinde ise, 35,36 mm kenarlar boyunca gerilmeler kıyaslanıp maksimum gerilme yan kenar boyunca tespit edilmiştir (Şekil 12).



Şekil 12. Modellenen çelik malzeme

Eğrisel geometrili yüzeylere X eksenini boyunca uygulanan kuvvet altında Von Mises gerilmeleri çelik yan kenar yüzeyi (Şekil 12) için karşılaştırılmıştır. Yapıştırıcı akma gerilmesinin maksimum olduğu durumda, sikloid çelik yan kenar için başlangıçta gerilme değerinin 26,15 MPa olup kenar boyunca 12,976 MPa'a kadar düştüğü, uç kısmında ise yapıştırıcı numunelerine benzer şekilde tekrar yükselip 28,389 MPa değerine ulaştığı anlaşılmıştır. Episikloid için yan kenar başlangıcında 36,075 MPa olup, kenarın orta kısmına doğru 12,767 MPa'a kadar düşmüş, uç noktaya doğru ise tekrar yükselip 32,051 MPa değerine ulaşmıştır. Evolvent kenar için ise başlangıç gerilme değeri 30,085 MPa olup, kenarın ilerleyen kısımlarında 12,709 MPa'a kadar azaldığı, kenarın uç noktasında 48,323 MPa değerine yükseldiği tespit edilmiştir. 45 derece eğri çelik yan kenarda ise başlangıçta 17,164 MPa olup, kenarın ilerleyen noktalarında 16,37 MPa değeri ile neredeyse üniform olduğu ve uç noktada 102,74 MPa değerine yükseldiği görülmüştür. Farklı eğriler boyunca sonuçların değiştiği tespit edilmiştir. Gerilmenin belirli noktaya kadar arttığı, daha sonra azaldığı, uç noktada maksimum noktaya ulaştığı ve yapıştırıcı ile aynı davranışı sergilediği görülmüştür (Şekil 13).



Şekil 13. Çelik yan kenar boyunca gerilme grafiği

SONUÇ

Yapılan analizlerde numunelere step şeklinde eşit periyotlarla kuvvet uygulanmış ve akma gerilmesine denk gelen kuvvet hasar yükü olarak alınmıştır. Bu durumda;

- Sikloid tüm yüzey için çekme analizi sonucunda maksimum dayanım yükü 3.800 N olup bunun yapıştırıcı alt yüzeyinde olduğu görülmüştür. Üç nokta eğme analizi sonucunda ise maksimum dayanım yükü 1.266 N olup yapıştırıcının alt yüzeyinde oluşmuştur.
- Episikloid tüm yüzey için çekme analizi sonucunda maksimum dayanım yükü 3.650 N olup yapıştırıcı alt yüzeyinde oluşurken, üç nokta eğme analizi sonucunda maksimum dayanım yükünün 1.180 N ile yapıştırıcının alt yüzeyinde olduğu görülmüştür.
- Evolvent tüm yüzey için çekme analizi sonucunda maksimum dayanım yükü 3.700 N olup bunun yapıştırıcı alt yüzeyinde olduğu görülürken, üç nokta eğme analizi sonucunda ise maksimum dayanım yükünün 1.233 N olup yapıştırıcının alt yüzeyinde olduğu görülmüştür.
- 45 derece tüm yüzey için çekme analizi sonucunda maksimum dayanım yükünün 4.700 N olup yapıştırıcı alt yüzeyinde olduğu görülmüştür. Üç nokta eğme analizi sonucunda maksimum dayanım yükü 2.000 N olup yapıştırıcının alt yüzeyinde oluşmuştur.

Yapılan bütün analizler sonucunda maksimum gerilmeler yapıştırıcı arka yüzeyinde ve alt uca yakın kısmında görülmektedir. Bu da numunenin bu bölgeden hasara uğrayacağını göstermektedir. Ayrıca hem çekme hem üç nokta eğme analizlerinin sonuçlarına göre 4.700 N ve 2.000 N ile 45 derece eğri yüzeye sahip numunenin diğer eğri yüzeylere kıyasla çok daha yüksek dayanım yüküne sahip olduğu görülmüştür.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde ID-2295 numaralı proje ile maddi imkân sağlayan İnönü Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) birimine katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Adin H, 2012. The investigation of the effect of angle on the failure load and strength of scarf lap joints. *International Journal of Mechanical Sciences*, 61: 24-31.
- Akpınar S, 2016. Alüminyum Oksit ve Titanyum Dioksit Partikül Takviyeli Yapıştırıcılarla Birleştirilmiş Bağlantıların Mekanik Özelliklerinin Deneysel Olarak Belirlenmesi. *Niğde Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, Cilt 5, Sayı 2, 244-252.
- Akpınar S, Aydın MD, 2012. Yapıştırıcıyla Birleştirilmiş T-Bağlantı Tipinin İki ve Üç Boyutlu Gerilme Analizi. *EÜFBED- Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi Cilt-Sayı: 5-2*, 229-241.
- Ayaz Y, Temiz Ş, 2012. Çift Takviyeli Yamaları Gömülü Yapıştırma Bağlantılarının Eğilme Altında Analizi. *EÜFBED- Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi Cilt-Sayı: 5-2*, 165-172.
- Aydın MD, Akpınar S, Özel A, Erdoğan S, 2015. Kayma Yüküne Maruz Yapıştırma Bağlantılarından Yapısal Yapıştırıcıların Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi. *Mühendis ve Makina*, cilt 56, sayı 668, ss. 48-55.
- Aydın MD, Temiz Ş, Özel A, 2004. Yapısal Yapıştırıcıların Mekanik Özelliklerinin Belirlendiği Deneysel Yöntemler. *Mühendis ve Makina- Cilt: 45 Sayı: 536*.
- Aydın S, Eylül 2019. Karbon Nanopartiküllerin Epoksi Yapıştırıcılarda Etkilerinin İncelenmesi. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 34(3), ss. 143-154.
- Aydın S, Fertelli A, 2018. Nanopartikül ve Yüzey Pürüzlülüğünün Yapışma Mukavemetine Etkilerinin İncelenmesi. *Published in 6th International Symposium on Innovative Technologies in Engineering and Science*, 09-11 November 2018, Alanya – Antalya – Turkey.
- Aydın S, Solmaz MY, Turgut A, 2011. Epoksi ve Akrilik Bazlı Yapıştırıcıların Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi. *6 th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11)*, 16-18 May 2011, Elâzığ-Turkey.
- Çakır MV, Kınay D, 2016. Cam Elyaf Kompozitlerin Alüminyum Plaka ile Yapıştırılması ve Yapışmanın Mekanik Özelliklerinin Araştırılması. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 31(ÖS 1), ss: ÖS 99-ÖS 108.
- Çitil Ş, 2017. Hasarlı Boruların Tamirinde Yama Malzemesinin Yapıştırıcı Üzerine Etkilerinin İncelenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilim Dergisi*, 23(4): 422-426.
- Çitil Ş, 2018. Eğrisel Yüzeyli Yapıştırma Bağlantılarında Malzemenin Yapıştırıcı Üzerine Etkisinin İncelenmesi. *DÜMF Mühendislik Dergisi*, 9(1): 225-234.

- Çitil Ş, Bozkurt İ, 2017. Eğrisel Yüzeyleli Boru Bağlantılarının Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Adıyaman Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 7: 63-72.
- Çitil Ş, Bozkurt İ, 2019. Çekme Yüküne Maruz Alın-Eğrisel ve Düz Bindirme Bağlantısının Kohezif Bölge Modeli Kullanılarak Karşılaştırılması. Adıyaman Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 11: 78-85.
- İşcan B, Adin H, Turgut A, 2012. Bazı Yapısal Yapıştırıcıların Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi. Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 24 (2): 119-126.
- Kırkayak L, 2019. Yapıştırma Bağlantılı Kompozitlerde Yapıştırma Geometrisinin Gerilme Dağılımına Etkisi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilim Dergisi, 25(1): 27-33.
- Saraç İ, 2020. Basit Bindirmeli Yapıştırma Bağlantılarında Bindirme Bölgesi Uç Açısı Değişiminin Bağlantı Mukavemetine Etkisinin Sayısal Olarak İncelenmesi. Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi, Cilt 25, Sayı 1.
- Saraç İ, Adin H, Temiz Ş, 2016. Experimental Determination Of The Mechanical Properties Of Adhesive Joints Bonded Epoxy Adhesive Included Al₂O₃ Nanoparticle. European Journal of Technic EJT, Vol 6, Number 2.
- Solmaz MY, Yıldırım S, 2018. Yapıştırıcı ile Birleştirilmiş Dalgalı Bağlantı (Wavy-lap) Performanslarının Uç Açısına Bağlı Olarak Araştırılması. Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilim Dergisi, 30 (1): 287-294.

Atf İçin: Kuşak Samancı H, Cengiz V, 2022. Dual Uzayda N-Bishop Çatısına Göre Smarandache Eğrileri ve Karşılık Geldiği Regle Yüzeyleri. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2):1003-1016.

To Cite: Kuşak Samancı H, Cengiz V, 2022. The Smarandache Curves and Corresponding to Ruled Surfaces Due to N-Bishop Frame In Dual Space. Journal of the Institute of Science Technology, 12(2):1003-1016.

Dual Uzayda N-Bishop Çatısına Göre Smarandache Eğrileri ve Karşılık Geldiği Regle Yüzeyleri

Hatice KUŞAK SAMANCI^{1*}, Veysi CENGİZ²

ÖZET: Dual uzayda dual birim küre üzerinde seçilen dual Smarandache eğrisi Öklid-3 uzayındaki yönlü doğruların oluşturmuş olduğu regle yüzeye karşılık gelir. Bu çalışmada dual N-Bishop çatısının dual bileşenlerinin yardımıyla oluşturulan dual Smarandache eğrilerine karşılık gelen regle yüzeylerine ait bazı karakterizasyonlar incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Dual uzay, dual eğri, smarandache eğrisi, dual smarandache eğrisi, N-Bishop çatı.

The Smarandache Curves and Corresponding to Ruled Surfaces Due to N-Bishop Frame In Dual Space

ABSTRACT: The dual Smarandache curve selected on the dual unit sphere in dual space corresponds to the ruled surface formed by the directional lines in the Euclidean-3 space. In this study, some characterizations of ruled surfaces corresponding to dual Smarandache curves created with the help of dual components of the dual N-Bishop frame were investigated.

Keywords: Dual space, dual curves, smarandache curves, dual smarandache curves, N-Bishop frame.

¹Hatice KUŞAK SAMANCI ([Orcid ID: 0000-0001-6685-236X](https://orcid.org/0000-0001-6685-236X)), Bitlis Eren Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Matematik Bölümü, Bitlis, Türkiye

²Veysi CENGİZ ([Orcid ID: 0000-0001-7843-6793](https://orcid.org/0000-0001-7843-6793)), Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Matematik Bölümü, Bitlis, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Hatice KUŞAK SAMANCI, e-mail: hkusak@beu.edu.tr

Bu çalışma Veysi CENGİZ'in yüksek lisans tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Diferansiyel geometri ilk olarak 18. yüzyılda ortaya çıkmıştır ve ilk örneklerini de L. Euler ve G. Monge çalışmıştır. Yüzeyler teorisi üzerine ilk inceleme Monge (1795) tarafından yazılmıştır (Monge, 1809). Serret-Frenet vektörleri sayesinde eğrinin eğrilik ve burulması hesaplanabilmektedir. Frenet çatısının elemanları olan $\{\vec{T}, \vec{N}, \vec{T} \times \vec{N} = \vec{B}\}$ vektörleri sırasıyla bir α regüler eğrisinin teğet, normal ve bu iki vektörün vektörel çarpımı ile elde edilen binormal vektördür. Bu çatı ismini, çatıdaki formülleri birbirinden bağımsız olarak keşfeden ve tezlerinde de kullanan Jean Frédéric Frenet (1847) ve Joseph Alfred Serret (1851) den almaktadır. $\{\vec{N}, \vec{C}, \vec{W}\}$ çatısı eğrinin bir alternatif hareketli çatısı olup 1995 yılında Scofield tarafından oluşturulmuştur (Scofield, 1995). Daha sonra, Yaylı ve arkadaşları \mathbb{E}^3 de bir $\mu = \mu(s)$ eğrinin $\{\vec{N}, \vec{C}, \vec{N} \times \vec{C} = \vec{W}\}$ alternatif çatısının normal vektörünün sabit alınmasıyla bu çatının θ derecelik bir döndürme yapılmasıyla tanımladığı yeni çatıya N-Bishop çatısı olarak tanımladılar (Yaylı ve ark., 2017).

Özel bir eğri çeşidi olan Smarandache eğrileri de farklı uzay ve çatılar üzerinde çalışma yapılan özel bir eğri çeşididir. Konum vektörü başka bir düzgün eğri üzerindeki Serret-Frenet çatısı vektörlerinden oluşan düzenli bir eğriye Smarandache eğrisi denir (Ascbacher, 1997). A.T. Ali, Öklid uzayında bazı özel Smarandache eğrilerini incelemiştir (Ali, 2010). Bektaş ve Yüce, üç boyutlu Öklid uzayında özel Smarandache eğrilerinin Darboux çatısını incelemiştir.

Doğrunun doğurduğu yüzeyler olarak bilinen regle yüzeyleri ilk olarak Monge (1850) tarafından tanımlanmış Guggenheimer tarafından da geliştirilmiştir. Karmaşık sayılarla Öklid uzayında sadece dönme işleminin tek yapılabilmesi öteleme hareketinin yapılamaması nedeniyle araştırmacılar bir arayış içerisine girmişlerdir. Bu arayış sonucu hem dönme hem de öteleme hareketlerini yapmamızı sağlayan dual sayıların keşfini sağlamıştır. Dual uzayın elemanları olan dual sayılar ilk kez 1873 yılında W.K. Clifford (1873) tarafından keşfedilmiştir. Daha sonra E. Study dual sayıları dual vektörleri oluşturmak için kullanmış ve birim dual küre ile yönlü doğru arasındaki bağıntıyı açıklamıştır. Dual sayılar ve dual vektörler uygulamalı geometride robotik hareketleri kolay bir biçimde gerçekleştirebilmek için kullanılmaktadır. Ayrıca, Baky (2002) dual küresel eğrilerin açık bir karakterizasyonu adlı çalışmasında dual uzayda Blaschke çatısını ve bir dual eğriyi Serret-Frenet çatısındaki vektörler yardımıyla tanımlamıştır. Yaylı ve arkadaşları dual uzayda dual küresel eğrilerine karşılık gelen regle yüzeylerini çalışmıştır (Yaylı ve ark., 2012). Keskin ve Yaylı bir uzay eğrisinin küresel göstergelerini yeni bir alternatif çatı olarak tanımladıkları N-Bishop çatısına göre incelemiştir (Keskin ve ark., 2017).

Bu çalışmada dual NCW çatısı ile N-Bishop çatıları arasında bir geçiş matrisi tanımlanmıştır ayrıca dual N-Bishop çatısının dual bileşenlerinin Öklid-3 uzayında karşılık geldiği regle yüzeylere ait bazı karakterizasyonlar incelenmiştir.

MATERYAL VE METOT

s yay parametresi ve $\mu = \mu(s)$ eğrisi \mathbb{E}^3 Öklid 3-uzayında birim hızlı regüler bir eğri olsun. $\mu(s)$ eğrisinin N-Bishop çatısının vektörleri $\{\vec{N}, \vec{N}_1, \vec{N}_2\}$ olmak üzere,

$$V_{NN_1}(s) = \frac{1}{\sqrt{2}}(\vec{N} + \vec{N}_1) \quad (1)$$

ile tanımlanan eğriye \mathbb{E}^3 Öklid uzayında \vec{NN}_1 Smarandache eğrisi denir.

$$\text{olarak tanımlanan eğriye ise } \mathbb{E}^3 V_{NN_2}(s) = \frac{1}{\sqrt{2}}(\vec{N} + \vec{N}_2) \quad (2)$$

ile tanımlanan eğriye \mathbb{E}^3 Öklid uzayında $\overrightarrow{NN_2}$ Smarandache eğrisi denir.

$$V_{N_1N_2}(s) = \frac{1}{\sqrt{2}}(\overrightarrow{N_1} + \overrightarrow{N_2}) \quad (3)$$

denklemlerle tanımlanan eğriye \mathbb{E}^3 Öklid uzayında $\overrightarrow{N_1N_2}$ Smarandache eğrisi denir.

$$V_{NN_1N_2}(s) = \frac{1}{\sqrt{3}}(\overrightarrow{N} + \overrightarrow{N_1} + \overrightarrow{N_2}) \quad (4)$$

Öklid uzayında $\overrightarrow{NN_1N_2}$ Smarandache eğrisi denir. Öklid 3-uzayında α eğrisinin bir birim hızlı eğri olması için gerek ve yeterli şart $\|\alpha\| = 1$ olmasıdır. \mathbb{E}^n uzayında birim hızlı regüler bir $\alpha: I \rightarrow \mathbb{E}^n$ eğrisi için $\overrightarrow{T}(s) = \alpha'(s)$ ise verilen $\overrightarrow{T}(s)$ vektörüne, α' eğrisinin $\alpha'(s)$ noktasındaki birim teğet vektörü veya hız vektörü denir. Serret-Frenet çatısının türev formülleri $\overrightarrow{T}' = \kappa\overrightarrow{N}$, $\overrightarrow{N}' = -\kappa\overrightarrow{T} + \tau\overrightarrow{B}$, $\overrightarrow{B}' = -\tau\overrightarrow{N}$ ile elde edilir. Bishop, 1975'te teğet vektörü Serret-Frenet çatısının \overrightarrow{T} birim teğet vektörüne paralel olan eğrilikler k_1 ve k_2 olmak üzere türev denklemleri, $\overrightarrow{T}' = k_1\overrightarrow{N_1} + k_2\overrightarrow{N_2}$, $\overrightarrow{N}'_1 = -k_1\overrightarrow{T}$, $\overrightarrow{N}'_2 = -k_2\overrightarrow{T}$ ile hesaplanan yeni bir alternatif çatı olan Bishop çatısını tanımlamıştır (Bishop 1975). 1995 yılında \mathbb{E}^3 de bir $\mu = \mu(s)$ eğrisi boyunca Scofield tarafından keşfedilen ve $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{C}, \overrightarrow{N} \times \overrightarrow{C} = \overrightarrow{W}\}$ ile tanımlanan alternatif hareketli çatının sırasıyla birim asal normal vektör \overrightarrow{N} , asal birim vektörün türevi \overrightarrow{C} ve Darboux vektörü \overrightarrow{W} ile temsil edilmektedir [Scofield, 1995, Uzunoğlu ve ark. 2016]. Yaylı ve arkadaşları \mathbb{E}^3 de bir $\mu = \mu(s)$ eğrisinin $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{C}, \overrightarrow{N} \times \overrightarrow{C} = \overrightarrow{W}\}$ alternatif çatısının normal vektörünün sabit alınmasıyla bu çatının θ derecelik bir döndürme yapılmasıyla tanımladığı yeni çatıya N-Bishop çatısı denir (Keskin Yaylı 2017). İlk defa Scofield tarafından oluşturulan $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{C}, \overrightarrow{N} \times \overrightarrow{C} = \overrightarrow{W}\}$ alternatif çatısı Uzunoğlu ve arkadaşları tarafından daha ayrıntılı bir şekilde ele alınmış ve bu çatının türev denklemleri $\overrightarrow{N}' = f\overrightarrow{C} + \overrightarrow{W}$, $\overrightarrow{C}' = -f\overrightarrow{N} + g\overrightarrow{W}$, $\overrightarrow{W}' = -g\overrightarrow{C}$ olarak verilmiştir (Scofield 1995, Uzunoğlu vd. 2016). Bu alternatif hareketli çatıya göre eğrilikler $H = \frac{\tau}{\kappa}$, $\sigma = \frac{H'}{\kappa(1+H^2)^{3/2}}$ olmak üzere $f = \kappa\sqrt{1+H^2}$ ve $g = \sigma f$ eşitlikleri ile hesaplanır (Uzunoğlu vd. 2016). Keskin ve Yaylı ise Öklid 3-uzayında bir eğrinin ortonormal $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{C}, \overrightarrow{W}\}$ alternatif çatısının normal vektörüne paralel olarak eğri boyunca taşınmasını sağlayan N-Bishop çatısını elde etmişlerdir (Keskin ve ark., 2017). Öklid 3-uzayında birim hızlı regüler bir eğrinin N-Bishop çatısı $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{N_1}, \overrightarrow{N_2}\}$ şeklinde olup türev denklemleri $\overrightarrow{N}' = k_1\overrightarrow{N_1} + k_2\overrightarrow{N_2}$, $\overrightarrow{N}'_1 = -k_1\overrightarrow{N}$, $\overrightarrow{N}'_2 = -k_2\overrightarrow{N}$ eşitlikleri ile verilmiştir (Keskin ve ark., 2017). Diğer yandan, W.K. Clifford 1873 yılında $a, a^* \in \mathbb{R}$ ve $\varepsilon \neq 0$, $\varepsilon^2 = 0$ olmak üzere $\hat{A} = a + \varepsilon a^*$ sayısını dual sayı olarak tanımlamıştır. ε bir dual birim olarak kabul edilir. Dual sayılar halkası sıfır bölünmez olmadığından yani $\varepsilon a^* \cdot \varepsilon b^* = 0$ olduğu için εa^* elemanlarının tersi yoktur. Bu nedenle dual sayılar bir cisim belirtmez sadece bir cebir belirtmektedir. Dual sayılar cümlesi $\mathbb{D} = \{\hat{A} = a + \varepsilon a^*: a, a^* \in \mathbb{R}, \varepsilon^2 = 0\}$ ile tanımlanır (W.K. Clifford 1873). $(\mathbb{D}^3, +)$ sistemi bir abel gruptur ve \mathbb{D} üzerinde bir modüldür. \mathbb{D}^3 cümlesine \mathbb{D} - modül de denir. \mathbb{D} - modül'ün elemanları olan sıralı dual üçlülere dual vektörler denir. $\hat{A} \neq (0, a) \in \mathbb{D}$ olmak üzere $\|\hat{A}\| = (1, 0)$ koşulunu sağlayan birim dual kürenin dual noktaları üç boyutlu Öklid uzayında yönlü doğrulara karşılık gelir (E-Study 1903).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Dual N-Bishop çatısının dual bileşenleri $\widehat{N} = \vec{N} + \varepsilon \vec{N}^*$, $\widehat{N}_1 = \vec{N}_1 + \varepsilon \vec{N}_1^*$, $\widehat{N}_2 = \vec{N}_2 + \varepsilon \vec{N}_2^*$ olsun. s yay parametresi ve $\mu = \mu(s)$ eğrisi \mathbb{D}^3 dual uzayında birim hızlı regüler bir dual eğri olsun. $\mu(s)$ eğrisinin vektörleri $\{\vec{N}, \vec{N}_1, \vec{N}_2\}$ olmak üzere, $V_{\widehat{N}\widehat{N}_1}(s) = \frac{1}{\sqrt{2}}(\vec{N} + \vec{N}_1)$ şeklinde tanımlanan eğriye \mathbb{D}^3 dual uzayında $\widehat{N}\widehat{N}_1$ Smarandache eğrisi, $V_{\widehat{N}\widehat{N}_2}(s) = \frac{1}{\sqrt{2}}(\vec{N} + \vec{N}_2)$ şeklinde tanımlanan eğriye \mathbb{D}^3 dual uzayında $\widehat{N}\widehat{N}_2$ Smarandache eğrisi, $V_{\widehat{N}_1\widehat{N}_2}(s) = \frac{1}{\sqrt{2}}(\vec{N}_1 + \vec{N}_2)$ şeklinde tanımlanan eğriye \mathbb{D}^3 dual uzayında $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache eğrisi ve $V_{\widehat{N}\widehat{N}_1\widehat{N}_2}(s) = \frac{1}{\sqrt{3}}(\vec{N} + \vec{N}_1 + \vec{N}_2)$ şeklinde tanımlanan eğriye $d\mathbb{D}^3$ dual uzayında $\widehat{N}\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache eğrisi denir.

E-Study dönüşümü yardımıyla dual birim küre üzerinde seçilen $\{\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2\}$ alternatif hareketli çatısının elemanları ile dual uzayda çizilen kapalı eğriler \mathbb{E}^3 Öklid uzayında bir regle yüzey temsil etmektedir. Buradan seçilen dual eğriler

$$\widehat{N} = \vec{N} + \varepsilon \vec{N}^*, \widehat{N}_1 = \vec{N}_1 + \varepsilon \vec{N}_1^*, \quad \widehat{N}_2 = \vec{N}_2 + \varepsilon \vec{N}_2^* \tag{5}$$

olmak üzere, $\{\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2\}$ eğrilerinin belirttiği regle yüzeyleri

$$\varphi_{\widehat{N}}(s, v) = \beta_N(s) + v\vec{N}(s) \quad , \quad \beta_N(s) = \vec{N} \wedge \vec{N}^*, \tag{6}$$

$$\varphi_{\widehat{N}_1}(s, v) = \beta_{N_1}(s) + v\vec{N}_1(s), \quad \beta_{N_1}(s) = \vec{N}_1 \wedge \vec{N}_1^*, \tag{7}$$

denklemleri ile verilir. Denklemleri

$$\varphi_{\widehat{N}_2}(s, v) = \beta_{N_2}(s) + v\vec{N}_2(s) \quad , \quad \beta_{N_2}(s) = \vec{N}_2 \wedge \vec{N}_2^*, \tag{8}$$

olarak tanımlanan eğriler, $\alpha(s)$ eğrisine ait $\alpha_{NN_1}(s)$ Smarandache eğrisini $\{\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2\}$ vektörleri yardımıyla $\alpha_{NN_1}(s) = \frac{\vec{N} + \vec{N}_1}{\sqrt{2}}$ olarak verilir. Bu eğriye bağlı olarak $\{\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2\}$ vektörlerinin vektörel momentleri sırasıyla, $\vec{N}^* = \alpha \wedge \vec{N} = -\frac{\vec{N}_2}{\sqrt{2}}$, $\vec{N}_1^* = \alpha \wedge \vec{N}_1 = \frac{\vec{N}_2}{\sqrt{2}}$ ve $\vec{N}_2^* = \alpha \wedge \vec{N}_2 = \frac{\vec{N} - \vec{N}_1}{\sqrt{2}}$ olarak elde edilir. Bu denklemler kullanılarak $\{\vec{N}, \vec{N}_1, \vec{N}_2\}$ dual eğrilerinin belirttiği regle yüzeyleri sırasıyla

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}}(s, v) = \vec{N} \wedge \vec{N}^* + v\vec{N} = \vec{N} \wedge \left(-\frac{\vec{N}_2}{\sqrt{2}}\right) + v\vec{N} = \frac{\vec{N}_1}{\sqrt{2}} + v\vec{N} \quad \text{benzer şekilde}$$

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_1}(s, v) = \frac{\vec{N}}{\sqrt{2}} + v\vec{N}_1 \quad \text{ve} \quad \vec{\psi}_{\widehat{N}_2}(s, v) = \frac{\vec{N} + \vec{N}_1}{\sqrt{2}} + v\vec{N}_2 \tag{9}$$

biçiminde verilir.

Teorem 1. $(\widehat{N}), (\widehat{N}_1), (\widehat{N}_2)$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin dağılma parametreleri $P_{\widehat{N}} = 0$, $P_{\widehat{N}_1} = 0$ ve $P_{\widehat{N}_2} = \frac{k_1}{\sqrt{2}}$ olarak hesaplanır.

İspat. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği kapalı regle yüzeyinin dağılma parametresinin $P_{\widehat{N}} = \frac{\det((\vec{N} \wedge \vec{N}^*), \vec{N}, \vec{N}_1)}{\|\vec{N}_1\|^2}$

formülündeki determinanı

$$\det((\vec{N} \wedge \vec{N}^*)', \vec{N}, \vec{N}') = \begin{vmatrix} -\frac{k_1}{\sqrt{2}} & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & k_1 & k_2 \end{vmatrix} \quad (10)$$

ile hesaplanır. Eşitlik 10. dan yararlanılarak $P_{\widehat{N}} = 0$ sonucu bulunur. Benzer işlemler yapıldığında $P_{\widehat{N}_1} = 0$ ve $P_{\widehat{N}_2} = \frac{k_1}{\sqrt{2}}$ olarak hesaplanır.

Teorem 2. $\{\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2\}$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin ortalama eğrilikleri

$$K_{\widehat{N}} = -\left(\frac{-vk_1k_2 + vk_2k_1}{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}\right)^2, K_{\widehat{N}_1} = -\frac{k_1^2k_2^2}{k_2^2 + 2v^2k_1^2}, K_{\widehat{N}_2} = -\frac{k_1^2k_2^2}{2\left(\frac{k_1^2}{2} + \left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)^2\right)} \quad (11)$$

ve Gauss eğrilikleri de

$$H_{\widehat{N}} = \frac{\sqrt{2}k_1 \frac{-vk_1k_2 + vk_2k_1}{\sqrt{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}} + vk_2 \frac{(k_1k_2 + vk_1k_2) - vk_1(k_1k_2 + vk_1k_2)}{\sqrt{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}}}{2(v^2k_1^2 + v^2k_2^2)}, \quad (12)$$

$$H_{\widehat{N}_1} = -\frac{\frac{k_1^2k_2}{2} + \frac{k_2}{\sqrt{2}}\left(\frac{k_1^2}{\sqrt{2}} + \frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + vk_1'\right) + vk_1(k_2' + vk_1k_2)}{k_2^2 + 2v^2k_1^2} \quad (13)$$

$$H_{\widehat{N}_2} = \frac{-2k_2^2k_1 + \frac{k_1}{\sqrt{2}}\left(\left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)' + \frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + \frac{k_1k_2}{\sqrt{2}}\right) - \left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)\left(vk_2k_1 + \frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + \frac{k_1'}{\sqrt{2}}\right)}{\sqrt{\left(\left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)^2 + \frac{k_1^2}{2}\right)^3}} \quad (14)$$

olarak elde edilir.

İspat. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği kapalı regle yüzeyinin Gauss ve ortalama eğriliğini bulmak için I. esas form ve II. esas form ile birlikte normal vektör alanının bulunması gerekir. Öncelikle \widehat{N} eğrisinin

sırasıyla s ve v parametrelerine göre yönlü türevleri $\vec{\psi}_{\widehat{N}_s} = -\frac{k_1\vec{N}}{\sqrt{2}} + v(k_1\vec{N}_1 + k_2\vec{N}_2)$ ve $\vec{\psi}_{\widehat{N}_v} = \vec{N}$

olarak hesaplanır. Buradan yönlü türevlerin iç çarpımı yardımıyla I. Esas formun katsayıları sırasıyla;

$$E = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_s}, \vec{\psi}_{\widehat{N}_s} \rangle = \frac{k_1^2}{2} + v^2k_1^2 + v^2k_2^2, F = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_v}, \vec{\psi}_{\widehat{N}_s} \rangle = \frac{k_1}{\sqrt{2}} \text{ ve } G = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_v}, \vec{\psi}_{\widehat{N}_v} \rangle = 1 \quad (15)$$

katsayıları bulunur. Buradan da I. Esas form $I = \left(\frac{k_1^2}{2} + v^2k_1^2 + v^2k_2^2\right) ds^2 - k_1 dsdv + dv^2$ ile

elde edilir. Şimdi de II. Esas formun katsayılarını bulabilmek için \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği normal vektör alanını bulmalıyız. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği normal vektör alanı

$$\vec{n} = \frac{-vk_1\vec{N}_2 + vk_2\vec{N}_1}{\sqrt{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}} \quad (16)$$

olarak elde edilir. Şimdi de \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği normal vektör alanı yardımıyla bu eğriye ait II. Esas formun katsayılarını bulalım. \widehat{N} dual eğrisinin s ve v parametrelerine göre tekrardan yönlü türev alma işlemi uygulandığında;

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_{ss}} = \vec{N} \left(-\frac{k'_1}{\sqrt{2}} + vk_1^2 + k_2^2 \right) + \vec{N}_1 \left(\frac{k_1^2}{\sqrt{2}} + vk'_1 \right) + \vec{N}_2 \left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk'_2 \right) \tag{17}$$

denklemlerini bulunur. Benzer işlemlerle $\psi_{\widehat{N}_{sv}} = k_1\vec{N}$ ve $\psi_{\widehat{N}_{vv}} = 0$ olarak bulunur. Şimdi bu yönlü türevler ve Eşitlik 16. dan II. Esas formun katsayıları $L = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_{ss}}, \vec{n} \rangle =$

$$\left\{ \frac{vk_2 \left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk'_2 \right) - vk_1 \left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk'_2 \right)}{v\sqrt{k_1^2 + k_2^2}} \right\}, M = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_{sv}}, \vec{n} \rangle = \frac{-vk_1k_2 + vk_2k_1}{\sqrt{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}}$$

ve $N = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_{vv}}, \vec{n} \rangle = 0$ olarak elde edilir. Buradan da

$$K_{\widehat{N}} = - \left(\frac{-vk_1k_2 + vk_2k_1}{v^2k_1^2 + v^2k_2^2} \right)^2 \tag{18}$$

$$H_{\widehat{N}} = \frac{\sqrt{2}k_1 \frac{-vk_1k_2 + vk_2k_1}{\sqrt{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}} + vk_2 \left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk'_2 \right) - vk_1 \left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk'_2 \right)}{2(v^2k_1^2 + v^2k_2^2)} \tag{19}$$

olarak bulunur. Benzer işlemler ile \widehat{N}_1 ve \widehat{N}_2 dual eğrileri için Gauss ve ortalama eğrilik hesaplanır ve böylelikle ispat tamamlanmış olur.

Teorem 3. Dual Darboux ($\vec{\omega}$) ve dual Steiner (\vec{D}) vektörleri

$$\vec{\omega} = -k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2 + \varepsilon \left(\frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right) \tag{20}$$

$$\vec{D} = \phi \widehat{w} = -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1 + \varepsilon \left(N \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_1 \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_2 \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right) \right) \tag{21}$$

denklemleri ile bulunur.

İspat. Darboux vektörünün tanımından

$$\vec{\omega} = w + \varepsilon w^* \tag{22}$$

$$\vec{\omega}^* = \alpha \wedge \vec{\omega} = \left(\frac{\vec{N} + \vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right) \wedge (-k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2) = \frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \tag{23}$$

olar. Eşitlik 23., Eşitlik 22. de yerine yazılırsa $\vec{\omega} = -k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2 + \varepsilon \left(\frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right)$ olarak elde edilir. Dual Steiner vektörünün tanımından

$$\vec{D} = \phi \widehat{w} = -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1 + \varepsilon \left(\vec{N} \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_1 \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_2 \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right) \right) \tag{24}$$

olarak elde edilir. Böylelikle ispat tamamlanmış olur.

Teorem 4. $\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2$ dual eğrilerinin oluşturduğu kapalı regle yüzeylere ait dual açılara ait eğimler sırasıyla $\Lambda_{\widehat{N}} = 0, \Lambda_{\widehat{N}_1} = -\phi k_2 + \varepsilon \left(\frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_1 \right)$ ve $\Lambda_{\widehat{N}_2} = \phi k_1$ dir.

İspat. \widehat{N} dual eğrisinin oluşturduğu regle yüzeye ait dual açının eğimi için

$$\Lambda_{\widehat{N}} = -\langle \vec{D}, \vec{N} \rangle = -\langle \vec{d} + \varepsilon \vec{d}^*, \vec{N} + \varepsilon \vec{N}^* \rangle \tag{25}$$

Eşitlik 25. düzenlendiğinde

$$\Lambda_{\widehat{N}} = \langle -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1, \vec{N} \rangle + \varepsilon \left(\begin{array}{l} \left\langle \left(-\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1, -\frac{\vec{N}_2}{\sqrt{2}} \right) \right\rangle \\ + \left\langle \left(\vec{N} \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_1 \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_2 \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right), \vec{N} \right) \right\rangle \end{array} \right) \quad (26)$$

elde edilir. Burada iç çarpımlar yapılırsa,

$$\Lambda_{\widehat{N}} = \varepsilon \left(-\frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_1 + \frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_1 \right) = 0 \quad (27)$$

olarak elde edilir. Benzer işlemlerle \widehat{N}_1 ve \widehat{N}_2 dual eğrilerine ait dual eğilim açısı hesaplanır ve böylelikle ispat tamamlanmış olur.

$\alpha(s)$ eğrisine ait $\alpha_{\widehat{N}\widehat{N}_2}(s) = \frac{\vec{N} + \vec{N}_2}{\sqrt{2}}$ Smarandache eğrisini için $\{\vec{N}, \vec{N}_1, \vec{N}_2\}$ dual eğrilerinin belirttiği regle yüzeyleri sırasıyla $\vec{\psi}_{\widehat{N}}(s, v) = \frac{\vec{N}_2}{\sqrt{2}} + v\vec{N}$, $\vec{\psi}_{\widehat{N}_1}(s, v) = \frac{\vec{N} + \vec{N}_2}{\sqrt{2}} + v\vec{N}_1$ ve $\vec{\psi}_{\widehat{N}_2}(s, v) = \frac{\vec{N}}{\sqrt{2}} + v\vec{N}_2$ olarak verilir.

Teorem 5. $(\widehat{N}), (\widehat{N}_1), (\widehat{N}_2)$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin dağılma parametreleri $P_{\widehat{N}} = 0$, $P_{\widehat{N}_1} = \frac{-k_2}{\sqrt{2}}$ ve $P_{\widehat{N}_2} = \frac{k_1}{\sqrt{2}}$ olarak hesaplanır.

İspat. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği kapalı regle yüzeyinin $P_{\widehat{N}} = \frac{\det((\vec{N} \wedge \vec{N}^*)', \vec{N}, \vec{N}')}{\|\vec{N}'\|^2}$ dağılma parametresini için

$$\det \left((\vec{N} \wedge \vec{N}^*)', \vec{N}, \vec{N}' \right) = \begin{vmatrix} -\frac{k_1}{\sqrt{2}} & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & k_1 & k_2 \end{vmatrix} \quad (28)$$

determinantı hesaplanır. Eşitlik 28. hesaplandığında, $P_{\widehat{N}} = 0$ sonucu bulunur. Benzer işlemler yapıldığında $P_{\widehat{N}_1} = \frac{-k_2}{\sqrt{2}}$ ve $P_{\widehat{N}_2} = \frac{k_1}{\sqrt{2}}$ dağılma parametreleri elde edilir.

Teorem 6. $\{\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2\}$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin Gauss eğrilikleri

$$K_{\widehat{N}} = - \left(\frac{-vk_1k_2\vec{N}_2 + vk_2k_1\vec{N}_1}{v^2k_1^2 + v^2k_2^2} \right)^2, K_{\widehat{N}_1} = \frac{\frac{k_1^2k_2^2}{2}}{\left(\frac{k_2^2}{2} + (vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}})^2 \right)^2}, K_{\widehat{N}_2} = - \frac{\frac{k_1^2k_2^2}{2}}{2 \left(\frac{k_1^2}{2} + (vk_2)^2 \right)^2} \quad (29)$$

ve ortalama eğrilikleri de

$$H_{\widehat{N}} = \frac{\sqrt{2}k_1 \frac{-vk_1k_2\vec{N}_2 + vk_2k_1\vec{N}_1}{\sqrt{v^2k_1^2 + v^2k_2^2}} + \frac{vk_2 \left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk'_1 \right) - vk_1 \left(\frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + vk'_2 \right)}{v\sqrt{k_1^2 + k_2^2}}}{2(v^2k_1^2 + v^2k_2^2)}, \quad (30)$$

$$H_{\widehat{N}_1} = \frac{\frac{k_1^2k_2}{2 \sqrt{\left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right)^2 + (vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}})^2}} - \frac{\frac{k_2 \left(\frac{k_1^2}{\sqrt{2}} + \frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + vk'_1 \right) - (vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}}) \left(\frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + k'_2 + vk_1k_2 \right)}{\sqrt{\left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right)^2 + (vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}})^2}}}{k_2^2 + 2 \left(vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}} \right)^2} \quad (31)$$

ve

$$H_{\widehat{N}_2} = \frac{-2k_2^2 k_1 + \frac{k_1}{\sqrt{2}} \left((vk_2 + \frac{k_1}{\sqrt{2}})' + \frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + \frac{k_1 k_2}{\sqrt{2}} \right) - (vk_2 + \frac{k_1}{\sqrt{2}}) \left(vk_2 k_1 + \frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + \frac{k_1'}{\sqrt{2}} \right)}{\sqrt{\left((vk_2)^2 + \frac{k_1^2}{2} \right)^3}} \quad (32)$$

olarak elde edilir.

İspat. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği kapalı regle yüzeyinin Gauss ve ortalama eğriliğini bulmak için I. Esas form ve II. Esas form ile birlikte normal vektör alanı bulunmalıdır. Öncelikle \widehat{N} eğrisinin sırasıyla s ve v parametrelerine göre yönlü türevlerini alınmalıdır. O halde $\vec{\psi}_{\widehat{N}_s} = \frac{k_2 \vec{N}}{\sqrt{2}} + v(k_1 \vec{N}_1 + k_2 \vec{N}_2)$ ve $\vec{\psi}_{\widehat{N}_v} = \vec{N}$ elde edilir. Buradan yönlü türevlerin iç çarpımı yardımıyla I. Esas formun katsayıları sırasıyla, $E = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_s}, \vec{\psi}_{\widehat{N}_s} \rangle = \frac{k_2^2}{2} + v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2$, $F = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_v}, \vec{\psi}_{\widehat{N}_s} \rangle = \frac{k_2}{\sqrt{2}}$ ve $G = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_v}, \vec{\psi}_{\widehat{N}_v} \rangle = 1$ olarak bulunur. Buradan da I. Esas form $I = \left(\frac{k_2^2}{2} + v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2 \right) ds^2 + \sqrt{2} k_2 ds dv + dv^2$ olarak elde edilir. Şimdi de II. Esas formun katsayılarını bulabilmek için \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği normal vektör alanını bulmalıyız. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği normal vektör alanı

$$n = \frac{\vec{\psi}_{\widehat{N}_s} \wedge \vec{\psi}_{\widehat{N}_v}}{\|\vec{\psi}_{\widehat{N}_s} \wedge \vec{\psi}_{\widehat{N}_v}\|} = \frac{-vk_1 N_2 + vk_2 N_1}{\sqrt{v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2}} \quad (33)$$

olarak elde edilir. \widehat{N} dual eğrisinin belirttiği normal vektör alanı yardımıyla şimdi de bu eğriye ait II. Esas formun katsayılarını bulalım. \widehat{N} dual eğrisinin s ve v parametrelerine göre tekrardan yönlü türev alma işlemi uygulanırsa

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_{ss}} = \vec{N} \left(\frac{k_2'}{\sqrt{2}} + vk_1^2 + k_2^2 \right) + \vec{N}_1 \left(\frac{k_1 k_2}{\sqrt{2}} + vk_1' \right) + \vec{N}_2 \left(\frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + vk_2' \right) \quad (34)$$

denklemini bulunur. Benzer işlemlerle $\vec{\psi}_{\widehat{N}_{sv}} = k_1 \vec{N}_1 + k_2 \vec{N}_2$ ve $\vec{\psi}_{\widehat{N}_{vv}} = 0$ sonuçları elde edilir. Elde edilen bu yönlü türevler ve Eşitlik 33. den II. Esas formun katsayıları

$$L = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_{ss}}, n \rangle = \left\{ \frac{vk_2 \left(\frac{k_1 k_2}{\sqrt{2}} + vk_1' \right) - vk_1 \left(\frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + vk_2' \right)}{v \sqrt{k_1^2 + k_2^2}} \right\}$$

$$M = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_{sv}}, n \rangle = (\vec{\psi}_n)_{s,v} = \frac{-vk_1 k_2 \vec{N}_2 + vk_2 k_1 \vec{N}_1}{\sqrt{v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2}} \text{ ve } N = \langle \vec{\psi}_{\widehat{N}_{vv}}, \vec{n} \rangle = 0 \quad (35)$$

olarak elde edilir. Buradan da Gauss ve ortalama eğrilikleri

$$K_{\widehat{N}} = - \left(\frac{-vk_1 k_2 \vec{N}_2 + vk_2 k_1 \vec{N}_1}{v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2} \right)^2,$$

$$H_{\widehat{N}} = \frac{\sqrt{2}k_1 \frac{-vk_1k_2\widehat{N}_2 + vk_2k_1\widehat{N}_1}{v\sqrt{k_1^2+k_2^2}} + \frac{vk_2\left(\frac{k_1k_2}{\sqrt{2}} + vk_1\right) - vk_1\left(\frac{k_2^2}{\sqrt{2}} + vk_2\right)}{v\sqrt{k_1^2+k_2^2}}}{2(v^2k_1^2 + v^2k_2^2)} \quad (36)$$

olarak bulunur. Benzer işlemler ile \widehat{N}_1 ve \widehat{N}_2 dual eğrileri için Gauss ve ortalama eğrilik hesaplanır ve böylelikle ispat tamamlanmış olur.

Teorem 7. Dual Darboux ($\vec{\omega}$) ve dual Steiner (\vec{D}) vektörleri

$$\vec{\omega} = -k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2 + \varepsilon \left(\frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right)$$

$$\vec{D} = \phi \widehat{w} = -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1 + \varepsilon \left(N \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_1 \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_2 \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right) \right) \quad (37)$$

ile hesaplanır.

İspat. Darboux vektörünün tanımından

$$\vec{\omega} = w + \varepsilon w^* \quad (38)$$

$$\vec{\omega}^* = \alpha \wedge \vec{\omega} = \left(\frac{\vec{N} + \vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right) \wedge (-k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2) = \frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \quad (39)$$

olur. Eşitlik 39., Eşitlik 38. de yerine yazılırsa

$$\vec{\omega} = -k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2 + \varepsilon \left(\frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right) \quad (40)$$

bulunur. Dual Steiner vektörün tanımından ise

$$\vec{D} = \phi \widehat{w} = -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1 + \varepsilon \left(\vec{N} \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_1 \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_2 \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right) \right) \quad (41)$$

olarak elde edilir. Böylelikle ispat tamamlanmış olur.

Teorem 8. $\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2$ dual eğrilerinin oluşturduğu kapalı regle yüzeylere ait dual açılara ait eğimler sırasıyla $\Lambda_{\widehat{N}} = \varepsilon \left(-\frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_2 + \frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_1 \right)$, $\Lambda_{\widehat{N}_1} = -\phi k_2 + \varepsilon(\sqrt{2} \phi k_1)$ ve $\Lambda_{\widehat{N}_2} = \phi k_1$ dir.

İspat.

$$\Lambda_{\widehat{N}} = -\langle \vec{D}, \vec{N} \rangle = -\langle \vec{d} + \varepsilon \vec{d}^*, \vec{N} + \varepsilon \vec{N}^* \rangle \quad (42)$$

Eşitlik 42. Düzenlenirse

$$\Lambda_{\widehat{N}} = \langle -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1, \vec{N} \rangle + \varepsilon \langle -\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1, \vec{N} \rangle + \varepsilon \left(\left\langle \left(-\vec{N}_1 \phi k_2 + \vec{N}_2 \phi k_1, \frac{\vec{N}_1}{\sqrt{2}} \right) \right\rangle + \left\langle \left(\vec{N} \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_1 \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \vec{N}_2 \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right) \right), \vec{N} \right\rangle \right) \quad (43)$$

elde edilir. Burada iç çarpımlar hesaplandığında, $\Lambda_{\widehat{N}} = \varepsilon \left(-\frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_2 + \frac{1}{\sqrt{2}} \phi k_1 \right)$ olarak elde edilir. Benzer işlemlerle \widehat{N}_1 ve \widehat{N}_2 dual eğrilerine ait dual eğilim açısı hesaplanır ve böylelikle ispat tamamlanmış olur.

$\alpha(s)$ eğrisine ait $\alpha_{\overrightarrow{N_1 N_2}}(s) = \frac{\overrightarrow{N_1} + \overrightarrow{N_2}}{\sqrt{2}}$ Smarandache eğrisini için $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{N_1}, \overrightarrow{N_2}\}$ dual eğrilerinin belirttiği regle yüzeyleri sırasıyla $\vec{\psi}_{\overrightarrow{N}}(s, v) = \frac{\overrightarrow{N_1} - \overrightarrow{N_2}}{\sqrt{2}} + v\overrightarrow{N}$, $\vec{\psi}_{\overrightarrow{N_1}}(s, v) = \frac{-\overrightarrow{N}}{\sqrt{2}} + v\overrightarrow{N_1}$ ve $\vec{\psi}_{\overrightarrow{N_2}}(s, v) = \frac{\overrightarrow{N_1}}{\sqrt{2}} + v\overrightarrow{N_2}$ olarak verilir.

Teorem 9. $(\widehat{N}), (\widehat{N_1}), (\widehat{N_2})$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin dağılma parametreleri $P_{\widehat{N}} = 0, P_{\widehat{N_1}} = 0$ ve $P_{\widehat{N_2}} = 0$ olarak hesaplanır.

Teorem 10. $\{\widehat{N}, \widehat{N_1}, \widehat{N_2}\}$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin Gauss ve ortalama eğrilikleri

$$K_{\widehat{N}} = - \left(\frac{-vk_1 k_2 \overrightarrow{N_2} + vk_2 k_1 \overrightarrow{N_1}}{v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2} \right)^2, \quad K_{\widehat{N_1}} = 0, \quad K_{\widehat{N_2}} = - \frac{k_1^2 k_2^2}{2 \left(\frac{k_1^2}{2} + (vk_2)^2 \right)^2} \tag{44}$$

$$H_{\widehat{N}} = \frac{\sqrt{2} k_1 \frac{-vk_1 k_2 \overrightarrow{N_2} + vk_2 k_1 \overrightarrow{N_1}}{\sqrt{v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2}} + \frac{vk_2 \left(\frac{k_1^2 + k_1 k_2}{\sqrt{2}} + vk_1 \right) - vk_1 \left(\frac{k_2^2 + k_1 k_2}{\sqrt{2}} + vk_2 \right)}{v \sqrt{k_1^2 + k_2^2}}}{2(v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2)} \tag{45}$$

$$H_{\widehat{N_1}} = \frac{(k_2^2 + \sqrt{2} vk_1 k_2)}{\sqrt{2}(k_2 + \sqrt{2} vk_1)^2} \quad ve \quad H_{\widehat{N_2}} = \frac{\frac{k_1}{\sqrt{2}} \left(vk_2' + \frac{k_1^2}{\sqrt{2}} \right) - (vk_2) \left(vk_2 k_1 + \frac{k_1'}{\sqrt{2}} \right)}{2 \sqrt{\left((vk_2)^2 + \frac{k_1^2}{2} \right)^3}} \tag{46}$$

olarak elde edilir.

Teorem 11. Dual Darboux ($\vec{\omega}$) ve dual Steiner (\vec{D}) vektörlerinin ani dönme vektörü

$$\vec{\omega} = -k_2 \overrightarrow{N_1} + k_1 \overrightarrow{N_2} + \varepsilon \frac{(k_1 + k_2)}{\sqrt{2}} \overrightarrow{N} \tag{47}$$

$$\vec{D} = \phi \vec{\omega} = -\overrightarrow{N_1} \phi k_2 + \overrightarrow{N_2} \phi k_1 + \varepsilon \left(\overrightarrow{N} \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \overrightarrow{N_1} \phi \left(\frac{k_1}{\sqrt{2}} \right) - \overrightarrow{N_2} \phi \left(\frac{k_2}{\sqrt{2}} \right) \right) \tag{48}$$

ile verilir.

Teorem 12. $\widehat{N}, \widehat{N_1}, \widehat{N_2}$ dual eğrilerinin oluşturmuş olduğu kapalı regle yüzeylere ait dual açılara ait eğimler sırasıyla

$$\Lambda_{\widehat{N}} = 0, \quad \Lambda_{\widehat{N_1}} = -\phi k_2 + \varepsilon \left(\phi \left(\frac{k_1 + k_2}{\sqrt{2}} \right) \right), \quad \Lambda_{\widehat{N_2}} = \phi k_1 \tag{49}$$

dir. Ayrıca $\alpha(s)$ eğrisine ait $\alpha_{\overrightarrow{N N_1 N_2}}(s) = \frac{\overrightarrow{N} + \overrightarrow{N_1} + \overrightarrow{N_2}}{\sqrt{3}}$ Smarandache eğrisini için $\{\overrightarrow{N}, \overrightarrow{N_1}, \overrightarrow{N_2}\}$ dual eğrilerinin belirttiği regle yüzeyleri sırasıyla

$$\frac{\overrightarrow{N_1} + \overrightarrow{N_2}}{\sqrt{2}} + v\overrightarrow{N}, \quad \vec{\psi}_{\overrightarrow{N_1}}(s, v) = \frac{\overrightarrow{N} + \overrightarrow{N_2}}{\sqrt{2}} + v\overrightarrow{N_1}, \quad \vec{\psi}_{\overrightarrow{N_2}}(s, v) = \frac{\overrightarrow{N} + \overrightarrow{N_1}}{\sqrt{2}} + v\overrightarrow{N_2} \tag{50}$$

olarak verilir.

Teorem 13. $(\widehat{N}), (\widehat{N}_1), (\widehat{N}_2)$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin dağılma parametreleri $P_{\widehat{N}} = 0, P_{\widehat{N}_1} = -\frac{k_2}{\sqrt{2}}$ ve $P_{\widehat{N}_2} = \frac{k_1}{\sqrt{2}}$ olarak hesaplanır.

Teorem 14. $\{\widehat{N}, \widehat{C}, \widehat{W}\}$ dual eğrilerinin karşılık geldiği kapalı regle yüzeylerinin Gauss eğrilikleri

$$K_{\widehat{N}} = -\frac{v^2 k_1^2 k_2^2}{(v^2 k_1^2 + v^2 k_2^2)^2}, K_{\widehat{N}_1} = -\frac{k_1^2 k_2^2}{2\left(\frac{k_2^2}{2} + \left(vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}}\right)^2\right)}, K_{\widehat{N}_2} = -\frac{k_1^2 k_2^2}{2\left(\frac{k_1^2}{2} + \left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)^2\right)} \quad (51)$$

ve ortalama eğrilikleri

$$H_{\widehat{N}} = \frac{\sqrt{2}vk_1^2k_2 + k_1k_2^2 + vk_2(k_1k_2 + k_2^2 + vk_2') - vk_1(k_1^2 + k_1k_2 + vk_1')}{v\sqrt{k_1^2 + k_2^2} \cdot v\sqrt{k_1^2 + k_2^2}}{2(v^2k_1^2 + v^2k_2^2)} \quad (52)$$

$$H_{\widehat{N}_1} = \frac{-k_1^2k_2 - \frac{k_2}{\sqrt{2}}\left(\frac{k_1^2 + k_2^2 + k_2'}{\sqrt{2}} + vk_1'\right) + \left(vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}}\right)\left(\frac{k_2^2 + k_2'}{\sqrt{2}} + vk_1k_2\right)}{\sqrt{\left(k_2^2 + 2\left(vk_1 + \frac{k_2}{\sqrt{2}}\right)^2\right)^3}} \quad (53)$$

$$H_{\widehat{N}_2} = \frac{-2k_2^2k_1 + \frac{k_1}{\sqrt{2}}\left(\left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)' + \frac{k_1^2 + k_1k_2}{\sqrt{2}}\right) - \left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)\left(vk_2k_1 + \frac{k_1^2 + k_1'}{\sqrt{2}}\right)}{2\sqrt{\left(\left(vk_2 - \frac{k_1}{\sqrt{2}}\right)^2 + \frac{k_1^2}{2}\right)^3}} \quad (54)$$

olarak elde edilir.

Teorem 15. Dual Darboux $(\vec{\omega})$ ve dual Steiner (\vec{D}) vektörlerinin ani dönmesi

$$\vec{\omega} = -k_2\vec{N}_1 + k_1\vec{N}_2 + \varepsilon\left(\frac{k_1\vec{N} - k_2\vec{N}_2 - k_1\vec{N}_1}{\sqrt{2}}\right) \quad (55)$$

$$\vec{D} = \phi\vec{\omega} = -\vec{N}_1\phi k_2 + \vec{N}_2\phi k_1 + \varepsilon\left(\vec{N}\phi\left(\frac{k_1}{\sqrt{2}}\right) - \vec{N}_1\phi\left(\frac{k_1}{\sqrt{2}}\right) - \vec{N}_2\phi\left(\frac{k_2}{\sqrt{2}}\right)\right) \quad (56)$$

ile verilir.

Teorem 16. $\widehat{N}, \widehat{N}_1, \widehat{N}_2$ dual eğrilerinin oluşturmuş olduğu kapalı regle yüzeylere ait dual açılara ait eğimler sırasıyla $\Lambda_{\widehat{N}} = 0, \Lambda_{\widehat{N}_1} = -\phi k_2$ ve $\Lambda_{\widehat{N}_2} = \phi k_1$ dir.

SAYISAL ÖRNEKLER

Dual $\widehat{N}\widehat{N}_1$ Smarandache Eğrisinin Karşılık Geldiği Regle Yüzeyi

$\alpha(s) = \left(\frac{2}{\sqrt{13}}\text{coss}, \frac{3}{\sqrt{13}}s, \frac{2}{\sqrt{13}}\text{sins}\right)$ eğrisini göz önüne alalım. $\vec{\psi}_{\widehat{N}}(s, v) = \vec{N} \wedge \vec{N}^* + v\vec{N}$ regle yüzeyi

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}}(s, v) = \left(\frac{1}{\sqrt{2}}\text{sinscos}r - v\text{coss}, -\frac{1}{\sqrt{2}}\text{sin}r, -\frac{1}{\sqrt{2}}\text{cosscos}r - v\text{sins}\right) \quad (57)$$

olarak elde edilir. Aynı şekilde

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_1}(s, v) = \vec{N}_1 \wedge \vec{N}_1^* + v\vec{N}_1 = (-\cos s + v \sin s \cos r, -v \sin r, -\sin s - v \cos s \cos r) \quad (57)$$

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_2}(s, v) = \vec{N}_2 \wedge \vec{N}_2^* + v\vec{N}_2 = \left(-\frac{1}{\sqrt{2}} \cos s + \frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \cos r + v \sin s \sin r, \right. \\ \left. -\frac{1}{\sqrt{2}} \sin r + v \cos r, -\frac{1}{\sqrt{2}} \sin s - \cos s \cos r - v \cos s \sin r \right) \quad (59)$$

olarak verilir.

Dual $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache Eğrisinin Karşılık Geldiği Regle Yüzeyi

Örnek 1. de verilen eğri için Dual $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache eğrisinin karşılık geldiği regle yüzeylerini bulalım.

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}}(s, v) = \vec{N} \wedge \vec{N}^* + v\vec{N} = \left(\frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \sin r - v \cos s, \frac{1}{\sqrt{2}} \cos r, \frac{1}{\sqrt{2}} \cos s \sin r - v \sin s \right) \text{ olarak elde edilir.}$$

Benzer işlemlerle

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_1}(s, v) = \vec{N}_1 \wedge \vec{N}_1^* + v\vec{N}_1 = \left(-\cos s + \frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \sin r + v \sin s \cos r, \frac{1}{\sqrt{2}} \cos r - \sin r, \right. \\ \left. -\sin s - \frac{1}{\sqrt{2}} \cos s \sin r - v \cos s \cos r \right) \quad (60)$$

ve

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_2}(s, v) = \vec{N}_2 \wedge \vec{N}_2^* + v\vec{N}_2 = (-\cos s + v \sin s \sin r, v \cos r, -\sin s - v \cos s \sin r) \quad (61)$$

olarak verilir.

Dual $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache Eğrisinin Karşılık Geldiği Regle Yüzeyi

Örnek 1. de verilen eğri için Dual $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache eğrisinin karşılık geldiği regle yüzeylerini bulalım.

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}}(s, v) = \vec{N} \wedge \vec{N}^* + v\vec{N} = \left(\frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \cos r + \frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \sin r - v \cos s, -\frac{1}{\sqrt{2}} \sin r + \frac{1}{\sqrt{2}} \cos r, \right. \\ \left. -\frac{1}{\sqrt{2}} \cos s \cos r - \frac{1}{\sqrt{2}} \cos s \sin r - v \sin s \right) \quad (62)$$

olarak elde edilir. Aynı şekilde

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_1}(s, v) = \vec{N}_1 \wedge \vec{N}_1^* + v\vec{N}_1 = \left(\frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \sin r + v \sin s \cos r, \right. \\ \left. \frac{1}{\sqrt{2}} \cos r - v \sin r, \right. \\ \left. -\frac{1}{\sqrt{2}} \cos s \sin r - v \cos s \cos r \right) \quad (63)$$

ve

$$\vec{\psi}_{\widehat{N}_2}(s, v) = \vec{N}_2 \wedge \vec{N}_2^* + v\vec{N}_2 = \left(\frac{1}{\sqrt{2}} \sin s \cos r + v \sin s \sin r, \right. \\ \left. -\frac{1}{\sqrt{2}} \sin r + v \cos r, \right. \\ \left. -\frac{1}{\sqrt{2}} \cos s \cos r - v \cos s \sin r \right) \quad (64)$$

olarak verilir.

Dual $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache Eğrisinin Karşılık Geldiği Regle Yüzeyi

Örnek 2 de verilen eğri için Dual $\widehat{N}_1\widehat{N}_2$ Smarandache eğrisinin karşılık geldiği regle yüzeylerini bulalım.

$$\vec{\psi}_{\vec{N}}(s, v) = \vec{N} \wedge \vec{N}^* + v\vec{N} = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} \text{sincos}r + \frac{1}{\sqrt{2}} \text{sinssin}r - v\text{cos}r, \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} \text{sin}r + \frac{1}{\sqrt{2}} \text{cos}r, \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} \text{cosscos}r - \text{cosssin}r - v\text{sin}r \end{pmatrix} \quad (65)$$

olarak elde edilir. Benzer işlemlerle

$$\vec{\psi}_{\vec{N}_1}(s, v) = \vec{N}_1 \wedge \vec{N}_1^* + v\vec{N}_1 = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} \text{sinssin}r + \frac{1}{\sqrt{2}} v\text{sincos}r, \\ \frac{1}{\sqrt{2}} \text{cos}r - v\text{sin}r, \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} \text{cosssin}r - v\text{cosscos}r \end{pmatrix} \quad (66)$$

ve

$$\vec{\psi}_{\vec{N}_2}(s, v) = \vec{N}_2 \wedge \vec{N}_2^* + v\vec{N}_2 = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} \text{sincos}r + v\text{sinssin}r, \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} \text{sin}r + v\text{cos}r, \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} \text{cosscos}r - v\text{cosssin}r \end{pmatrix} \quad (67)$$

olarak verilir.

SONUÇ

Bu çalışmada daha önce farklı uzaylarda eğriler ve yüzeyler üzerine yapılmış bazı çalışmalar incelenmiş ve bu çalışmalar daha ileri bir noktaya taşınmıştır. Ayrıca dual uzay ile ilgili bazı temel kavram ve teoremlere yer verilmiştir. E-Study teoremi prensibince dual birim küre üzerinde dual N-Bishop çatısının elemanları kullanılarak elde edilen dual Smarandache eğrileri tanımlanmıştır. Ayrıca bu dual eğrilerin E^3 Öklid uzayında oluşturduğu regle yüzeyler üzerinde Gauss ve ortalama eğrilikleri hesaplanıp, bu regle yüzeylere ait dual Steiner vektörü ve dual açısı bulunmuştur. Dual N-Bishop eğrilerini elde ettiğimiz bu çalışmamızda yeni bir eğri ve yüzey tanımlanarak literatüre katkıda bulunulmuştur.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Abdel Baky RA, 2002. An Explicit Characterization of Dual Spherical Curve. Commun. Fac. Sci. Univ. Ank. Series A1, 51(2):1–9.
- Bektaş Ö, Yüce S, 2013. Special Smarandache Curves According to Darboux Frame in E^3 , Rom. J. Math. Comput. Sci. 3: 48–59.
- Bishop RL, 1975. There is More than One Way to Frame a Curve. The American Mathematical Monthly, 82(3): 246-251.
- Bükcü B, Karacan MK, 2008. Bishop Frame of the Spacelike Curve with a Spacelike Principal Normal in Minkowski 3-Space, Communications Faculte Science University Ankara Series A1 Mathematics Statistics, 57(1): 13-22.

- Bükcü B, Karacan MK, 2009. The Slant Helices According to Bishop Frame, *International J. of Computational and Mathematical Sciences*, 3(2): 67-70.
- Bükcü B, Karacan MK, 2010. Bishop Frame of the Spacelike Curve with a Spacelike Binormal in Minkowski 3-Space, *Selçuk J. of Applied Mathematics*, 11(1): 15-25.
- Clifford WK, 1873. Preliminary Sketch of Biquaternions. *Proceedings of the London Mathematical Society*, 4: 361–395.
- Çalışkan A, Şenyurt, S. 2020. Curves and Ruled Surfaces According to Alternative Frame in Dual Space. *Communications Faculty of Sciences University of Ankara Series A1 Mathematics and Statistics*, 69(1): 684–698.
- Gürses NB, Bektaş O, Yüce S, 2016. Special Smarandache Curves in R^3 . *Communications Faculty of Sciences University of Ankara Series A1 Mathematics and Statistics*, 65(2): 143–160.
- Hacısalıhoğlu HH, 1983. Hareket Geometrisi ve Kuaterniyonlar Teorisi. Gazi Üniversitesi Fen Edb. Fakültesi. Ankara.
- Hacısalıhoğlu HH, 1983. Diferansiyel Geometri. İnönü Üniversitesi Yayınları. Malatya.
- Izumiya S, Takeuchi N, 2004. New Special Curves and Developable Surfaces, *Turkish Journal of Mathematics*, 28(2), 153-164.
- Kahraman T, Uğurlu HH, 2014. Dual Smarandache Curves and Smarandache Ruled Surfaces. *Mathematical Sciences and Applications E-Notes*, 2(1).
- Keskin O, Yaylı Y, 2017. An Application of N-Bishop Frame to Spherical Images for Direction Curves, *International Journal of Geometric Methods in Modern Physics*, 14(11), 1750162.
- Samancı HK, Kocayigit H, 2019. N-Bishop Darboux Vector of the Spacelike Curve with Spacelike Binormal, *Thermal Science*, 23(1), 353-360.
- Scofield PD, 1995. Curves of Constant Precession. *The American Mathematical Monthly*, 102(6): 531-537.
- Uzunoğlu B, Gök İ, Yaylı Y, 2016. A New Approach on Curves of Constant Precession, *Applied Mathematics and Computation*, 275: 317-323.
- Yaylı Y, Saracoğlu S, 2011. Some Notes on Dual Spherical Curves. *Journal of Informatics and Mathematical Sciences*, 3(2): 177–189.
- Yılmaz S, Turgut MA, 2010. New Version of Bishop Frame and an Application to Spherical Images, *Journal of Mathematical Analysis and Applications*, 371(2):764–776.

Construction of Pure Metrics on Almost Complex Metallic Manifolds

Sibel TURANLI*¹

ABSTRACT: This paper aims to present a way of pure metrics construction on a pseudo-Riemannian manifold of neutral signature with respect to almost metallic structures and give some examples about these pure metrics.

Keywords: Almost Complex Structure, Metallic Structure, Pure Metric

¹Sibel TURANLI ([Orcid ID: 0000-0001-6747-6757](https://orcid.org/0000-0001-6747-6757)) Erzurum Teknik University Faculty of Science, Department of Mathematics, Erzurum, Turkey

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Sibel TURANLI, e-mail: sibel.turanli@erzurum.edu.tr

INTRODUCTION

Let M_{2n} be a Riemannian manifolds with a neutral metric, i.e., with a pseudo-Riemannian metric g of signature (n, n) . The set of all tensor fields of type (p, q) on M_{2n} is denoted by $\mathfrak{S}_q^p(M_{2n})$. Tensor fields and manifolds are always assumed to be differentiable and of class C^∞ .

In this paper, since we will emphasize on pure metrics and almost metallic structures, we give some explanations about them.

Let M_{2n} be a differentiable manifold. J is called an almost complex structure if $J^2 = -I$ for the an affinor field $J \in \mathfrak{S}_1^1(M_{2n})$, where I is a field of identity endomorphisms.

A pseudo-Riemannian metric g is called a Norden metric on M_{2n} if

$$g(JX, JY) = -g(X, Y) \quad (1)$$

for any $X, Y \in \mathfrak{S}_0^1(M_{2n})$. (M_{2n}, J, g) is said to be an almost Norden manifold if (M_{2n}, J) is an almost complex manifold with Norden metric g . If J is integrable, (M_{2n}, J, g) is called a Norden manifold. It is known that the condition of integrability of an almost complex structure is $N_J = 0$, where N is Nijenhuis tensor field on M_{2n} . Also, this condition is equivalent to $\nabla J = 0$, where ∇ is a torsion free linear connection. The Norden metrics are also studied under the names pure, anti-Hermitian and B-metrics in (Tachibana, 1960; Kruchkovich, 1972; Salimov, 1983; Ganchev and Borisov, 1986; Etayo and Santamaria, 2000; Vishnevskii, 2002; Salimov and Iscan, 2010).

The golden mean is represented by the positive root of the equation $x^2 - x - 1 = 0$ and has the most important two generalizations. One of these generalizations is a positive root of the equation $x^{r+1} - x^r - 1 = 0$, ($r = 0, 1, 2, \dots$) which is named the golden r -proportions (Stakhov, 1977). The other generalization is named metallic proportions or metallic means family (de Spinadel, 1999; de Spinadel, 1999; de Spinadel, 2000; de Spinadel, 2002). The positive solution of the equation $x^2 - rx - s = 0$ for the positive integers r and s , is called members of the metallic means family. This family's all members are $\sigma_{r,s} = \frac{r + \sqrt{r^2 + 4s}}{2}$ which are positive quadratic irrational numbers. These numbers $\sigma_{r,s}$ are also called (r, s) -metallic numbers.

In (Turanli et al., 2021) equation $x^2 - rx + \frac{3}{2}s = 0$ is considered, in which equation $s \geq 0$, $-\sqrt{6s} < r < \sqrt{6s}$ and both of them are real numbers. Then, $\sigma_{r,s}^c = \frac{r \pm \sqrt{r^2 - 6s}}{2}$ are complex roots of the equation. They call the complex numbers $\sigma_{r,s}^c = \frac{r + \sqrt{r^2 - 6s}}{2}$ as complex metallic means family. Based on the complex metallic means family, an almost complex metallic structure is established on a Riemannin manifold. The almost complex metallic structure denoted by J_M is a $(1, 1)$ -tensor field and holds $J_M^2 - rJ_M + \frac{3}{2}sI = 0$, where I is the identity operator. Therefore, the pair (M_{2n}, J_M) is called an almost complex manifold if the manifold M_{2n} has the almost complex metallic structure J_M . Moreover, in this study relationships between the J_M and the J on M_{2n} is examined and the following equation

$$J_M = \frac{r}{2}I \pm \left(\frac{2\sigma_{r,s}^c - r}{2} \right) J \quad (2)$$

is obtained, where J is an almost complex structure.

MATERIALS AND METHODS

Let (M_{2n}, g) be a pseudo-Riemannian manifold with the neutral metric g , J and J' are the almost complex structures, in terms of an orthonormal frame $\{e_1, e_2, e_3, e_4\}$ of vectors and its dual frame $\{e^1, e^2, e^3, e^4\}$ of 1-forms, almost complex structures J and J' are given as follows:

$$J = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad (3)$$

$$J' = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} \quad (4)$$

where J and J' also commute with each other as $J^2 = J'^2 = -I$, $JJ' = J'J$ (Bonome et al., 2005). Substituting (3) in (2), we obtain the following almost metallic structures

$$J_{M_1} = \begin{pmatrix} r/2 & -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 & 0 & 0 \\ (\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r/2 & -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 \\ 0 & 0 & (\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 \end{pmatrix} \quad (5)$$

and

$$J_{M_2} = \begin{pmatrix} r/2 & (\sqrt{r^2 - 6s})/2 & 0 & 0 \\ -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r/2 & (\sqrt{r^2 - 6s})/2 \\ 0 & 0 & -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 \end{pmatrix} \quad (6)$$

Similarly, substituting (4) in (2), we obtain the following almost metallic structures

$$J'_{M_1} = \begin{pmatrix} r/2 & -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 & 0 & 0 \\ (\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r/2 & (\sqrt{r^2 - 6s})/2 \\ 0 & 0 & -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 \end{pmatrix} \quad (7)$$

and

$$J'_{M_2} = \begin{pmatrix} r/2 & (\sqrt{r^2 - 6s})/2 & 0 & 0 \\ -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r/2 & -(\sqrt{r^2 - 6s})/2 \\ 0 & 0 & (\sqrt{r^2 - 6s})/2 & r/2 \end{pmatrix} \quad (8)$$

RESULTS AND DISCUSSION

In this section, we shall focus on to find a new pure metric g with respect to almost complex metallic structures J_{M_1} , J_{M_2} , J'_{M_1} and J'_{M_2} . Let (M_{2n}, g) be a pseudo-Riemannian manifold with the neutral metric g . It is possible to write the pure metric g in equation (1), as the matrix equation:

$$J^T g = gJ \quad (9)$$

where J^T is transpose matrix of the matrix J (Savas et al., 2016). We put

$$g = (g_{ij}) = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} & g_{14} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} & g_{24} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} & g_{34} \\ g_{41} & g_{42} & g_{43} & g_{44} \end{pmatrix} \quad (10)$$

and determine the components $g_{ij} = (e_i, e_j)$ with respect to the orthonormal frame $\{e_1, e_2, e_3, e_4\}$. With the substitution of (5) and (10) in (9), for the metric g in (10), we obtain a new pure metric g^1 as follows:

$$g^1 = (g_{ij}^1) = \begin{pmatrix} \gamma & \alpha & \mu & \beta \\ \alpha & -\gamma & \beta & -\mu \\ \mu & \beta & \vartheta & \delta \\ \beta & -\mu & \delta & -\vartheta \end{pmatrix}$$

where $\det g^1 \neq 0$ and $\gamma, \alpha, \mu, \beta, \vartheta, \delta$ are functions on M_{2n} . Moreover, with the substitution of (6) and (10) in (9), for the metric g in (10), we obtain also the pure metric g^1 . Thus, we have the theorem below.

Theorem 1: A neutral metric on M_{2n} is pure if and only if it has the form

$$g^1 = (g_{ij}^1) = \begin{pmatrix} \gamma & \alpha & \mu & \beta \\ \alpha & -\gamma & \beta & -\mu \\ \mu & \beta & \vartheta & \delta \\ \beta & -\mu & \delta & -\vartheta \end{pmatrix}, \quad \det g^1 \neq 0 \quad (11)$$

with respect to the orthonormal frame $\{e_1, e_2, e_3, e_4\}$.

Similarly, with the substitution of (7) and (10) in (9), for the metric g in (10), we obtain a new pure metric g^2 as follows:

$$g^2 = (g_{ij}^2) = \begin{pmatrix} \gamma & \alpha & \mu & \beta \\ \alpha & -\gamma & -\beta & \mu \\ \mu & -\beta & \vartheta & \delta \\ \beta & \mu & \delta & -\vartheta \end{pmatrix}$$

where $\det g^2 \neq 0$ and $\gamma, \alpha, \mu, \beta, \vartheta, \delta$ are functions on M_{2n} . Moreover, with the substitution of (8) and (10) in (9), for the metric g in (10), we obtain also the pure metric g^2 . Thus, we have the theorem below.

Theorem 2: A neutral metric on M_{2n} is pure if and only if it has the form

$$g^2 = (g_{ij}^2) = \begin{pmatrix} \gamma & \alpha & \mu & \beta \\ \alpha & -\gamma & -\beta & \mu \\ \mu & -\beta & \vartheta & \delta \\ \beta & \mu & \delta & -\vartheta \end{pmatrix}, \quad \det g^2 \neq 0 \quad (12)$$

with respect to the orthonormal frame $\{e_1, e_2, e_3, e_4\}$.

Some Examples of Pure Metrics

From (11), two examples of pure metrics can be written as follows:

$$g^1 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} \quad (13)$$

or

$$g^1 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (14)$$

Similarly, from (12), two examples of pure metrics can be written as follows:

$$g^2 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (15)$$

or

$$g^2 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (16)$$

The construction of pure (Norden) metrics is also studied by many authors (Bonome et al., 2005; Salimov and Iscan, 2010; Salimov et al., 2011; Savas et al., 2016). In the paper (Bonome et al., 2005), a method of construction of Norden metrics for almost complex structures on a neutral 4-manifold is investigated and the method is applied to construction of Norden metrics on a Walker 4-manifold. In addition, some examples similar to the ones we found in our study are given about constructed Norden metrics. In the paper (Salimov and Iscan, 2010), for a proper almost complex structure J on Walker 4-manifold, an almost Norden structure (g^{N^+}, J) is constructed, where g^{N^+} is a Norden metric with respect to the J and called an almost Norden Walker metric. In the paper (Salimov et al., 2011) another Norden Walker metric is constructed for a proper almost complex structure φ and denoted by G^{N^+} . In the paper (Savas et al., 2016), a way of Norden metrics construction on a semi-Riemannian 4-manifold of neutral signature with respect to Golden structures is given and some examples about constructed Norden metrics are presented.

CONCLUSION

In this paper, new pure metrics are constructed with respect to almost complex metallic structures on M_{2n} and some typical examples of these metrics are given.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The author declares that se has contributed to the article alone.

REFERENCES

- Bonome A, Castro R, Hervella LM, MatsushitaY, 2005. Construction of Norden structures on neutral 4-manifolds. JP J. Geom. Topol.5 (2):121-140.
- De Spinadel VW, 1999. The Metallic Means Family and Multifractal Spectra. Nonlinear Anal. Ser. B: Real World Appl. 36 (6): 721-745.
- De Spinadel VW, 1999. The Family of Metallic Means. Vis. Math. 1, 3. <http://members.tripod.com/vismath1/spinadel/>.

- De Spinadel VW, 2000. The Metallic Means Family and Renormalization Group Techniques. Proc. Steklov Inst. Math. Control in Dynamic Systems, suppl. 1, 194-209.
- De Spinadel VW, 2002. The Metallic Means Family and Forbidden Symmetries. Int. Math. J. 2 (3): 279-288.
- Etayo F, Santamaria R, 2000. $(J^2 = \pm 1)$ -Metric Manifolds. Publ. Math. Debrecen 57 (3-4): 435-444.
- Ganchev GT, Borisov AV, 1986. Note on the Almost Complex Manifolds with a Norden Metric. C. R. Acad. Bulgarie Sci. 39 (5): 31-34.
- Kruchkovich GI, 1972. Hypercomplex Structure on a Manifold. I, Tr. Sem. Vect. Tens. Anal. Moscow Univ. 16: 174-201.
- Salimov AA, 1983. Almost Analyticity of a Riemannian Metric and Integrability of a Structure. Trudy Geom. Sem. Kazan. Univ. 15:72-78.
- Salimov AA, Iscan M, 2010. Some Properties of Norden-Walker Metrics. Kodai Math. J. 33(2):283-293.
- Salimov AA, Iscan M, Turanli S, 2011. Differential Geometry of Walker Manifolds. Uchenye Zapiski Kazanskogo Universiteta. Seriya Fiziko-Matematicheskie Nauki. 153(3): 264–271
- Savas M, Ozkan M, Iscan M, 2016. On 4-Dimensional Golden-Walker Structures. Journal of Science and Arts, 16(2), 89.
- Stakhov AP, 1977. Introduction into Algorithmic Measurement Theory. Moscow in Russian.
- Tachibana S, 1960. Analytic Tensor and Its Generalization. Tohoku Math. J. 12 (2):208-221.
- Turanli S, Gezer A, Cakicioglu H, 2021. Metallic Kahler and Nearly Metallic Kahler Manifolds. Int. J. Geom. Methods Mod. Phys. 18 (9): 2150146.
- Vishnevskii VV, 2002. Integrable Affinor Structures and Their Plural Interpretations. J. of Math. Sciences, 108 (2): 151-187.

Nonstandard Discretization and Stability Analysis of a Novel Type of Malaria-Ross Model

Mehmet KOCABIYIK^{1*}

ABSTRACT: Malaria is still a deadly disease in most developing countries. In order to prevent this and many other diseases in all countries, it is necessary to understand the dynamics of the disease well. For this reason, in this study, a new type of Malaria-Ross equation, Distributed order, is discussed. In this new type, the dynamics of the disease can be understood better and quicker in different situations with the density function included in such equations. Numerical discretization of this model is done with the help of a nonstandard finite difference scheme. Afterward, stability analyses of the equilibrium points obtained from the model that were performed. At the same time, comparisons were made with other numerical methods. Finally, the findings are expressed with graphs and tables.

Keywords: Distributed order differential equations, Malaria-Ross model, numerical Analysis, discretization, stability Analysis

¹Mehmet KOCABIYIK ([Orcid ID: 0000-0002-7701-6946](https://orcid.org/0000-0002-7701-6946)), Burdur Mehmet Akif Ersoy University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Mathematics, Burdur, Turkey

*Corresponding Author: Mehmet KOCABIYIK, e-mail: mkocabiyik@mehmetakif.edu.tr

INTRODUCTION

Malaria is an ancient disease, but it still significantly impacts public health. In fact, WHO (World Health Organization) has declared malaria as an endemic disease in some developing countries (WHO, 2017). Malaria is a vector-borne infectious disease caused by the protozoan parasite transmitted to vertebrates by an infected female *Anopheles* mosquito. The parasite is transmitted to humans by the bite of an infected mosquito. It is very important to understand and predict the transmission dynamics of malaria because of its impact on the world. As in most fields in biology, mathematical modeling is used to study infectious diseases, to understand the relationship between host and parasite, and the dynamics of disease.

In this framework, Ronald Ross reached the life cycle of the malaria parasite in 1890. He subsequently published a series of articles on the transmission of malaria (Ross, 1911; Ross, 1915; Ross 1916a; Ross 1916b; Ross and Hadson, 1916). In the model to be used in this research, the relationship between the number of mosquitoes and humans was examined. This model is also called Malaria Ross model (Ross, 1915). After these studies, many articles were published about the latent infection period of malaria in humans (Macdonald, 1957; Aron and May, 1982; Dietz, 1988; Aron, 1988; Anderson and May, 1991). In recent years, Ngwa and Shu have investigated the dynamics of the model (Ngwa and Shu, 2000; Ngwa, 2004). Chitnis (2005), on the other hand, has studied the spread of malaria.

Mandal et al. (2011) conducted a study in which all the mathematical models of malaria have been found. In addition to these articles, studies on discretization and stability analysis for different malaria models have also gained importance in recent years (Elsheikh et al., 2014; Nyang'inja, 2019).

In this study, the Malaria Ross model has been discussed and its dynamics have been investigated. The Malaria Ross model for these dynamics is expressed as a new type of equation, with Distributed order differential equations. The main purpose for us to create the distributed order of the Malaria Ross model and reach its solution in this way is that, this type of equation is a general state of ordinary and fractional differential equations. The most important factor that provides generalization is that this type of equation contains a density function. Selection of density function provides interpretation capability for both ordinary equations, fractional equations, and different situations. For example, with the selection $u(\alpha)=1$, the differential equation of the distributed order becomes fractional-order differential equations.

Distributed order differential equations have been defined and developed by Caputo (1969; 1995; 2001; 2003). This type of equation defined by Caputo has gained importance afterward and was used in fractional order systems by Hartley and Lorenzo (2003). Bagley and Torvik (2000a; 2000b) worked on the existence and solution of distributed order differential equations. Distributed order differential equations which have gained more importance with these research studies have been studied and researched by many researchers in subjects such as analytical solutions, numerical solutions, and stability analysis (Diethelm and Ford, 2009; Katsikadelis, 2014; Li and Wu, 2016; Aminikhah et al., 2013; Luchko, 2009).

With $\alpha \in (r_1, r_2)$ let $\int_{r_1}^{r_2} u(\alpha) = l > 0$, D_t^α be the fractional derivative operator and $g(t)$ be a function that can be chosen as a Caputo or Riemann Liouville fractional derivative. In this case, the distributed order equations and fractional derivative are respectively defined as (Caputo 1969),

$$D_t^{u(\alpha)} g(t) = \sum_{i=1}^n \alpha^i \int_{\tau_1}^{\tau_2} u_i(\alpha) D_t^{i-\alpha} g(t) d\alpha + \sum_{j=0}^n b_j g^j(t). \quad (1)$$

As stated in the previous explanations, with the solution of these types of differential equations, information about the solutions of more than one type of differential equations can be obtained (Caputo, 1995; Caputo, 2001).

Another important definition for discretization of the model after the definitions of distributed order differential equations required is the approximate Grünwald-Letnikov derivative formula. This formula can be defined as follows (Meerschaert and Tadjeran, 2004),

$$D_{GL}^{\alpha}g(t) = \lim_{v \rightarrow 0} v^{-\alpha} \sum_{i=0}^n (-1)^i \binom{\alpha}{i} g(t - iv). \quad (2)$$

If necessary arrangements are made in this formula due to its ease of use, the equation

$$D_t^{\alpha}g(t) = \sum_{i=0}^n p_i^{\alpha} g(t_{n-r}), \quad n = 1, 2, 3, \dots, \frac{t - \alpha}{h} \quad (3)$$

is found for, $i = 1, 2, 3, \dots, n$, $p_i^{\alpha} = \left(1 - \frac{1+\alpha}{i}\right) p_{i-1}^{\alpha}$, $p_0^{\alpha} = h^{-\alpha}$ and h has been selected quite small (Dorciak, 1994).

In this article, we examine a new type of model, the distributed order, which expresses the relationship between the number of mosquitoes and the number of malaria cases in humans, as described by Ross (1911). Distributed order Malaria Ross model can be defined as follows,

$$D_t^{u(\alpha)} I^h = a b m I^m (1 - I^h) - r I^h, \quad (4)$$

$$D_t^{u(\alpha)} I^m = a c I^h (1 - I^m) - \mu_2 I^m, \quad (5)$$

where;

I^h = the time evolution of the infected classes in human,

I^m = the time evolution of the infected classes in mosquito,

a = Man biting rate [0.01-0.5] day⁻¹,

b = Proportion of bites that produce infection in human [0.2-0.5],

c = Proportion of bites by which one susceptible mosquito becomes infected [0.5],

m = Ratio of number of female mosquitoes to that of humans [0.5-40],

r = Average recovery rate of human [0.005-0.05] day⁻¹,

μ_2 = Per capita rate of mosquito mortality [0.05-0.5] day⁻¹.

The main purpose here is to understand the rate of progression and development of infected humans and mosquitoes. Knowing these advanced developments is very important to understand the dynamics of drugs on the disease. The most important problem for these dynamics is to know the effects of different factors and situations. Instead of finding such effects with different equation systems, Distributed order differential equations are used.

This article consists of four sections. In the first section, basic information and definitions about Malaria Ross model and Distributed order differential equations are given. Afterward, in this section, a new type of Malaria Ross model of distributed order is defined and its purpose of use is stated. In the second section, discretization of the given new type model is done with Nonstandard finite difference scheme (NSFD). In addition, equilibrium points of the discretized system are found in this section. In the third section, the stability analysis of the equilibrium points is made by substituting the parameter values. The numerical simulations of this system are also included. In the fourth and last section, there is the conclusion part of the outcomes.

MATERIALS AND METHODS

For discretization, the Nonstandard finite difference method defined by Mickens in 1989 was chosen (Mickens, 1989). If φ is considered a parameter and $\frac{dg}{dt} = H(\varphi, g)$ is considered the ordinary differential equation, the NSFD scheme is in the form below;

$$t \rightarrow t_n, \quad R(g) \rightarrow R(g_n), \quad g(t) \rightarrow g(t_n), \quad \frac{dg}{dt} \rightarrow \frac{g_{n+1} - g_n}{\phi}, \tag{6}$$

where ϕ : denominator function and $\frac{1-e^{-ch}}{c}$, h depends on the variable c which can be achieved with the help of the step range and the equilibrium point. The NSFD scheme can also be used in fractional order differential equations with the approximate Grünwald -Letnikov derivative formula expressed in the previous section (Mickens, 1994; Mickens, 2002; Ongun and Turhan, 2012; Ongun et al., 2013; Ongun and Arslan, 2018; Kocabiyyik et al., 2020).

If the distributed order Malaria Ross model which is expressed by Equations (4)-(5) is discretized with NSFD scheme, it takes the form:

$$\sum_{k=1}^T \frac{u(\alpha_k)}{T} \sum_{i=0}^{n+1} q_i^{\alpha_k} I_{n+1-i}^h = a b m I_n^m (1 - I_{n+1}^h) - r I_{n+1}^h \tag{7}$$

$$\sum_{k=1}^T \frac{u(\alpha_k)}{T} \sum_{i=0}^{n+1} q_i^{\alpha_k} I_{n+1-i}^m = a c I_n^h (1 - I_{n+1}^m) - \mu_2 I_{n+1}^m \tag{8}$$

In this discretized system for $i = 1, 2$ and for $0 < \alpha_k < 1$, $p_0^{\alpha_k} = (\phi_i(h))^{-\alpha_k}$. For the NSFD scheme, the denominator functions were chosen in the form:

$$\phi_1(h) = \frac{1 - e^{rh}}{r}, \quad \phi_2(h) = \frac{1 - e^{\mu_2 h}}{\mu_2}. \tag{9}$$

The left side of the discretized system can be arranged and for $i = 1, 2$ if the abbreviations $\sum_{k=1}^N \frac{u(\alpha_k)}{N} = K$ and $\sum_{k=1}^N \frac{u(\alpha_k)}{N} \phi_i(h) = L_i$ are used, the discretized form will be Equations (10)-(11),

$$I_{n+1}^h = \frac{a b m I_n^{m-K} (\sum_{i=1}^{n+1} q_i^{\alpha_k} I_{n+1-i}^h)}{((L_1)^{-\alpha_k} + a b m I_n^m + r)}, \tag{10}$$

$$I_{n+1}^m = \frac{a c I_n^{h-K} (\sum_{i=1}^{n+1} q_i^{\alpha_k} I_{n+1-i}^m)}{((L_2)^{-\alpha_k} + a c I_n^h + \mu_2)}. \tag{11}$$

In order to find the equilibrium point of Equations (10)-(11), the solutions of the equations:

$$I_n^h = \frac{a b m I_n^{m-K} v I_n^h}{((L_1)^{-\alpha_k} + a b m I_n^m + r)}, \tag{12}$$

$$I_n^m = \frac{a c I_n^h - K v I_n^m}{((L_2)^{-\alpha_k} + a c I_n^h + \mu_2)}, \tag{13}$$

are required, where $v = \sum_{i=1}^{n+1} q_i^{\alpha_k}$. There are two different situations for this solution. With these solutions, equilibrium points are found as;

$$E_1 = (I_n^h, I_n^m) = (0, 0), \tag{14}$$

$$E_2 = (I_n^h, I_n^m) = \left(\frac{a^2 b c m - K^2 v^2 - K v ((L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k + r + \mu_2}) - (L_1)^{-\alpha_k} (L_2)^{-\alpha_k} - (L_1)^{-\alpha_k} \mu_2 - (L_2)^{-\alpha_k} r - \mu_2 r}{a c ((L_1)^{-\alpha_k} + a b m + K v + r)}, \frac{a^2 b c m - K^2 v^2 - K v ((L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k + r + \mu_2}) - (L_1)^{-\alpha_k} (L_2)^{-\alpha_k} - (L_1)^{-\alpha_k} \mu_2 - (L_2)^{-\alpha_k} r - \mu_2 r}{a b m ((L_2)^{-\alpha_k} + a c + K v + \mu_2)} \right). \tag{15}$$

For the analysis of these equilibrium points, J Jacobian matrix of the discretized system is obtained in the following form:

$$J(I_{n+1}^h, I_{n+1}^m) = \begin{pmatrix} \frac{-K q_1^{\alpha_k}}{((L_1)^{-\alpha_k} + a b m I_n^m + r)} & \frac{a b m ((L_1)^{-\alpha_k} + r + K q_1^{\alpha_k} I_n^h)}{((L_1)^{-\alpha_k} + a b m I_n^m + r)^2} \\ \frac{a c ((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + K q_1^{\alpha_k} I_n^m)}{((L_2)^{-\alpha_k} + a c I_n^h + \mu_2)^2} & \frac{-K q_1^{\alpha_k}}{((L_2)^{-\alpha_k} + a c I_n^h + \mu_2)} \end{pmatrix}. \tag{16}$$

RESULTS AND DISCUSSION

In this section, the stability analysis of the obtained equilibrium points and numerical simulations of the discretized system will be given with the help of parameter values. For the simulations in this section, the parameters $a = 0.2 \text{ day}^{-1}$, $b = 0.5$, $c = 0.5$, $m = 20$, $r = 0.01 \text{ day}^{-1}$ and $\mu_2 = 0.12 \text{ day}^{-1}$ are used (Mandal et al., 2011).

Stability analysis of Distributed order Malaria-Ross Model

Lemma 3.1. Let the E point be the equilibrium point of the discretized system. In this case, the absolute values of all eigenvalues obtained when substituted in the Jacobian matrix must be less than 1 in order for the equilibrium point to be stable. Otherwise, if the absolute value of at least one eigenvalue is not less than 1, the equilibrium point is not stable (Dimitrov and Kojouharov, 2007; Dimitrov and Kojouharov, 2008).

In some special cases, it is not possible to obtain eigenvalues in the stability analysis section in terms of processing difficulty. When such a situation is encountered, the criteria developed by Schur-Cohn can be used. These criteria, also called Jury Conditions, depend on the coefficients of the characteristic equation obtained from the matrix. For the definition of Jury Conditions, if we consider the characteristic polynomial $P(\lambda) = \lambda^2 + a_1\lambda + a_0$,

- i) $1 + a_1 + a_0 > 0$,
- ii) $1 - a_1 + a_0 > 0$,
- iii) $|a_0| < 1$,

if the conditions are satisfied, the equilibrium point is asymptotically stable (Dimitrov and Kojouharov, 2007).

Theorem 3.2. The equilibrium point E_1 is locally asymptotically stable if the following condition is satisfied, if not unstable.

$$\left| \frac{-1}{2} (q_1^{\alpha_k} K [(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] \right| + \left| \frac{a^2 b c m (4(L_1)^{-\alpha_k} (L_2)^{-\alpha_k} + 4(L_1)^{-\alpha_k} \mu_2 + (L_1)^{-\alpha_k} (L_2)^{-\alpha_k} r + 4\mu_2 r) + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2 ((L_1)^{-\alpha_k} - (L_2)^{-\alpha_k})^2}{-2(L_1)^{-\alpha_k} \mu_2 + 2(L_1)^{-\alpha_k} r + 2(L_2)^{-\alpha_k} \mu_2 - 2(L_2)^{-\alpha_k} r + (\mu_2 - r)^2} \right| < |((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)|,$$

Proof

If equilibrium point E_1 is placed in the Jacobian matrix:

$$J(I_{n+1}^h, I_{n+1}^m) = \begin{pmatrix} \frac{-K q_1^{\alpha_k}}{(L_1)^{-\alpha_k} + r} & \frac{a b m}{(L_1)^{-\alpha_k} + r} \\ \frac{a c}{(L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2} & \frac{-K q_1^{\alpha_k}}{(L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2} \end{pmatrix}.$$

If the determinant $|J - \lambda I| = 0$ is used in this obtained Jacobian matrix, the characteristic equation will be found as follows:

$$P(\lambda) = \lambda^2 + \left(\frac{q_1^{\alpha_k} K [(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r]}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)} \right) \lambda + \left(\frac{-a^2 b c m + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)} \right) = 0.$$

With the solution of the characteristic polynomial, the eigenvalues are as follows;

$$\lambda_1 = \frac{-\frac{1}{2}(q_1^{\alpha_k} K[(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] - \sqrt{a^2bcm(4(L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k} + 4(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + (L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k}r + 4\mu_2r) + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2((L_1)^{-\alpha_k} - (L_2)^{-\alpha_k})^2 - 2(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + 2(L_1)^{-\alpha_k}r + 2(L_2)^{-\alpha_k}\mu_2 - 2(L_2)^{-\alpha_k}r + (\mu_2 - r)^2}}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)},$$

$$\lambda_2 = \frac{-\frac{1}{2}(q_1^{\alpha_k} K[(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] + \sqrt{a^2bcm(4(L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k} + 4(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + (L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k}r + 4\mu_2r) + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2((L_1)^{-\alpha_k} - (L_2)^{-\alpha_k})^2 - 2(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + 2(L_1)^{-\alpha_k}r + 2(L_2)^{-\alpha_k}\mu_2 - 2(L_2)^{-\alpha_k}r + (\mu_2 - r)^2}}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)}.$$

Because of the stability condition expressed in Lemma 3.1, the absolute values of the eigenvalues must be less than 1. Then the following conditions must be satisfied:

$$\left| \frac{-\frac{1}{2}(q_1^{\alpha_k} K[(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] - \sqrt{a^2bcm(4(L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k} + 4(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + (L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k}r + 4\mu_2r) + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2((L_1)^{-\alpha_k} - (L_2)^{-\alpha_k})^2 - 2(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + 2(L_1)^{-\alpha_k}r + 2(L_2)^{-\alpha_k}\mu_2 - 2(L_2)^{-\alpha_k}r + (\mu_2 - r)^2}}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)} \right|$$

< 1,

$$\left| \frac{-\frac{1}{2}(q_1^{\alpha_k} K[(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] + \sqrt{a^2bcm(4(L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k} + 4(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + (L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k}r + 4\mu_2r) + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2((L_1)^{-\alpha_k} - (L_2)^{-\alpha_k})^2 - 2(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + 2(L_1)^{-\alpha_k}r + 2(L_2)^{-\alpha_k}\mu_2 - 2(L_2)^{-\alpha_k}r + (\mu_2 - r)^2}}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)} \right|$$

< 1.

In this case, the equilibrium point E_1 is locally asymptotically stable, provided the following condition is satisfied.

$$\left| \frac{-1}{2}(q_1^{\alpha_k} K[(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] \right| + \left| \frac{a^2bcm(4(L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k} + 4(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + (L_1)^{-\alpha_k}(L_2)^{-\alpha_k}r + 4\mu_2r) + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2((L_1)^{-\alpha_k} - (L_2)^{-\alpha_k})^2 - 2(L_1)^{-\alpha_k}\mu_2 + 2(L_1)^{-\alpha_k}r + 2(L_2)^{-\alpha_k}\mu_2 - 2(L_2)^{-\alpha_k}r + (\mu_2 - r)^2}{((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)} \right| < |((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2)|.$$

Remark 3.3 In addition, stability analysis can be found using the denominator function. For this analysis, let $((L_1)^{-\alpha_k} + r)((L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2) = k_1$, $q_1^{\alpha_k} K[(L_1)^{-\alpha_k} + (L_2)^{-\alpha_k} + \mu_2 + r] = U$ and $-a^2bcm + (q_1^{\alpha_k})^2 K^2 = V$. We need to find the constants D_{E_1} , which must satisfy the Jury Conditions for all $0 < k_1 < D_{E_1}$. For this reason, the characteristic function obtained as;

$$\lambda^2 + \left(\frac{U}{k_1}\right)\lambda + \left(\frac{V}{k_1}\right) = 0.$$

When the Jury conditions are examined;

i) $1 + a_1 + a_0 = 1 + \frac{U}{k_1} + \frac{V}{k_1} > 0,$

$$\text{ii) } 1 - a_1 + a_0 = 1 - \frac{U}{k_1} + \frac{U}{k_1} > 0.$$

So, D_{1E_1} can be chosen as below:

$$D_{1E_1} \begin{cases} \sqrt{|V|}, & U = 0 \\ \min \left(\left| U, \frac{\sqrt{|V|}}{|U|} \right| \right), & \text{otherwise.} \end{cases}$$

$$\text{iii) } |a_0| = \left| \frac{V}{k_1} \right| < 1.$$

With this iii condition D_{2E_1} is selected as $\sqrt{|V|}$. So, if $k_1 < \min(D_{1E_1}, D_{2E_1})$, then the Jury conditions are satisfied and E_1 is locally asymptotically stable.

Remark 3.4 Analysis for equilibrium point E_2 contains quite complex operations. For this reason, the stability of the E_2 point has been investigated with the Schur-Cohn test.

After this information, if it is desired to examine the stability with the help of Jury condition criteria, by writing the $E_1 = (I_n^h, I_n^m) = (0,0)$ equilibrium point in its place in the Jacobian matrix,

$$J(I_{n+1}^h, I_{n+1}^m) = \begin{pmatrix} 0.00109 & 1.25399 \\ 0.05865 & 0.00102 \end{pmatrix} \text{ with } |J - \lambda I| = 0, \text{ eigenvalues are found in the form, } \lambda_1 = 0.27226, \lambda_2 = -0.27013.$$

In this case, with Lemma 3.1, E_1 equilibrium point locally asymptotically stable. On the other hand, the characteristic equation of the system is obtained as, $P(\lambda) = \lambda^2 + a_1\lambda + a_0$, and the coefficients are in the form $a_1 = -0.00212, a_0 = -0.07354$. According to the Jury criteria

$$\text{i) } 1 + a_1 + a_0 = 0.92432 > 0,$$

$$\text{ii) } 1 - a_1 + a_0 = 0.92857 > 0,$$

$$\text{iii) } |a_0| = 0.07354 < 1,$$

all conditions are satisfied and this will lead to E_1 equilibrium point is locally asymptotically stable.

Like E_1 equilibrium point analysis, by writing the E_2 equilibrium point in its place in the Jacobian matrix, $J(I_{n+1}^h, I_{n+1}^m) = \begin{pmatrix} -0.00001 & 0.00068 \\ 0.00001 & -0.00001 \end{pmatrix}$ with $|J - \lambda I| = 0$, eigenvalues are found in the form,

$\lambda_1 = 0.00009, \lambda_2 = -0.00013$. So, E_2 equilibrium point locally asymptotically stable. Again, if the Jury conditions are controlled, coefficients are found in the form, $a_1 = 0.00003, a_0 = -0.12870 \cdot 10^{-7}$,

$$\text{i) } 1 + a_1 + a_0 = 1.00003 > 0,$$

$$\text{ii) } 1 - a_1 + a_0 = 0.99996 > 0,$$

$$\text{iii) } |a_0| = 0.12870 \cdot 10^{-7} < 1,$$

as seen all Jury conditions are satisfied therefore E_2 equilibrium point is locally asymptotically stable.

Numerical Simulations

Using the parameters given at the beginning of the section, in Figure 1, the effect of different $u(\alpha)$ density functions on the solutions is seen when $h = 0.01$ and $\alpha = 1$. As can be seen in this figure, it is easier to determine the dynamics of the disease with different $u(\alpha)$ selection.

In Figure 2, when $u(\alpha) = \alpha$ and $\alpha = 1$, the effect of the solutions is examined by changing the step size, that is, the h value. Here, the difference in the solutions of choosing the different h values is seen. Finally, in Figure 3, if $u(\alpha) = \alpha$ and $h = 0.01$, this time the effect on the solutions is seen by changing the α values. After these graphics, in Table 1, CPU times are compared for numerical methods. As seen in Table 1, we can say that the numerical methods evaluated among themselves are not very different. The qualitative results of the Malaria Ross model for different time step sizes are given in Table 2.

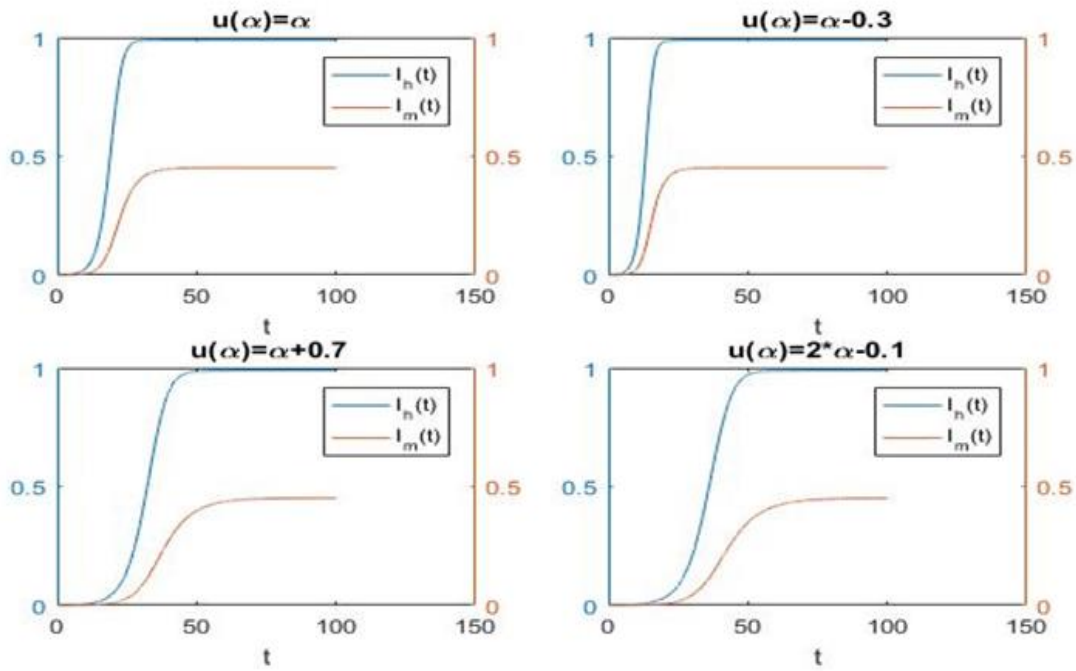


Figure 1. Different $u(\alpha)$ solutions for Malaria Ross model ($h = 0.01, \alpha = 1$)

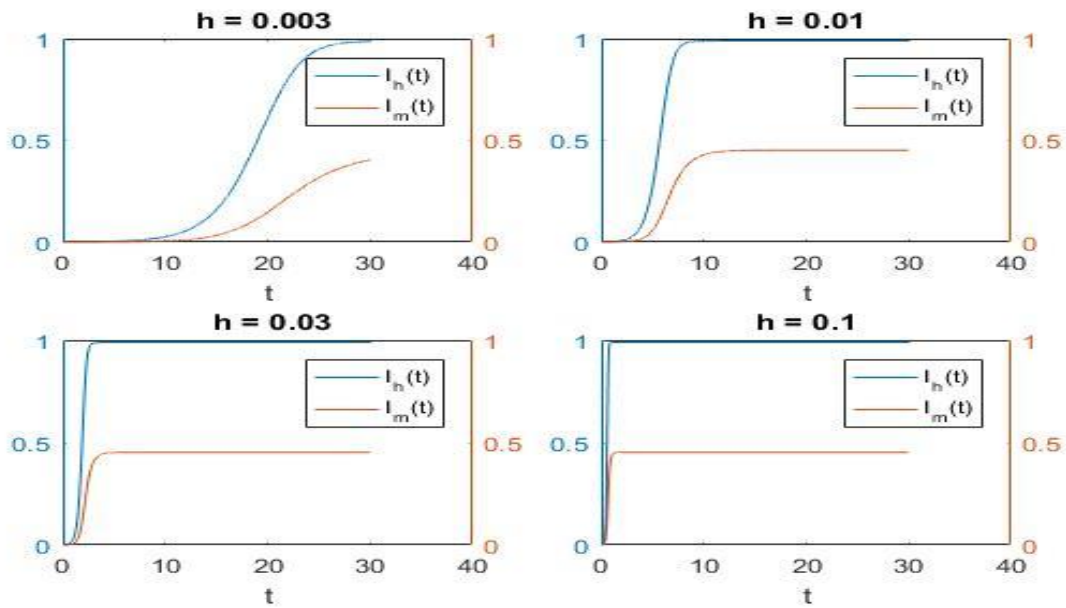


Figure 2. Different h solutions for Malaria Ross model ($u(\alpha) = \alpha, \alpha = 1$)

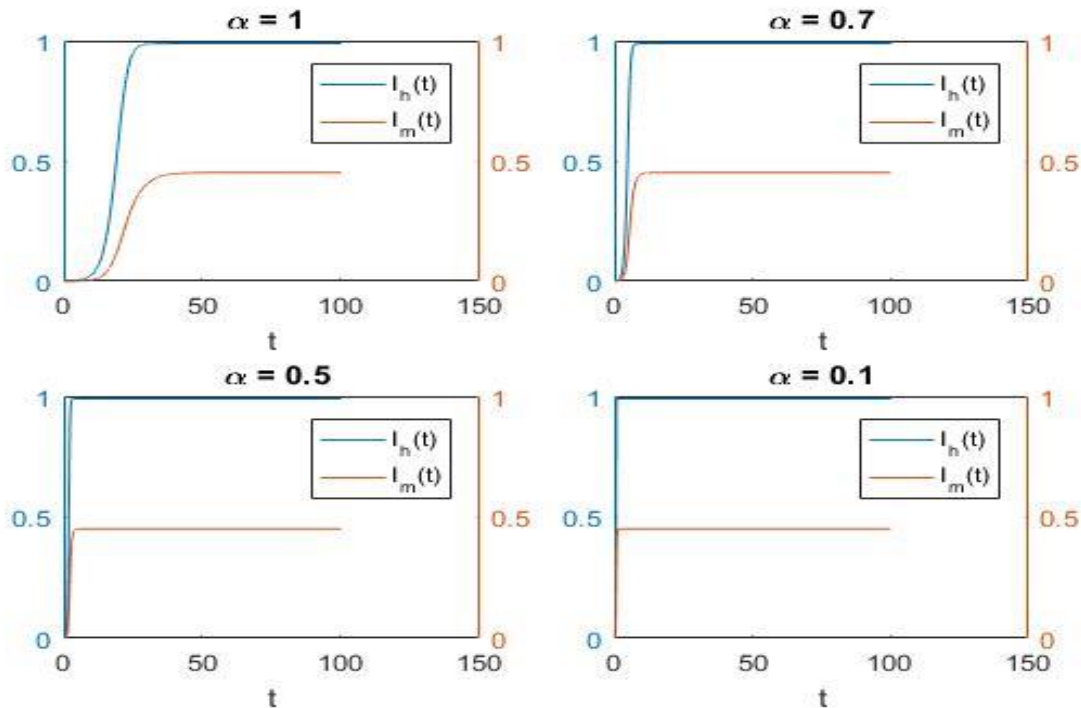


Figure 3. Different α solutions for Malaria Ross model ($u(\alpha) = \alpha, h = 0.01$)

Table 1. CPU Times (seconds) for $u(\alpha) = \alpha, h = 0.01$

α	Theta Method	NSFD
0.1	0.6320	0.6555
0.3	0.5416	0.6233
0.8	0.5595	0.5535
1	0.7010	0.6014

Table 2. Qualitative results for different time step sizes h in Malaria Ross model with $u(\alpha) = \alpha, \alpha = 1$

h	Theta Method	Runge Kutta	NSFD
0.00001	Convergence	Convergence	Convergence
0.0001	Convergence	Convergence	Convergence
0.001	Convergence	Convergence	Convergence
0.01	Convergence	Convergence	Convergence
0.1	Convergence	Convergence	Convergence
1	Convergence	Convergence	Convergence
2	Divergence	Divergence	Convergence
3	Divergence	Divergence	Convergence

CONCLUSION

In this study, the mathematical model of Malaria developed by Ross is defined by distributed order differential equations. The dynamics of the Malaria Ross model have been investigated using the density function included in the distributed order differential equations. In this way, the acts of the model can be interpreted under different conditions. Thanks to this interpretation, the effects of the disease on people can be predicted clearly and the use of drugs can be determined accordingly. In addition, it is seen that these solutions which stability analysis is performed, are also mathematically reliable. It has been seen that distributed order differential equations can be used not only for the Malaria Ross model but also for many endemic models and they are very useful in the interpretation phase.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by the Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) with the 2211-E Program. I am also grateful for the exceptional support of my supervisor, Prof. Dr. Mevlüde YAKIT ONGUN.

Conflict of Interest

The author declares that there is no conflict of interest.

REFERENCES

- Aminikhah H, Refahi A, Rezazadeh H, 2013. Stability analysis of distributed order fractional Chen system. *The Scientific World Journal*, 2013.
- Anderson RM, May RM, 1991. *Infectious diseases of humans: dynamics and control* London: Oxford University Press.
- Aron JL, 1988. Mathematical modeling of immunity to malaria. *Math Bioscience*, 90: 385-396.
- Aron JL, May RM, 1982. The population dynamics of malaria. In *Population Dynamics of Infectious Disease*. Edited by: Anderson RM. London: Chapman and Hall, pp. 139-179.
- Bagley RL, Torvik PJ, 2000 a. On the existence of the order domain and the solution of distributed order equations-Part I. *International Journal of Applied Mathematics*, 2(7): 865-882.
- Bagley RL, Torvik PJ, 2000b. On the existence of the order domain and the solution of distributed order equations-Part II. *International Journal of Applied Mathematics*, 2(8): 965-988.
- Caputo M, 1969. *Elasticita e dissipazione*. Zanichelli.
- Caputo M, 1995. Mean fractional-order-derivatives differential equations and filters. *Annali dell'Universita di Ferrara*, 41(1): 73-84.
- Caputo M, 2001. Distributed order differential equations modelling dielectric induction and diffusion. *Fractional Calculus and Applied Analysis*, 4(4): 421-442.
- Caputo M, 2003. Diffusion with space memory modelled with distributed order space fractional differential equations. *Annals of Geophysics*.
- Chitnis N, 2005. Using mathematical models in controlling the spread of malaria. PhD thesis University of Arizona, Program in Applied Mathematics.
- Diethelm K, Ford NJ, 2009. Numerical analysis for distributed-order differential equations. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 225(1): 96-104.
- Dietz K, 1988. Mathematical models for transmission and control of malaria. In *Principles and Practice of Malariology*. Edited by: Wernsdorfer W, McGregor Y. Edinburgh: Churchill Livingstone, pp. 1091-1133.
- Dimitrov DT, Kojouharov HV, 2007. Nonstandard numerical methods for a class of predator-prey models with predator interference. *Electronic Journal of Differential Equations (EJDE)* pp. 67-75.
- Dimitrov DT, Kojouharov HV, 2008. Nonstandard finite-difference methods for predator-prey models with general functional response. *Mathematics and Computers in Simulation*, 78(1): 1-11.
- Dorciak L, 1994. Numerical models for simulation the fractional-order control systems, UEF-04-94, The Academy of Sciences, Institute of Experimental Physics, Kosiice, Slovak Republic.
- Elsheikh S, Ouifki R, Patidar KC, 2014. A non-standard finite difference method to solve a model of HIV Malaria co-infection. *Journal of Difference Equations and Applications*, 20(3): 354-378. doi: 10.1080/10236198.2013.821116.
- Hartley TT, Lorenzo CF, 2003. Fractional-order system identification based on continuous order-distributions. *Signal processing*, 83(11): 2287-2300.

- Katsikadelis JT, 2014. Numerical solution of distributed order fractional differential equations. *Journal of Computational Physics*, 259: 11-22.
- Kocabiyyik M, Özdoğan N, Ongun MY, 2020. Nonstandard Finite Difference Scheme for a Computer Virus Model. *Journal of Innovative Science and Engineering (JISE)*, 4(2): 96-108.
- Li XY, Wu BY, 2016. A numerical method for solving distributed order diffusion equations. *Applied Mathematics Letters*, 53: 92-99.
- Luchko Y, 2009. Boundary value problems for the generalized time-fractional diffusion equation of distributed order. *Fractional Calculus and Applied Analysis*, 12 (4): 409-422.
- Macdonald G, 1957. *The epidemiology and control of malaria* London: Oxford University Press.
- Mandal S, Sarkar RR, Sinha S, 2011. Mathematical models of malaria-a review. *Malaria journal*, 10(1): 1-19.
- Meerschaert MM, Tadjeran C, 2004. Finite difference approximations for fractional advection–dispersion flow equations. *Journal of computational and applied mathematics*, 172(1): 65-77.
- Mickens RE, 1989. Exact solutions to a finite-difference model of a nonlinear reaction-advection equation: Implications for numerical analysis. *Numerical Methods for Partial Differential Equations*, 5(4): 313-325.
- Mickens RE, 1994. *Nonstandard finite difference models of differential equations*. World scientific.
- Mickens RE, 2002. Nonstandard finite difference schemes for differential equations. *Journal of Difference Equations and Applications*, 8(9): 823-847.
- Ngwa GA, 2004. Modelling the dynamics of endemic malaria in growing populations. *Discrete Contin Dyn System- Ser B*, 4: 1173-1202.
- Ngwa GA, Shu WS, 2000. A mathematical model for endemic malaria with variable human and mosquito populations. *Math Comput Model*, 32: 747-763.
- Nyang'inja R, Lawi G, Okongo M, Orwa A, 2019. Stability analysis of Rotavirus-malaria co-epidemic model with vaccination. *Dyn. Syst. Appl*, 28: 371-407.
- Ongun MY, Arslan D, 2018. Explicit and Implicit Schemes for Fractional orders Hantavirus Model. *Iranian Journal of Numerical Analysis and Optimization*, 8(2): 75–93.
- Ongun MY, Arslan D, Garrappa R, 2013. Nonstandard finite difference schemes for a fractional-order Brusselator system. *Advances in Difference equations*, 2013(1), 1-13.
- Ongun MY, Turhan I, 2012. A numerical comparison for a discrete HIV infection of CD4+ T-Cell model derived from nonstandard numerical scheme. *Journal of Applied Mathematics*, 2013.4.
- Ross R, 1911. *The prevention of malaria* London: John Murray.
- Ross R, 1915. Some a priori pathometric equations. *Br Med J*, 1: 546-447.
- Ross R, 1916. An application of the theory of probabilities to the study of a priori pathometry- I. *Proc R Soc*, A92: 204-230.
- Ross R, 1916. An application of the theory of probabilities to the study of a priori pathometry- II. *Proc R Soc*, A93: 212-225.
- Ross R, Hudson HP, 1916. An application of the theory of probabilities to the study of a priori pathometry- III. *Proc R Soc*, A93: 225-240.
- WHO, 2017. Diarrhoeal disease fact sheet. World Health Organization.

Atf İçin: Atabay Dingil MN, İşgör MM, 2022. *In Vitro* Hepatik Oksidatif Hasarda Karvakrolün Etkinliğinin Araştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1034-1044.

To Cite: Atabay Dingil MN, İşgör MM, 2022. Investigation of the Efficacy of Carvacrol in *In Vitro* Hepatic Oxidative Damage. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1034-1044.

***In Vitro* Hepatik Oksidatif Hasarda Karvakrolün Etkinliğinin Araştırılması**

Meryem Nur ATABAY DİNGİL¹, Mehmet Mustafa İŞGÖR^{1*}

ÖZET: Nonalkolik karaciğer yağlanması (NAFLD) karaciğerde, özellikle trigliserit olmak üzere yağ birikimi ile karakterize, yaygın görülen bir hastalıktır. Hastalığın tedavisinde araştırmalar, doğal kaynaklardan elde edilen antioksidan moleküllere yoğunlaşmıştır. Bu bağlamda çalışmamızda, kekiğin etken maddesi karvakrolün in vitro hepatoprotektif etkinliği araştırılmıştır. Araştırmamızda materyal olarak insan hepatosit hücre hattı (HepG2, ATCCHB-8065) kullanılmıştır. Deneme grupları kontrol (K), palmitat eklenen grup (P), karvakrol eklenen grup (C) ve palmitat ile birlikte karvakrol eklenen grup (+C) olarak tasarlanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda palmitat (150, 300 ve 450 µM) ve karvakrol (1, 5, 10 ve 50 µM) 24 saat sürelerle hücrelere uygulanarak etkin konsantrasyon tespitleri MTT viyabilite testi ile ortaya konulmuştur. Hücrelerden elde edilen lizatlardan hücre içi glutatyon ve nitrit düzeyi spektrofotometrik olarak analiz edilmiştir. Yine bu örneklerdeki aldoz redüktaz düzeyleri (AR) ELISA metoduyla araştırılmıştır. Çalışmadan elde edilen viyabilite verilerine göre, palmitatın 300 µM konsantrasyonunun kontrole göre % 45 oranında hücre kayıplarına neden olduğu, karvakrolün 5 µM konsantrasyonunun hücrelere uygulanımıyla bu kayıpların % 41 oranında önlediği tespit edilmiştir. Çalışmada palmitat ve karvakrolün GSH düzeyinde önemli bir değişiklik oluşturmadığı ancak NO düzeylerini anlamlı düzeyde azalttığı tespit edilmiştir. Yine hücre içi AR protein düzeyini palmitat arttırırken, karvakrolün bu artışı % 1.7 oranında önlediği belirlenmiştir. Tüm bu veriler doğrultusunda karvakrolün nonalkolik steatozis gibi yağlanmaya bağlı karaciğer hastalıklarında potansiyel bir etken madde olarak düşünülebileceği kanısına varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Nonalkolik karaciğer yağlanması, palmitat, karvakrol, oksidatif stres, aldoz redüktaz

Investigation of the Efficacy of Carvacrol in *In Vitro* Hepatic Oxidative Damage

ABSTRACT: Non-alcoholic fatty liver disease (NAFLD); is a common disease characterized by accumulation of fat in the liver, especially triglycerides. Research in the treatment of the disease has focused on antioxidant molecules derived from natural sources. In this context, hepatoprotective effect of carvacrol has been tried to be demonstrated by in vitro experiments. Human hepatocyte cell line (HepG2, ATCCHB-8065) was used in the study. Experimental groups were designed as control (K), palmitate added group (P), carvacrol added group (C) and palmitate and carvacrol added group (+ C). Different concentrations of palmitate (150, 300 and 450 µM) and carvacrol (1, 5, 10 and 50 µM) were applied to the cells for 24 hours and effective concentration determinations were determined by MTT viability test. Intracellular glutathione and nitrite levels were analyzed spectrophotometrically from lysates obtained from cells. Besides, aldose reductase levels (AR) in these samples were investigated by ELISA method. According to the viability data obtained from the study, it was found that 300 µM concentration of palmitate caused 45% cell losses compared to the control, and 5 µM concentration of carvacrol prevented 41% of these cell losses. In this study, palmitate and carvacrol did not produce a significant change in GSH levels but it significantly reduced NO levels. In addition, palmitate increased intracellular AR protein level, while carvacrol inhibited this increase by 1.7%. According to all these data, it was concluded that carvacrol can be considered as a potential active agent in fatty liver diseases such as nonalcoholic fatty liver disease.

Keywords: Nonalcoholic fatty liver disease, palmitate, carvacrol, oxidative stress, aldose reductase

¹ Meryem Nur ATABAY DİNGİL ([Orcid ID: 0000-0001-7940-3213](https://orcid.org/0000-0001-7940-3213)), Mehmet Mustafa İŞGÖR ([Orcid ID: 0000-0002-1729-4717](https://orcid.org/0000-0002-1729-4717)), Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi, Veteriner Fakültesi, Biyokimya Anabilimdalı, Hatay, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mehmet Mustafa İŞGÖR, e-mail: mmisgor@gmail.com

Bu çalışma Meryem Nur ATABAY DİNGİL'in Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir (Tez No:590490, Yıl 2019).

GİRİŞ

Nonalkolik karaciğer yağlanması (NAFLD); genetik bozukluklar dışında temelde enerji alımı ve fiziksel hareketsizliğin sebep olduğu, obezite, insülin direnci ve diğer metabolik komplikasyonlarla yakından ilişkili steatohepatit ile karakterize bir hastalıktır. Steatohepatitin oluşum mekanizması tam olarak aydınlatılamamasına rağmen, akut inflamasyon ve oksidatif stresin hastalığın ilerlemesini tetiklediği bilinmektedir.

Karaciğer dokusu enerji metabolizmasında, özellikle glukoz ve lipid homeostazında büyük bir rol oynar. Özellikle tip II diabetes mellitus (T2DM) olan diyabetin, genellikle hepatik steatoz veya NAFLD gelişmesine yol açabilecek, hepatik trigliserit birikimi ile ilişkili olduğu bilinmektedir (Cusi, 2009; Xu ve ark., 2009). NAFLD, insülin direnciyle yakından ilişkilidir ve metabolik sendromun hepatik belirtisi olarak kabul edilmektedir (Marchesini ve ark., 2001; Kotronen ve Yki-Jarvinen, 2008). Hipertansiyon ve hipertrigliseridemi NAFLD ile bağlantılıdır ve son çalışmalar bunun kardiyovasküler hastalıklar için bir risk faktörü olduğunu göstermektedir (Assy ve ark., 2000; Donati ve ark., 2004; Ekstedt ve ark., 2006; Targher, 2007).

İki anahtar enzimden oluşan polyol yolağı, aldoz redüktaz (AR) ve sorbitol dehidrogenazdan (SDH) oluşur ve bu enzimler çeşitli diyabetik komplikasyonların patogeneğinde rol oynamaktadır. Bu baypas yolunda, koenzim nikotinamid adenin dinükleotid fosfat (NADPH)'ın indirgenmiş formuna (NADP) eş zamanlı oksidasyonu ile birlikte AR tarafından glukoz sorbitole dönüştürülür. Daha sonrasında ise sorbitol dehidrogenaz (SDH) enzimi sorbitol'ü fruktoza dönüştürür. Aldoz redüktaz enziminin diyabet ve diğer hastalıkların yanı sıra, karaciğer hastalıklarında da lipid homeostazisi, hepatit ve fibrozis gelişimiyle ilişkili olduğu birçok çalışmada rapor edilmiştir (Brown ve ark., 2005; Qiu ve ark., 2012). Yapılan çalışmaların birçoğunda, AR enzim inhibisyonunun NAFLD patogenezinin önlenmesinde yararlı olabileceği öngörülmektedir (Ekstedt, 2006).

Karvakrol, 5-izopropil-2-metilfenolün kimyasal adı ile monoterpenik bir fenoldür. Timol ile izomerik olan bu organik bileşik, thymus, kekik, coridothymus, thymbra, satureja ve lippia dahil olmak üzere çok sayıda aromatik esansiyel yağ üreten bitki türlerinde bol miktarda üretilmektedir (Suntres ve ark., 2015). Klinik uygulamalarda potansiyel kullanımı için karvakrolün biyolojik ve farmakolojik özelliklerini belirleyen önemli araştırmalar yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda karvakrolün antioksidan (Guimarães ve ark., 2010; Aristatile ve ark., 2011), antibakteriyel (Du ve ark., 2008), antitümör (Fan ve ark., 2015), anti-enflamatuar (Lima ve ark., 2013), asetilkolin esteraz (AChE) inhibisyonu (Jukic ve ark., 2007), hepatotoksik (Yin ve ark., 2012) ve hepatoprotektif (Mohseni ve ark., 2019) gibi çeşitli biyoaktiviteleri olduğu belirtilmiştir.

Bu bağlamda çalışmamızda, *in vitro* karaciğer hücrelerinde palmitat uyarımlı hasarın önlenmesinde, yöremiz florasının baskın türlerinden olan kekiğin antioksidan bileşiği karvakrolün etkinliğinin araştırılması amaçlanmıştır.

MATERYAL VE METOT

Hücre Kültürü

Araştırmada insan orijinli HepG2 karaciğer hücre hattı kullanılmıştır. Hücreler, polietilenimin (sodyum borat buffer içerisinde 0.2 mg/ml, pH 8.3) ile kaplı 25 cm² lik flasklarda ve içeriğinde %10 oranında ısı ile inaktif edilmiş fötal sıgır serumu (FBS), 2 mM L-glutamin ve penisilin/streptomisin/amfoterisin B karışımı bulunduran DMEM besi ortamında, 37°C, %5 CO₂ ve %95 hava bulunduran steril inkübatörde üretilmiştir. Hücreler flask tabanına % 80-90 oranında yayıldıklarında tripsinize (%0.025 Tripsin/EDTA) edilerek kaldırılıp 1:5 oranında pasajlanmıştır. Tripan mavisi boyası ile hücre sayımı mikroskop altında bir hemositometre yardımıyla belirlenmiştir. Daha sonra deneme

grupları için ihtiyaç duyulan hücre sayısı (4×10^5 hücre/kuyucuk) 24'lü pleytlere eklenerek çalışma başlatılmıştır. Deney grupları kontrol (K), palmitat uygulanan grup (P), karvakrol uygulanan grup (C) ve palmitat ile birlikte karvakrol uygulanan grup (+C) şeklinde düzenlenmiştir.

Viyabilite Testi

Çalışma Papachristou ve ark., (2013) uyguladığı metod takip edilerek gerçekleştirilmiştir. Bu metotta kısaca farklı konsantrasyonlarda karvakrol (1, 5, 10 ve 50 μM) ve palmitat (150, 300 ve 450 μM) hücrelere uygulanmasından 24 saat sonra hücre kuyucuklarındaki medium alınarak üzerlerine içerisinde 20 μL MTT ayırıcı (5 mg/ml PBS'te çözdürülmüş) bulunan 200 μL taze komple besiyeri eklenmiştir. Hücreler bu solüsyonla 90 dakika 37°C 'de inkübe edilmiş ve MTT kristalleri 100 μL 0.04 M HCL/isopropanol ile 15 d süreyle 37°C 'de çözdürülmüştür. Süre sonunda ependorflara alınan örnekler 12000 rpm ve $+4^\circ\text{C}$ 'de santrifüj edilerek ve 570 nm ışık dalga boyunda mikropleyt (μQuant ELISA reader) okuyucuda okutulup elde edilen değerler kaydedilmiştir.

Protein Düzeyleri Analizleri

Çalışmada AR protein düzeyi hazır ticari kit (Finetest, PRC) protokolü takip edilerek gerçekleştirilmiştir. Standartların absorpsiyon değerlerinden grafik çizilerek elde edilen formülasyonla numunelerin AR düzeyleri hesaplanmıştır. Elde edilen değerler ng/ml cinsinden verilmiştir.

Glutasyon (GSH) Analizi

Glutasyon (GSH) düzeylerinin ölçümü, Sedlak ve Lindsay (1968) metodunun takibiyle gerçekleştirilmiştir. Metodun prensibi, reaksiyona eklenen 5,5-ditiyobis-(2-nitrobenzoik asit) (DTNB)'in sülfidril grupları vasıtasıyla indirgenmesi ile 1 mol'lük sülfidri, 1 mol 2-nitro-5-merkaptobenzoik asite karşılık gelmesi esasına dayanmaktadır.

Nitrik oksit (NO) Düzeylerinin Belirlenmesi

Çalışmada nitrit düzeyleri, Cortas ve Wakid (1990)'ın uyguladığı Griess metodu ile spektrofotometrik olarak ortaya konulmuştur.

Hücre Görüntüleri

Karaciğer hücrelerine karvakrol ve palmitatın 24 saat süreyle uygulanımları sonucu hücre görüntüleri bir invert mikroskop (Olympus CK40, JP) ile 10x objektifiyle görüntülenmiştir.

İstatistiksel Metot

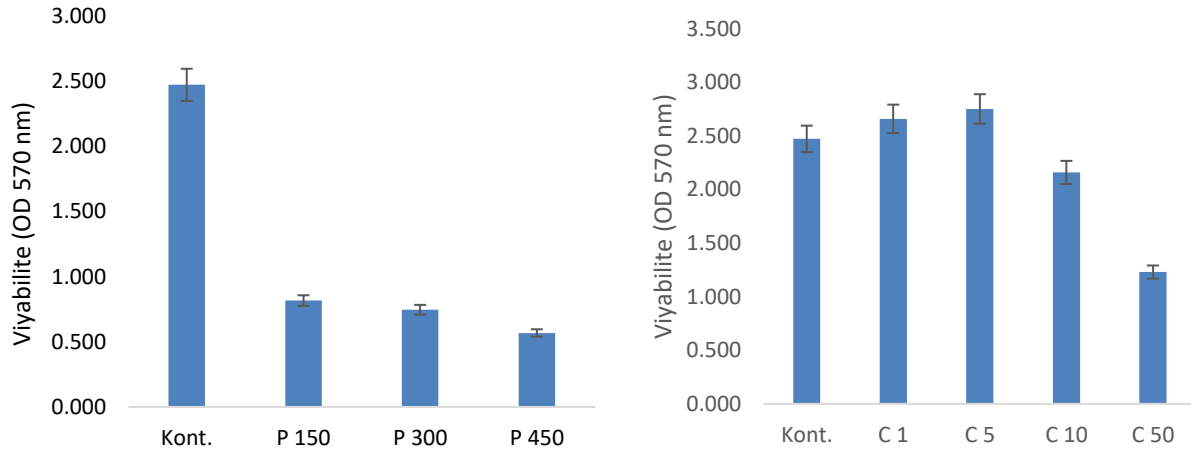
Araştırmada elde edilen veriler, SPSS 20.0 (Statistical Package for Social Sciences) programında, One-way ANOVA varyans analizi yöntemi kullanılarak yapılmıştır. Gruplar arasındaki istatistiksel farklar Duncan testi ile belirlenmiştir. Elde edilen verilerden $p < 0.05$ ve altı sonuçlar istatistiksel olarak önemli kabul edilmiştir. Değerler ortalama \pm standart hata (SE) şeklinde verilmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

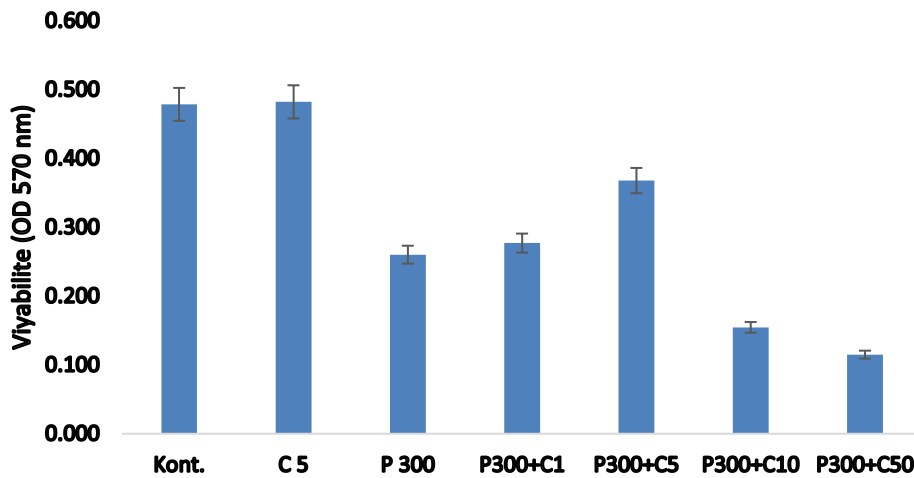
Karaciğer yağlanması terimi, karaciğer, steatoz, steatohepatit ve sirozun yağ infiltrasyonu ile karakterize geniş bir hastalık yelpazesini ifade eder (Chalasanı ve ark., 2012). NAFLD asemptomatik yapısı nedeniyle teşhis edilmesi zordur. Bitkisel kökenli doğal ürünlerin, önemli yan etkiler göstermeden hepatik lipid birikimini önlediği yaygın olarak bildirilmiştir. Bu nedenle, NAFLD tedavisinde bu bitkilerin değerlerinin değerlendirilmesi önemli bir araştırma alanı olmaya devam etmektedir. Son zamanlarda, sağlığa fayda sağlayabilecek ve refahı artıracak gıdalardaki fonksiyonel moleküllerle ilgili yapılan çalışmaların sayısı oldukça artmıştır (Abuajah ve ark., 2015).

Karvakrol (2-metil-5-izopropilfenol), Lamiaceae familyasının Thymus (Can Baser, 2008) gibi uçucu yağlarında bulunan çeşitli biyolojik ve farmakolojik özelliklere sahip doğal bir fenolik

monoterpendir (Bakır ve ark., 2016). Son zamanlarda yapılan bir çalışmada, sıçanlarda nano kapsüllenmiş ve nano emülsiyon formlarında karvakrol kullanımının zayıflatılmış tiyoasetamid (TAA) kaynaklı karaciğer hasarında etkili sonuçlar verdiği gösterilmiştir (Hussein ve ark., 2017). Araştırmamızda elde edilen verilere göre, hücre canlılığında kontrol grubuna göre palmitatın doz bağımlı olarak artış gösteren hücre kayıplarına neden olduğu tespit edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre hücre canlılık oranı, kontrol grubuna göre karvakrolün 1 ve 5 μ M konsantrasyonları artış gösterirken, 10 ve 50 μ M konsantrasyonlarında ise azalma göstermiştir. Bununla birlikte hücre ortamına palmitat uygulanımı sonrası karvakrol ilavesi yapılan grupta hücre kayıplarının anlamlı düzeyde önlendiği tespit edilmiştir.

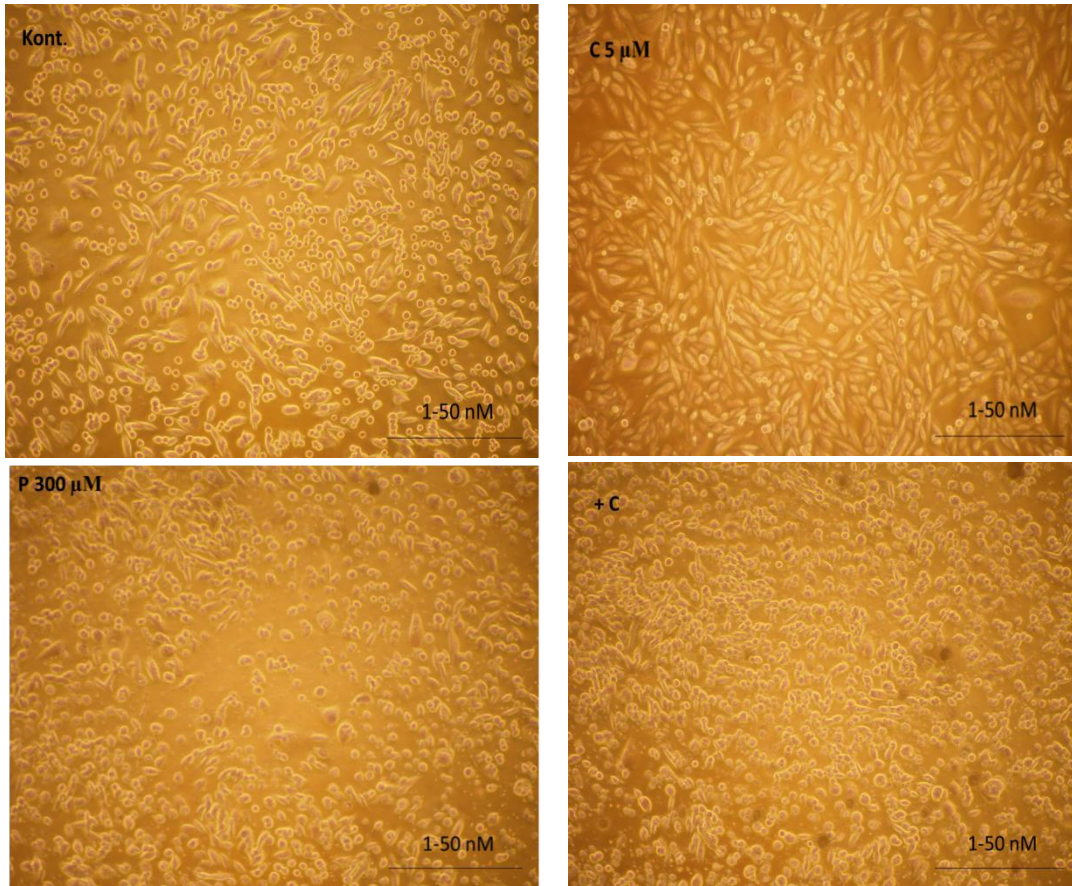


Şekil 1. Farklı konsantrasyonlardaki palmitate ve karvakrolün hücre canlılığı üzerine etkileri (24 saat)



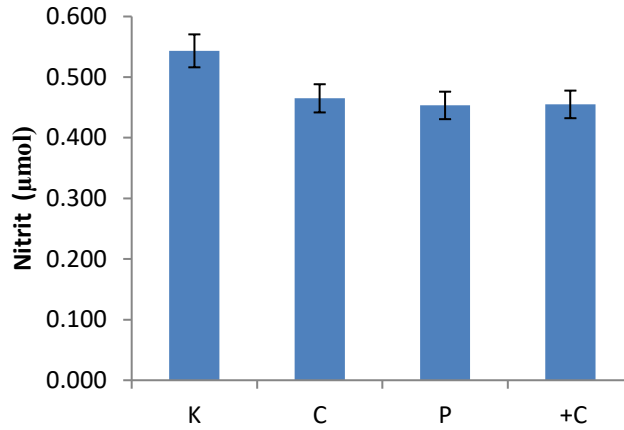
Şekil 2. Palmitat uygulanımı sonrası carvacrol uygulanan gruptaki hücre canlılığı (24 saat)

Ayrıca, çalışmadan alınan fotoğraf görüntülerinde, palmitatın 300 μ M konsantrasyonda hücrelere uygulanımı sonrası hücre sayılarının dramatik derecede azaldığı görülmüştür. Yine karvakrolün hücrelere 5 μ M uygulanımı sonrası hücre yoğunluğunun kontrol hücre görüntülerine kıyasla anlamlı derecede arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca, palmitatla birlikte karvakrol uygulanımının olduğu gruptaki hücre görüntüleriyle tek başına palmitat kullanılan gruptaki hücre görüntüleri karşılaştırıldığında, karvakrolün anlamlı düzeyde hücre kayıplarını önlediği görülmüştür.



Şekil 3. Gruplara etken madde uygulanımı sonrası elde edilen hücre görüntüleri (10x, skala bar 1-50 nm)

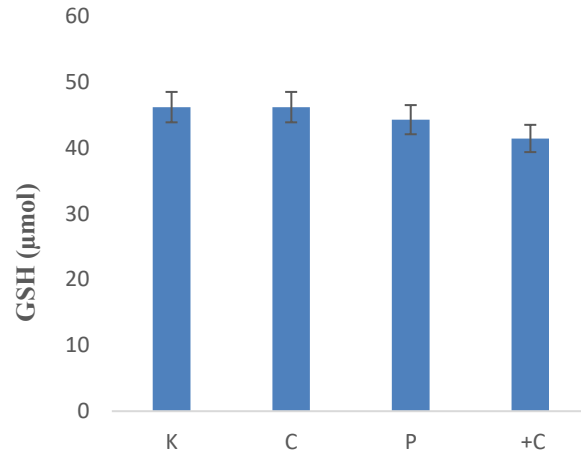
Nitrik oksit; nitrik oksit sentaz enzimlerinin aktivasyonu ile L- arjininden nitratın indirgenmesiyle üretilir (Hong ve ark., 2008). Nitrik oksitin endotel hücreleri, düz kas hücreleri, karaciğer hücreleri ve bağ doku hücreleri dahil olmak üzere birçok değişik hücre tiplerinde sitotoksik etki gösterdiği bilinmektedir. İnsülin direncinin artışı, NO üretimini atırır veya substrat tüketimine bağlı olarak NAFLD'nin başlangıç safhasındaki süperoksit ve hidroksil radikallerinin oluşumuna bağlı olarak inflamatuvar sitokinlerin salımına neden olabilir. Artan yangı sitokinleri hepatositlerde apoptozu tetikleyerek karaciğer hasarının ilerlemesine neden olur (Iwakiri ve ark., 2008). Son zamanlarda yapılan bir çalışmada NAFLD'nin erken aşamalarında, 6 hafta yüksek yağlı diyet verilen farelerde eNOS aktivitesinin azalması, oksidatif stress artışıyla ve NO biyoayarlanımının azaltılmasıyla ilişkilendirilmiştir. Bununla birlikte aynı araştırmada siklooksijenaz aktivitesi artışına bağlı olarak yangısal olmayan hepatik vasküler direnç veya fibröz gelişimi şekillenmiştir (Gonzalez-Paredes ve ark., 2016). Yaptığımız çalışmada, nitrit düzeyinin tek başına karvakrol eklenen grupta kontrole göre % 14 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Yalnızca palmitat eklenen grupta ise kontrole göre nitrit düzeyinin % 16 oranında azaldığı bulunmuştur. Bununla birlikte nitrit seviyesinin palmitatla birlikte carvacrol eklenen grupta, tek başına palmitat eklenen gruba göre önemsiz düzeyde arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 4. Hücrelere carvacrol ve palmitat uygulananın nitrit düzeyleri üzerine etkileri (24 saat)

Reaktif oksijen türleri (ROS) normal hücrel metabolizma sonucu canlı organizmalar tarafından üretilir. Düşük ila orta derecede konsantrasyonlarda, fizyolojik hücre işlemlerinde işlev görürler, ancak yüksek konsantrasyonlarda, lipidler, proteinler ve DNA gibi hücre bileşenlerinde ters modifikasyonlar oluştururlar ve bu durum oksidatif stres olarak adlandırılır. Oksidatif stresin birçok patolojik durumda rol oynadığı bilinmektedir. Oksidatif stres ve lipid peroksit seviyeleri NAFLD'li hastalarda artar ve NAFLD'de antioksidan enzim tüketimi veya oksidatif faktör üretimine yol açar (Jarukamjorn ve ark., 2016). Ayrıca, vücuttaki aşırı serbest radikaller NAFLD'li hastaların hemen hepsinde gözlenen sitotoksitate ile ilgili çeşitli proteinlerin anormal ekspresyonuna yol açarlar (Yeşilova ve ark., 2005). Bu nedenle, oksidatif stresin inhibisyonu, NAFLD'nin müdahalesi için önemli stratejilerden biridir (Spahis ve ark., 2017).

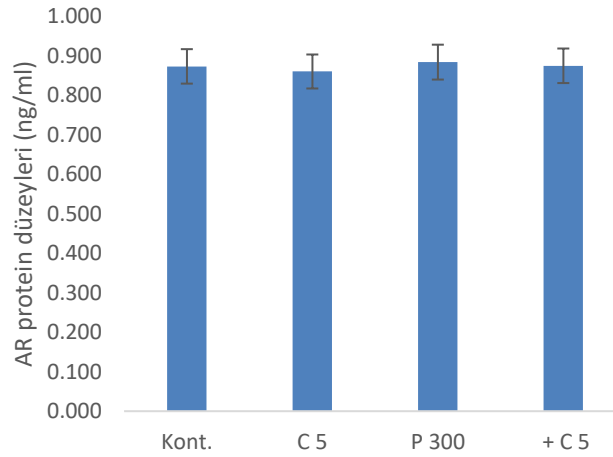
Gelişmiş canlılarda hücreler, reaktif oksijen türlerinin bertaraf edilmesi için enzimatik (CAT-katalaz GSH-Px-glutasyon peroksidaz ve SOD-süperoksit dismutaz vb.) ve nonenzimatik (GSH, vitamin E ve C, karotenoid bileşikler, lipoik asit ve naturel flavonoidler vb.) antioksidanlara sahiptirler (Mates ve ark., 1999). Mohebbati ve ark., (2018) yaptıkları adriyamisin uyarımlı karaciğer toksikasyonu modelinde karvakrolün özellikle katalaz aktivitesini arttırarak ve malondialdehit seviyesini azaltarak hepatosit kayıplarını önlediğini ortaya konulmuştur. Chenet ve ark., (2019) hidrojen peroksit uyarımlı beyin hücre oksidatif stresi modelinde, karvakrolün hem oksijenaz enzim inhibisyonunun yanı sıra, NfκB'nin downregülasyonu ve antioksidan belirteçlerin uyarımı ile nöroprotektör etki gösterdiğini rapor etmişlerdir. De Santana ve ark., (2017) gerçekleştirdikleri asetik asit uyarımlı kolit modelinde, karvakrolün SOD ve GSH gibi antioksidan parametreleri önemli düzeyde arttırarak koruyucu etkinlik gösterdiğini rapor etmişlerdir. Çalışmamızda elde edilen verilere göre ise, GSH düzeyinin karvakrol eklenen grupta kontrole göre pek değişmediği tespit edilmiştir. Tek başına palmitat eklenen grupta ise karvakrolün kontrole göre GSH düzeyini % 4 oranında azalttığı bulunmuştur. Yine GSH seviyesinin palmitatla birlikte karvakrol eklenen grupta sadece palmitat eklenen gruba göre % 6.5 oranında azalttığı tespit edilmiştir.



Şekil 5. Carvacrol ve palmitatın birlikte uygulanımı sonrasında hücre içi GSH düzeyleri (24 saat)

Fizyolojik koşullar altında, karaciğerde nispeten az oranda AR ifadesi gerçekleşmektedir (Markus ve ark., 1983). Ancak, AR ifadesinin hastalık durumlarında değiştiği gözlemlenmiştir. Konuyla ilgili yapılan çalışmalara bakıldığında, hepatik steatozlu tip II diyabetik fareler (Qiu ve ark., 2012) ve metiyonin kolin eksik diyet kaynaklı nonalkolik yağlı karaciğer hastalığı olan farelerin (Qiu ve ark., 2013) karaciğer dokusunda AR ekspresyon seviyelerinde önemli artışlar olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, AR'nin nonalkolik yağlı karaciğer hastalığının gelişiminde önemli rol oynayabileceği ve inhibisyonunun hepatik steatozu iyileştirebileceği belirtilmiştir (Chen ve ark., 2015). Bir diğer çalışmada ise, AR'nin inhibisyonunun HepG2 hücrelerinde lipid damlacık birikimini belirgin şekilde azalttığı ve etanolün neden olduğu hepatik steatozu önleyici etki gösterebileceği öne sürülmüştür (Qiu ve ark., 2017).

Hepatik aldoz redüktaz ekspresyonu, alkolik ve nonalkolik steatozis, hepatitis ve karaciğer kanserlerinde artar. Qui ve ark., (2013) yaptıkları nonalkolik yağlı karaciğer sendromu modelinde AR'nin lentivirüs uyarımlı gen sessizleştirilmesinde serum alanin aminotransferaz ve hepatik lipoperoksitlerin ekspresyonunun azaldığını rapor etmişlerdir. Yine aynı araştırmada AR noksanlığının hepatik sitokrom p 450'nin hem mRNA ekspresyonunun hem de protein düzeylerini azaltarak oksidatif stres uyarımlı IL-1 β ve TNF- α stimülasyonunu baskıladığını ortaya koymuşlardır. Khan ve ark., (2019) alkolik karaciğer toksite modelinde karvakrolün antioksidan belirteçleri uyararak ve sitokrom p 450 ekspresyonunu inhibe ederek hücre kayıplarını önlediğini rapor etmişlerdir. Sunulan çalışmada, hücre içi aldoz redüktaz protein düzeyleri, kontrol grubuna göre karvakrolün tek başına eklenen grupta % 1.5 oranında azalırken, tek başına palmitat eklenen grupta ise %1.3 artış tespit edilmiştir. Ancak palmitat uygulanımı sonrası karvakrol uygulanan grupta ise karvakrolün aldoz redüktaz protein düzeyini palmitat grubuna göre % 1.7 oranında azalttığı bulunmuştur.



Şekil 6. Carvacrol ve palmitatın birlikte uygulanımı sonrasında hücre içi AR protein düzeyleri (24 saat)

SONUÇ

Araştırmada nonalkolik steatozda karvakrolün hepatoprotektif etkinliği araştırılmıştır. Bu amaçla çalışmada model oluşturmak için insan orijinli HepG2 hücrelerine palmitat uygulanmış ve palmitatın önemli derecede hücre kayıplarına neden olduğu görülmüştür. Palmitatın hücre kayıplarına neden olmasında ki temel sebeplerin aldol redüktaz ve nitrik oksit artışına bağlı olabileceği ortaya konulmuştur. Karvakrolün ise bu hücre kayıplarını anlamlı derecede önlediği tespit edilmiştir. Literatürde elde edilen verilerle kıyaslandığında, araştırmada hücrelere uygulanan karvakrolün özellikle nitrik oksit miktarının azaltılması ve aldol redüktaz enziminin inhibisyonuna bağlı olarak bu etkiyi gösterdiği söylenebilir. Tüm bu bilgilere ve araştırmanın sonuçlarına bakıldığında, karvakrolün nonalkolik karaciğer yağlanması tedavisinde potansiyel bir alternatif olabileceği kanısına varılmıştır. Ancak molekülün etkinliğinin tam olarak ortaya konulabilmesi için *in vivo* ve ileri düzey çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Yazar Katkısı

Çalışma konusu dizaynı, çalışmanın takibi ve sonuçların değerlendirilmesinde M.Mustafa İşgör, çalışmanın yürütülmesi, deneylerin ve analizlerin gerçekleştirilmesi, verilerin eldesi ve makale yazımı kısımlarında Meryem Nur Atabay makaleye katkı sağlamıştır.

KAYNAKLAR

- Abujah CI, Ogbonna AC, Osuji CM, 2015. Functional Components and Medicinal Properties of Food: A Review. *J. Food Sci. Technol.*, 52: 2522–2529.
- Aristatile B, Al-Numair KS, Al-Assaf AH, Pugalendi KV, 2011. Pharmacological Effect of Carvacrol on D-Galactosamine Induced Mitochondrial Enzymes and DNA Damage by Single Cell Gel Electrophoresis. *Journal of Natural Medicines*, 65(3–4): 568–577.
- Assy N, Kaita K, Mymin D, Levy C, Rosser B, Minuk G, 2000. Fatty Infiltration of Liver in Hyperlipidemic Patients. *Dig Dis Sci*, 45: 1929–1934.
- Bakır M, Geyikoglu F, Colak S, et al., 2016. The Carvacrol Ameliorates Acute Pancreatitis-Induced Liver Injury via Antioxidant Response. *Cytotechnology*, 68: 1131–1146.
- Brown KE, Broadhurst KA, Mathahs MM, et al, 2005. Immunodetection of Aldose Reductase in Normal and Diseased Human Liver. *Histol Histopathol*, 20: 429–436.

- Can Baser K, 2008. Biological and Pharmacological Activities of Carvacrol and Carvacrol Bearing Essential Oils. *CPD*, 14: 3106–3119.
- Chalasanani N, Younossi Z, Lavine JE, et al, 2012. The Diagnosis and Management of Non-Alcoholic Fatty Liver Disease: Practice Guideline by The American Association for The Study of Liver Diseases, American College of Gastroenterology, and The American Gastroenterological Association. *Hepatology*, 55(6): 2005–2023.
- Chen T, Shi D, Chen J, Yang Y, Qiu M, Wang W, Qiu L, 2015. Inhibition of Aldose Reductase Ameliorates Diet-Induced Nonalcoholic Steatohepatitis in Mice via Modulating The Phosphorylation of Hepatic Peroxisome Proliferator-Activated Receptor α . *Mol Med Rep*, 11(1): 303-8.
- Chenet AL, Duarte AR, de Almeida FJS, Andrade CMB, de Oliveira MR, 2019. Carvacrol Depends on Heme Oxygenase-1 (HO-1) to Exert Antioxidant, Anti-Inflammatory, and Mitochondria Related Protection in The Human Neuroblastoma SH-SY5Y Cell Line Exposed to Hydrogen Peroxide. *Neurochem Res*, 44(4): 884-896.
- Cortas NK, Wakid NW, 1990. Determination of Inorganic Nitrate in Serum and Urine by A Kinetic Cadmium-Reduction Method. *Clin Chem*, 36(8 Pt 1):1440-3.
- Cusi K, 2009. Nonalcoholic Fatty Liver Disease in Type 2 Diabetes Mellitus. *Current Opinion in Endocrinology. Diabetes and Obesity*, 16(2): 141–149.
- De Santana Souza MT, Teixeira DF, de Oliveira JP, Oliveira AS, Quintans-Júnior LJ, Correa CB, Camargo EA, 2017. Protective Effect of Carvacrol on Acetic Acid-Induced Colitis. *Biomed Pharmacother*. 96: 313-319.
- Donati G, Stagni B, Piscaglia F, Venturoli N, Morselli-Labate AM, Rasciti L, et al., 2004. Increased Prevalence of Fatty Liver in Arterial Hypertensive Patients with Normal Liver Enzymes: Role of Insulin Resistance. *Gut*, 53: 1020–1023.
- Du WX, Olsen CW, Avena-Bustillos RJ, McHugh TH, Levin CE, Friedman M, 2008. Antibacterial Activity Against E.Coli O157:H7, Physical Properties, and Storage Stability of Novel Carvacrol-Containing Edible Tomato Films. *Journal of Food Science*, 73(7) : M378–M383.
- Ekstedt M, Franzen LE, Mathiesen UL, Thorelius L, Holmqvist M, Bodemar G, et al., 2006. Long-Term Follow-Up of Patients with NAFLD and Elevated Liver Enzymes. *Hepatology*, 44: 865–873.
- Fan K, Li X, Cao Y, Qi H, Li L, Zhang Q, Sun H, 2015. Carvacrol Inhibits Proliferation and Induces Apoptosis in Human Colon Cancer Cells. *Anticancer Drugs*, 26(8): 813-23.
- Gonzalez-Paredes FJ, Hernandez Mesa G, Morales Arraez D et al., 2016. Contribution of Cyclooxygenase End Products and Oxidative Stress to Intrahepatic Endothelial Dysfunction in Early Non-Alcoholic Fatty Liver Disease. *PLoS One*, 11(5): e0156650.
- Guimarães AG, Oliveira GF, Melo MS, Cavalcanti SC, Antonioli AR, Bonjardim LR, Quintans-Júnior L.J, 2010. Bioassay-Guided Evaluation of Antioxidant and Antinociceptive Activities of Carvacrol. *Basic & Clinical Pharmacology & Toxicology*, 107(6): 949–957.
- Hong JK, Yun BW, Kang JG, Raja MU, Kwon E, Sorhagen K, et al., 2008. Nitric Oxide Function and Signalling in Plant Disease Resistance. *J. Exp. Bot.*, 59: 147–154.
- Hussein J, El-Banna M, Mahmoud KF, et al., 2017. The Therapeutic Effect of Nano-Encapsulated and Nano-Emulsion Forms of Carvacrol on Experimental Liver Fibrosis. *Biomed Pharmacother.*, 90: 880–887.
- Iwakiri Y, Grisham M, Shah V, 2008. Vascular Biology and Pathobiology of The Liver: Report of A Single-Topic Symposium. *Hepatology*, 47(5): 1754–1763.

- Jarukamjorn K, Jearapong N, Pimson C, Chatuphonprasert WA, 2016. High-Fat, High-Fructose Diet Induces Antioxidant Imbalance and Increases The Risk and Progression of Nonalcoholic Fatty Liver Disease in Mice. *Scientifica (Cairo)*, 2016:5029414.
- Jukic M, Politeo O, Maksimovic M, Milos M, Milos M, 2007. In Vitro Acetylcholin Esterase Inhibitory Properties of Thymol, Carvacrol and Their Derivatives Thymoquinone and Thymohydroquinone. *Phytother Res*, 21(3):259-61.
- Khan I, Bhardwaj M, Shukla S, Min SH, Choi DK, Bajpai VK, Huh YS, Kang SC, 2019. Carvacrol Inhibits Cytochrome P450 and Protects Against Binge Alcohol-Induced Liver Toxicity. *Food Chem Toxicol*, 131: 110582.
- Kotronen A, Yki-Jarvinen H, 2008. Fatty Liver: A Novel Component of The Metabolic Syndrome. *Arterioscler Thromb Vasc Biol*, 28: 27–38.
- Lima Mda S, Quintans-Júnior LJ, de Santana WA, MartinsKaneto C, PereiraSoares MB, Villarreal CF, 2013. Anti-Inflammatory Effects of Carvacrol: Evidence For a Key Role of Interleukin-10. *Eur J Pharmacol*, 699(1-3): 112-7.
- Marchesini G, Brizi M, Bianchi G, Tomassetti S, Bugianesi E, Lenzi M, et al., 2001. Nonalcoholic Fatty Liver Disease: A Feature of The Metabolic Syndrome. *Diabetes*, 50: 1844–1850.
- Markus HB, Raducha M, Harris H, 1983. Tissue Distribution of Mammalian Aldose Reductase and Related Enzymes. *Biochemical Medicine*, 29(1): 31–45.
- Mates JM, Perez-Gomez C, De Castro IN, 1999. Antioxidant Enzymes and Human Diseases. *Clin. Biochem.*, 32: 595-603.
- Mohebbati R, Paseban M, Soukhtanloo M, Jalili-Nik M, Shafei MN, Yazdi AJ, Rad AK, 2018. Effects of Standardized Zataria Multiflora Extract and Its Major Ingredient, Carvacrol, on Adriamycin-Induced Hepatotoxicity in Rat. *Biomed J*, 41(6): 340-347.
- Mohseni R, Karimi J, Tavilani H, Khodadadi I, Hashemnia M, 2019. Carvacrol Ameliorates The Progression of Liver Fibrosis Through Targeting of Hippo and TGF- β Signaling Pathways in Carbon Tetrachloride (CCl₄) Induced Liver Fibrosis in Rats. *Immunopharmacol Immunotoxicol*, 41(1):163-171.
- Papachristou F, Chatzaki E, Petrou A, et al, 2013. Time Course Changes of Anti- and Pro-Apoptotic Proteins in Apigenin-Induced Genotoxicity. *Chin Med* 8: 9.
- Qiu L, Cai C, Zhao X, Fang Y, Tang W, Guo C, 2017. Inhibition of Aldose Reductase Ameliorates Ethanol-Induced Steatosis in Hepg2 Cells. *Mol Med Rep*, 15(5): 2732-2736.
- Qiu L, Lin J, Xu F, Gao Y, Zhang C, Liu Y, Luo Y and Yang JY, 2012. Inhibition of Aldose Reductase Activates Hepatic Peroxisome Proliferator-Activated Receptor- α and Ameliorates Hepatosteatorosis in Diabetic Db/Db Mice. *Exp Diabetes Res*, 2012: 789730.
- Qiu L, Lin J, Ying M, Chen W, Yang J, Deng T, Chen J, Shi D, Yang JY, 2013. Aldose Reductase is Involved in The Development of Murine Diet-Induced Nonalcoholic Steatohepatitis. *PLoS One*. 8(9):e73591.
- Sedlak J, Lindsay RH, 1968. Estimation of Total, Protein-Bound, and Nonprotein Sulfhydryl Groups in Tissue with Ellman's Reagent. *Anal Biochem*, 25(1):192-205.
- Spahis S, Delvin E, Borys JM, Levy E, 2017. Oxidative Stress As a Critical Factor in Nonalcoholic Fatty Liver Disease Pathogenesis. *Antioxid Redox Signal.*, 26(10):519-541.
- Suntres ZE, Coccimiglio J, Alipour M, 2015. The Bioactivity and Toxicological Actions of Carvacrol. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 55(3): 304-18.

- Targher G, Bertolini L, Padovani R, Rodella S, Tessari R, Zenari L, et al., 2007. Prevalence of Nonalcoholic Fatty Liver Disease and Its Association with Cardiovascular Disease Among Type 2 Diabetic Patients. *Diabetes Care*,30: 1212–1218.
- Xu J, Zhang J, Cai S, Dong J, Yang JY, Chen Z, 2009. Metabonomics Studies of Intact Hepatic and Renal Cortical Tissues from Diabetic Db/Db Mice Using High-Resolution Magic-Angle Spinning 1H NMR Spectroscopy. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 393(6-7): 1657–1668.
- Yesilova Z, Yaman H, Oktenli C, Ozcan A, Uygun A, Cakir E et al., 2005. Systemic Markers of Lipid Peroxidation and Antioxidants in Patients with Nonalcoholic Fatty Liver Disease. *Am J Gastroenterol*, 100:850-5.
- Yin QH, Yan FX, Zu XY, Wu YH, Wu XP, Liao MC, Deng SW, Yin LL, Zhuang YZ, 2012. Antiproliferative and Proapoptotic Effect of Carvacrol on Human Hepatocellular Carcinoma Cell Line HepG-2. *Cytotechnology*, 64(1): 43-51.

Atıf İçin: Ulaşlı B, Can F, 2022. Zygaenidae (Lepidoptera) familyasında DNA izolasyonu ve PCR optimizasyonu üzerine araştırmalar. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(2): 1045-1054.

To Cite: Ulaşlı B, Can F, 2022. Investigations on DNA isolation and PCR optimization in Zygaenidae (Lepidoptera) family. Journal of the Institute of Science and Technology, 11(2): 1045-1054.

Zygaenidae (Lepidoptera) familyasında DNA izolasyonu ve PCR optimizasyonu üzerine araştırmalar

Başak ULAŞLI^{1*} Feza CAN¹

ÖZET: Son yıllarda pek çok böcek grubuyla birlikte Lepidoptera takımında da türlerin teşhis edilmesinde moleküler çalışmalar artarak önem kazanmış ve karşılaştırmalı morfolojik sınıflandırmanın tamamlayıcısı olmuştur. Tüm dünyaya yayılmış ve kendi içinde beş alt familyaya bölünmüş Zygaenidae familyasının ülkemizde 54 türü bulunmaktadır. Bu çalışmada Doğu Akdeniz Bölgesi'ndeki 31 lokasyondan toplanan 13 Zygaenidae türü kullanılarak DNA izolasyonu ve PCR analizlerinde optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. DNA izolasyonu aşamasında "Qiagen DNeasy DNA izolasyon kiti" (QDNA) ve "Macherey Nagel Nucleospin DNA Insect kiti" (MN) kullanılmıştır. Zygaenidae familyası ile ilgili yapılacak çalışmalarda MN kitinin, QDNA kitinden daha etkili ve başarılı sonuç verdiği belirlenmiştir. Ayrıca çalışmada nanodrop ölçüm sonuçlarının yol gösterici olmadığı görülmüştür. Gelecekte yapılacak çalışmalarda ise daha farklı DNA ölçüm tekniklerinin denenmesinin faydalı olacağı düşünülmektedir. PCR analizlerinde ise iki farklı karışım, DreamTaq PCR karışımı ile primer ve laboratuvar koşullarına göre modifiye edilmiş PCR karışımı, denenmiştir. Ticari karışımın çok daha hızlı ve etkin sonuç verdiği ancak olanaklar doğrultusunda ihtiyaç duyulması halinde ise laboratuvarında oluşturulan karışımla da başarılı sonuçlar elde edilebileceği görülmüştür. Çalışmada kullanılan LCO1490/HCO2198 primer çiftinin Zygaenidae türlerinin tanımlanması için uygun olduğu saptanmış ve analizlerde tür tanımlamasında %92.7 oranında başarı elde edilmiştir

Anahtar Kelimeler: Lepidoptera, zygaenidae, DNA izolasyonu, PCR, optimizasyon, COI

Investigations on DNA isolation and PCR optimization in Zygaenidae (Lepidoptera) family

ABSTRACT: In recent years, molecular studies have gained increasing importance in the identification of species in Lepidoptera as well as in many insect groups and have become complementary to the comparative morphological classification. There are 54 species of the Zygaenidae family, which is spread all over the world and divided into five subfamilies, in our country In this study, optimization studies were carried out in DNA isolation and PCR analyzes using 13 Zygaenidae species collected from 31 locations in the Eastern Mediterranean Region. for DNA isolation, Qiagen DNeasy DNA isolation kit (QDNA) and Macherey Nagel Nucleospin DNA insect kit were used. It has been determined that the MN kit gives more effective and successful results than those of QDNA isolation kit in the studies on the Zygaenidae family. In addition, it was observed that the nanodrop measurement results were not instructive in the study. It is thought that it would be beneficial to try different DNA measurement techniques in future studies In PCR analysis, two different mixtures, DreamTaq PCR mixture and a modified PCR mixture according to primer and laboratory conditions, were tested. It has been seen that the commercial mixture gives much faster and more effective results, but if needed in line with the feasibilities, successful results will be obtained with the mixture created in the laboratory. In the study, the LCO1490/HCO2198 primer pair was used and it was found to be suitable for the identification of Zygaenidae species, and a success rate of 92.7% was obtained in the analysis.

Keywords: Lepidoptera, zygaenidae, DNA isolation, PCR, optimization, COI

¹ Başak ULAŞLI ([Orcid ID: 0000-0002-0989-2020](https://orcid.org/0000-0002-0989-2020)), Feza CAN ([Orcid ID 0000-0002-0737-6145](https://orcid.org/0000-0002-0737-6145)) Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bitki Koruma Bölümü, Hatay, Türkiye

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Başak ULAŞLI, e-mail: basaktok@yandex.com

* Bu çalışma Başak ULAŞLI'nın Doktora tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Zygaenidae familyası Lepidoptera takımının Zygaenoidea üst familyasına bağlı 12 familyasından birisidir. Toplamda 170 cins, 1.200 tür içeren familyanın ülkemizde 54 türü bulunmaktadır. Birçok dünya ülkesi böcek faunalarını 19. yüzyılın başlarında belirlemiş olmalarına rağmen, 21. yüzyılın başlarına geldiğimiz halde Türkiye böcek faunası ve buna bağlı olarak Zygaenidae faunası henüz tam anlamıyla ortaya çıkarılamamıştır (Tarmann, 2005; Efetov ve ark., 2019; Ulaşlı, 2020).

Ülkemizde gece kelebeği türlerinin belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmalar oldukça sınırlı sayıdadır. Bu çalışmalara bakıldığında ülkemizin lepidopter türlerinin belirlenmesi için, sadece morfolojik karakterlerin kullanıldığı görülmektedir. Oysa birçok gece kelebeği türü morfolojik olarak birbirine çok benzerlik gösterebilmekle birlikte, bazen benzer kanat desenlerine sahip türler, farklı türler olarak karşımıza çıkabilmektedir. Ayrıca mevsimsel ve eşeyssel dimorfizm, aynı türe ait popülasyonlarda görülen renk ve desen varyasyonları da morfolojik olarak teşhislerini zorlaştırmaktadır (Hausmann, 2001; Doğanlar, 2003; Mironov, 2003; Sihvonen ve Nupponen, 2005; Can, 2009; Garrevoet ve ark., 2013; Spalding ve ark., 2013, Hofmann ve Tremewan, 2017). Günümüzde moleküler teknikler, neredeyse tüm canlıların teşhisinde ve filogenetik özelliklerinin ortaya çıkarılmasında kullanılmaktadır. Ancak ülkemizde Lepidoptera takımında bu çalışmaların yok denecek kadar az sayıda olduğu bilinmektedir. Zygaenidae familyasının evrimi, moleküler özellikleri, morfolojik özellikleri veya her ikisinin kombinasyonu kullanılarak yapılan çalışmalar son on yılda gerçekleştirilmiş ve üzerine bazı araştırmalar eklenmiştir. Ancak tür içi ve türler arası düzeylerdeki genetik çalışmalar genellikle ekonomik öneme sahip türlerle sınırlı kalmıştır (Efetov ve ark., 2019). Yurtdışında yapılan çalışmalarda 80 familyanın özellikle Procrinae alt familyasına giren bazı cinslerinin (*Fuscartona*, *Chrysartona*, *Illiberis*, *Hedina*, *Goe*, *Adscita*, *Jordanita*) birbirlerine yüksek oranda benzediği belirtilmiştir (Efetov ve ark., 2019). Bu cinslerin teşhisleri sadece genital yapılar, birinci larva dönemindeki ketotaksi, karyotip ya da sadece DNA analizleri ile yapılabilmektedir. Bazı türler sadece tip örneğinden ya da elde edilmiş tek eşeyden teşhis edilmektedir. Dolayısıyla teşhis aşamasında diğer eşeyin de moleküler teknikler kullanılarak doğrulanmasına ihtiyaç duyulduğu bildirilmiştir (Efetov ve ark., 2014). Dünyadaki moleküler çalışmalar incelendiğinde familyanın Chalcosiinae alt familyasında eşeyssel dimorfizm, polimorfizm ve kompleks mimetrik kanat desenlenmesinin görülmesinden dolayı tür teşhisinde yanlışlıkların olduğu belirtilmiştir (Yen, 2003; 2004). Ülkemizde ise Zygaenidae familyasının moleküler sistematigi ilk kez Ulaşlı ve Can (2021) tarafından Doğu Akdeniz Bölgesi'ndeki türlerin incelenmesiyle ele alınmış, türlerin hem morfolojik hem de moleküler tanımlamaları yapılmış ve soyağaçları oluşturulmuştur. Çalışma sonucunda moleküler ve morfolojik tanımlama verilerinin birbirleriyle birebir uyduğu bildirilmiştir. Ancak bu çalışmalar sırasında yöntemin gerçekleştirilmesi ve sağlıklı sonuçların elde edilmesinde DNA izolasyonu ve polimeraz zincir reaksiyonu (PCR) aşamalarında bazı sorunlarla karşılaşmıştır.

Moleküler biyoloji çalışmaları yüksek kalitede DNA gerektirmekte ve DNA izolasyonu moleküler çalışmaların temelini oluşturmaktadır. Böylesi çalışmalar için kullanılacak olan DNA'nın kısa sürede ve saf olarak eldesi son derece önemlidir. Bu amaçla DNA elde edilmesi için birçok izolasyon yöntemi geliştirilmiştir (Doyle ve Doyle, 1991; Chen ve ark., 2008; Ammazalorso ve ark., 2015; Palma ve ark., 2016) ve iyi bir DNA izolasyonu başarıyı önemli ölçüde etkilemektedir (Şimşek ve ark., 2008). Sonraki adım olan PCR aşaması ise, DNA molekülleri topluluğunda, özgül hedef DNA dizilerinin doğrudan çoğaltılmasına dayanır ve bu yöntemin uygulanabilmesi için, DNA'nın miktarı ve özellikle saflığı amplifikasyon açısından daha da önem kazanmaktadır (Ergül, 2000; Güz ve Kılınçer, 2012).

Bu nedenle çalışmada Zygaenidae türlerinin belirlenmesinde morfolojik tanılamayı doğrulayan ve destekleyen moleküler tanılama yöntemlerinin kullanılmasında ilk ve en temel adım olan DNA izolasyonu ve PCR aşamalarında bazı optimizasyonlar yapılması amaçlanmıştır. Böylelikle gelecekte özellikle bu grupta yapılacak moleküler tekniklere dayalı analizler için öncü bir çalışma olması hedeflenmiştir.

MATERYAL VE METOT

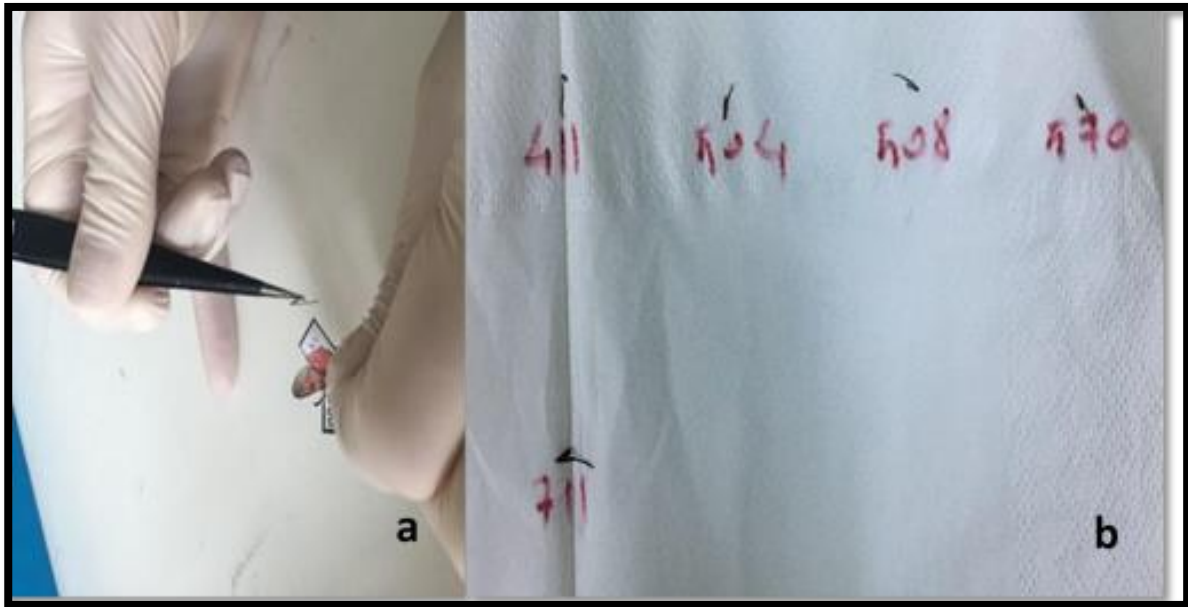
Bu çalışmanın ana materyalini Doğu Akdeniz Bölgesi'ndeki (Adana, Mersin, Hatay, Kahramanmaraş ve Osmaniye) 31 farklı lokasyondan toplanan Zygaenidae familyasına bağlı türler oluşturmaktadır. Analize dahil edilen örneklerin seçiminde iklim koşulları, denize yakınlık, yükseklik farklılıkları, konukçu bitki çeşitliliği gibi farklı habitat özellikleri dikkate alınmıştır.

DNA izolasyonunun yapılması ve DNA miktarının belirlenmesi

Bu çalışmada DNA izolasyonu yapmak için kelebeklerin kanatları gerilip kuruduktan sonra, yani örnekler taze iken her örneğin bir bacağı steril pens yardımıyla koparılıp ayrı ayrı tüplere konularak kodlanmış ve %96'lık etil alkolde -20°C'de muhafaza edilmiştir. Alkolden çıkarılan örnekler DNA izolasyonu öncesinde bir süre steril kurutma kağıtları üzerinde kurumaya bırakılmıştır (Şekil 1).

Moleküler tanılama çalışmalarında temel hedef kaliteli DNA eldesi olduğu için öncelikle optimizasyon yapmak amaçlanmıştır ve en yaygın kullanılan ticari kitlerle optimizasyon aşamasına başlanmıştır. Çalışma kapsamında yapılan DNA izolasyonlarında "Qiagen DNeasy DNA izolasyon kiti" (QDNA) ve "Macherey Nagel Nucleospin DNA insect kiti" (MN) kullanılmıştır. Tüm örnekler en az iki tekerrürlü olarak çalışılmıştır.

DNA izolasyonu için aynı türün farklı illerdeki farklı popülasyonlarına ait kelebek örnekleri, farklı yükselti, iklim koşulları, bitki örtüsüne sahip olmaları dikkate alınarak buldukları bölgeleri temsilen seçilmiştir. DNA izolasyonundan sonra örneklerin DNA konsantrasyonunu ve kalitesini ölçmek amacıyla nanodrop spektrofotometre (Thermo 2000c) cihazı kullanılmıştır.



Şekil 1. a) DNA izolasyonunda kullanılan bacağın steril pens yardımıyla koparılması, b) izolasyon öncesi kurumaya bırakılması.

Polimeraz Zincir Reaksiyonu (PCR) koşullarının belirlenmesi ve optimizasyonu

Çalışmada DreamTaq Thermo Scientific PCR Master Mix (hazır ticari kit) karışımı ve laboratuvar koşullarına göre modifiye edilmiş bir karışım olmak üzere iki farklı karışım denenmiştir. PCR reaksiyonu ticari kit için toplam hacim 25 µl; 12,5 µl PCR master mix (DreamTaq PCR Master Mix), her bir primer için 1 µl, 5 µl DNA ve 5,5 µl ddH₂O olacak şekilde hazırlanmıştır. Modifiye edilen alternatif PCR karışımı ise 2 µl DNA, 2,5 µl tampon çözelti, 2 µl 15 mM MgCl₂, 0,5 µl 10 mM dNTP, 0,2 µl Taq polimeraz enzimi, her bir primerden 1 µl ve 16,8 µl ddH₂O toplam hacim 25 µl olacak şekilde hazırlanmıştır. PCR reaksiyonu her iki karışım için de Sensoquest Labcycler cihazı kullanılarak 1 döngü 95°C’de 7 dk ön denatürasyondan sonra, 95°C’de 30 sn denatürasyon, 50°C’de 30 sn bağlanma, 72°C’de 1 dk sentez aşaması 40 döngü yapılmış ve 72°C’de 10 dk uzama aşaması ile son aşama olacak şekilde aynı döngüler kullanılarak gerçekleştirilmiştir. PCR reaksiyonlarında mitokondriyal “Cytochrome Oxidase subunit 1 (COI)” gen bölgesine ait HCO2198 (5’-TAAACTTCAGGGTGACCAAAAATCA-3’) ve LCO1490 (5’-GGTCAACAAATCATAAAGATATTGG-3’) universal primer çifti kullanılmıştır (Folmer ve ark., 1994). PCR reaksiyonu sonucu elde edilen ürünleri görüntülemek için %1’lik agaroz jel hazırlanmış ve Redsafe (İntron) ile boyanmıştır. Elde edilen bantlar jel görüntüleme cihazı (Ebox vx2, 20mx) kullanılarak görüntülenmiştir.

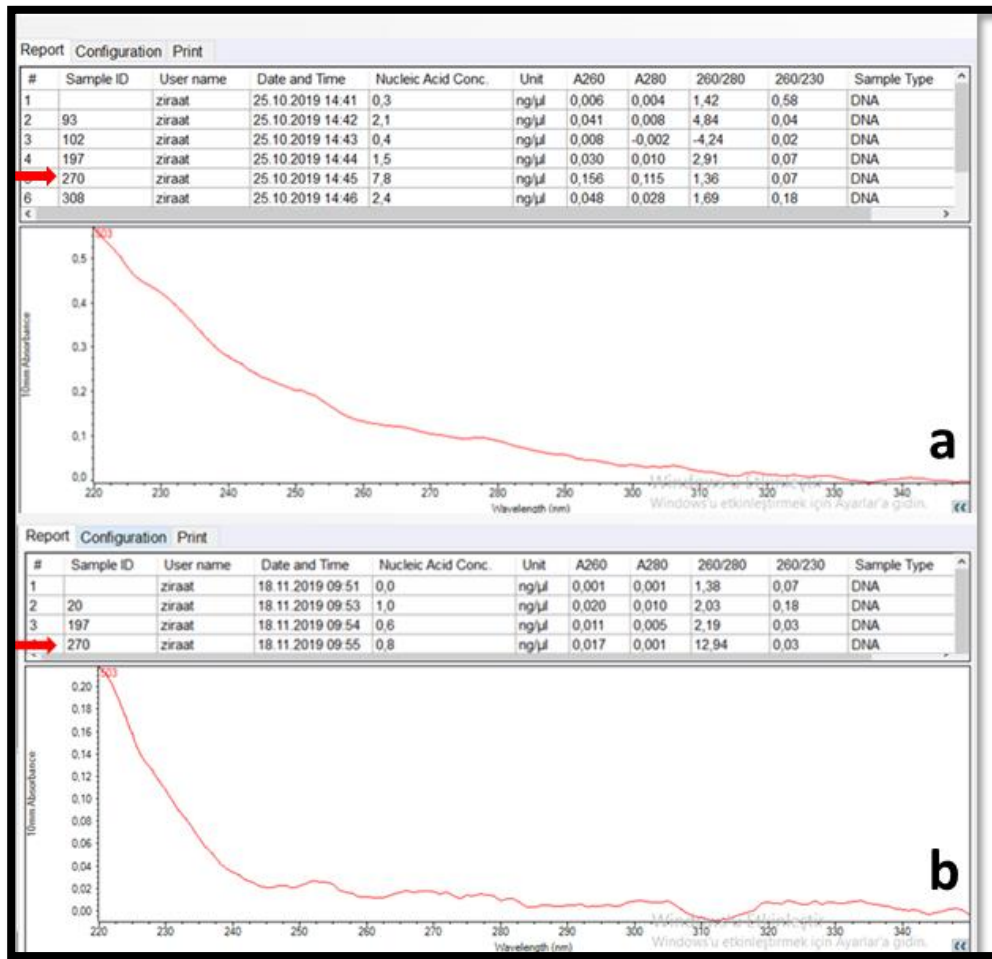
BULGULAR VE TARTIŞMA

DNA İzolasyon Metodlarının Karşılaştırılması

Çalışma kapsamında QDNA ve MN kitleri kullanılarak 13 farklı türe [*Theresimima ampellophaga* (Bayle-Barelle, 1808), *Adscita (Adscita) obscura* (Zeller, 1847), *Jordanita (Tremewania) notata* (Zeller, 1847), *J. (Praviela) anatolica* (Naufock, 1929), *J. (Solaniterna) subsolana* (Staudinger, 1862) (Procridae); *Zygaena (Mesembrynus) diaphana* Staudinger, 1887, *Z. (M.) graslini* Lederer, 1855, *Z. (M.) punctum* Ochsenheimer, 1808, *Z. (Agrumenia) olivieri Boisduval*, 1828, *Z. (A.) carniolica* (Scopoli, 1763), *Z. (A.) viciae* ([Denis & Schiffermüller], 1775), *Z. (A.) loti* ([Denis & Schiffermüller], 1775), *Z. (Zygaena) filipendulae* (Linnaeus, 1758) (Zygaenidae)] ait toplam 69 böcekten DNA izolasyonu yapılmıştır. İzole edilen DNA’ların kalitesini belirlemek amacıyla nanodrop spektrofotometre ölçümleri yapılmış olup bu örneklerin bazılarının nanodrop değerleri Şekil (2)’de verilmiştir. Ölçümler sonucunda DNA’ların nükleik asit, A260, A280, 260/280, 260/230 değerlerinde farklılıklar görülmüştür (Şekil 2). Ayrıca verilerin pik görsellerinin PCR sonuçlarını nasıl etkilediği analiz edilmeye çalışılmıştır. QDNA yöntemiyle izole edilen örneklerin DNA’larının kalitesi ve miktarı yeterli bulunmadığı için aynı örnekler ikinci bir ticari kit olan MN kiti kullanılarak yeniden izole edilmiştir.

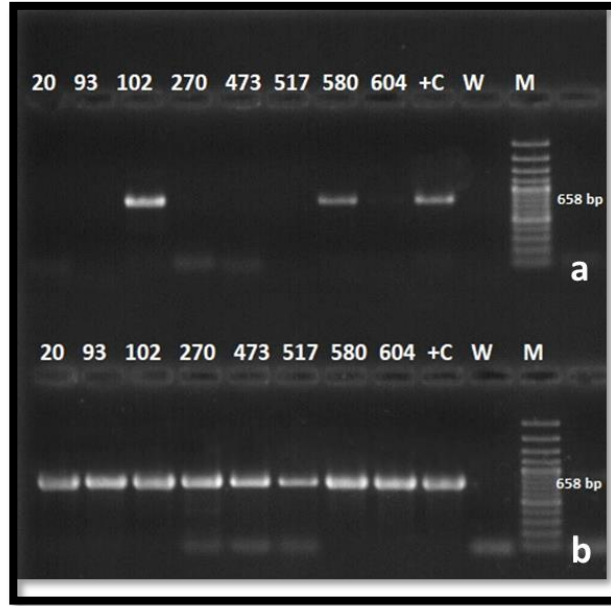
Yapılan nanodrop spektrofotometre ölçümleri sonucunda her iki metodla da izole edilen DNA’larda beklenen optimum pikler görülmemiştir (Şekil 2). Üstelik zygaenid örneklerinin analiz sonuçları incelendiğinde genellikle değişken değerler elde edilmiştir. Moleküler çalışmalarda nükleik asit konsantrasyonunun ve/veya 260/280 değerlerinin eksi değerlerde olması karşılaşılan genel bir sorundur. Ancak bu değerler çalışma boyunca hiçbir zaman optimum seviyelerde olmamıştır. Buna ek olarak modifikasyon yapılmış nanodrop ölçüm sonuçlarında optimum aralığa yakın olan örneklerin çoğaltılmasında da zorluklar yaşanmıştır. Örneğin QDNA ile izole edilen 270 nolu örneğin nükleik asit konsantrasyonu 0.8 bulunurken, bu değer MN ile 1.7 bulunmuştur. Aynı örneğin QDNA ile izole edilen DNA’nın 260/280 değeri 12.94 bulunurken, MN ile 1.92 bulunmuştur (Şekil 2). İki kit ile elde edilen nanodrop değerleri arasında büyük farklılıkların olduğu görülmüştür. Kitlerdeki DNA’nın kaliteleri kıyaslandığında QDNA kitindeki DNA’nın daha kaliteli olduğu görülmektedir. Ancak asıl çelişki bu DNA’larla yapılan PCR sonucunun agaroz jel görüntüsünde ortaya çıkmaktadır. QDNA ile izole edilen

DNA PCR analizinde çoğalmamış, MN ile çalışılan DNA ise istenen düzeyde çoğalıp beklenen seviyede bant vermiştir (Şekil 3). Çalışma boyunca bu durum sıklıkla karşılaşılan bir sorun olmuştur. Böylece nanodrop verileri ve agaroz jel sonuçları karşılaştırıldığında Zygaenidae familyasının moleküler tanısını yapmak amacıyla DNA'nın kalitesinin ölçülmesi için kullanılan nanodrop spektrofotometre ölçüm sonuçlarının yeterince aydınlatıcı ve yol gösterici olmadığı kanısına varılmıştır. Günümüzde DNA'nın miktarının ölçülmesi ile ilgili pek çok metod kullanılmaktadır. Bunlar bazen DNA izolasyonundan önce (Samie ve ark., 2019) bazen de sonrasında yapılan ölçümler olmaktadır (Kyle ve ark., 2003). Böylesi çelişkilerin yaşanması durumunda olanaklar ölçüsünde farklı DNA ölçüm metodlarının da kullanılması daha yol gösterici olacaktır.



Şekil 2. a) Qiagen DNA izolasyon kiti, b) Macherey Nagel Nucleospin DNA insect kiti sonuçları

Çalışmada kullanılacak en uygun izolasyon yöntemini belirlemek amacıyla tesadüfi seçilen 8 örnek, her iki DNA izolasyon yöntemiyle de izole edilmiş ve bu DNA'lar mtCOI gen bölgesinden HCO2198/LCO1490 primer çifti kullanılarak PCR yöntemiyle analiz edilmiştir. QDNA kitiyle izole edilen sekiz örnekten sadece iki tanesi pozitif bulunurken, MN ile izole edilen aynı sekiz örneğin tamamından beklenen düzeyde bant elde edilmiştir (Şekil 3). Bant elde edilen tüm örnekler dizi analizine gönderilmiş ve gönderilen sekiz örnekten de anlamlı diziler elde edilmiştir. Dolayısıyla çalışmada DNA izolasyonuna MN kiti ile devam edilmeye karar verilmiştir.

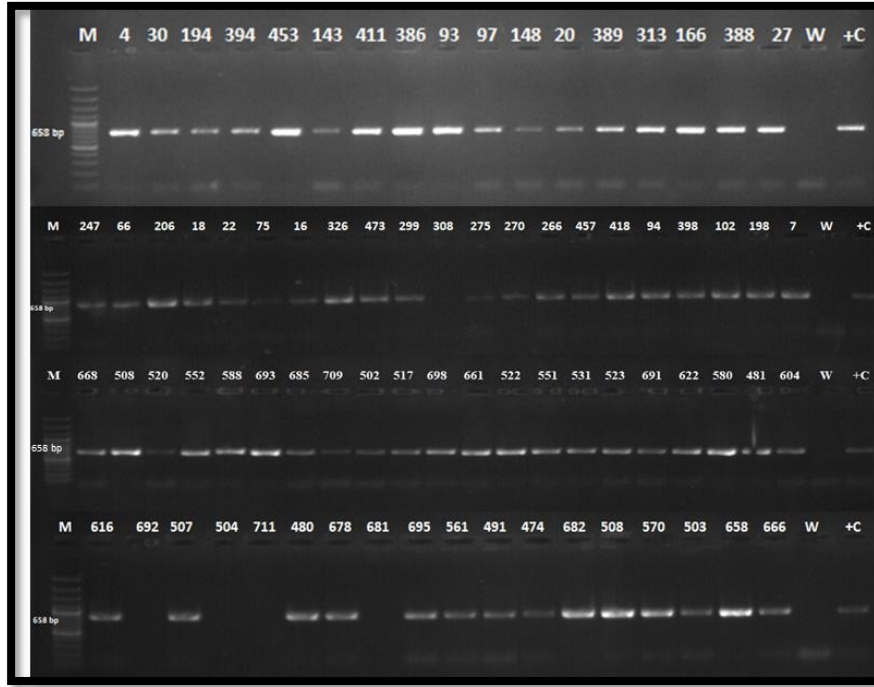


Şekil 3. İki farklı DNA izolasyon kiti ile elde edilen DNA örneklerinin jel elektroforez görüntüleri **a)** Qiagen DNeasy Tissue ve Blood kit, **b)** Macherey Nagel NucleoSpin Insect kit. M: Marker Fermentas SMO321; *Z. loti*: 20, 93; *Z. graslini*: 102; *J. anatolica*: 270, 473, 517, 580, 604 türleri; W: su kontrol; +C: pozitif kontrol; M: SM321 (*Z. loti*)'i temsil etmektedir.

DNA'nın optimizasyonu amacıyla yapılan pek çok çalışmada da hem ticari kitler hem de laboratuvarında modifiye edilen kitler karşılaştırılmıştır. Çoğunlukla da ticari kitler hem zamanın değerlendirilmesi hem de etkili olması açısından tercih edilmiştir (Asghar ve ark., 2005; Palma ve ark., 2016; Marin ve ark., 2021). Ancak tercih edilecek izolasyon yönteminde hem çalışılan materyal hem de işin mali boyutu oldukça önemlidir (Asghar ve ark., 2005). Lepidoptera takımında, türlerin teşhis edilmesinde kullanılan genital yapıların zarar görmemesi amacıyla dünya DNA barkod projesi de dahil olmak üzere çoğunlukla tek bir bacadan izolasyon yapılması tercih edilmektedir (Hebert ve ark., 2003; Niehuis ve ark., 2006). Ayrıca lepidopterlerdeki ekonomik zararlı türlerde eğer biyotip belirlemek gibi detaylar çalışılmıyorsa ve tür teşhisinde herhangi bir kaygı yaşanmıyorsa, baş, thoraks ya da abdomende izolasyon materyali olarak kullanılabilir (Marin ve ark., 2021). Kranzfelder ve ark., (2006) tarafından yapılan çalışmada da üç farklı DNA izolasyon kitinin etkinliği çalışılmış ve aralarında en etkin olanının MN izolasyon kiti olarak belirlenmiştir.

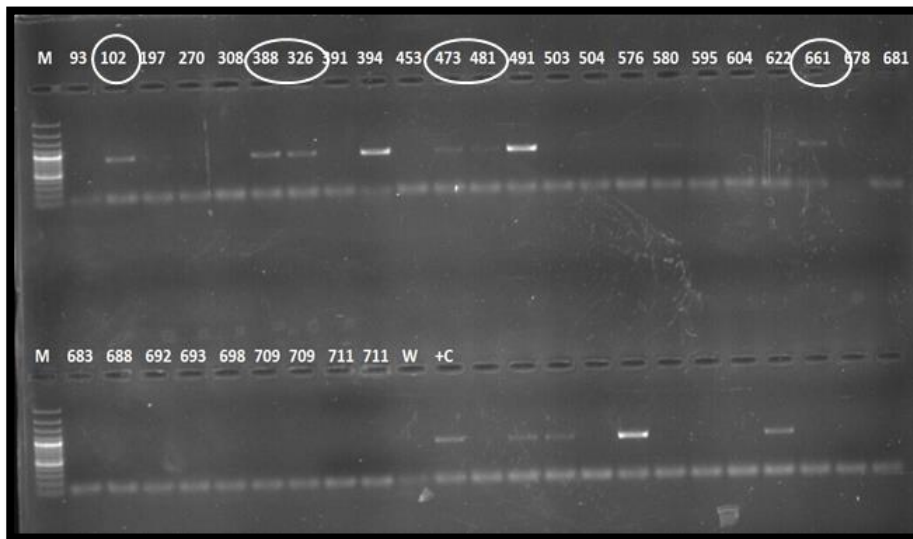
PCR koşullarının optimizasyonu

Çalışmada DreamTaq Thermo Scientific PCR Master Mix PCR karışımı, firmanın önerdiği koşullarda karışımdan 12.5 µl, her bir primerden 1 µl, ddH₂O 5.5 µl ve DNA 5 µl toplam hacim 25 µl olacak şekilde hazırlanmıştır. Yapılan modifikasyonlara rağmen çoğaltılamamış örnekler olması durumunda ise alternatif bir PCR karışımı denenmiştir. Bu karışımın içeriği 2 µl DNA, 2.5 µl tampon çözelti, 2 µl 15 mM MgCl₂, 0,5 µl 10 mM dNTP, 0.2 µl Taq polimeraz enzimi, her bir primerden 1µl ve 16.8 µl ddH₂O toplam hacim 25 µl olacak şekilde hazırlanmıştır. Toplamda 69 farklı örnek üzerinde PCR analizleri yapılmıştır (Şekil 4).



Şekil 4. Zygaenidae familyasına ait böceklerin agaroz jel elektroforez görüntüleri

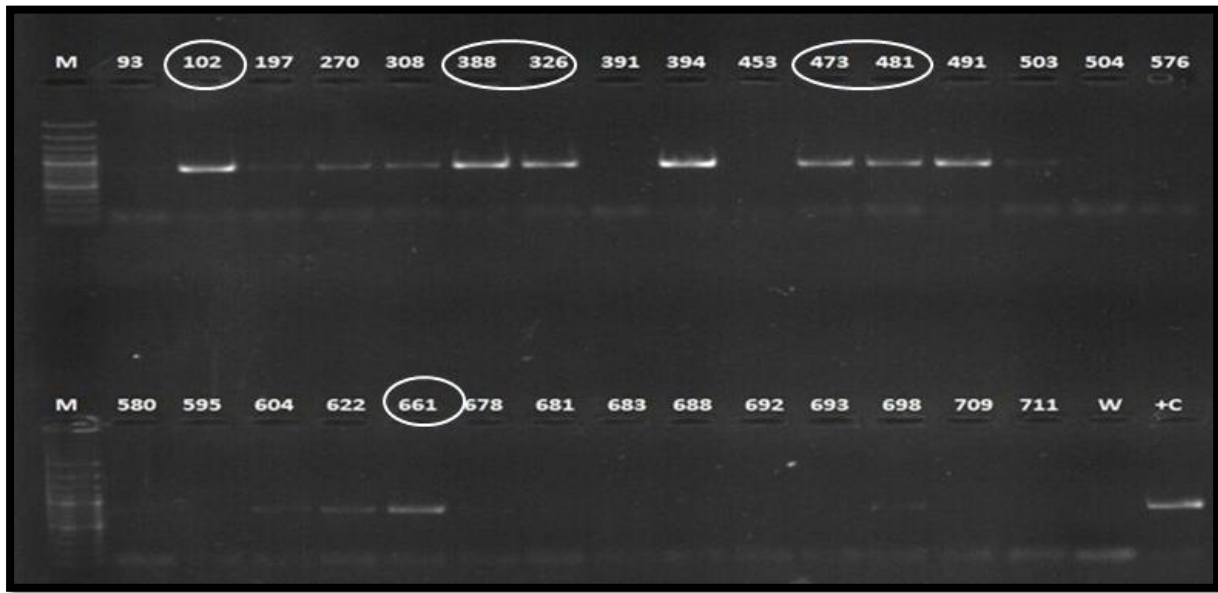
PCR analizleri sonrasında çoğaltılamayan örnekler için PCR karışımında DNA miktarında arttırma ve/veya DNA sulandırması denenerek bazı modifikasyonlar yapılmıştır. Şekil 5’de görüldüğü gibi DNA’nın 1/10 oranında steril su ile sulandırılması ile yapılan PCR analizlerinde daha önce herhangi bir çoğalma görülmeyen örneklerden 102, 388, 326, 473, 481 ve 661 kodlu örneklerde hafif bantlanma, 394 ve 491 kodlu örneklerde ise parlak bantlanma görülmüştür. Bu jel görüntüsü sonrasında dizi analizine gönderilen 394 ve 491 kodlu örneklerden anlamlı diziler elde edilmiştir.



Şekil 5. PCR analizindeki DNA miktarının 1/10 sulandırılması sonucu elde edilen jel görüntüsü.

Jeldeki M: Marker Fermentas SMO321; *A. obscura*: 683, 693, 709; *J. subsolana*: 692; *J. anatolica*: 326, 473, 308, 270, 698, 661, 688, 622, 580, 481, 604; *Z. loti*: 93, 391, 595, 576, 503; *Z. filipendulae*: 388; *Z. graslini*: 102, 197, 678, 681, 491; *Z. carniolica*: 453; *Z. olivieri*: 394; *Z. diaphana*: 504, 511 türleri; W: su kontrol; +C: pozitif kontrol; (*Z. loti*)’yi temsil etmektedir.

Bir diğer modifikasyon çalışması olan DNA miktarının artırılmasında ise DreamTaq PCR Master Mix karışımında önerilen DNA miktarının 1.5 katının (7.5 µl) kullanılması sonucunda DNA'nın 1/10 oranında sulandırılması ile yapılan PCR analizlerinde hafif bantlanma görülen 102, 388, 326, 473, 481, 661 kodlu örneklerin hepsinde parlak ve belirgin bantlar görülmüştür (Şekil 6). Sonuç olarak Zygaenidae örneklerinin çoğaltılamaması durumunda, bu modifikasyon çalışmalarının mevcut sorunların çözümüne alternatif olacağı belirlenmiştir. Çalışmada 308, 504, 711, 681, 692 kodlu örneklerin DNA'sı yapılan tüm optimizasyon ve modifikasyon çalışmaları sonucunda her iki primerle de istenen baz seviyesinde çoğaltılamamıştır. Başarılı sonuçlar elde edilebilmesi için farklı karışımların denenmesi gerektiği düşünülmektedir. Böylesi çalışmalarda gerek PCR döngülerinde gerekse de kimyasalların miktarlarında değişiklikler yapılarak PCR'daki başarıların arttığı görülmüştür (Innis ve Gelfand, 1999; Kranzfelder ve ark., 2006). Bu çalışma sonucunda da aynı düşünce savunulmaktadır.



Şekil 6. PCR analizindeki DNA miktarının 1,5 kat artırılması sonucu elde edilen jel görüntüsü.

Jeldeki M: Marker Fermentas SMO321; *A. obscura*: 683, 693, 709; *J. subsolana*: 692; *J. anatolica*: 326, 473, 308, 270, 698, 661, 688, 622, 580, 481, 604; *Z. loti*: 93, 391, 595, 576, 503; *Z. filipendulae*: 388; *Z. graslini*: 102, 197, 678, 681, 491; *Z. carniolica*: 453; *Z. olivieri*: 394; *Z. diaphana*: 504, 511 türleri; W: su kontrol; +C: pozitif kontrol; M: SM321 (*Z. loti*)'yi temsil etmektedir.

SONUÇ

Birçok böcek takımında olduğu gibi Lepidoptera takımında da son yıllarda türlerin teşhis edilmesinde DNA sekans analizleri gibi moleküler çalışmalar artarak önem kazanmış ve karşılaştırmalı morfolojik sınıflandırmanın tamamlayıcısı olmuştur.

Dünyada Lepidoptera takımı başta olmak üzere pek çok canlı grubunun DNA barkodlanmasında, biyoçeşitliliğinin incelenmesinde, biyocoğrafik yapılarının belirlenmesinde, türlerin tanılanmasında, taksonomik ve sistematik gelişmelerinin takip edilmesinde mtCOI gen bölgesi tercih edilmektedir. Bu çalışmada kullanılan mtCOI gen bölgesindeki HCO2198/LCO1490 kodlu hedef primer çifti universal primerler olarak adlandırılmakta ve Lepidoptera takımında dolayısıyla Zygaenidae familyasında da tür düzeyinde tanıya olanak sağlamaktadır.

Çalışma kapsamında Doğu Akdeniz Bölgesi illerindeki farklı lokasyonlardan toplanan 13 Zygaenidae türünden DNA izolasyonu, PCR analizleri ve optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. DNA izolasyonu aşamasında iki ticari kit, QDNA izolasyon kiti ve MN izolasyon kiti kullanılmış, ve

bunlardan MN kiti daha etkili ve başarılı bulunmuştur. Dolayısıyla Zygaenidae familyası ile ilgili yapılacak çalışmalarda MN kitinin kullanılması başarı şansını arttıracaktır. Bu çalışmada olduğu gibi Nanodrop değerlerinde çelişkili sonuçların elde edilmesi durumunda, mümkünse farklı DNA ölçüm metodlarının da kullanılmasının faydalı olacağı düşünülmektedir.

PCR analizlerinde de iki farklı karışım denenmiştir. DNA'nın çoğaltılmasına ticari bir kit olan DreamTaq Thermo Scientific PCR Master Mix PCR karışımı ile primer ve laboratuvar koşullarına göre modifiye edilmiş PCR karışımı kullanılmıştır. Sonuçlar zaman tasarrufu, araştırmacının ergonomisi ve verimlilik açısından değerlendirildiğinde ticari kitlerin, laboratuvarda hazırlanan PCR karışımına göre daha etkili olduğu saptanmıştır. Yapılan optimizasyonlardan sonra, analize dahil edilen örneklerden 308 (*Jordanita anatolica*), 692 (*Jordanita subsolana*), 504 (*Zygaena diaphana*), 711 (*Z. diaphana*) ve 681 (*Z. graslini*) kodlu örnekler dışında diğer tüm örneklerin uygun gen bölgesi çoğaltılmış ve HCO2198/LCO1490 kodlu primer çifti ile tür tanılanmasında %92.7 oranında başarı elde edilmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi, Bilimsel Araştırmalar Koordinatörlüğü 16782 ve TÜBİTAK-1002 Hızlı Destek Programı 218O174 kodlu projeler ile desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamışlardır.

KAYNAKLAR

- Ammazzalorso AD, Zolnik CP, Daniels TJ, Kolokotronis SO, 2015. To beat or not to beat a tick: comparison of DNA extraction methods for ticks (*Ixodes scapularis*). PeerJ 3:e1147.
- Asghar U, Malik FM, Anwar F, Javed A, Raza A, 2015. DNA Extraction From Insects By Using Different Techniques: A Review. Advances in Entomology, 3: 132-138.
- Can F, 2009. DNA Barcoding Confirms Species Rank for a Cryptic Geometrid Species from Turkey and Bulgaria (Lepidoptera: Geometridae: Sterrhinae). Zootaxa, 2314: 63-68.
- Chen M, Zhu Y, Tao J, Luo Y, 2008. Methodological comparison of DNA extraction from *Holcocerrus hippophaecolus* (Lepidoptera: Cossidae) for AFLP analysis. For. Stud. China, 10(3): 189–192.
- Cheung WY, Hubert N, Landry BS, 2018. A simple and rapid DNA microextraction method for plant, animal, and insect suitable for RAPD and other PCR analyses. Genome Res. 1993(3): 69-70.
- Doğanlar F, 2003. Doğu Akdeniz Bölgesi'nde Geometridae (Lepidoptera) Familyası Üzerinde Faunastik ve Sistemik Araştırmalar. Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Doyle, JJ, Doyle, JL, 1991. Isolation of Plant DNA Fresh Tissue. Focus 12:13-15.
- Efetov KA, Parshkova EV, Baevsky MY, Poddubov AI, 2014. Sec-butyl ester Of Dodecenoate: Synthesis and Attractive Properties. The Ukrainian Biochemical Journal, 5. 86 (6): 175–182.
- Efetov KA, Kirsanova AV, Lazareva ZS, Parshkova EV, Tarmann GM, Rougerie R, Hebert PDN, 2019. DNA Barcoding of Zygaenidae (Lepidoptera): Results and Perspectives. Nota Lepidopterologica, 42(2):137-150.
- Ergül, 2000. Asmalar (Vitis vinifera L. cvs.) genomik DNA Parmak İzi Analizi ile Moleküler Karakterizasyon. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Folmer O, Black M, Hoeh W, Lutz R, Vrijenhoek R, 1994. DNA Primers for Amplification of Mitochondrial Cytochrome C oxidase Subunit I from Diverse Metazoan Invertebrates. Molecular Marine Biology and Biotechnology, 3(5): 294-299.
- Garrevoet T, Bartsch D, Lingenhöle A, 2013. On the Knowledge of *Bembecia rushana* Gorbunov, 1992 and Some Related Species (Lepidoptera: Sesiidae). Nota Lepidopterologica, 36(2):95-108.

- Hausmann A, 2001. The Geometrid Moths of Europe. Apollo Books, Volume I, 282, pp, Strenstrup-Denmark.
- Hebert PDN, Ratnasingham S, DeWaard J, 2003. Barcoding Animal Life: Cytochrome Oxidase Subunit 1 Divergences Among Closely Related Species. *Proceeding of the Royal Society Biology*, 270: 96-99.
- Hofmann A, Tremewan G, 2017. Book Review: The Natural History of Burnet Moths, Part I. 630, pp, Museum Witt Munich and Nature Research Center Vilnius.
- Innis M, Gelfand D, 1999. Optimization of PCR: Conversations between Michael and David. *Protocols for Functional Genomics: PCR Applications*, *Protocols for Functional Genomics*, Academic Press, 3-22 pp.
- Kranzfelder P, Ekrem T, Stur E, 2015. Trace DNA from Insect Skins: A Comparison of Five Extraction Protocols and Direct PCR on Chironomid Pupal Exuviae. *Molecular Ecology*, 16(1): 353-363.
- Kyle M, Watts T, Schade J, Elser JJ, 2003. A microfluorometric method for quantifying RNA and DNA in terrestrial insects. *J Insect Sci.*:3:1.
- Marín DV, Castillo DK, López-Lavalle LAB, Chalarca JR, Pérezc CR, (2021). An Optimized High-Quality DNA Isolation Protocol for *Spodoptera frugiperda* J.E. Smith (Lepidoptera: Noctuidae). *MethodsX*, 8:101255.
- Mironov V, 2003. The Geometrid Moths of Europe, Volume 4. Apollo Books, 464 pp, Strenstrup-Denmark.
- Niehuis O, Naumann CM, Misof B, 2006. Higher Phylogeny of Zygaenid Moths (Insecta: Lepidoptera) Inferred From Nuclear and Mitochondrial Sequence Data and the Evolution of Larval Cuticular Cavities. *Molecular Phylogenetics and Evolution*, 39(3):812-829.
- Palma J, Valmorbidia I, Guesdes JVC, 2016. Comparative Analysis of Protocols for DNA Extraction From Soybean Caterpillars. *Genetics and Molecular Research*, 15(2).
- Samiea L, Champoda C, Glutzb V, Garciab M, Castellac V, Taroni F, 2019. The efficiency of DNA extraction kit and the efficiency of recovery techniques to release DNA using flow cytometry. *Science and Justice*, 59(4): 405-410.
- Sihvonen P, Nupponen K, 2005. Taxonomy of *Rhodostrophia jacularia* (Hubner, 1813)-a Sterrhinae Moth with Variable Female Wing Shape (Lepidoptera: Geometridae). *Nota Lepidopterologica*, 28(2):113-122.
- Spalding A, Fukova I, Contant-Ffrench HR, 2013. The Genetics of *Luperina nickerlii* Freyer, 1985 in Europe s (Noctuidae). *Nota Lepidopterologica*, 36(1):35-46.
- Şimşek Ö, Karaat EF, Serçe S, Aka Kaçar Y, 2005. Bazı Meyve Türlerinde Dna İzolasyon Yöntemlerinin Etkinliğinin Karşılaştırılması. *Batı Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü Derim Dergisi*, 2008, 25(1):59-69.
- Tarmann GM, 2005. Revision of the Australian Zygaenidae (Procridinae: Artonini). CSIRO Publishing, 320, pp, Collingwood, Australia.
- Ulaşlı B, 2020. Doğu Akdeniz Bölgesi Zygaenidae (Lepidoptera) Türlerinin Morfolojik ve Moleküler Yöntemlerle Tanılanması, Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Ulaşlı B, Can F, 2021. Determination of Zygaenidae (Lepidoptera) Species by Morphological and Molecular Methods in The Eastern Mediterranean Region of Turkey. *Turkish Journal of Entomology*. 45(2): 255-268.
- Yen SH, 2003. Phylogeny and Systematics of the Major Lineages of Chalcosiinae Sensu Lato (Zygaenidae). Crimean State Medical University Press, Simferopol, Proceedings of the 7th International Symposium on Zygaenidae, Innsbruck, September: 4-8, 2003, 293-359.
- Yen SH, 2004. Phylogenetic Reconstruction of the Chalcosiinae (Lepidoptera, Zygaenidae s.l.). Imperial College, London. PhD Thesis (Printed).

Atf İçin: Yıldırım S, Demirel R, İçen M, Özden Ö, 2022. Sirtuin1-3 Deasetilazlar: Biyolojik Fonksiyonları ve Kanserde Terapötik Potansiyelleri. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1055-1069.

To Cite: Yıldırım S, Demirel R, İçen M, Özden Ö, 2022. Sirtuin 1-3 Deacetylases: Biological Functions and Therapeutic Potential in Cancer. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1055-1069.

Sirtuin1-3 Deasetilazlar: Biyolojik Fonksiyonları ve Kanserde Terapötik Potansiyelleri

Selma YILDIRIM¹, Ramazan DEMİREL¹, Meryem İÇEN¹, Özkan ÖZDEN^{2*}

ÖZET: Dünya üzerinde en ölümcül hastalıklar listesinde kalp-damar hastalıklarından sonra ikinci sırada yer alan kanser, genel olarak yaşla birlikte görülme sıklığı artan bir hastalık grubudur. Bununla birlikte, son yıllarda genç hastalarda da görülme sıklığının artması, araştırmacıları yeni ve alternatif tedavi arayışlarına yönlendirmektedir. Mayadaki Sir2 geninin memelilerdeki homologları olan sirtuin (SIRT) deasetilaz ailesi, tip 2 diyabet, obezite, kalp-damar hastalıkları, bazı sinir hastalıkları ve kanser gibi yaşlanmayla birlikte görülme sıklığı artan birçok hastalığın ortaya çıkmasıyla ilişkilendirilmesi, son yıllarda bu enzimlerin biyolojik rollerinin anlaşılmasına olan ilgiyi arttırmıştır. SIRT'ler DNA onarımı, apoptozis, metabolizma ve yaşlanma gibi hücrel olayların düzenlenmesindeki rolleri nedeniyle kanser tedavisinde yeni yaklaşımlar sunmaktadır. Nikotinamid adenin dinükleotide (NAD⁺) bağımlı Sınıf III histon deasetilazlar olarak da bilinen bu proteinlerin aktivitesini özel SIRT aktivatör ve inhibitörlerle değiştirilmesi mümkündür. Bu derlemede, SIRT proteinlerinin en çok çalışılan üç üyesi SIRT1, SIRT2 ve SIRT3'ün biyolojik rolleri, kanser ile olan ilişkileri ve SIRT'lerin aktivitelerini değiştiren yeni organik moleküllerin kanser tedavisindeki önemini araştıran güncel araştırma makaleleri derlenmiş ve Türkçe literatür eksikliğini gidermeye katkı sağlamayı amaçlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Kanser, sirtuin, nikotinamid adenin dinükleotid (NAD⁺), apoptozis, DNA onarımı

Sirtuin 1-3 Deacetylases: Biological Functions and Therapeutic Potential in Cancer

ABSTRACT: Cancer, which ranks second in the list of the deadliest diseases in the world after cardiovascular diseases, is a group of diseases whose incidence increases with age. However, the increased incidence in young patients in recent years has led researchers to search for novel and alternative treatments. The fact that members of the sirtuin (SIRT) deacetylase family, which are mammalian homologues of the Sir2 gene in yeast, have important roles in the occurrence and treatment of aging-related diseases, such as type 2 diabetes, obesity, cardiovascular disease and cancer, has amplified interest to the understanding of the roles of these enzymes in recent years. SIRTs offer novel approaches in cancer treatment by regulating cellular events, such as DNA repair, apoptosis, metabolism, and aging. It is possible to alter the activity of these proteins, also known as nicotinamide adenine dinucleotide (NAD⁺) dependent Class III histone deacetylases, with specific SIRT activators and inhibitors. In this review, the biological roles of the three most studied members of SIRT proteins, SIRT1, SIRT2 and SIRT3, and the importance of new organic molecules that change the activities of these SIRTs in cancer treatment in the light of recent literature are discussed, and it was aimed to contribute to filling the lack of Turkish literature on this subject.

Keywords: Cancer, sirtuin, nicotinamide adenine dinucleotide (NAD⁺), apoptosis, DNA repair

¹ Selma YILDIRIM ([Orcid ID: 0000-0003-3521-3383](https://orcid.org/0000-0003-3521-3383)), Ramazan DEMİREL ([Orcid ID: 0000-0001-8654-5359](https://orcid.org/0000-0001-8654-5359)), Meryem İÇEN ([Orcid ID: 0000-0002-5233-5609](https://orcid.org/0000-0002-5233-5609)), Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyomühendislik Bölümü, Kars, Türkiye

² Özkan ÖZDEN ([Orcid ID: 0000-0002-9467-3761](https://orcid.org/0000-0002-9467-3761)), Kafkas Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü, Türkiye

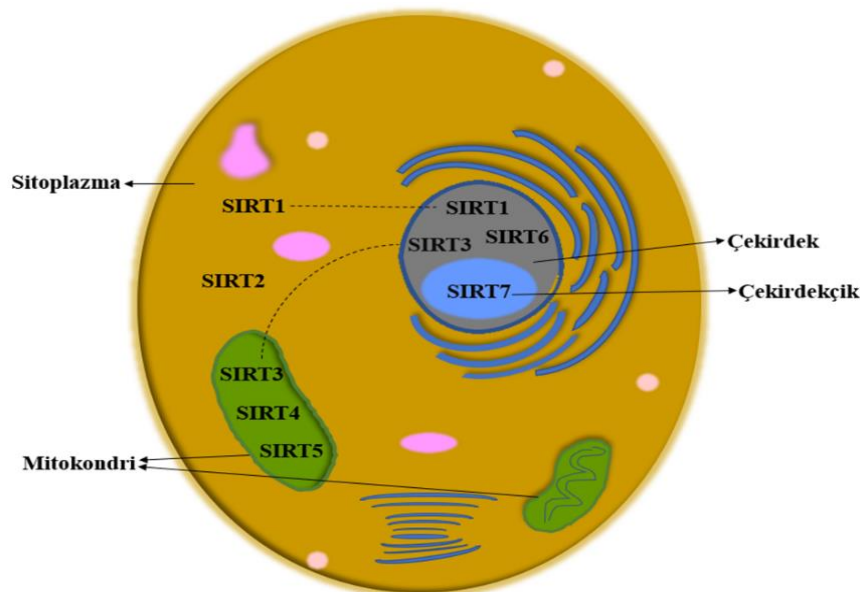
*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Özkan ÖZDEN, e-mail: ozzkan1@gmail.com

GİRİŞ

Dünya üzerinde en yaygın ölüm nedenleri arasında ikinci sırada yer alan kanser, genel olarak onkogenler, tümör baskılayıcı genler ile genom bakımı ve istikrarını sağlayan genlerdeki mutasyonlar sonucunda meydana gelir (Siegel ve ark., 2019; Michor ve ark., 2004). Ökaryotik hücrelerin proliferasyonu çok sayıda sinyal iletim yolları ve büyüme faktörleri tarafından düzenlenir. Proto-onkogenler sinyal iletiminde önemli roller oynar; örneğin, büyüme faktörleri, reseptörler, sitoplazmik taşıyıcı proteinler veya transkripsiyon faktörleri olarak yer alırlar (Yang ve ark., 2007; Weinberg, 1996). Aynı şekilde, genomun gardiyanları olarak tanımlanan tümör süpresör genlerdeki herhangi bir mutasyon sonucu, hücre büyüme kontrol mekanizması zayıflar veya hiç çalışmaz duruma gelir. Bu genlerdeki mutasyonlar çevresel ya da kalıtsal faktörlerden kaynaklanabilir ve sonunda, mevcut dokuda ciddi anormalliklere sebep olabilir (Yang ve ark., 2007; Weinberg, 1996). Diğer bir tanımla kanser, genomunda birbiri ardına mutasyonların birikmesiyle hasar alan bir hücrenin büyüme ve yayılma üzerindeki kontrol mekanizmasından kurtulup çoğalması ve yayılması olarak da ifade edilebilir. Bu bulgu, bozulan hücresel kontrol mekanizmaların bir şekilde değiştirilmesiyle hastalığı önleme ve iyileştirmeye yönelik günümüzün en heyecan verici fikirlerinin çoğunun temelidir.

Kanserle olan yakın ilişkilerinden dolayı sirtuin (SIRT) proteinleri son yıllarda oldukça dikkat çekmektedir. SIRT'ler deasetilasyon aktivitesi göstererek, hedef proteinlerdeki asetil gruplarını post-translasyonel olarak ortadan kaldırır (Imai ve ark., 2000). SIRT'ler deasetilasyon aktivitelerinin yanında ADP-ribosilasyonunu da katalize edebilir. En iyi karakterize edilen aktiviteleri NAD⁺-bağımlı lizin deasetilasyonudur, ancak son çalışmalar bazı SIRT'lerin süksinil, malonil, glutaril ve uzun zincirli yağ açıl grupları gibi diğer açıl grupları da ortadan kaldırdığını göstermiştir (Carafa ve ark., 2016). Memeli hücrelerinde yedi izoformu bulunan SIRT'ler, ilk olarak bir maya türü olan *Saccharomyces cerevisiae*'da keşfedilmiş ve Silent information regülatör 2 (Sir2) olarak adlandırılmıştır.

Memelilerde, günümüze kadar yedi adet SIRT proteini tanımlanmış ve bunlar SIRT1'den SIRT7'ye kadar adlandırılmışlardır. Memeli SIRT proteinleri hücre içinde farklı kısımlara yerleşmişlerdir. SIRT1 çoğunlukla çekirdekte ve SIRT2 genel olarak sitoplazmada bulunur, ancak çekirdek ve sitoplazma arasında geçiş yapabilirler. SIRT3, SIRT4 ve SIRT5 mitokondriye yerleşmişken SIRT6 ve SIRT7 çekirdekte bulunur. SIRT3 mitokondri, çekirdek ve sitoplazma arasında geçiş yapabilir (Ozden ve ark., 2011) (Şekil 1).



Şekil 1. Sirtuin (SIRT) proteinlerinin hücresel lokalizasyonu.

SIRT'lerin bilinen birçok hastalık üzerinde olumlu terapötik etkileri vardır. Bu proteinler yaşlanma sürecine dahil olur ve kanser, kardiyovasküler hastalıklar, tip 2 diyabet ve nörodejenerasyon gibi hastalıklarla ilişkilidirler (Li ve ark., 2015; Park ve ark., 2012). Bunun yanı sıra, apoptozis, yaşlanma, metabolik homeostaz, ve DNA hasar onarımı üzerinde de birçok hücrel olayı düzenlerler (Sanchez-Fidalgo ve ark., 2012).

SIRT'ler ve Kanser İlişkisi

Kanser, kontrolsüz bir şekilde yayılan ve vücudun hemen hemen her organını işlevsiz hale getirebilen bir hastalık grubudur. Amerikan Kanser Derneği'ne göre, küresel kanser oranlarının 2030 yılına kadar 21 milyondan fazla vaka ve 13 milyondan fazla ölümlerle günümüz oranlarının neredeyse iki katına çıkması beklenmektedir (Siegel ve ark., 2015). Son yıllarda, kanser gelişimi ve ilerlemesinde rol oynayan genleri ve yolları belirlemeye yönelik muazzam bir ilerleme kaydedilmiştir. Bu kapsamda SIRT proteinleri çeşitli biyolojik süreçlerdeki ve hastalık durumlarındaki rolleri nedeniyle geniş çapta araştırılmış ve heyecan verici sonuçlar elde edilmiştir. Aşağıda SIRT'lerin kanser üzerindeki etkisinden başlıklar halinde daha detaylı olarak bahsedilmiştir.

SIRT1

SIRT1, keşfedilen ilk SIRT ailesi üyesidir ve bu yedi üye arasında üzerinde en çok araştırma yapılanıdır. SIRT1'in kanser gelişimindeki işlevi çok karmaşık olup, henüz net bir şekilde anlaşılamamıştır. SIRT1'in p53, KU70 ve FOXO ailesinin üyeleri dahil olmak üzere stres tepkisi ile ilgili diğer genler üzerinde baskılayıcı bir etkisinin olduğu açıktır (Saunders ve Verdin, 2007). DNA hasarı durumunda SIRT1, FOXO3'ün deasetilasyonu ve hücre döngüsünün durmasını indükler, FOXO aracılı apoptozu baskılar ve oksidatif strese karşı direnç sağlar (Brunet ve ark., 2004). Bu durum hücre döngüsünün durmasını sağlayıp DNA onarımına teşvik edecektir ki bu da SIRT1 geninin tümör oluşumundaki baskılayıcı rolüne dikkat çekmektedir.

SIRT1 kanserin yanı sıra, birçok nöronal sürece de dahil olması, Alzheimer, Parkinson ve Huntington hastalıkları gibi nörolojik bozukluklardaki rolü hakkında daha fazla araştırma yapılmasına olanak sağlamıştır (Jeong ve ark., 2013). Huntington hastalığıyla ilişkili bir fare modelinde, SIRT1 geninin genetik olarak silinmesi patolojinin kötü yönde ilerlemesiyle sonuçlanırken, yeniden ekspresyonu hastalığa karşı koruyucu etkiler göstermiştir (Jeong ve ark., 2011).

SIRT1'i tümör oluşumuna bağlayan ilk gözlemler, Sir2 geninin kanser hücresi ölümünü teşvik eden p53 deasetilasyonunu gerçekleştirdiğini gösteren çalışmadan gelmiştir (Luo ve ark., 2001; Vaziri ve ark., 2001). Hem SIRT1 hem de p53 için heterozigot olan farelerin spontan tümörler geliştirdiği rapor edilmiştir (Wang ve ark., 2008). Bu durum SIRT1'in haplo-yetersiz bir tümör baskılayıcı olarak işlev görebileceğini gösterir. Bu bulgular, SIRT1 ekspresyonunun tümör oluşumunu baskılayabileceği fikrine yol açmıştır. SIRT1 transgenik fareler üzerinde yapılan diğer bir çalışmada ise, SIRT1 aşırı ekspresyonunun, bağırsak tümörü, spontan karsinomlar ve sarkomun yanı sıra kanserojen kaynaklı karaciğer kanseri insidansını baskıladığını göstermiştir (Hu ve ark., 2014). Bunun yanı sıra, SIRT1 bir yandan apoptozisi baskılayarak tümör uyarıcı görevi görürken, öte yandan p53 genini indükleyerek tümör baskılayıcı olarak da rol oynayabilir (Saunders ve Verdin, 2007) (Şekil 2). SIRT1'in apoptozis üzerindeki bu birbirine zıt iki fonksiyonu, farklı hücre ve koşullarda bu proteininin farklı roller üstlenebileceği şeklinde yorumlanabilir. Örneğin, yapılan bir çalışmada, heterozigot SIRT1 delesyonu uygulanan fareler ile homozigot vahşi tip fareler UVB ışınlarına maruz bırakılarak cilt kanseri gelişimleri gözlemlenmiştir. SIRT1 geni silinmiş farelerin 35 hafta sonunda cilt tümörleri geliştirdiği gözlemlenirken vahşi tip farelerin 42 haftaya kadar tümör geliştirmedikleri gözlemlenmiştir. Çalışmanın sonunda farelere ötenazi yapılmış ve vahşi tip farelerde oluşan lezyonların papillomlar olduğu, SIRT1

geni silinmiş türlerde ise skuamöz hücreli karsinom olduğu tespit edilmiştir (Ming ve ark., 2015). Bu sonuçlardan yola çıkılarak SIRT1'in gen dozuna bağlı olarak UVB'nin neden olduğu cilt tümörüne ikili bir rolü olduğu söylenebilir.

SIRT2

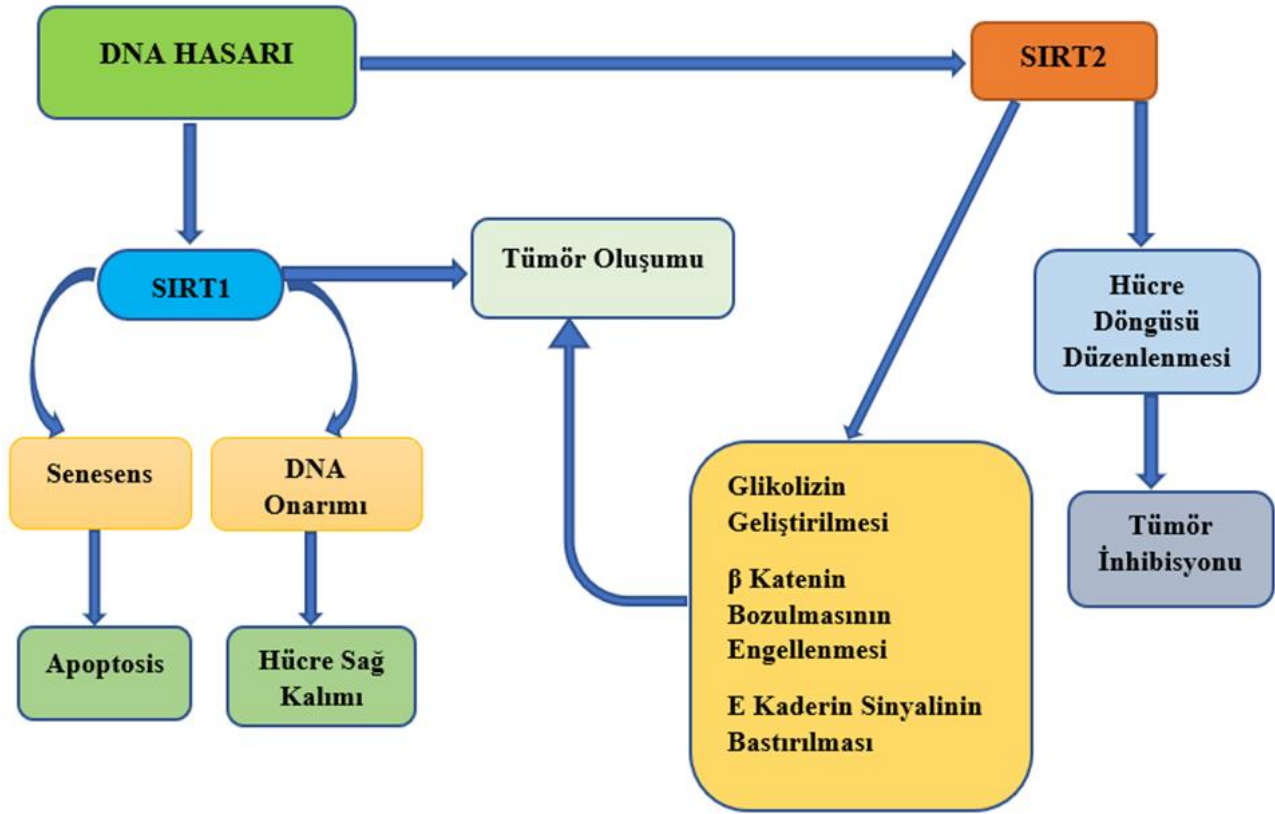
Bir diğer SIRT ailesi üyesi olan sitoplazmada lokalize olan SIRT2'nin, yaşlanma, metabolizma, apoptozis, gen transkripsiyonu ve inflamasyon gibi yaşam aktivitelerinin düzenlenmesinde önemli görevlerinin olduğu ve bu aktivitelerin tümörlerin oluşumunda ve gelişiminde anahtar bir rol oynadığı son zamanlarda yapılan birçok çalışma ile gösterilmiştir (Ozden ve Park, 2021; Park ve ark., 2016; Özden, 2015).

SIRT2 geni insanda 19. kromozomda bulunur ve 18 adet ekzon bölgesi içerir. SIRT2'nin 179 farklı organizmada eksprese edildiği ve omurgasızlar da dahil olmak üzere 97 türün insan SIRT2 geninin homolog dizisini içerdiği bulunmuştur (Rack ve ark., 2014). Bu genin hem basit hem de gelişmiş organizmalarda bulunması, canlılık için vazgeçilmez bir gen olduğu düşüncesini doğurur.

Her ne kadar kanser metabolizmasındaki rolü çelişkili ve karmaşık olsa da, bu genin terapötik etkisi birçok bilimsel çalışma ile gösterilmiştir. Bir çalışmamızda, erkeklerde görülen eşeye bağlı bir kanser türü olan prostat kanserinde LNCaP prostat kanseri hücre hatlarında androjen reseptörü ile SIRT2 arasındaki fiziksel bir protein-protein ilişkisi saptanmıştır. Bu protein ilişkisiyle, prostat kanserini önleyici ve tedavi edici stratejilerin geliştirilmesi açısından, SIRT2 aktivator ve inhibitörlerinin kullanımının önemli olabileceği kanısına varılmıştır (Özden, 2017). SIRT2, tümör anjiyogenezinin inhibe edilmesi gibi tümör mikro-ortamı ile de etkileşime girerek tümör hücresi büyümesini engelleyebilir. Anjiyogenez tümör mekanizması için hayati öneme sahiptir; diğer bir deyişle oksijen ve besin maddelerini tümör hücrelerine ulaştırmanın anahtarıdır. SIRT2'nin, matristeki tümör hücreleri veya fibroblastlar tarafından vasküler endotelial büyüme faktörü ve bağ dokusu büyüme faktörü üretimini inhibe ettiği ve böylece tümör hücrelerinin gelişimini engellediği rapor edilmiştir (Ponnusamy ve ark., 2014). ATP-sitrat liyaz (ACLY), hücre zarının uzamasında ve hücre proliferasyonunda önemli bir rol oynar. Birçok tümör hücresi tipinde SIRT2, ACLY'yi deasetile edebilir ve stabilitesini azaltabilir, böylece tümör hücresi proliferasyonunu inhibe edebilir (Lin ve ark., 2013).

SIRT2, kanser hücrelerinin hücre döngüsü üzerinde doğrudan bir etkiye de sahiptir. Yapılan bir çalışmada hücre kültür ortamında SIRT2'nin tubulin ve histon H4'ü deasetilleyerek hücre döngüsünün düzenlenmesinde görev yaptığı gözlemlenmiştir (Vaquero ve ark., 2006). Yapılan diğer bir çalışmada ise, SIRT2'nin hücre döngüsünü düzenlediği ve SIRT2 geni silinmiş bir grup deney farelerinin dişilerinde meme, erkeklerinde ise karaciğer kanseri geliştiği gözlemlenmiştir (Kim ve ark., 2011). SIRT2 ayrıca tümör mikroçevresini düzenleyerek metastazı ve tümör hücresi invazyonunu da etkileyebilir. Bağışıklıktan kaçınmaya aracılık etme, hücre enerji metabolizmasını düzenleme ve alkali ortamı değiştirme gibi tümör mikro-ortamını etkileyen SIRT2, tümör hücresi büyümesini de destekleyebilir (Chen ve ark., 2020). Huang ve arkadaşları SIRT2'nin karaciğer kanserini teşvik etmek için E-kaderin yolunu inhibe edebileceğini rapor etmişlerdir (Huang ve ark., 2017). SIRT2, tümör promotör görevi görürken alkali ortamda da değişiklikler yapabilir. Çalışmalar, SIRT2'nin laktat dehidrojenazı (LDH) deasetile edebildiğini ve enzim aktivitesini arttırdığını, laktik asit birikimini teşvik ettiğini ve böylece tümör hücresi proliferasyonunu teşvik ettiğini göstermişlerdir (Zhao ve ark., 2013).

Tüm bu bulgular SIRT2'nin hücre tipi ve kanserin mikroçevresine ve evresine bağlı olarak hem tümör baskılayıcı hem de onkogen olarak iki yönlü aktivite sergileyebileceği fikrinin destekçisidir (Şekil 2).



Şekil 2. SIRT1 ve SIRT2'nin iki yönlü aktivitesi. DNA'da meydana gelen hasara bağlı olarak hücreler iki yol izler; ya hasarlı DNA tamir edilir ya da hücre apoptozise uğratılarak yok edilir. Bu iki ihtimalden biri gerçekleşmediği takdirde tümör oluşumu gerçekleşir. Bazı istisnai durumlarda, SIRT1 ve SIRT2'in Alzheimer gibi hastalıkların oluşumunu engellemek adına apoptozisi baskılayarak tümör oluşumuna zemin hazırladığı da gözlemlenir.

SIRT3

Proteinlerin hücresel lokalizasyonu, işlevleri hakkında ipucu verir. Mitokondrial bir protein olan SIRT3, ATP'nin oksidatif üretimini koordine etmek için elektron taşıma zincirindeki enzimleri ve metabolizmayla alakalı diğer bazı mitokondriyal proteinleri düzenler (Ozden ve ark., 2014). Mitokondriler bir hücrenin hayatta kalmasını, ölümünü ve metabolik yollarını düzenleyen ve canlılığın sağlıklı olması ile hastalanması arasındaki dengeyi kontrol etmeye yardımcı olan çok sayıda anahtar molekül içerir (Lanza ve ark., 2010). SIRT3 mitokondriyal bir deasetilazdır ve açlık veya kalori kısıtlaması süresince düzeyi artar ve aktive olur (Ozden ve Tural., 2018; Someya ve ark., 2010). SIRT3, mitokondriyal bütünlüğü ve işlevi korumak için kritik öneme sahiptir (Zhu ve ark., 2012; Park ve ark., 2011). SIRT3^{-/-} farelerinde hiperasetillenmiş mitokondriyal proteinlerin sayısı artar, yağ asidi oksidasyonu bozulur ve düşük ATP seviyeleri görülür (Hirschey ve ark., 2010; Ahn ve ark., 2008). Bu SIRT3'ün mitokondrilerdeki ana deasetilaz olduğunun bir göstergesidir. Ek olarak, genotoksik stres altında, insan embriyonik böbrek (HEK293) ve fibrosarkom hücre dizilerinde genotoksik hücre ölümüne karşı koruma sağlamak için mitokondriyal SIRT3 gerekliliği de söz konusudur (Yang ve ark., 2007). Mitokondrideki merkezi rolü ile SIRT3, oksidatif stres yollarını modüle eder (Tao ve ark., 2010). SIRT3, bazı kolorektal karsinom ve osteosarkom hücrelerinde, ve retinal epitelyal ve akciğer fibroblast hücreleri gibi kanserli olmayan insan hücre dizilerinde senesens ve apoptozisi indükler. Bu eylem bahsi geçen hücre hatlarında JNK2 sinyal yolunun SIRT3 modülasyonu ile sağlanır (Allison ve Milner, 2007). Öte yandan bazı çalışmalarda SIRT1 ve JNK2'nin kolorektal karsinomda apoptozisi baskıladığı bildirilmiştir (Ford ve ark., 2005). Bu durum, SIRT1 ve SIRT3'ün kolorektal karsinomda zıt rollere sahip olduğu şeklinde yorumlanabilir.

Son zamanlarda SIRT3'ün tümörleri baskıladığını kanıtlar nitelikte birçok çalışma yapılmıştır. Kim ve arkadaşları farelerin arka bacaklarına Myc/Ras eksprese eden SIRT3^{-/-} fare embriyonik fibroblastları (MEF'ler) implante etmiş ve üç hafta sonra, bu farelerde tümör geliştiği gözlemlenmiş, ancak SIRT3^{+/+} Myc/Ras, SIRT3^{-/-} Myc veya SIRT3^{-/-} Ras MEF'leri implante edilen farelerde tümör oluşumu gözlemlenmemişlerdir. SIRT3 geni silinmiş MEF'leri, Myc veya Ras eylemiyle ölümsüzleştirilmedikçe, kendiliğinden ölümsüzleşmemişler veya tümörjenik bir fenotipe sahip olmamışlardır (Kim ve ark., 2010). SIRT3 nakavt farelerin hormon reseptörü pozitif meme tümörleri geliştirdiği gözlemlenmiştir. Bu dönüşüme izin veren fenotipe, artan reaktif oksijen tür seviyeleri, kromozomal kararsızlık ve hücre içi metabolizmanın değişmesinin aracılık ettiği rapor edilmiştir. On iki aydan daha yaşlı SIRT3^{-/-} farelerde meme tümörlerinin gelişmesiyle, bu farelerin östrojen/progesteron reseptör pozitif meme kanserinin moleküler düzeyde araştırılmasına olanak sağlayabilecek bir model organizma olarak kullanılabilmesi savunulmuştur (Kim ve ark., 2010). SIRT3'ün bu anti-tümör aktivitesinin mitokondrilerde bulunan manganez-süperoksit dismutaz (MnSOD) enziminin özel lizin aminositlerini deasetile ederek süperoksit seviyelerini, dolayısıyla hücrel oksidatif stres ve hasarı önleyerek gerçekleştirdiği rapor edilmiştir (Tao ve ark., 2010).

Bir tümör baskılayıcı olarak işlev gören SIRT3 ile uyumlu olarak, insanlarda meme kanserlerinin %40'ında ve diğer bazı kanser çeşitlerinde (yumurtalık kanseri, medulloblastom ve akciğer kanseri) SIRT3'ün en az bir kopyasının silinmiş olduğu rapor edilmiştir. SIRT3 delesyonları göstermeyen diğer birçok kanser türünde de SIRT3 ekspresyon seviyelerinde azalma gözlemlenmiştir (Kim ve ark., 2010) (Çizelge 1).

SIRT'ler ve DNA Onarımı

DNA onarımı, hücre döngüsünün devamlılığı, proto-onkogenlerin onkogenlere dönüşme süreci ve dolayısıyla tümör oluşumu süreçlerinde önemli roller üstlenir. Yapılan araştırmalar ışığında, memeli SIRT proteinlerinin bilinen birçok aktivitesinin yanı sıra DNA onarımında da önemli rolleri söz konusudur (Şekil 2). Hücrelerin radyasyona maruz kalması üzerine SIRT1 proteini, DNA onarım kapasitesini geliştirmekte ve DNA onarımıyla görevli Ku70 proteini deasetile etmektedir. SIRT1'in aşırı ifadesinde ise, DNA'da radyasyon kaynaklı zincir kırılmalarında artış gözlemlenmektedir (Jeong ve ark., 2007). Yapılan çalışmalar siRNA aracılığıyla baskılanan endojenik SIRT1 ekspresyonunun, DNA zincir kırılmaları yoluyla SIRT1'in hücrelerin DNA onarım kapasitelerini düzenlediğini göstermektedir (Jeong ve ark., 2007). Bir araştırma sonucuna göre, SIRT1'in aşırı ifade edildiği fare embriyolarının, vahşi tip (wild type) fare embriyolarına kıyasla daha yüksek kromozomal anormallik sergilediği ve daha fazla DNA onarım aktivitesi gösterdiği gözlemlenmiştir (Wang ve ark., 2008). SIRT1 proteininin, bir anahtar düzenleyici olan NFκB'yi (Nuclear Factor kappa B) düzenleyerek enflamasyonda da rol oynadığı ve RelA/p65 geninin aktivitesini bastırarak deasetile ettiği rapor edilmiştir (Yeung ve ark., 2004). Yakın bir tarihte yayınlanan diğer bir çalışmada da SIRT2 ve SIRT3'ün homolog rekombinasyon DNA onarım mekanizmasında, dolayısıyla genom kararlılığında rol oynadığı gösterilmiştir (Yasuda ve ark., 2021).

SIRT'ler ve Apoptozis

SIRT proteinlerinin etkilediği bir diğer hücrel faaliyet de apoptozisdir. Apoptozis, diğer bir ifadeyle programlı hücre ölümü, bir hücrenin genomunun tamir edilemeyecek şekilde hasarlı duruma gelmesi üzerine hücrenin kendi kendisini yok etmesidir (Reed, 2000). SIRT1, SIRT2 ve SIRT3 apoptozisi indükleyerek organizmayı mutasyonlardan koruyabilir (Chua ve ark., 2005; Wang ve ark., 2007). Ancak burada SIRT1'in hücre tipine ve hücrenin o anki fizyolojik durumuna göre iki zıt yönlü mekanizması da göz önünde bulundurulmalıdır. SIRT1'in aşırı ekspresyonunun apoptozisi baskılayarak Alzheimer hastalığı üzerinde olumlu etkiler oluşturduğu gösterilmiştir (Kim ve ark., 2007).

Çizelge 1. Kanserde kanser olmayan hücelere göre SIRT ifade (ekspresyon) düzeyleri

Sirtuin	Kanser Türü	Sirtuin Seviyesi	Sirtuinin Rolü	Kaynaklar
SIRT1	Meme Kanseri	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Wang ve ark., 2008
	Karaciğer Kanseri	İnsan dokularında kspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Wang ve ark., 2008
	Prostat Kanseri	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Wang ve ark., 2008
	Yumurtalık Kanseri	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Wang ve ark., 2008
	Lenfoma	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Wang ve ark., 2008
	Kolon Kanseri	Ekspresyon seviyesi arttırılmış	Onkogen	Chen ve ark., 2020
	Tiroid Kanseri	Ekspresyon seviyesi arttırılmış	Onkogen	Herranz ve ark., 2013
SIRT2	Meme Kanseri	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış veya silinmiş	Tümör baskılayıcı	Kim ve ark., 2011
	Karaciğer Kanseri	Ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Kim ve ark., 2011
	Prostat Kanseri	Ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Kim ve ark., 2011
	Kolorektal Kanseri	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış veya silinmiş	Tümör baskılayıcı	Wang ve ark., 2020
	Bazal benzeri meme kanseri		Onkogen	Zhou ve ark., 2016
SIRT3	Meme Kanseri	İnsan dokularında ekspresyon seviyesi azaltılmış veya silinmiş	Tümör baskılayıcı	Finley ve ark., 2011
	Prostat Kanseri	Ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Kim ve ark., 2010
	Karaciğer Kanseri	Ekspresyon seviyesi azaltılmış	Tümör baskılayıcı	Kim ve ark., 2010
	Skuamöz Hücreli Karsinom	İnsan doku ve kanser hücre hatlarında ekspresyon seviyesi artmış.	Onkogen	Alhazzazi ve ark., 2011

SIRT1 çeşitli proteinleri deasetile ederek apoptozisi baskılar. Bunların en önemlileri arasında apoptozis ve tümör baskılanması için kritik olan p53 vardır (Luo ve ark., 2001). SIRT1'in deasetile ettiği bir diğer protein de DNA onarım reseptörü olan Ku70'tir (Cohen ve ark., 2004). Diğer bir çalışmada ise, SIRT1'in forkhead transkripsiyon faktörü FOXO3'ü deasetile ederek, hücrelerin oksidatif strese karşı dirençli olmasını sağlamak amacıyla apoptozisi baskıladığı ve sonuçta organizmanın daha uzun ömürlü olmasına katkıda bulunabileceği rapor edilmiştir (Brunet ve ark., 2004).

Yaşlanma ve Kalori Kısıtlamasının SIRT'ler ile ilişkisi

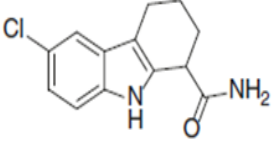
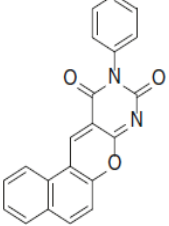
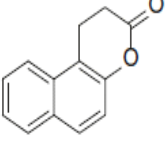
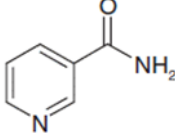
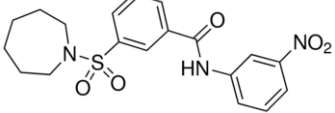
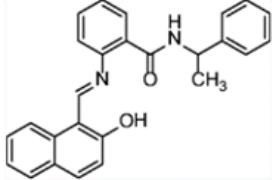
Kalori kısıtlaması, temel gıdalardan mahrum kalmadan, canlının yaşayabilmek için ihtiyacı kadar tükettiği, dolayısıyla kalori alımını azaltan bir diyet rejimidir. Kalori kısıtlamasının yaşam süresini olumlu yönde etkileyen, aynı zamanda yaşlanmayı geciktirerek kanser riskini azaltan önemli bir faktör olduğu düşünülmektedir. Kalori kısıtlamasının maya ve fareler de dahil olmak üzere bir çok organizmanın yaşam süresini uzattığı savunulmaktadır. Kalori kısıtlaması kanser, diyabet ve nörodejeneratif hastalıklar gibi yaşlanmaya bağlı bozuklukların ortaya çıkmasını geciktirip, bu hastalıklara karşı koruma mekanizması geliştirebilir (Fontana ve Klein, 2007). Rhesus maymunlarında kalori kısıtlamasının etkileri üzerine devam eden çalışmalarda henüz nihai sonuçlar alınamamış olsa da mevcut veriler kalori kısıtlamasına maruz kalan maymunların insülin direnci ve tip 2 diyabet gelişimi gibi yaşa bağlı birçok patofizyolojik değişiklikten korunduğunu (Lane ve ark., 1999) ve bazal metabolizma hızlarında (Blanc ve ark., 2003), oksidatif hasar miktarında (Zainal ve ark., 2000) ve bağışıklık sisteminin yaşlanmasında (Messaoudi ve ark., 2006) azalmalar olduğunu göstermektedir. Kalori kısıtlamasının insan vücudu üzerinde nasıl etkilerinin olduğu kesin olarak bilinmemekle beraber, mevcut veri setlerinin çoğu, kalori kısıtlamasının insanlarda da laboratuvar hayvanlarındakine benzer sonuçlar verdiğini ve yaşa bağlı patolojik komplikasyonlar geliştirme riskini azalttığını göstermektedir (Hollooszy ve ark., 2007).

Kalori kısıtlamasının yararlı etkilerinin, Sir2 geni genetik olarak silinmiş model organizmalarda gözlemlenememesi, Sir2'nin kalori kısıtlamasının yaşam süresini uzatan etkilerine aracılık ettiği iddialarını desteklemektedir. Aynı zamanda, kalori kısıtlamasının Sir2 genini indüklemesi de bunun bir göstergesidir. *Sacharomyces cerevisiae* maya hücresi üzerinde yapılan çalışmalar, Sir2 geninin aşırı ekspresyonunun, belirli genlerin epigenetik susturulması ve replikatif yaşam süresinin uzaması gibi metabolik değişikliklere neden olduğunu göstermiştir (Guarente, 2000). Maya hücrelerinde replikatif yaşam süresini sınırlayan faktörlerden biri, genomlarında rDNA çevrelerinin (rRNA'yı kodlayan DNA parçalarının) birikmesidir. rDNA çevrelerinin hücreden çıkarılmaması hücre ölümüyle sonuçlanır. Burada Sir2 geninin işlev kazanmasının hücrede rDNA çemberlerinin oluşumunu baskılayarak maya replikatif ömrünü uzatmaya yardımcı olduğu rapor edilmiştir (Watroba ve Szukiewicz, 2016). Bir diğer çalışmada, Sir2 geninin aşırı ekspresyonunun *Caenorhabditis elegans* ve *Drosophila melanogaster*'de de benzer bir şekilde yaşam süresini uzattığı gözlemlenmiştir (Tissenbaum ve Guarente, 2001).

SIRT İnhibitörleri /Aktivatörleri ve Kansere Tedavisindeki Potansiyelleri

SIRT proteinlerinin ekspresyon düzeylerini çeşitli aktivatör ve inhibitörler aracılığıyla arttırmak mümkündür. Araştırmacılar SIRT düzeylerindeki anormal artışla meydana gelen olumsuz etkileri hafifletmek için SIRT inhibitörlerini kullanırken, hücreler üzerindeki yapıcı ve onarıcı etkilerini arttırmak adına SIRT aktivatörlerini kullanma yoluna gitmişlerdir. Yapılan bu çalışmalarla, bazı kanser türlerinde SIRT proteinlerinin aşırı miktarda arttığı görülmüş ve bazı özel SIRT inhibitörlerinin bu artışı azaltarak anti-kanser aktivite sergiledikleri bildirilmiştir. Diğer bir deyişle, anti-kanser özellikleriyle SIRT'leri hedef alan küçük moleküllerin geliştirilmesi, birçok çalışmanın odak noktası olmuştur (Hu ve ark., 2014). Tek başına veya diğer epigenetik modülatörler veya bilinen ilaçlarla kombinasyon halinde kullanılan birçok SIRT inhibitörünün, nörodejenerasyon ve kansere karşı faydalı etkileri olduğu belirtilmiştir (Villalba ve Alcain, 2012). Sir2 inhibitörleri için maya bazlı bir taramadan tanımlanan splitomisin bazı SIRT1-2 inhibitörlerinin geliştirilmesi için başlangıç noktası olmuştur (Bedalov ve ark., 2001) (Çizelge 2).

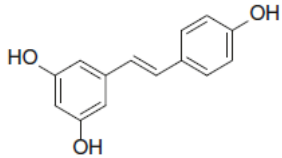
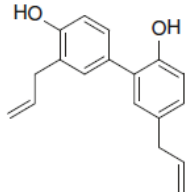
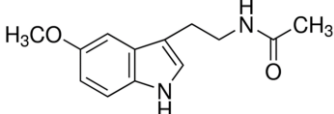
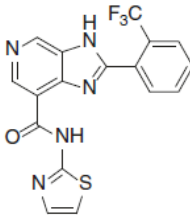
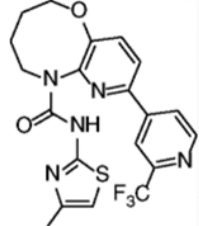
Çizelge 2. Bazı SIRT inhibitörleri

İnhibitör	Kimyasal Yapısı	Biyolojik Etkisi	Kaynaklar
EX-527, selisistat		p53 asetillenmesini indükler, Huntington hastalığı üzerinde iyileştirici etkisi vardır.	Villalba ve Alcain, 2012
Sirtinol		Kanser hücre proliferasyonunu inhibe eder.	Kalle ve ark., 2010
Splitomisin		HeLa hücrelerinde (rahim ağzı kanseri hücre hattı) proliferasyonu baskılar.	Rotili ve ark., 2010
Nikotinamid		Lösemi ve oral skuamöz hücreli karsinom hücrelerinde proliferasyonu bloke eder ve apoptozisi teşvik eder.	Audrito ve ark., 2011
AK-1		Kolon kanser hücre hatlarında SIRT2'yi inhibe ederek hücre döngüsünü durdurur.	Cheon ve ark., 2015
Salermid		Kolorektal karsinom, glioblastoma ve kanser kök hücrelerinde güçlü antiproliferatif etkiler gösterir ve apoptozisi indükler.	Grozing ve ark., 2001

SIRT inhibitörlerinin yanı sıra, SIRT aktivatörleri de etki mekanizmalarından ötürü dikkat çekicidir. Doğal polifenol resveratrol açıklanan ilk SIRT1 aktivatörüdür (Çizelge 3). Resveratrol uygulanmasının mayalar, *Caenorhabditis elegans*, *Drosophila*, balıklar ve arılarda yaşam süresini uzattığı gözlemlenmiştir (Alcain ve Villalba, 2009). Resveratrol ile tedavi edilen farelerin, mitokondriyal fonksiyonları iyileştirdikleri ve yüksek yağlı diyetle bağlı obeziteye karşı koruma sağladıkları gözlemlenmiştir (Milne ve ark., 2007). Obez farelerde ise, resveratrol tedavisinin, gelişen sağlık durumuna ve uzun ömürlülüğe katkı sağladığı rapor edilmiştir (Baur ve ark., 2006). Yapılan bir çalışmada, yüksek tarama ile seçilen bazı diğer SIRT aktivatörü olan küçük moleküllerin resveratrol'den daha güçlü etkilerinin olduğu ve yararlı etkilerinin çoğunu *in vivo* olarak da sergiledikleri gösterilmiştir (Çizelge 3). Diyetle indüklenen ve genetik olarak obez olan (Lepob/ob) farelerde, bu bileşikler, insülin duyarlılığını iyileştirdiği, plazma glukozunu düşürdüğü ve mitokondriyal kapasiteyi arttırdığı rapor edilmiştir. Ayrıca, Zucker (fa/fa) sıçanlarında, aynı bileşikler tüm vücut glukoz homeostazını ve insülin duyarlılığını iyileştirdiği gösterilmiştir (Huhtiniemi ve ark., 2010). Umut verici aktiviteleri nedeniyle,

en güçlü SIRT aktivatörlerinden bazıları şu anda yaşa bağlı farklı hastalıkların tedavisi için klinik deney aşamasındadır (Minor ve ark., 2011).

Çizelge 3. Bazı SIRT aktivatörleri

Aktivatör	Kimyasal Yapısı	Biyolojik Etkisi	Kaynaklar
Resveratrol		Metabolik bozukluklar, tip 2 diyabet gibi yaşlanmaya bağlı hastalıkların tedavisi için klinik deneylerde umut vadeden sonuçlar alınmıştır.	Villalba ve Alcain, 2012
Honokiol		Fareler üzerinde yapılan çalışmalarda kalp hipertrofisini hafifletir, ROS üretimini azaltır ve SIRT3'e bağlı bir şekilde kardiyomiyosit ölümünü önler.	Pillai ve ark., 2015
Melatonin		SIRT3 aracılı anti-oksidant sistemi aktive etmektedir.	Song ve ark., 2017
STAC-5		Metabolik bozukluklar, inflamatuvar ve otoimmün bozukluklar, kardiyovasküler hastalıklar ve kanser gibi yaşlanmaya bağlı nörodejeneratif hastalıkların tedavisinde umut verici sonuçlar elde edilmiştir.	Milne ve ark., 2007
STAC-8		Metabolik bozukluklar, inflamatuvar ve otoimmün bozukluklar, kardiyovasküler hastalıklar ve kanser gibi yaşlanmaya bağlı nörodejeneratif hastalıkların tedavisinde umut verici sonuçlar elde edilmiştir.	Milne ve ark., 2007

SONUÇ

SIRT-kanser ilişkisini konu alan birçok çalışma yapılmış ve önemli ölçüde bulgular elde edilmiştir. Her ne kadar SIRT'lerin moleküler mekanizmaları tam anlamıyla anlaşılmamış olsa da, bu proteinlerin kanser tedavisinde terapötik potansiyelleri umut vaat edicidir. SIRT'lerin DNA onarımı, apoptozis, kanser oluşumu ve yaşlanma gibi önemli hücrel faaliyetleri etkilediği gösterilmiş, ayrıca bazı model organizmaların yaşam süresini uzattığını savunan birçok çalışma yapılmıştır. Bu proteinlerin kanser üzerindeki iki yönlü aktivitesi de dikkat çekmektedir. Alzheimer ve Parkinson gibi hastalıkların engellenmesi için apoptozisi baskılayabilirler; ancak, kanser varlığında da tümör baskılayıcı görevi görerek, kanseri baskılama rolleri de mevcuttur. Çeşitli çalışmalar, SIRT'leri kanser de dahil olmak üzere yaşa bağlı birçok hastalık için yeni terapötik hedefler olarak göstermiştir, ancak SIRT'lerin kansere nasıl dahil olduğu henüz çok az anlaşılabilmiştir. Bunun yanı sıra, SIRT inhibitörleri ve aktivatörleri uygun durumlarda, ilaç veya kimyasallarla kombine halde tedavi amaçlı uygulanabilmektedir. SIRT

proteinlerinin ekspresyon veya aktivitelerinin değiştirilerek kanser tedavisinde çığır açacak buluşlara öncülük etmesi, eşsiz nitelikte fırsatlar sunabilir.

TEŞEKKÜR

Bu derlemenin sorumlu yazarı Doç. Dr. Özkan ÖZDEN 120C117 proje numaralı TÜBİTAK BİDEB 2247-A Ulusal Lider Araştırmacı programıyla desteklenmektedir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Alcain FJ, Villalba JM, 2009. Sirtuin activators. *Expert Opinion on Therapeutic Patents*, 19: 403-414.
- Alhazzazi TY, Kamarajan P, Joo N, Huang JY, Verdin E, D'Silva NJ, Kapila YL, 2011. Sirtuin-3 (SIRT3), a novel potential therapeutic target for oral cancer. *Cancer*, 117(8): 1670-1678.
- Allison SJ, Milner J, 2007. SIRT3 is pro-apoptotic and participates in distinct basal apoptotic pathways. *Cell Cycle*, 6: 2669-2677.
- Audrito V, Vaisitti T, Rossi D, Gottardi D, Arena G, Laurenti L, Deaglio S, 2011. Nicotinamide blocks proliferation and induces apoptosis of chronic lymphocytic leukemia cells through activation of the p53/miR-34a/SIRT1 tumor suppressor network. *Cancer Research*, 71(13): 4473-4483.
- Bedalov A, Gatabont T, Irvine WP, Gottschling DE, Simon JA, 2001. Identification of a small molecule inhibitor of Sir2p. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 98: 15113-15118.
- Blanc S, Schoeller D, Kemnitz J, Weindruch R, Colman R, Newton W, Wink K, Baum S, Ramsey J, 2003. Energy expenditure of rhesus monkeys subjected to 11 years of dietary restriction. *The Journal of Clinical Endocrinology & Metabolism*, 88(1): 16-23.
- Brunet A, Sweeney LB, Sturgill JF, Chua KF, Greer PL, Lin Y, Tran H, Ross SE, Mostoslavsky R, Cohen HY, ve ark, 2004. Stress-dependent regulation of FOXO transcription factors by the SIRT1 deacetylase. *Science*, 303: 2011-2015.
- Carafa V, Rotili D, Forgiione M, Cuomo F, Serrettiello E, Hailu GS, Jarho E, Lahtela-Kakkonen M, Mai A, Altucci L, 2016. Sirtuin functions and modulation: from chemistry to the clinic. *Clinical Epigenetics*, 8: 61.
- Chen G, Huang P, Hu C, 2020. The role of SIRT2 in cancer: A novel therapeutic target. *The International Journal of Cancer*, 147: 3297-3304.
- Chua KF, Mostoslavsky R, Lombard DB, Pang WW, Saito S, Franco S, Kaushal D, Cheng HL, Fischer MR, Stokes N, ve ark, 2005. Mammalian SIRT1 limits replicative life span in response to chronic genotoxic stress. *Cell Metabolism*, 2: 67-76.
- Cohen HY, Miller C, Bitterman KJ, Wall NR, Hekking B, Kessler B, Howitz KT, Gorospe M, de Cabo R, Sinclair DA, 2004. Calorie restriction promotes mammalian cell survival by inducing the SIRT1 deacetylase. *Science*, 305: 390-392.
- Finley LW, Carracedo A, Lee J, Souza A, Egia A, Zhang J, Teruya-Feldstein J, Moreira PI, Cardoso SM, Clish CB, ve ark, 2011. SIRT3 opposes reprogramming of cancer cell metabolism through HIF1 α destabilization. *Cancer Cell*, 19(3): 416-28.
- Fontana L, Klein S, 2007. Aging, adiposity, and calorie restriction. *JAMA*, 297: 986-994.
- Ford J, Jiang M, Milner J, 2005. Cancer-specific functions of SIRT1 enable human epithelial cancer cell growth and survival. *Cancer Research*, 65: 10457-10463.

- Grozinger CM, Chao ED, Blackwell HE, Moazed D, Schreiber SL, 2001. Identification of a class of small molecule inhibitors of the sirtuin family of NAD-dependent deacetylases by phenotypic screening. *Journal of Biological Chemistry*, 276(42): 38837-38843.
- Herranz D, Maraver A, Cañamero M, Gómez-López G, Inglada-Pérez L, Robledo M, Castelblanco E, Matias-Guiu X, Serrano M, 2013. SIRT1 promotes thyroid carcinogenesis driven by PTEN deficiency. *Oncogene*, 32(34): 4052-4056.
- Holloszy JO, Fontana L, 2007. Caloric restriction in humans. *Experimental Gerontology*, 42(8): 709-712.
- Hu J, Jing H, Lin H, 2014. Sirtuin inhibitors as anticancer agents. *Future Medicinal Chemistry*, 6: 945-966.
- Huang S, Zhao Z, Tang D, Zhou Q, Li Y, Zhou L, Yin Y, Wang Y, Pan Y, Dorfman RG, Ling T, Zhang M, 2017. Downregulation of SIRT2 Inhibits Invasion of Hepatocellular Carcinoma by Inhibiting Energy Metabolism. *Translational Oncology*, 10: 917-927.
- Huhtiniemi T, Suuronen T, Lahtela-Kakkonen M, Bruijn T, Jaaskelainen S, Poso A, Salminen A, Leppanen J, Jarho E, 2010. N(epsilon)-Modified lysine containing inhibitors for SIRT1 and SIRT2. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 18: 5616-5625.
- Imai S, Armstrong CM, Kaerberlein M, Guarente L, 2000. Transcriptional silencing and longevity protein Sir2 is an NAD-dependent histone deacetylase. *Nature*, 403: 795-800.
- Jeong H, Cohen DE, Cui L, Supinski A, Savas JN, Mazzulli JR, Yates JR, 3rd, Bordone L, Guarente L, Krainc D, 2011. Sirt1 mediates neuroprotection from mutant huntingtin by activation of the TORC1 and CREB transcriptional pathway. *Nature Medicine*, 18: 159-165.
- Jeong J, Juhn K, Lee H, Kim SH, Min BH, Lee KM, Cho MH, Park GH, Lee KH, 2007. SIRT1 promotes DNA repair activity and deacetylation of Ku70. *Experimental & Molecular Medicine*, 39: 8-13.
- Jeong JK, Moon MH, Lee YJ, Seol JW, Park SY, 2013. Autophagy induced by the class III histone deacetylase Sirt1 prevents prion peptide neurotoxicity. *Neurobiology of Aging*, 34: 146-156.
- Kalle AM, Mallika A, Badiger J, Talukdar P, 2010. Inhibition of SIRT1 by a small molecule induces apoptosis in breast cancer cells. *Biochemical and biophysical research communications*, 401(1): 13-19.
- Kim D, Nguyen MD, Dobbin MM, Fischer A, Sananbenesi F, Rodgers JT, Delalle I, Baur JA, Sui G, Armour SM, Puigserver P, Sinclair DA, Tsai LH, 2007. SIRT1 deacetylase protects against neurodegeneration in models for Alzheimer's disease and amyotrophic lateral sclerosis. *The EMBO Journal*, 26: 3169-3179.
- Kim HS, Patel K, Muldoon-Jacobs K, Bisht KS, Aykin-Burns N, Pennington JD, van der Meer R, Nguyen P, Savage J, Owens KM, Vassilopoulos A, Ozden O, Park SH, Singh KK, Abdulkadir SA, Spitz DR, Deng CX, Gius D, 2010. SIRT3 is a mitochondria-localized tumor suppressor required for maintenance of mitochondrial integrity and metabolism during stress. *Cancer Cell*, 17: 41-52.
- Kim HS, Vassilopoulos A, Wang RH, Lahusen T, Xiao Z, Xu X, Li C, Veenstra TD, Li B, Yu H, Ji J, Wang XW, Park SH, Cha YI, Gius D, Deng CX, 2011. SIRT2 maintains genome integrity and suppresses tumorigenesis through regulating APC/C activity. *Cancer Cell*, 20(4): 487-499.
- Lane MA, Ingram DK, Roth GS, 1999. Calorie restriction in nonhuman primates: effects on diabetes and cardiovascular disease risk. *Toxicological Sciences*, 52(2 Suppl):41-48.
- Li Y, Liu T, Liao S, Li Y, Lan Y, Wang A, Wang Y, He B, 2015. A mini-review on Sirtuin activity assays. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 467: 459-466.
- Lin R, Tao R, Gao X, Li T, Zhou X, Guan KL, Xiong Y, Lei QY, 2013. Acetylation stabilizes ATP-citrate lyase to promote lipid biosynthesis and tumor growth. *Molecular Cell*, 51: 506-518.

- Luo J, Nikolaev AY, Imai S, Chen D, Su F, Shiloh A, Guarente L, Gu W, 2001. Negative control of p53 by Sir2alpha promotes cell survival under stress. *Cell*, 107: 137-148.
- Messaoudi I, Warner J, Fischer M, Park B, Hill B, Mattison J, Lane MA, Roth GS, Ingram DK, Picker LJ, Douek DC, Mori M, Nikolich-Zugich J, 2006. Delay of T cell senescence by caloric restriction in aged long-lived nonhuman primates. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 103(51): 19448-19453.
- Michor F, Iwasa Y, Nowak MA, 2004. Dynamics of cancer progression. *Nature Reviews Cancer*, 4: 197-205.
- Milne JC, Lambert PD, Schenk S, Carney DP, Smith JJ, Gagne DJ, Jin L, Boss O, Perni RB, Vu CB, ve ark, 2007. Small molecule activators of SIRT1 as therapeutics for the treatment of type 2 diabetes. *Nature*, 450: 712-716.
- Ming M, Soltani K, Shea CR, Li X, He YY, 2015. Dual role of SIRT1 in UVB-induced skin tumorigenesis. *Oncogene*, 34(3), 357-363.
- Minor RK, Baur JA, Gomes AP, Ward TM, Csiszar A, Mercken EM, Abdelmohsen K, Shin YK, Canto C, Scheibye-Knudsen M ve ark, 2011. SIRT1720 improves survival and healthspan of obese mice. *Scientific Reports*, 1: 70.
- Ozden O, Park SH, 2021. SIRT2 mediated downregulation of FOXM1 in response to TGF β through the RAF-MEK-ERK signaling pathway in colon cancer. *Archives of Biological Sciences*, 73(2):257-64.
- Ozden O, Park SH, Kim HS, Jiang H, Coleman MC, Spitz DR, Gius D, 2011. Acetylation of MnSOD directs enzymatic activity responding to cellular nutrient status or oxidative stress. *Aging (Albany NY)*, 3: 102-107.
- Ozden O, Park SH, Wagner BA, Song HY, Zhu Y, Vassilopoulos A, Jung B, Buettner GR, Gius D, 2014. SIRT3 deacetylates and increases pyruvate dehydrogenase activity in cancer cells. *Free Radical Biology and Medicine*, 76: 163-172.
- Ozden O, Tural K, 2018. Changes in the Expression and the Role of Sirtuin 3 in Cancer Cells and in Cardiovascular Health and Disease. *Gene Expression and Regulation in Mammalian Cells - Transcription Toward the Establishment of Novel Therapeutics*, Fumiaki Uchiumi (ed.), Bölüm:8, s.163-180, IntechOpen.
- Özden Ö, 2015. SIRT2-JAK1 interaction decreases IL-6 induced inflammatory response in cancer cells. *Journal of the Faculty of Veterinary Medicine*, 21: 813-817.
- Özden Ö, 2017. Deacetylation of Androgen Receptor by SIRT2 and its Dysregulation Promotes Pathogenesis and Progression of Prostate Cancer. *Kafkas Journal of Medical Sciences* 7(2): 97-101.
- Park SH, Ozden O, Jiang H, Cha YI, Pennington JD, Aykin-Burns N, Spitz DR, Gius D, Kim HS, 2011. Sirt3, mitochondrial ROS, ageing, and carcinogenesis. *International Journal of Molecular Sciences*, 12: 6226-6239.
- Park SH, Ozden O, Liu G, Song HY, Zhu Y, Yan Y, Zou X, Kang HJ, Jiang H, Principe DR ve ark., 2016. SIRT2-Mediated Deacetylation and Tetramerization of Pyruvate Kinase Directs Glycolysis and Tumor Growth. *Cancer Research*, 76: 3802-3812.
- Park SH, Zhu Y, Ozden O, Kim HS, Jiang H, Deng CX, Gius D, Vassilopoulos A, 2012. SIRT2 is a tumor suppressor that connects aging, acetylome, cell cycle signaling, and carcinogenesis. *Translational Cancer Research*, 1: 15-21.

- Pillai VB, Samant S, Sundaresan NR, Raghuraman H, Kim G, Bonner MY, Arbiser JL, Walker DI, Jones DP, Gius D, Gupta MP, 2015. Honokiol blocks and reverses cardiac hypertrophy in mice by activating mitochondrial Sirt3. *Nature Communications*, 6: 6656.
- Ponnusamy M, Zhou X, Yan Y, Tang J, Tolbert E, Zhao TC, Gong R, Zhuang S, 2014. Blocking sirtuin 1 and 2 inhibits renal interstitial fibroblast activation and attenuates renal interstitial fibrosis in obstructive nephropathy. *Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics*, 350: 243-256.
- Rack JG, VanLinden MR, Lutter T, Aasland R, Ziegler M, 2014. Constitutive nuclear localization of an alternatively spliced sirtuin-2 isoform. *Journal of Molecular Biology*, 426: 1677-1691.
- Reed JC, 2000. Mechanisms of apoptosis. *The American Journal of Pathology*, 157: 1415-1430.
- Rotili D, Tarantino D, Carafa V, Lara E, Meade S, Botta G, Mai A, 2010. Identification of tri-and tetracyclic pyrimidinediones as sirtuin inhibitors. *ChemMedChem*, 5(5): 674-677.
- Sanchez-Fidalgo S, Villegas I, Sanchez-Hidalgo M, de la Lastra CA, 2012. Sirtuin modulators: mechanisms and potential clinical implications. *Current Medicinal Chemistry*, 19: 2414-2441.
- Saunders LR, Verdin E, 2007. Sirtuins: critical regulators at the crossroads between cancer and aging. *Oncogene*, 26: 5489-5504.
- Siegel RL, Miller KD, Jemal A, 2015. Cancer statistics, 2015. *CA: A Cancer Journal for Clinicians*, 65: 5-29.
- Siegel RL, Miller KD, Jemal A, 2019. Cancer statistics, 2019. *CA: A Cancer Journal for Clinicians*, 69: 7-34.
- Someya S, Yu W, Hallows WC, Xu J, Vann JM, Leeuwenburgh C, Tanokura M, Denu JM, Prolla TA, 2010. Sirt3 mediates reduction of oxidative damage and prevention of age-related hearing loss under caloric restriction. *Cell*, 143: 802-812.
- Song C, Zhao J, Fu B, Li D, Mao T, Peng W, Wu H, Zhang Y, 2017. Melatonin-mediated upregulation of Sirt3 attenuates sodium fluoride-induced hepatotoxicity by activating the MT1-PI3K/AKT-PGC-1 α signaling pathway. *Free Radical Biology and Medicine*, 112: 616-630.
- Tao R, Coleman MC, Pennington JD, Ozden O, Park SH, Jiang H, Kim HS, Flynn CR, Hill S, Hayes McDonald W ve ark, 2010. Sirt3-mediated deacetylation of evolutionarily conserved lysine 122 regulates MnSOD activity in response to stress. *Molecular Cell*, 40: 893-904.
- Tissenbaum HA, Guarente L, 2001. Increased dosage of a sir-2 gene extends lifespan in *Caenorhabditis elegans*. *Nature*, 410: 227-230.
- Vaquero A, Scher MB, Lee DH, Sutton A, Cheng HL, Alt FW, Serrano L, Sternglanz R, Reinberg D, 2006. SirT2 is a histone deacetylase with preference for histone H4 Lys 16 during mitosis. *Genes & development*, 20(10), 1256-1261.
- Vaziri H, Dessain SK, Ng Eaton E, Imai SI, Frye RA, Pandita TK, Guarente L, Weinberg RA, 2001. hSIR2(SIRT1) functions as an NAD-dependent p53 deacetylase. *Cell*, 107: 149-159.
- Villalba JM, Alcain FJ, 2012. Sirtuin activators and inhibitors. *Biofactors*, 38: 349-59.
- Wang B, Ye Y, Yang X, Liu B, Wang Z, Chen S, Jiang K, Zhang W, Jiang H, Mustonen H, Puolakkainen P, Wang S, Luo J, Shen Z, 2020. SIRT2-dependent IDH1 deacetylation inhibits colorectal cancer and liver metastases. *EMBO Reports*, 21(4):e48183.
- Wang F, Nguyen M, Qin FX, Tong Q, 2007. SIRT2 deacetylates FOXO3a in response to oxidative stress and caloric restriction. *Aging Cell*, 6: 505-514.
- Wang RH, Sengupta K, Li C, Kim HS, Cao L, Xiao C, Kim S, Xu X, Zheng Y, Chilton B, Jia R, Zheng ZM, Appella E, Wang XW, Ried T, Deng CX, 2008. Impaired DNA damage response, genome instability, and tumorigenesis in SIRT1 mutant mice. *Cancer Cell*, 14: 312-323.
- Weinberg RA, 1996. How cancer arises. *Scientific American*, 275: 62-70.

- Yang L, Han Y, Suarez Saiz F, Minden MD, 2007. A tumor suppressor and oncogene: the WT1 story. *Leukemia*, 21: 868-876.
- Yasuda T, Takizawa K, Ui A, Hama M, Kagawa W, Sugasawa K, Tajima K, 2021. Human SIRT2 and SIRT3 deacetylases function in DNA homologous recombinational repair. *Genes Cells*, 26: 328-335.
- Yeung F, Hoberg JE, Ramsey CS, Keller MD, Jones DR, Frye RA, Mayo MW, 2004. Modulation of NF-kappaB-dependent transcription and cell survival by the SIRT1 deacetylase. *EMBO Journal*, 23: 2369-2380.
- Zainal TA, Oberley TD, Allison DB, Szweda LI, Weindruch R, 2000. Caloric restriction of rhesus monkeys lowers oxidative damage in skeletal muscle. *The FASEB Journal*, 14(12): 1825-1836.
- Zhao D, Zou SW, Liu Y, Zhou X, Mo Y, Wang P, Xu YH, Dong B, Xiong Y, Lei QY ve ark, 2013. Lysine-5 acetylation negatively regulates lactate dehydrogenase A and is decreased in pancreatic cancer. *Cancer Cell*, 23: 464-476.
- Zhou W, Ni TK, Wronski A, Glass B, Skibinski A, Beck A, Kuperwasser C, 2016. The SIRT2 Deacetylase Stabilizes Slug to Control Malignancy of Basal-like Breast Cancer. *Cell Reports*, 17(5): 1302-1317.
- Zhu Y, Park SH, Ozden O, Kim HS, Jiang H, Vassilopoulos A, Spitz DR, Gius D, 2012. Exploring the electrostatic repulsion model in the role of Sirt3 in directing MnSOD acetylation status and enzymatic activity. *Free Radical Biology and Medicine*, 53: 828-833.

Atıf İçin: Eryılmaz GA, Kılıç O, Gündüz CS, 2022. Üniversite Öğrencilerinin Girişimcilikle İlgili Görüşleri: Ondokuz Mayıs Üniversitesi Örneği, Samsun. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1070-1079.

To Cite: Eryılmaz GA, Kılıç O, Gündüz CS, 2022. University Students' Perspectives on Entrepreneurship: A Case Study of Ondokuz Mayıs University, Samsun. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1070-1079.

Üniversite Öğrencilerinin Girişimcilikle İlgili Görüşleri: Ondokuz Mayıs Üniversitesi Örneği, Samsun

Gamze AYDIN ERYILMAZ^{1*}, Osman KILIÇ², Ceylan SEBİK GÜNDÜZ³

ÖZET: Araştırmanın amacı, öğrencilerin üniversite öğrenimi sonrası kamu ve özel sektörde çalışma ya da kendi işini yapma isteğine göre girişimcilğe bakış açılarını ortaya koymaktır. Araştırma verileri, Ondokuz Mayıs Üniversitesi'nde önlisans ve lisans öğrenimi gören 266 öğrenciyle yapılan anketlerden oluşmaktadır. Araştırmada, öğrencilerin kamu ve özel sektörde çalışma ya da kendi işini yapma isteği arasındaki farklılığın belirlenmesinde ki-kare testi kullanılmıştır. Kamu sektöründe çalışmak isteyenler; iş güvencesini (%66.3), özel sektörde çalışmak isteyenler genç yaşta terfi imkânını (%35.2), girişimci olmak isteyenler ise kimseye bağımlı olmadan hayallerini gerçekleştirebilmeyi (%53.2) en önemli gerekçe olarak göstermişlerdir. Araştırma sonuçları, girişimci olma konusunda erkek öğrencilerin kız öğrencilerden daha istekli olduklarını ve baba mesleğinin öğrencinin girişimci olma isteği üzerinde etkili olduğunu göstermektedir. Girişimciliğin olumlu yönleri hakkında öğrenciler arasında öne çıkan üç önemli görüş; yaratıcılığı canlı tutması, kişisel becerilerin kullanılması ve yeniliklerin uygulanmasına imkân vermesi şeklinde belirtilmiştir. Öğrencilerin girişimcilikle ilgili olumsuz görüşleri ise; risk alma, geniş sorumluluk ve çalışanların motivasyonunu yüksek tutma gerekliliğidir. Araştırma sonuçları, öğrencilerin kişilikleriyle örtüşen işleri seçme konusunda kendi inisiyatifleriyle karar verebilmelerini sağlayacak toplumsal bilinçlenmeye ihtiyaç olduğunu göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Girişimcilik, girişimcilik eğilimi, öğrenci, üniversite

University Students' Perspectives on Entrepreneurship: A Case Study of Ondokuz Mayıs University, Samsun

ABSTRACT: The aim of this research is to reveal the students' perspectives on entrepreneurship after university education according to their desire to work in the public and private sector or to do their own business. The research data consists of questionnaires completed with 266 students studying at Ondokuz Mayıs University. In the research, the Chi-square test was used to determine the difference between students' desire to work in the public and private sector or to do their own business. The most important reasons for want to work in public sector, private sector and wanted to be an entrepreneur were job security (66.3%), the opportunity to be promoted at a young age (35.2%) and to realize their dreams independently from anyone else (53.2%), respectively. The results of the research showed that male students were more willing to be entrepreneurs than female students and the father's profession was also effective on the students' desire to be an entrepreneur. The three important perspectives about the positive aspect of entrepreneurship among the students were stated as keeping creativity alive, using personal skills and enabling the application of innovations. The negative opinions of the students about entrepreneurship were the necessity of taking risks, wide responsibility and keeping the motivation of the employees high. The results of the research showed that there is a need of social awareness that will enable students to decide on their own initiative in choosing jobs that match their personalities.

Keywords: Entrepreneurship, entrepreneurial tendency, student, university

¹Gamze AYDIN ERYILMAZ ([Orcid ID: 0000-0002-4440-8687](https://orcid.org/0000-0002-4440-8687)), Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun Meslek Yüksekokulu, Park ve Bahçe Bitkileri Bölümü, Samsun, Türkiye

² Osman KILIÇ ([Orcid ID: 0000-0002-0129-4034](https://orcid.org/0000-0002-0129-4034)), Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Ekonomisi Bölümü, Samsun, Türkiye

³ Ceylan SEBİK GÜNDÜZ ([Orcid ID: 0000-0001-5723-5124](https://orcid.org/0000-0001-5723-5124)), Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Güzel Sanatlar Fakültesi, Resim Bölümü, Samsun, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Gamze AYDIN ERYILMAZ, e-mail: gamzeaydin@omu.edu.tr

GİRİŞ

Tarihsel sürecin başından beri var olduğu kabul edilen ve insanoğlunun temel ihtiyaçlarını karşılamak amacıyla gerçekleştirilen faaliyetler girişimcilik ruhunu oluşturmaktadır. Ateş ve tekerleğin bulunması tarihteki ilk girişim örnekleri olarak değerlendirilebilir. İlerleyen dönemlerde bireylerin yaşamlarını sürdürebilmek için yapmış oldukları avcılık ve benzeri faaliyetler de girişimcilik unsurları taşımaktadır. Günümüz bilgi çağında, tarihteki ilk girişim örneklerinin üzerine eklenen birçok yeni girişim, girişimcilik kavramının ortaya çıkmasına ve gelişmesine zemin hazırlamıştır (Sarıtaş ve Duran, 2017). Girişimciyi hedefine ulaşmak için riski göze alarak üretim koşullarını düzenleyip, ürün ve hizmet gerçekleştiren kişi olarak tanımlamak mümkündür. Girişimsel faaliyeti ve girişimciyi diğer ticari aktivitelerden ayıran en önemli özellik ise kâr amacından ziyade hedefin gerçekleştirilmesi durumudur (Tarhan, 2021).

İnsan davranışları pek çok faktörün etkisiyle oluşmakta ve şekillenmektedir. Bu açıdan girişimcilerin kişilik oluşumlarında, doğuştan var olan ve onları girişimci olmaya iten pek çok etken olduğu gibi, aynı zamanda dış faktörlerin de girişimci kişiliğin oluşmasında etkili olduğu söylenebilir (Akpınar ve Küçüköksel, 2015). Girişimcilerin özelliklerine bakıldığında, girişimcilikle ilgili benzer kişisel özellikler göze çarpmaktadır. Bu özellikler; pazardaki gelişme ve fırsatları görme, bu gelişme ve fırsatlarla iş fikri oluşturma, risk faktörünü göz önüne alarak kaynakları bir araya getirme ve bunları etkin kullanma, bireysel ve işletme olarak sürekli hedef edinme, azimli ve yenilikçi olma şeklinde sıralanmaktadır (Küçük, 2017). Girişimciliği etkileyen birçok içsel ve dışsal faktör de söz konusudur. Girişimcilik temelinde bir kişilik özelliği olmasına rağmen, tek başına bu bakış açısı bazı bireylerin girişimcilik eğiliminin neden diğerlerinden daha fazla olduğunu açıklamakta yeterli olmamaktadır. Bu nedenle bazı kişilik kuramları, davranışsal kuramlar ve sosyolojik yaklaşımlar bu farklılıkları açıklamaya çalışmaktadır. Bu bakış açısına göre girişimciliği etkileyen; geçmişten gelen, örgütsel yapı ve çevresel olmak üzere üç temel faktör bulunmaktadır. Geçmişten gelen faktörler; genetik yapı, eğitim, aile, geçmişte kazanılan deneyimler gibi kişiye has özelliklerdir. Örgüt yapısıyla ilgili faktörler; beşeri ilişkiler, işle ilgili kazanılan bilgi ve beceri, iş tecrübesi, güdülenme ve coğrafi konum gibi örgüte ait değişkenlerdir. Çevresel faktörler ise; kişisel ve işletmeye ait özelliklerin dışında kalan ekonomik şartlar, risk sermayesine ulaşılabilirlik, model girişimcilerin varlığı, danışmanlık hizmetlerinin olup olmaması, tüketici ve iş gücü yapısı, lojistik ve diğer hizmet desteklerine ulaşabilme gibi ekonomik ve sosyal öğelerdir (İnce, 2018; Bridge ve O'Neill, 2012).

Bir ülkenin kalkınması ve refah düzeyinin artması, dinamik bir ekonominin sağlanması, ayrıca yenilikçi ve yaratıcı mesleklerin oluşabilmesi için, kendi ticari ve sosyal girişimlerini başarılı şekilde gerçekleştirecek, girişimci olmaya istekli gençlerin fazla olması gerekir (Tarhan, 2019). Bu açıdan bireyin mesleki, sosyal, psikolojik açıdan yetişmesini ve olgunlaşmasını sağlamayı hedefleyen üniversitelerin fiziksel, akademik ve sosyal kalitesi büyük önem taşımaktadır (Aksu ve Yılmaz, 2018). Son yıllarda girişimciliğin önemi arttıkça, özellikle yaşları genç ve farkındalıkları yüksek olan üniversite öğrencilerinin girişimcilikle ilgili görüşleri ve bunu etkileyen faktörler farklı akademik çevreler tarafından araştırma konusu olmuştur. Ekici ve Turan (2017) tarafından yapılan bir çalışmada, üniversite öğrencilerinde kişisel tutumun ve girişimcilik eğitiminin girişimcilik eğilimini pozitif ve anlamlı olarak etkilediği, ancak sosyal normun girişimcilik eğilimi üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olmadığı sonucuna ulaşılmıştır. Soylu ve ark. (2015) yaptıkları çalışmalarında, girişimcilik dersi alan öğrencilerin dersi almayan öğrencilere göre daha yaratıcı ve yenilikçi olduklarını, ayrıca girişimcilik dersinin öğrencilerin girişimcilik eğilimini ve farkındalığını artırdığını tespit etmişlerdir. Marangoz ve Aydın (2018)'in öğrencilerin algıladıkları girişimcilik

motivasyon ve engel faktörlerini ele aldıkları araştırma sonucunda, algılanan girişimcilik motivasyonları arttıkça girişimcilik niyetinin arttığı, algılanan girişimcilik engelleri arttıkça girişimcilik niyetinin azaldığı görülmüştür.

Günümüzde yoğun rekabet ortamında yeni değerler üreten, gelişime açık ve yenilikleri hayata geçiren girişimcilerin başarılı olacağı bir gerçektir. Bu bağlamda mesleki kariyerlerine başlayacak olan üniversite öğrencilerinin, iş fırsatlarını görme, bunları değerlendirme ve riski üstlenerek iş fikrine dönüştürme noktasında girişimciliğe ilişkin görüşlerinin değerlendirilmesi önemlidir. Bu araştırmanın amacı, üniversite öğrencilerinin kamu ve özel sektörde çalışmaya ya da kendi işini yapmaya yönelik seçimlerini, bu seçimde etkili faktörleri ve girişimciliğe bakış açılarını ortaya koymaktır.

MATERYAL VE METOT

Araştırmanın materyali, Samsun'daki Ondokuz Mayıs Üniversitesi'nde okuyan önlisans ve lisans öğrencileriyle yapılan anketlerden oluşmaktadır. Anket yapılan öğrenci sayısının belirlenmesinde Cochran örnekleme formülü (1) kullanılmıştır (Barlett ve ark., 2001).

$$n = \frac{(t)^2(p)(q)}{(d)^2}, \quad n = \frac{(1.96)^2(0.5)(0.5)}{(0.06)^2} = 266 \quad (1)$$

Formülde; n örnek hacmini, t %95 güven derecesine karşılık gelen tablo değerini, p incelenen olayın meydana gelme olasılığını (0.5), q incelenen olayın meydana gelmeme olasılığını ($q = 1 - p$), d izin verilen hata payını (%) ifade etmektedir. Buna göre anket yapılan öğrenci sayısı 266 olarak belirlenmiştir. Anketler 2020-2021 akademik bahar yarıyılında yapılmıştır.

Anket formu araştırmanın amacına uygun olarak hazırlanmıştır. Anket formunda; öğrenciye ait cinsiyet, yaş, çalışma durumu, öğrenci ve ailesinin geliri, anne ve babanın mesleği gibi özelliklere ilişkin sorular yer almaktadır. Ayrıca öğrencilere üniversite sonrası kariyer planlarına ve girişimcilikle ilgili görüşlerine yönelik sorular da sorulmuştur. Araştırmada öğrenciler, üniversite öğrenimlerini tamamladıktan sonra kamu ve özel sektörde çalışma ya da kendi işini yapma düşüncelerine göre üç grupta incelenmiştir. Öğrencilere ait özelliklerin değerlendirilmesinde frekans dağılımı, yüzde ve ortalama değerden yararlanılmıştır. Gruplar arasındaki farklılığın ortaya konulmasında ise parametrik olmayan ki-kare testi kullanılmıştır. Araştırmada, likert tipi ölçeklerin değerlendirilmesinde, öğrencilerin girişimciliğe yönelik görüşlerine ilişkin sorulara verdikleri cevapların ortalaması dikkate alınmıştır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

İşsizlik gelişmekte olan ülkelerin ortak sorunu olmakla birlikte, Türkiye'de özellikle son yıllarda ciddi istihdam sıkıntısı yaşandığı görülmektedir. Bu nedenle kendilerine istihdam fırsatı arayan gençler, kariyer planlaması yaparken yeni iş alanlarını da değerlendirmeye başlamışlardır. Araştırma kapsamında görüşülen öğrencilerden mezun olduktan sonra kamu sektöründe çalışmayı düşünenlerin çoğunluğunu (%73.3) kızlar oluşturmaktadır. Mezuniyet sonrası özel sektörü düşünenler (%71.8) ile kendi işini yapmak isteyenlerin (%69.7) çoğunluğu ise erkek öğrencilerdir. Kendi işini yapmak, diğer bir ifadeyle girişimci olmak isteyen öğrencilerin %63.3'ü 20 yaş ve üzeri yaş grubunda yer almaktadır. Aynı şekilde tüm öğrenci grupları içinde çalışanların oranı %39.4 ile girişimci olmak isteyen grupta en yüksek olarak tespit edilmiştir. Her üç grupta da, öğrencilerden 1000 TL'den daha az aylık gelire sahip olanlar en yüksek, ailesinin aylık geliri 5000 TL'den fazla olanlar ise en düşük orana sahiptir. Öğrenci annelerinin meslekleri incelendiğinde, her üç grupta da annelerin çoğunun aktif olarak çalışma hayatında bulunmadığı görülmektedir. Bununla birlikte annesi (%11) ve babası (%30.3) girişimci olanların oranı, girişimci olmak isteyen öğrenci grubunda diğer gruplardan yüksektir. Bu bulgu anne

ve babanın girişimci olmasının, öğrencinin girişimcilik kararında olumlu etkisi olduğunu göstermektedir. Araştırma sonucunda, öğrenci grupları itibariyle cinsiyet ($P<0.01$), yaş ($P<0.10$), çalışma durumu ($P<0.01$), öğrenci geliri ($P<0.05$) ve babanın mesleği ($P<0.01$) yönünden istatistiki olarak anlamlı bir ilişki tespit edilmiştir (Çizelge 1). Zonguldak ilinde yapılan bir araştırmada, öğrenci ailesinde girişimci olma durumunun; kendine güven, yenilik ve başarıya ihtiyacı boyutlarına bakış açıları üzerinde anlamlı bir etkisinin olduğu tespit edilmiştir (Korkmaz, 2012). Yalova ilinde yapılan bir araştırmada, öğrenci ailesinin ekonomik durumu ile öğrencinin kendine güveni arasında anlamlı bir farklılık olduğu ortaya konulmuştur (Akkaya ve ark., 2014). Kars ilinde yapılan bir araştırmada ise, erkek öğrencilerin yenilik ve kendine güven boyutuna katılma düzeylerinin kızlardan anlamlı derecede daha yüksek olduğu belirlenmiştir (Salik ve Kaygın, 2016). Benzer şekilde, erkek öğrencilerin kız öğrencilere göre girişimcilik eğilimlerinin daha fazla olduğunu tespit eden araştırmalar da vardır (Doğaner ve Altunoğlu, 2010; Aksel ve Bağcı, 2016). Özcan ve ark. (2018) tarafından yapılan bir araştırmada ise, cinsiyetin girişimcilik eğilimi üzerinde etkili olmadığı, buna karşın öğrenci ailesinde girişimci olmasının girişimcilik eğilimini olumlu yönde etkilediği ortaya konulmuştur.

Çizelge 1. Öğrenciye ait demografik özellikler

	Kamu sektörü (86)		Özel sektör (71)		Kendi girişimi (109)		χ^2	Önem düzeyi (P)
	Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%		
Cinsiyet								
Kız	63	73.3	20	28.2	33	30.3	45.5	0.000***
Erkek	23	26.7	51	71.8	76	69.7		
Yaş								
<20	33	38.4	16	22.5	40	36.7	5.3	0.072*
≥20	53	61.6	55	77.5	69	63.3		
Çalışma durumu								
Çalışıyor	13	15.1	21	29.6	43	39.4	14.9	0.005***
Çalışmıyor	73	84.9	50	70.4	66	60.6		
Öğrenci geliri (TL/ay)								
<1000	78	90.6	61	85.9	81	74.3	10.5	0.032**
1000-2000	4	4.7	3	4.2	13	11.9		
>2000	4	4.7	7	9.9	15	13.8		
Ailenin geliri (TL/ay)								
<3000	39	45.3	24	33.8	47	43.1	2.5	0.646
3000-5000	28	32.6	29	40.8	39	35.8		
>5000	19	22.1	18	25.4	23	21.1		
Annenin mesleği								
Kamu personeli	10	11.6	6	8.5	6	5.5	7.4	0.289
Özel sektör çalışanı	11	12.8	7	9.9	15	13.8		
Girişimci	1	1.2	5	7.0	12	11.0		
Emekli/Çalışmıyor	64	74.4	53	74.6	76	69.7		
Babanın mesleği								
Kamu personeli	23	26.8	16	22.5	14	12.8	18.1	0.006***
Özel sektör çalışanı	32	37.2	21	29.6	25	22.9		
Girişimci	10	11.6	13	18.3	33	30.3		
Emekli/Çalışmıyor	21	24.4	21	29.6	37	34.0		

*: % 10, **: % 5 ve ***: % 1 düzeyinde istatistiki olarak anlamlıdır

Araştırma sonuçlarına göre, öğrenciler kamu sektöründe çalışmayı isteme gerekçeleri olarak en fazla iş güvencesini (%66.3), daha sonra sağlık ve sosyal güvenlik haklarını (%20.9) göstermişlerdir. Özel sektörün tercih edilmesindeki en önemli gerekçeler ise; genç yaşta terfi (%35.2), sosyal imkânlar (%28.2) ve yüksek maaştır (%26.8). Kimseye bağımlı olmadan hayallerini gerçekleştirme (%53.2),

öğrencileri girişimci olmaya yönlendiren en önemli gerekçe olarak belirlenmiştir. Girişimci olma kararı üzerinde etkili diğer gerekçeler ise, kendi işinin patronu olma (%20.2) ve yenilik yaratmadır (%12.8) (Çizelge 2). Akçakanat ve ark. (2014) tarafından yapılan bir araştırmaya göre, öğrencilerin çoğunluğu üniversite öğrenimini bitirdikten sonra özel sektörde (%30.5) ve kamuda a sınıfı memur olarak (%26.6) çalışmak istemekte, sadece %17.9'u girişimci olmayı planlamaktadır. Karabük ilinde yapılan bir araştırmada, üniversite öğrencilerinin %18.1'inin kamu ve %43.4'ünün özel sektörde çalışmak istediği, girişimci olmak isteyen öğrencilerin oranının ise %38.5 olduğu tespit edilmiştir (Büyükyılmaz ve ark., 2021). Tekirdağ ilinde yapılan bir araştırmada ise, girişimci olmak istemeyen meslek yüksekokulu öğrencileri en önemli gerekçeler olarak; gelir güvencesi olmamasını (%29), kişilik özelliklerinin yeterli olmamasını (%26) ve sermaye bulamamayı (%21) göstermişlerdir (Akpınar ve Küçüköksel, 2015).

Çizelge 2. Kariyer planını şekillendiren gerekçeler

		Kişi	%
Kamu sektörü	İş güvencesi	57	66.3
	Sağlık ve sosyal güvenlik hakları	18	20.9
	Düşük riskli işte çalışma	10	11.6
	Rekabetsiz çalışma ortamı	1	1.2
Özel sektör	Genç yaşta terfi	25	35.2
	Sosyal imkânlar	20	28.2
	Yüksek maaş	19	26.8
	Rekabet isteği	4	5.6
	Prime dayalı çalışma	3	4.2
Kendi girişimi	Kimseye bağımlı olmadan hayallerini gerçekleştirme	58	53.2
	Kendi işinin patronu olma	22	20.2
	Yenilik yaratma	14	12.8
	Yüksek gelir	10	9.2
	İstihdam sağlama	5	4.6

Araştırma sonuçlarına göre, girişimciliğin olumlu yönleriyle ilgili olarak “Yaratıcılığı canlı tutar” (4.1) ifadesi ilk sırada yer alan öğrenci görüşüdür. Bunu “Kişisel becerilerin kullanılmasına imkân sağlar” (4.0) ve “Yeniliklerin uygulanmasına imkân sağlar” (4.0) ifadeleri takip etmektedir. Girişimcilikle ilgili “Yüksek gelir sağlar” (3.1) ve “Esnek çalışma koşulları sağlar” (3.2) ise öğrencilerin en az katıldıkları ifadelerdir (Çizelge 3).

Girişimciliğin olumsuz yönleriyle ilgili olarak “Risk almayı gerektirir” (4.0) ve “Geniş sorumluluk gerektirir” (4.0) ifadeleri öğrenciler tarafından öne çıkan görüşlerdir. Bir girişimcinin başarısı çalışanların başarısıyla doğru orantılıdır. Girişimcinin ekibini uzman ve istekli kişilerden oluşturması, kurduğu işte başarılı olma olasılığını artırmaktadır. Girişimcilik hakkında “Çalışanların motivasyonunu yüksek tutması gerekir” (3.9) ifadesine öğrencilerin ikinci sırada katıldıkları görülmektedir (Çizelge 4). Araştırmadan elde edilen çıkarımlar doğrultusunda, girişimciliğin yaratıcılık ve kişisel becerileri kullanabilme gibi olumlu yönleri karşısında, risk ve geniş sorumluluk gerektirmesine yönelik yaygın görüş nedeniyle öğrencilerin girişimciliğe önyargılı yaklaşımları söylenebilir.

Dündar ve Ağca (2007) tarafından, lisans düzeyinde öğrenim gören son sınıf öğrencilerinin girişimcilik özelliklerini belirlemeye yönelik yapılan araştırmada, gelecekte girişimci olma eğilimine sahip öğrencilerin risk alma, kendine güven duyma ve yenilikçilik özelliklerini daha fazla sergiledikleri tespit edilmiştir. Bilge ve Bal (2012) tarafından yapılan bir araştırmada da, üniversite

öğrencilerinde genel anlamda girişimcilik eğiliminin düşük olduğu, bu durumda risk alma, fırsatçılık, kararlılık ve dış etkilere karşı bireysel güç gibi girişimciliğin alt boyutlarının etkili olduğu ortaya konulmuştur.

Çizelge 3. Girişimciliğin olumlu yönleriyle ilgili görüşler

		Kesinlikle katılmıyorum		Katılmıyorum		Kararsızım		Katılıyorum		Kesinlikle katılıyorum		Ort.*
		Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%	
Yaratıcılığı canlı tutar	Kamu sektörü	2	2.3	5	5.8	7	8.1	54	62.8	18	20.9	4.1
	Özel sektör	-	-	1	1.4	16	22.5	32	45.1	22	31.0	
	Kendi girişimi	3	2.8	6	5.5	8	7.3	45	41.3	47	43.1	
Kişisel becerilerin kullanılmasına imkân sağlar	Kamu sektörü	3	3.5	3	3.5	13	15.1	50	58.1	17	19.8	4.0
	Özel sektör	1	1.4	1	1.4	13	18.3	36	50.7	20	28.2	
	Kendi girişimi	1	0.9	6	5.5	12	11.0	49	45.0	41	37.6	
Yeniliklerin uygulanmasına imkân sağlar	Kamu sektörü	1	1.2	4	4.7	11	12.8	56	65.1	14	16.3	4.0
	Özel sektör	1	1.4	-	-	15	21.1	43	60.6	12	16.9	
	Kendi girişimi	-	-	3	2.8	18	16.5	56	51.4	32	29.4	
Mesleki anlamda tatmin sağlar	Kamu sektörü	2	2.3	11	12.8	16	18.6	53	61.6	4	4.7	3.7
	Özel sektör	-	-	3	4.2	23	32.4	31	43.7	14	19.7	
	Kendi girişimi	3	2.8	5	4.6	29	26.6	45	41.3	27	24.8	
Statü kazandırır	Kamu sektörü	6	7.0	8	9.3	23	26.7	42	48.8	7	8.1	3.6
	Özel sektör	2	2.8	2	2.8	25	35.2	37	52.1	5	7.0	
	Kendi girişimi	2	1.8	5	4.6	31	28.4	55	50.5	16	14.7	
Esnek çalışma koşulları sağlar	Kamu sektörü	5	5.8	18	20.9	22	25.6	34	39.5	7	8.1	3.2
	Özel sektör	7	9.9	9	12.7	19	26.8	31	43.7	5	7.0	
	Kendi girişimi	10	9.2	26	23.9	32	29.4	24	22.0	17	15.6	
Yüksek gelir sağlar	Kamu sektörü	3	3.5	23	26.7	37	43.0	20	23.3	3	3.5	3.1
	Özel sektör	2	2.8	11	15.5	27	38.0	26	36.6	5	7.0	
	Kendi girişimi	2	1.8	28	25.7	38	34.9	31	28.4	10	9.2	

*: Sorulara verilen cevapların (kesinlikle katılmıyorum: 1, katılmıyorum: 2, kararsızım: 3, katılıyorum: 4, kesinlikle katılıyorum: 5) ortalamasını ifade etmektedir

Girişimcilikte, ihtiyaçlar doğrultusunda başarılı bir iş fikrinin belirlenmesi önemli olmasına rağmen tek başına yeterli değildir. Başarılı bir iş fikrini girişime dönüştürmede, söz konusu girişimin varlığını sürdürmek ve geliştirmek için zaman ve seçilen sektörün de doğru olup olmadığının değerlendirilmesi gerekir. Araştırma sonucuna göre, girişimci olmak isteyen öğrenciler en fazla uygun bir fırsat yakaladıklarında (%44.1) kendi işini kurmak istediklerini ifade etmişlerdir.

Çizelge 4. Girişimciliğin olumsuz yönleriyle ilgili görüşler

		Kesinlikle katılmıyorum		Katılmıyorum		Kararsızım		Katılıyorum		Kesinlikle katılıyorum		Ort.*
		Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%	Kişi	%	
		Risk almayı gerektirir	Kamu sektörü	2	2.3	3	3.5	18	20.9	41	47.7	
	Özel sektör	-	-	2	2.8	19	26.8	32	45.1	18	25.3	
	Kendi girişimi	1	0.9	6	5.5	19	17.4	38	34.9	45	41.3	
Geniş sorumluluk gerektirir	Kamu sektörü	3	3.5	5	5.8	19	22.1	45	52.3	14	16.3	4.0
	Özel sektör	1	1.4	1	1.4	17	23.9	31	43.7	21	29.6	
	Kendi girişimi	2	1.8	5	4.6	13	11.9	44	40.4	45	41.3	
Çalışanların motivasyonunu yüksek tutması gerekir	Kamu sektörü	1	1.2	7	8.1	16	18.6	52	60.5	10	11.6	3.9
	Özel sektör	1	1.4	-	-	15	21.1	37	52.1	18	25.4	
	Kendi girişimi	-	-	7	6.4	18	16.5	53	48.6	31	28.4	
Değişen pazar koşullarına uyması gerekir	Kamu sektörü	3	3.5	7	8.1	30	34.9	38	44.2	8	9.3	3.7
	Özel sektör	1	1.4	3	4.2	16	22.5	34	47.9	17	23.9	
	Kendi girişimi	5	4.6	9	8.3	20	18.3	45	41.3	30	27.5	
Diğer firmalarla rekabet etmesi gerekir	Kamu sektörü	2	2.3	14	16.3	22	25.6	42	48.8	6	7.0	3.6
	Özel sektör	1	1.4	2	2.8	24	33.8	28	39.4	16	22.5	
	Kendi girişimi	2	1.8	17	15.6	26	23.9	43	39.4	21	19.3	
Gelir düzenliği söz konusudur	Kamu sektörü	2	2.3	12	14.0	31	36.0	34	39.5	7	8.1	3.5
	Özel sektör	-	-	5	7.0	27	38.0	26	36.6	13	18.3	
	Kendi girişimi	3	2.8	11	10.1	31	28.4	46	42.2	18	16.5	
Sürekli finansal işlemlerle uğraşması gerekir	Kamu sektörü	3	3.5	10	11.6	32	37.2	33	38.4	8	9.3	3.4
	Özel sektör	3	4.2	10	14.1	23	32.4	30	42.3	5	7.0	
	Kendi girişimi	4	3.7	23	21.1	24	22.0	46	42.2	12	11.0	

*: Sorulara verilen cevapların (kesinlikle katılmıyorum: 1, katılmıyorum: 2, kararsızım: 3, katılıyorum: 4, kesinlikle katılıyorum: 5) ortalamasını ifade etmektedir

Birikim yaptıktan sonra girişimci olmayı planlayan öğrencilerin oranı ise %37.6 ile ikinci sırada yer almaktadır. Öte yandan okulu bitirdikten hemen sonra girişimci olmak isteyen öğrenciler de (%18.3) bulunmaktadır. Girişimci olmak isteyen öğrencilerin iş kurmak istedikleri sektörler olarak bilişim (%44.1), hizmet (%22) ve sanayi (%19.2) öne çıkmaktadır (Çizelge 5). Akyüz ve ark. (2006) yaptıkları araştırmada, üniversite öğrencilerinin girişim yapma durumları söz konusu olduğunda, en fazla yatırım yapmayı düşündükleri sektörler teknoloji/telekomünikasyon (%35) ve eğitim (%30), en az yatırım yapmayı düşündükleri sektör ise sağlık (%9.7) olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 5. Girişimcilikle ilgili planlar

	Kişi	%
Girişim yapacağı zaman		
Uygun bir fırsat yakaladığında	48	44.1
Birikim yaptıktan sonra	41	37.6
Okul bittikten hemen sonra	20	18.3
Girişim yapacağı sektör		
Bilişim	48	44.1
Hizmet	24	22.0
Sanayi	21	19.2
Tarım	7	6.4
Basın-yayın	4	3.7
Kararsız	5	4.6

SONUÇ

Araştırmada, üniversitede öğrenim gören önlisans ve lisans öğrencilerinin mezun olduktan sonra kamu sektöründe ve özel sektörde çalışma isteği ya da girişimci olma planlarına yönelik düşünceleri ve girişimcilikle ilgili görüşleri ele alınmıştır. Araştırma sonucuna göre, kamu sektörünü tercih edenlerde kız öğrencilerin, özel sektör ve girişimciliği tercih edenlerde ise erkeklerin oranı daha yüksektir. Bunun başlıca nedenlerinden biri olarak, Türkiye'deki geleneksel toplum yapısının kız öğrencileri daha garantici davranmaya yöneltmesi gösterilebilir. Kadınları geri plana iten, erkekleri ise daha özgür kılan ve sosyal hayatın tüm alanlarında yaygın olan bu geleneksel eril normların kısa sürede değişmesi beklenmemelidir. Cinsiyetçi yaklaşımın çözümü, toplumun temel yapı taşı olan ailelerde çocukların cinsiyetlerinden bağımsız şekilde yetiştirilmeleriyle mümkündür. Böylece çocuklar, yetişkin birer birey olduklarında toplumun kendilerine biçtiği rollerin etkisinde kalmadan karar verebilme inisiyatifine sahip olabilir. Diğer taraftan girişimcilik farkındalığının ilkokuldan itibaren kazandırılması, gençleri kendine güvenen ve üreten bir toplumun inşasında önemli bir pozisyona getirecektir.

Araştırma sonuçları, öğrencilerin gelecekte girişimci olup olmama kararında baba mesleğinin etkili olduğunu, babaları girişimci olan çocuklarda ise girişimci olma eğiliminin daha yüksek olduğunu ortaya koymaktadır. Bu durum, öğrenci ailelerinde anneden daha çok babanın rol model olarak alındığını göstermektedir. Oysaki günümüz şartlarında kadınlar ev işlerini ve çocuk bakımını üstlenmekle birlikte, tam ya da yarı zamanlı çalışarak ev ekonomisine ciddi oranda katkı sağlamaktadır. Kadınların erkeklerin gerisinde kalarak ya da onların izin verdikleri kadarıyla sosyal hayatta bulunmak yerine, erkekler gibi toplumun bir parçası olarak görülmeleri sağlanmalıdır. Her ne kadar kadınlarla ilgili özel günlerde kamu spotları yayınlansa da, kadınları görünür kılan sosyal projelere daha fazla ihtiyaç vardır. Bu durum girişimci olmak isteyen kadınlara cesaret vereceği gibi, kadın perspektifinden farklı iş fikirlerinin hayata geçirilmesine de imkân tanıyacaktır.

Araştırmada, üniversite öğrenimini tamamladıktan sonra girişimci olmayı düşünenlerin oranının oldukça düşük olduğu tespit edilmiştir. Öğrencilerin büyük çoğunluğu uygun bir fırsat yakaladığında ya da birikim yaptıktan sonra kendi girişimini yapmayı planlamaktadır. Girişimcilik eğitimleri; daha bilinçli hareket edilmesine, yaratıcı fikirlerin iş planı çerçevesinde tasarlanmasına ve bunun hayata geçirilmesine olanak tanımaktadır. Öğrenciler başarılı olacağına inandıkları iş fikrine sahip olduklarında ise, finansman sağlama anlamında zaman kaybı yaşamadan iş kurma hedefine ulaşabileceklerdir. Bunun için öğrencilerin girişimcilik eğitim ve desteklerinden haberdar olmaları konusunda, üniversitelerde organize edilen seminer ve çalıştayların sayısı artırılmalıdır. Ayrıca başarılı girişimcilerin, kendi girişimcilik öykülerini paylaşacakları etkinlikler de düzenlenebilir. Böylece

öğrenciler, girişimciliği kariyer planlarında yegâna meslek olarak düşünmeseler bile, girişimciliğin alternatif bir yol olarak zihinlerde kalması sağlanmış olur.

Araştırma sonuçlarına göre, öğrenciler tarafından girişimcilikle ilgili en fazla belirtilen olumlu görüşler; yaratıcılığı canlı tutması, kişisel becerilerin kullanılmasına ve yeniliklerin uygulanmasına imkân sağlamasıdır. Girişimciliğin olumsuz yönleriyle ilgili olarak risk almayı, geniş sorumluluğu ve çalışanların motivasyonunu yüksek tutmayı gerektirmesi en belirgin öğrenci görüşleri olarak tespit edilmiştir. Burada özellikle risk alma becerisi ve sorumluluk duygusu girişimciliğin kişilik özelliklerini işaret etse de yakın çevrenin cesaretlendirmesi, girişimcilik eğitimleri ve en önemlisi toplumda girişimciliğe yönelik önyargının yıkılması öğrencileri girişimci olma fikrine yaklaştırabilir. Girişimcilik diğer tüm meslek grupları gibi, olumlu ve olumsuz pek çok özelliği barındırmaktadır. Ancak hedefleriyle örtüşmemesine rağmen girişimciliğin riskli olması nedeniyle, kamu sektöründe ya da özel sektörde istihdam edilme olanaklarına yönelen, yaratıcı ve yenilikçi gençlere de kendilerini gösterecek alan açılması gerekir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

KAYNAKLAR

- Akçakanat T, Mücevher MH, Çarıkçı İH, 2014. Sözel, sayısal ve eşit ağırlık bölümlerinde okuyan üniversite öğrencilerinin girişimcilik eğilimlerinin bazı demografik değişkenler açısından incelenmesi: SDÜ örneği. Afyon Kocatepe Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi, 16(2): 137-153.
- Akkaya DT, Yıldız E, Akın YK, 2014. Üniversite öğrencilerinin girişimci kişilik özelliklerinin değerlendirilmesi: Yalova Meslek Yüksekokulu öğrencilerine yönelik bir uygulama. Yalova Sosyal Bilimler Dergisi, 4(8): 108-122.
- Akpınar T, Küçüköksel NÇ, 2015. Meslek yüksekokulu öğrencilerinin girişimcilik algısı ve girişimciliği engelleyen sebepler. Balkan ve Yakın Doğu Sosyal Bilimler Dergisi, 1(1): 13-19.
- Aksel İ, Bağcı Z, 2016. Girişimcilik eğilimi; bir kamu üniversitesinin İİBF’inde öğrenim gören son sınıf öğrencilerinde bir araştırma. İnsan ve Toplum Bilimleri Araştırma Dergisi, 5(7): 2120-2133.
- Aksu A, Yılmaz H, 2018. Atatürk Üniversitesi merkezi açık-yeşil alandaki fiziki değişim memnuniyetinin belirlenmesi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 8(2): 231-237.
- Akyüz KC, Gedik T, Akyüz İ, Yıldırım İ, 2006. Rize ilindeki lise ve üniversite öğrencilerinin girişimcilik yeteneklerinin incelenmesi. Atatürk Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Dergisi, 20(1): 233-246.
- Barlett JE, Kotrlık JW, Higgins CC, 2001. Organizational research: Determining appropriate sample size in survey research. Information Technology, Learning, and Performance Journal, 19(1): 43-50.
- Bilge H, Bal V, 2012. Girişimcilik eğilimi: Celal Bayar Üniversitesi öğrencileri üzerine bir araştırma. Süleyman Demirel Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi, 16: 131-148.
- Bridge S, O’Neill K, 2012. Understanding Enterprise: Entrepreneurship and Small Business, Palgrave Macmillan.
- Büyükyılmaz O, Yıldırım C, Ercan S, 2021. Girişimcilik ve işletme bölümü öğrencilerinin girişimciliğe bakış açılarının yıllar itibarıyla karşılaştırılması. Türkiye Sosyal Araştırmalar Dergisi, 25(2): 331-344.
- Doğaner M, Altunoğlu AE, 2010. Adnan Menderes Üniversitesi Nazilli İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi İşletme Bölümü öğrencilerinin girişimcilik eğilimleri. Organizasyon ve Yönetim Bilimleri Dergisi, 2(2): 103-110.

- Dündar S, Ağca V, 2007. Afyon Kocatepe Üniversitesi lisans öğrencilerinin girişimcilik özelliklerinin incelenmesine ilişkin ampirik bir çalışma. Hacettepe Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi, 25(1): 121-142.
- Ekici E, Turan M, 2017. Üniversite öğrencilerinin girişimcilik eğilimi: Planlanmış davranışlar teorisi ve girişimcilik eğitiminin rolü. Çukurova Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi, 26(1): 201-215.
- İnce F, 2018. Z kuşağının girişimcilik eğilimi: Üniversite öğrencileri üzerinde bir araştırma. Pamukkale Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi, 32: 105-113.
- Korkmaz O, 2012. Üniversite öğrencilerinin girişimcilik eğilimlerini belirlemeye yönelik bir araştırma: Bülent Ecevit Üniversitesi örneği. Afyon Kocatepe Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi, 14(2): 209-226.
- Küçük O, 2017. Girişimcilik ve Küçük İşletme Yönetimi. Seçkin Yayıncılık, Ankara.
- Marangoz M, Aydın AE, 2018. Girişimcilik motivasyonları ve engellerine ilişkin algıların girişimcilik niyetine etkisi: Üniversite öğrencilerine yönelik bir araştırma. Girişimcilik ve Kalkınma Dergisi, 13(1): 69-78.
- Özcan B, Çeltek EE, Sönmez N, Kırım B, 2018. Girişimci kişilik özelliklerinin ve girişimcilik eğitiminin girişimcilik eğilimine etkisi-Kocaeli Üniversitesi Örneği. Uluslararası İktisadi ve İdari İncelemeler Dergisi, 18. EYİ Özel Sayısı, 37-54.
- Salik N, Kaygın E, 2016. Demografik değişkenler açısından üniversite öğrencilerinin girişimcilik eğilimlerinin belirlenmesi: Kafkas Üniversitesi örneği. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi, 13(1): 145-162.
- Sarıtaş A, Duran G, 2017. Üniversite öğrencilerinin girişimcilik eğilimlerinin tespitine ilişkin bir araştırma. Muş Alparslan Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi, 5(1): 147-165.
- Soylu A, Şenel D, Kalfa VR, Kocaalan ML, 2015. Girişimcilik eğitimlerinin öğrencilerin girişimcilik eğilimlerine olan etkilerini belirlemeye yönelik bir araştırma: Pamukkale Üniversitesi Honaz Meslek Yüksekokulu örneği. İşletme Araştırmaları Dergisi, 7(3): 311-335.
- Tarhan M, 2019. Girişimcilik pedagojisine giriş. Pegem Akademi Yayıncılık, Ankara.
- Tarhan M, 2021. Girişimcilik becerisinin kazandırılması bağlamında girişimcilerin öz yaşam öykülerine yönelik bir değerlendirme. Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi Eğitim Fakültesi Dergisi, 21(1): 74-86.

Atf İçin: Karadaş K, Özger Ö, Şahin K, 2022. İğdır İlinde Manda Üreticilerinin Üretim Özelliklerinin Belirlenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1080-1090.

To Cite: Karadaş K, Özger Ö, Şahin K, 2022. Determination of Production Characteristics of Buffalo Producers in İğdır Province. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1080-1090.

İğdır İlinde Manda Üreticilerinin Üretim Özelliklerinin Belirlenmesi

Köksal KARADAŞ^{1*}, Ömer ÖZGER¹, Kasım ŞAHİN¹

ÖZET: Bu çalışma İğdır ilinde manda yetiştiriciliği yapan işletmelerin üretim özelliklerinin belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Bu kapsamda demografik özellikler, üretimde karşılaşılan sorunlar ve bu sorunlara çözüm önerileri belirlenmiştir. Çalışmada Basit Tesadüfi Örnekleme Yöntemi kullanılmış ve 92 adet manda üreticisi ile anket yapılmıştır. Çalışma sonunda her işletmede birey olarak ortalama 4.73 adet ve Erkek İş Birimi (EİB) olarak ise 3.52 birey hesaplanmıştır. Üreticilerin ortalama 51 yaşında olduğu, manda yetiştiriciliği tecrübelerinin 26 yıl, eğitim düzeylerinin ise %70.60 ilköğretim, %27.20 lise mezunu olduğu belirlenmiştir. Üreticilerin %52.00'nin aylık ortalama 436.38 \$ tarım dışı gelirinin bulunduğu ve %91.30'unun hayvanlarını sigorta yaptırmadıkları belirlenmiştir. Her işletmede 3.96 parselden oluşan 39.20 da arazi bulunmakta ve bu arazide buğday, arpa, dane mısır, silajlık mısır, yonca, kayısı ve domates yetiştirilmektedir. Dönem sonunda işletmelerin %30.40'ının ortalama 8 ay vadeli 4 377 \$ borcunun olduğu ve borcun %65.50'sinin Ziraat Bankasına olduğu belirlenmiştir. Manda yetiştiriciliği ile ilgili önemli sorunlar arasında Devlet politikalarından kaynaklı sorunlar, teknik bilgi noksanlığı, üretim-pazarlama sorunları ve girdi fiyatlarının yüksek olması gelmektedir. Üreticiler bu sorunlara çözüm önerileri olarak Devlet eliyle üretimin geliştirilmesi, girdi temininin kolaylaştırılması ve pazarlama sorunlarının çözülmesi olarak ifade etmişlerdir.

Anahtar Kelimeler: Manda yetiştiriciliği, demografik özellikler, İğdır

Determination of Production Characteristics of Buffalo Producers in İğdır Province

ABSTRACT: This study was carried out to determine the production characteristics of the buffalo breeding enterprises in İğdır province. In this context, demographic characteristics, problems encountered in production and solutions to these problems were determined. Simple Random Sampling Method was used in the study and a survey was conducted with 92 water buffalo producers. At the end of the study, an average of 4.73 individuals and 3.52 individuals as Male Business Units (EİB) were calculated in each enterprise. The average age of the producers was 51, the water buffalo breeding experience was 26 years, and the education level was determined as 70.60% primary and secondary school graduates and 27.20% high school graduates. It was determined that 52.00% of the producers had an average monthly non-agricultural income of \$436.38 and 91.30% did not insure their animals. Each enterprise has 39.20 decares of land consisting of 3.96 parcels and wheat, barley, grain corn, silage corn, alfalfa, apricot and tomatoes are grown on this land. At the end of the period, it was determined that 30.40% of the enterprises owed 4 377 \$ with an average maturity of 8 months and 65.50% of the debt was to Ziraat Bank. Among the important problems related to buffalo breeding are problems arising from government policies, lack of technical knowledge, production-marketing problems and high input prices. Producers stated as solution proposals to these problems as the development of production by the state, facilitating the supply of inputs and solving marketing problems.

Keywords: Water buffalo breeding, demographic characteristics, İğdır

¹Köksal KARADAŞ ([Orcid ID: 0000-0003-0370-1454](https://orcid.org/0000-0003-0370-1454)), Ömer ÖZGER ([Orcid ID: 0000-0001-8494-687X](https://orcid.org/0000-0001-8494-687X)), Kasım ŞAHİN ([Orcid ID: 0000-0002-6764-181X](https://orcid.org/0000-0002-6764-181X)) İğdır Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Ekonomisi Bölümü, İğdır, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Köksal KARADAŞ, e-mail: kkaradas2002@gmail.com

GİRİŞ

Dünya nüfusunun artması bir taraftan daha fazla tarımsal ürün üretilmesini zorunlu kılarken diğer taraftan artan nüfusun yeterli ve dengeli beslenme sorununun ortaya çıkmasına neden olmuştur. Tarımsal ürün artışının sağlanması ise kaynakların daha etkin kullanımı ve verimlilik artışı ile sağlanabilmektedir. Her geçen gün azalan ve verimsizleşen tarım alanları dikkate alındığında hayvansal üretim açısından oldukça önemli olan ve niteliksiz kaba yemleri sığırlara göre daha etkin bir şekilde değerlendirebilen ve her türlü iklim koşullarına kolayca uyum sağlayabilen bir hayvan olan manda yetiştiriciliği ön plana çıkmaktadır (Atasever ve Erdem, 2008). Yarı sucul yaşam alanlarını seven mandaların beslenme ve çevresel şartlar bakımından fazla seçici olmamaları ve ayrıca elde edilen ürünlerin özellikleri ve daha yüksek fiyata satılmaları nedeni ile manda yetiştiriciliği üreticiler tarafından tercih edilmektedir (Sarıözkan, 2011). Manda verimliliği sığırlardan daha fazladır ve mandalar daha düşük sosyal ve çevresel sorunlara neden olurlar (Sheikh ve ark., 2006). Nehir ve bataklık mandası olarak iki gruba ayrılan mandalardan nehir mandası verimli ırklar olup et ve süt üretimi için, bataklık mandası ise daha çok et ve çeki gücü için yetiştirilmektedir. Ayrıca mandaların derisinden ve boynuzundan da faydalandığı bilinmektedir. A vitamini bakımından zengin olması nedeni ile beyaz renkli olan manda sütü inek sütüne göre daha fazla kuru madde, yağ, mineral, protein ve daha az su içermekle birlikte içeriğinde laktoz ve C vitamini oldukça fazla olup inek sütüne göre kolesterol miktarı düşüktür (Çetinkaya ve ark., 2011; Kandır, 2014; Akoz, 2017). Manda eti renk olarak sığır etinden daha fazla koyu kırmızı renkli olup tadı, kimyasal içeriği ve besin değeri olarak sığır etine benzemektedir. Manda eti özellikle sucuk yapımında, sütü ise yüksek yağ oranı ile kaymak yapımında tercih edilmektedir. Demir, bakır ve fosfor bakımından zengin olan manda eti düşük kolesterol, kalori ve yağ değerleri ile inek etinden daha üstündür (Hekimoğlu ve Altındağ, 2009). 2019 yılı itibarı ile dünya manda varlığının %53.7'si (109 851 678 baş) Hindistan'da bulunmakta olup manda sayısı bakımından önde gelen diğer ülkeler %19.6 ile (40 002 000 baş) Pakistan ikinci sırada, %13.4 ile (27 338 428 baş) Çin üçüncü sırada yer almaktadır (FAO, 2019).

Dünyada 2019 yılı itibarı ile toplam, sağılan manda sayısı ve manda sütü üretim miktarı bakımından ilk sırayı Hindistan alırken yıllık laktasyon süresi boyunca manda başına elde edilen süt verimi bakımından ise ilk sırayı İran almaktadır (Çizelge 1).

Çizelge 1. Dünyada Manda Varlığı ve Manda Sütü Verimliliğinde Öne Çıkan Ülkeler (2019)

Ülkeler	Toplam Manda Sayısı	Sağılan Manda Sayısı	Ülkeler	Üretim Miktarı (ton)	Ülkeler	Hayvan Başına Süt Verimi (lt)
Hindistan	109 851 678	45 000 000	Hindistan	92 000 000	İran	2 844
Pakistan	4 000 2000	14 959 000	Pakistan	34 371 000	Pakistan	2 298
Çin	27 338 428	5 818 607	Çin	2 928 369	Hindistan	2 044
Nepal	5 308 664	1 596 036	Mısır	2 109 253	Suriye	1 619
Myanmar	4 082 914	1 560 584	Nepal	1 372 905	Malezya	1 384
Mısır	3 476 396	458 523	İtalya	249 450	Mısır	1 322
Filipinler	2 873 561	117 441	Myanmar	204 750	Brunei	1 028
Vietnam	2 387 887	91 790	İran	128 000	Türkiye	1 000
Bangladeş	1 490 000	90 934	Endonezya	85 474	Butan	1 000
Türkiye (20)	178 397	79 333	Türkiye (10)	79 341	Vietnam	993

Kaynak: FAO, 2019

2000 yılından 2019 yılına gelindiğinde dünyada bulunan manda sayısı %24.5, sağılan manda sayısı %49.8 ve hayvan başına verim ise %34.2 artmıştır (Çizelge 2).

Çizelge 2. Yıllar İtibariyle Dünya Manda Varlığı ve Manda Sütü Verimliliği

Yıl	Toplam Manda	Sağılan Manda	Hayvan Başına Süt Verimi (lt)
2000	164 114 424	46 656 226	1 425
2005	17 704 993	52 319 420	1 506
2010	18 885 436	58 274 626	1 582
2015	196 141 796	64 207 510	1 705
2016	199 280 228	66 169 405	1 739
2017	201 076 185	67 256 937	1 874
2018	202 768 896	69 140 882	1 918
2019	204 342 419	69 924 520	1 913

Kaynak: FAO, 2019

Ekolojik şartlar bakımından manda yetiştiriciliği için uygun bir ülke olan Türkiye’de (Şahin ve ark., 2013) manda varlığı 2019 yılında 178 397 baş olup dünya manda varlığının %0.09’unu oluşturmaktadır. Manda sayısı bakımından ise dünya sıralamasında yirminci sırada yer almaktadır. Türkiye’de 2020 yılı verilerine göre en fazla manda varlığına ve manda sütü üretimine sahip il Samsun ilidir. Samsun ilini sırasıyla Diyarbakır ve İstanbul illeri takip etmektedir. Iğdır ili ise yirminci sırada yer almaktadır. Verim bakımından ise Mersin, Denizli ve Kilis ilk üç sırada Iğdır ise dokuzuncu sırada bulunmaktadır (Çizelge 3).

Çizelge 3. Türkiye Manda Varlığı, Üretim ve Verim Değerleri (2020)

İller	Toplam Manda Varlığı	İller	Sağılan Manda varlığı	İller	Üretim (Ton)	İller	Manda Başına Süt Verimi (lt)
Samsun	21 637	Samsun	10 356	Samsun	10 253	Mersin	1 620
Diyarbakır	16 704	Diyarbakır	8 296	İstanbul	8 546	Denizli	1 343
İstanbul	16 054	İstanbul	7 957	Diyarbakır	7 881	Kilis	1 246
Tokat	12 325	Bitlis	4 560	Bitlis	4 195	Elazığ	1 230
Bitlis	10 574	Tokat	4 410	Tokat	4 185	Manisa	1 203
Kocaeli	7 980	Balıkesir	3 927	Balıkesir	3 978	Burdur	1 183
Kayseri	7 492	Muş	3 382	Muş	3 271	K.Maraş	1 182
Afyon	7 100	Afyon	2 802	Afyon	3 082	Antalya	1 170
Muş	7 031	Kayseri	2 799	Kayseri	2 770	Iğdır	1 158
Iğdır (20)	2 479	Iğdır(18)	1 014	Iğdır (20)	1 169	Hatay	1 153

Kaynak: TÜİK, 2020

Türkiye manda varlığının %1.39’unun, manda sütü üretiminin %1.47’sinin karşılandığı Iğdır ili manda sütü verimi (1 158 lt baş⁻¹) Türkiye ortalamasından (1 000 lt baş⁻¹) %15.8 daha fazladır. Iğdır ili Türkiye’nin doğusunda bulunmakta 44° 49' - 45° 31' doğu boylamları ile 39° 38' - 44° 03' kuzey enlemleri arasında yer almaktadır. Manda yetiştiren işletmelerin özellikleri, sorunları ve çözüm önerileri ile ilgili daha önce birçok çalışma yapılmasına karşın (Sheikh ve ark., 2006; Cruz, 2007; Sarıözkan, 2011; Saadullah, 2012; Cazacu ve ark., 2014; Karlı ve ark., 2018; Çiftçi ve Yılmaz, 2020) Iğdır ili mandacılık işletmelerinin demografik özellikleri ile üretim ve pazarlama ile ilgili sorun ve çözüm önerilerinin belirlenmesi konusunda çalışma yapılmaması işletmelerin daha verimli ve daha kârlı çalışma önerileri bakımından önem arz etmektedir. Bu çalışmanın amacı Iğdır ili manda yetiştiriciliği yapan işletmelerin demografik özelliklerini ortaya koymak, üretim ve pazarlama ile ilgili sorunlarını ve çözüm önerilerini belirlemektir.

MATERYAL VE METOT

Materyal

Araştırmanın ana materyalini Iğdır İl Tarım ve Orman Müdürlüğü'ne kayıtlı Manda yetiştiriciliği yapan 92 işletmeden elde edilen veriler oluştururken manda yetiştiriciliği hakkında önceden yapılmış olan yerli ve yabancı bilimsel çalışmalardan da faydalanılmıştır.

Metot

Araştırmada kullanılan anket sayısının tespitinde Basit Tesadüfi Örnekleme Yöntemi içerisinde yer alan aşağıdaki örneklem formülü kullanılmıştır (Arıkan, 2007; Yamane, 2010). Araştırmada üretim dönemi olarak 2016 yılı tarımsal üretim dönemi alınmıştır.

$$n = \frac{N \cdot t^2 \cdot pq}{(N - 1)D^2 + t^2pq} \quad (1)$$

n= örnek sayısı

N= Küme büyüklüğü

D= Kabul edilen veya arzu edilen örnekleme hatası

t= Tablo değeri

p= Hesaplanması istenen oran

q= 1-p

$$n = \frac{270 \times 1.96^2 \times 0.1 \times 0.9}{(270 - 1) \times 0.05^2 + 1.96^2 \times 0.1 \times 0.9} = 91.68 \quad (2)$$

Yapılan 92 adet anketin ilçelere dağılımı Çizelge 4'te verilmiştir.

Çizelge 4. İlçelere Göre Anket Sayısı

İlçe Adı	Üretici sayısı	%	Anket sayısı
Iğdır Merkez	130	48	44
Aralık	84	31	29
Karakoyunlu	56	21	19
Toplam	270	100	92

İşletmelerin nüfus ve işgücü durumu yaş ve cinsiyete göre tespit edilmiş, işletmede söz konusu üretim döneminde fiilen çalışan ve yabancı işgücü miktarları kaydedilmiş mevcut işgücü varlığı Çizelge 5'deki katsayılardan yararlanılarak, Erkek İşgücü Birimi (EİB) cinsinden hesaplanmıştır (Karagölge, 2011).

Çizelge 5. Erkek İşgücü Birimine Çevirmede Kullanılan Katsayılar

Yaş Grupları	Katsayı	
	Erkek	Kadın
0 – 6	0	0
7 – 14	0.50	0.50
15 – 49	1	0.75
50 +	0.75	0.50

Anketlerden elde edilen veriler Excel Programında düzenlenerek frekans çizelgeleri elde edilmiş, yüzde değerler ve ortalamalar hesaplanmıştır. Yapılan anketlerde işletme yapıları içinde nüfus, eğitim durumu, tecrübe, üreticilerin gelir kaynakları, arazi varlığı, arazi tasarruf şekilleri, borç düzeyi ile manda yetiştiriciliği faaliyeti ile ilgili problemler ve bu problemlere çözüm önerileri belirlenmiştir. Üreticilerin gelir ve borçlarının hesaplanmasında 2016 yılı ortalama dolar kuru 3.018 TL olarak alınmıştır (TCMB, 2019).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Nüfus, Eğitim Düzeyi, Yaş ve Deneyim

Iğdır ili manda yetiştiriciliği yapan işletmelerin üretim özellikleri belirlenirken öncelikle demografik özelliklerden nüfus ve eğitim düzeyi ortaya konulmuştur. İşletmelerinde çalışabilir nüfusun cinsiyet ve yaş gruplarına göre dağılışı işletme başına ortalama 4.73 adet birey belirlenmiştir (Çizelge 6). Bu değer Iğdır ili hane halkı ortalaması olan 4.4'ten ve Türkiye hane halkı ortalaması olan 3.5'ten büyüktür (TÜİK, 2017).

İşletmelerdeki nüfusun Erkek İş Birimi (EİB) cinsinden değeri 3.52 olarak bulunmuştur. Çalışabilir nüfusun %21.4'ünü çocuklar oluştururken, %48'i 15-49 yaş aralığındaki erkek ve kadınlardan oluşmaktadır. Manda yetiştiriciliği işletmelerinde ortalama nüfusu ve ağırlıklı yaş grubunu Işık (2015) tarafından yapılan bir çalışmada Muş ilinde 6.68 kişi ve 15-49 yaş, Yılmaz (2013) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada Afyonkarahisar'da 11 kişi ve 41-50 yaş, Suphachavalit ve ark. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada Güney Tayland'da 5 kişi olarak tespit etmişlerdir.

Çizelge 6. İşletmelerde Yaş ve Cinsiyete Göre Çalışabilir Nüfus Düzeyi

	0-6 Yaş Çocuk	7-14 Yaş Çocuk	15-49 Yaş Erkek	15-49 Yaş Kadın	50-64 Yaş Erkek	50-65 Yaş Kadın	65 Yaş Üstü	Toplam Nüfus
Maksimum	2.00	5.00	4.00	3.00	2.00	1.00	2.00	9
Ortalama	0.10	0.97	1.38	1.02	0.48	0.41	0.64	5
%	2.00	19.4	27.6	20.4	9.6	8.2	12.8	100
EİB	0	0.48	1.38	0.77	0.36	0.21	0.32	3.52

Üreticilerin daha etkin kaynak kullanabilmesi ve daha yüksek işletme geliri elde edilebilmesi tecrübe ve eğitim düzeyi ile yakından ilişkilidir (Karagölge, 2011). Iğdır ili manda yetiştiricilerinin %53.2'si ilköğretim düzeyinde eğitime sahip olup bu üreticilerin yalnızca temel eğitime sahip oldukları belirlenmiştir (Çizelge 7). 25-75 yaş grubuna dâhil olan üreticilerin ortalama yaşları 51, manda yetiştiriciliği tecrübesi ise 1-60 yıl arasında ve ortalama 26 yıl olarak belirlenmiş olup üreticilerin faaliyeti yürütebilecek tecrübeye sahip oldukları ancak konu ile ilgili herhangi eğitim almadıkları tespit edilmiştir. Yılmaz (2013) tarafından yapılan bir çalışmada Afyonkarahisar'da manda yetiştiricilerinin yaş aralığının 41-50, Çiftçi ve Yılmaz (2020) tarafından yürütülen bir çalışmada Bitlis ili Manda yetiştiricilerinin 40-50, Işık ve Gül (2016) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada Muş ili manda yetiştiricilerinin 15-49 arasında ve %39.4'ünün ilkököl mezunu olduğunu, İslam ve ark. (2017) yaptıkları bir çalışmada Bangladeş'te seçilmiş bölgelerde manda yetiştiricilerinin 15 yıl tecrübeye sahip olduklarını bildirmişlerdir.

Çizelge 7. Üreticilerin Eğitim Durumları

Eğitim Düzeyi	Üretici Sayısı	%
Okuma Yazma Yok	2	2.2
Okur-Yazar	14	15.2
İlkokul mezunu	33	35.8
Ortaokul mezunu	16	17.4
Lise mezunu	25	27.2
Ön lisans	2	2.2
Toplam	92	100

İşletme Dışı Gelir Kaynakları

Iğdır'da süt üretimi için manda yetiştirildiği belirlenirken Cruz (2007) ile Minto ve ark. (2019) yaptıkları çalışmalarda Dünyanın birçok bölgesinde manda yetiştiriciliğinin yaygın olarak et, süt ve çeki gücü için yapıldığını, Saadullah (2012) yaptığı bir çalışmada Bangladeş'te ıslah amaçlı manda

yetiştirildiğini, Yılmaz (2013) yaptığı çalışmada Afyonkarahisar'da kaymak yapımı için manda yetiştirildiğini, Safari ve ark, (2018) gerçekleştirdikleri çalışmada Hindistan'da birinci öncelik olarak süt üretimi, ikinci öncelik olarak ise et üretimi için manda yetiştirildiğini bildirmişlerdir.

Üreticilerin %47.8'i yalnızca tarımsal faaliyetten gelir elde ederken %52.2'sini tarımsal faaliyete ilave olarak tarım dışı geliri kaynağı da bulunmaktadır. Tarım dışı gelir elde eden üreticilerin gelir kaynakları içinde en fazla payı emekli, memur ve ticaret işleri almaktadır (Çizelge 8).

Çizelge 8. İşletmelerin Ek Gelir Kaynakları

Gelir Kaynağı	Üretici Sayısı	%
Emekli	22	45.8
Memur	13	27.1
Ticaret	11	22.9
İşçi	1	2.1
Şoför	1	2.1
Toplam	48	100

Genel ortalama her manda üreticisinin aylık 230 \$, yalnızca tarım dışı gelir elde edenlerin ise aylık 440 \$ tarım dışı gelirlerinin olduğu belirlenmiştir. Suphachavalit ve ark, (2013) tarafından yapılan bir çalışmada Güney Tayland'da manda üreticilerinin 800 \$ manda yetiştiriciliği dışında gelir elde ettiklerini, Sweers ve ark, (2014) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada Almanya'da sulu çayır koşullarında manda yetiştiricilerinin 3 797 € ile 5 298 € arasında kazanç elde ettiklerini belirtmişlerdir.

Arazi Varlığı ve Üretim Deseni

Üreticilerin %84.8'inin (n=78) 2-200 da arasında ve ortalama 37.2 da mülk arazisi bulunmakta, parsel sayısı ise 1-17 arasında ve ortalama 3.96 adet olarak bulunmuştur. 44 üretici 3-180 da arasında ve ortalama 3.66 parselden oluşan 3.7 da arazi kiralamaktadırlar. İşletmeler ortalamasında 3.36 parselden oluşan 33.2 da mülk arazi ve 1.75 parselden oluşan 15.2 da kiralık arazi bulunduğu belirlenmiştir (Çizelge 9). Işık (2015) tarafından yapılan çalışmada Muş ilinde manda yetiştiricilerinin ortalama 26.7 da, Çiftçi ve Yılmaz (2020) yürütülen bir çalışmada Bitlis ili manda yetiştiricilerinin 0-20 da araziye sahip olduklarını bildirmişlerdir.

Çizelge 9. İşletmelerin Arazi Varlığı

	Mülk Arazi		Kira veya Ortağa Tutulan	
	Miktar (da)	Parsel Sayısı	Miktar(da)	Parsel Sayısı
En düşük	2	1	3	1
En fazla	200	17	180	10
Ortalama	39.2	3.96	31.7	3.66

Manda yetiştiriciliği yanında bitkisel üretim yapan üreticiler bölgede üretilen başlıca ürünlerden farklı miktar ve çeşitte üretim yapmakta ve pazarlamaktadırlar. Çalışma kapsamında işletmeler ortalaması olarak en fazla sayı ve alanda işletmecinin ürettiği ürünler yonca, buğday, arpa ve silajlık mısır olarak belirlenmiştir (Çizelge 10). Elde edilen verimler değerlendirildiğinde dekara yonca verimi 1 229 kg çalışmanın yapıldığı 2016 yılı Türkiye yonca veriminden (2 424 kg) oldukça düşüktür (TÜİK, 2016). Çalışmada belirlenen diğer ürün verimleri ile dekara Türkiye ortalamaları (buğday 266 kg, Arpa 245 kg, Mısır Silajı 4 868 kg, Dane Mısır 942 kg, domates 6 874 kg, kayısı 587 kg) karşılaştırıldığında buğday, arpa, dane mısır ve kayısı verimleri bakımından daha yüksek değerlerin elde edildiği gözlenmiştir (TÜİK, 2016). Belirtilen ürünlerden daha fazla alanda üretim yapılması, yüksek verimden dolayı avantaj sağlayacağı ve üretici gelirini artıracığından dolayı önerilebilir. Işık (2015) yaptığı bir çalışmada Muş ili manda üreticilerinin arazilerinin tarla bitkileri, yem bitkileri ve nadas alanlarının oluşturduğunu ve en fazla tarla bitkileri (%52.8) üretimi yapıldığını belirtmiştir.

Çizelge 10. İşletmelerin Üretim Desenleri ve Üretim Verileri

Ürün	İşletme Sayısı	%	Alan (da)	Ürün Miktarı (kg)	Verim (kg da ⁻¹)	İşletmede Kullanılan (kg)	Satılan (kg)	Satıldığı Yer
Yonca	71	77.2	25.9	31 785	1 229	21 799	9 985	Diğer İşletmeler
Buğday	49	53.3	6.25	2 424	389	923	1 510	Un Fab. TMO
Arpa	39	42.4	5.33	1 999	375	1 773	226	Tüccar
Mısır Silajı	32	34.8	8.48	35 529	4 190	19 985	15 543	Diğer İşletmeler
Dane Mısır	2	2.17	0.63	630	1000	141	489	Tüccar
Domates	2	2.2	0.19	950	5000	-	950	Manav
Kayışı	1	1.1	0.55	825	1500	-	825	Toptancı

Çizelge 11. Sigorta Yaptırmama Nedenleri

Neden	İşletme Sayısı	%
Pahalı	29	34.5
Mandanın hastalanmadığı anlayışı	27	32.1
Bilgilendirme yok	10	11.9
Kayıp bedeli alınmıyor	9	10.7
İhtiyaç duymuyorum	8	9.5
Küpe yapılmadığı için	1	1.3
Toplam	84	100

Araştırma kapsamında manda üreticilerinin %91.30'u hayvanları için sigorta yapmazken %8.70'i 780 \$ masrafla hayvanlarını sigortalatmışlardır. Üreticilerin mandalarını sigortalatmama sebeplerinden önemlileri sigorta masraflarının yüksek olması ve mandaların hastalanmaması olarak belirlenmiştir (Çizelge 11).

İşletmelerin Borç Düzeyi

Çalışmaya dâhil edilen manda üreticilerinin 1 Ocak 2016 dönem başı ve 31 Aralık 2016 dönem sonu itibarı ile borç miktarı, vadesi ve niçin borç alındığı araştırıldığında dönem başında üreticilerin %27.2'sinin dönem sonunda ise %30.4'ünün borçlu olduğu belirlenmiştir. Borç tutarı en az 265 \$, en fazla 41 418 \$ olmak üzere ortalama her üreticinin 8 ay vadeli 4 377 \$ borcunun olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 12).

Çizelge 12. İşletmelerin Borçluluk Durumu

	Borçlu Sayısı		Borçsuz Sayısı		En Az (\$)	En Fazla (\$)	Ortalama (\$)
	Sayı (Adet)	%	Sayı (Adet)	%			
Dönem Başı	25	27.2	67	72.8	1 325	59 642	4 981
Dönem İçi Alınan	5	5.44	87	94.7	663	33 135	746
Dönem İçi Bir Kısmı Ödenen	24	26.1	68	73.9	398	31 478	1 764
Dönem Sonu	28	30.4	64	69.6	265	41 418	4 377
Vade	-	-	-	-	5 ay	70 ay	8 ay

Borçlu olan üreticilerin kredi veya borç kaynakları belirlenmiş olup %75.8'inin ziraat bankası ve kooperatiflere borçlu olduğu tespit edilmiş olup (Çizelge 13) %65.6'sı (n=19) işletme masrafları, %27.6'sı (n=8) hayvan alımı ve %6.8'i ise (n=4) ticaret ve ev alımı için borçlanmışlardır.

Çizelge 13. İşletmelerin Kredi/Borç Kaynakları

Kredi/Borç Kaynağı	Sayı	%
T.C Ziraat Bankası	19	65.5
Kooperatifler	3	10.3
Akraba ve Şahıslar	2	6.9
T.C Ziraat Bankası ve Özel Bankalar	2	6.9
T.C Ziraat Bankası ve Kooperatifler	2	6.9
Ziraat Bankası, Akraba ve Şahıslar	1	3.5
Toplam	29	100

Üreticilerin %93.0'ı gelir gider kaydı tutmaya gerek duymadıklarını ve kayıt tutmanın gerekliliği hakkında yeterli bilgiye sahip olmadıklarını, süt verim kontrolü yapmadıklarını ve tarım danışmanı bulundurmadıklarını belirtmişlerdir.

Manda Yetiştiriciliği ile İlgili Sorunlar

Üreticilerin manda yetiştiriciliği ile ilgili ifade ettikleri farklı ancak birbirine yakın problemler (372 cevap) ana başlıklar altında toplandığında 4 ana başlık oluşturulmuştur (Çizelge 14). Manda yetiştiricilerinin belirlenen en önemli sorunları arasında Devlet Politikalarından kaynaklı sorunlar, üretim ve pazarlama sorunları ve teknik bilgi noksanlığından kaynaklı sorunlar olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 14. Manda Yetiştiriciliği ile İlgili Sorunlar

Sorunlar	Cevap Sayısı	(%)
Devlet Politikalarından Kaynaklı Zorluklar	129	34.7
Teknik bilgi noksanlığı	95	25.5
Üretim ve Pazarlama Sorunları	92	24.7
Girdi Fiyatlarının Yüksek Olması	56	15.1
Toplam	372	100

Devlet politikalarından kaynaklanan zorluklar (%37.4) arasında destekleme ödemelerinin yetersiz olması ve zamanında yapılmaması, başvuru şartlarının teferruatlı ve zaman alıcı olması, devletin hayvancılığa yönelik her sene değişken bir politika uygulaması, hayvansal üretime verilen destek ve hibelerin doğru kanallara aktarılmaması ve verilen bu desteklerin yarar ve zararlarının analiz edilmemesi gelmektedir. Teknik bilgi noksanlığı (%25.5) ile ilgili sorunlar profesyonel hayvan beslemesini ve modern işletme için gereken kuralların bölge insanı tarafında bilinmiyor olması, yetersiz sürü sağlığı bilinci ve müdahalenin hayvan hastalandıktan sonra yapılması, ilde bulunan üniversitenin üreticilere yeterince birebir eğitim verememesi ve üreticiye ulaşamaması gelmektedir. Üretim ve pazarlama sorunları (%24.7) yetersiz verim ve düşük süt fiyatı, kaliteli yem bulunamaması, yem bitkisi üretiminde yetersizlik, aşırı otlatma nedeni ile meraların zayıflaması ve ıslahının yapılmaması ile sulama sorunu belirlenmiştir. Canbolat (2012) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada Türkiye’de manda yetiştiriciliği yapan işletmelerin durumunu incelemiş, manda sayısında, et, süt ve deri üretiminde yaşanan ciddi oranlardaki azalmaya dikkatleri çekmiştir. Suphachavalit ve ark, (2013) tarafından yapılan bir çalışmada manda üreticilerin yetiştiricilik, sürü yönetimi, suni dölleme, besleme, hastalıklar konusunda eğitime ihtiyaçları olduğunu, Kandır (2014), Türkiye’de son 30 yılda manda popülasyonunda gözlemlenen gerilemenin, manda yetiştiricilerinin entansif üretim şartlarına ayak uyduramamalarından kaynaklandığını, Şahin (2015) tarafından yapılan bir çalışmada Türkiye’de mandanın desteklemeden çıkarılmasının manda sayısının azalmasına sebep olduğunu, Bayram (2016) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada Samsun’da manda üreticilerinin en önemli sorunlarının elde edilen ürünleri değer fiyatına satamama ve destek eksikliği olduğunu, Karlı ve ark, (2018) tarafından yapılan bir çalışmada manda yetiştiren işletmelerde kayıt tutulmamasının ve verim düşüklüğünün önemli problem olduğunu, Çiftçi ve Yılmaz (2020) tarafından yürütülen bir çalışmada Bitlis’te Manda üreticilerinin yeterli arazileri

olmadığı için kendi yemlerini üretmediklerini, meraların yetersiz kaldığını ve ürün fiyatlarının yeterli düzeyde olmadığını belirtmiştir.

Çözüm Önerileri

Üreticilerin manda yetiştiriciliği ile ilgili sorunlara çözüm önerileri olarak ifade ettikleri farklı fakat birbirine yakın 391 cevap 4 ana başlık altında birleştirilmiştir (Çizelge 15). Çözüm önerileri arasında Devlet eliyle üretimin geliştirilmesi başlığında bölgede model işletmelerin oluşturulması, modern barınakların yapılması ve yetiştiricilerin teknik konularda eğitilmesi, yem bitkileri üretim teşvikinin artırılması, kırmızı et ithalatının durdurulması, mera ıslahına yönelik çalışmaların artırılması, tarım danışmanı görevlendirilmesi, manda başı verilen desteğin artırılması önerileri belirlenmiştir. Üreticilerin üretimle ilgili gayretleri olarak; kültür ırkı hayvancılığa geçilmesi ve daha iyi yaşam olanakları sağlanması, hayvanların yaylaya çıkmadan aşılması, kolay girdi temininin sağlanması noktasında; hayvan yeminin işletmede üretilmesi, pazarlama sorunları bakımından elde edilen ürünlerin daha kolay ve daha yüksek fiyattan satılabileceği pazarlama kooperatiflerinin kurulması önerileri belirlenmiştir.

Çizelge 15. Manda Yetiştiriciliği ile İlgili Sorunlara Çözüm Önerileri

Öneri	Öneri Sayısı	(%)
Devlet Eliyle Üretimin Geliştirilmesi	268	68.6
Kolay Girdi Temininin Sağlanması	42	10.7
Pazarlama Sorunlarının Çözümü	31	7.93
Üreticilerin Üretimle İlgili Gayretleri	50	12.8
Toplam	391	100

Sweers ve ark, (2014) tarafından yapılan bir çalışmada manda yetiştiriciliğinin Almanya'da en azından doğrudan pazarlama yoluyla ekonomik olarak yapılabileceğini, Bayram (2016) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada manda sütü verimini artırmak için modern teknikler hakkında çiftçilere bilgi verilmesi, işletme büyüklüğünün artırılmasını sağlayacak politikaların geliştirilmesi, manda sütü ve ürünlerine olan farkındalığın artırılması için bölgesel ve ulusal politikaların uygulanması, Aköz (2017) tarafından yapılan bir çalışmada Türkiye'de manda yetiştiriciliği yapılan bölgelerde teşvik çalışmalarının başlatılması ve manda sütü ve etinin önemini anlatılarak vatandaşların bilgilendirilmesi, Karlı ve ark, (2018) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada manda üretiminin artırılması için devlet kurumlarının sulak alanları koruması ve amaç dışı kullanımlarını önlemesi, Yılmaz ve Kara (2019) tarafından yapılan bir çalışmada manda ıslahı, besleme, sürü yönetimi, sağlık koruma ve manda ürünlerine dönük bir bilincin oluşturulması, etkili örgütlenme kanallarına yer verilmesi, Çiftçi ve Yılmaz (2019 tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada) Bitlis'te Manda hastalıklarına ilişkin araştırmalara yer verilmesi ve Anadolu Mandasının korumaya alınması gerektiğini bildirmişlerdir.

SONUÇ

Tarımın önemli alt dalı olan hayvancılık faaliyetinde sürdürülen manda yetiştiriciliği Iğdır ili tarım üreticilerinin önemli gelir kaynaklarından biri olarak devam etmektedir. İşletmelerin arazi varlığı yetersiz olmasına karşın yonca dışında diğer ürünlerde Türkiye ortalamasının üzerinde verim alınmıştır. Üreticilerin çoğunluğu Hayvan sigortası yaptırmamakla beraber yaklaşık üçte biri dönem sonunu borçlu olarak kapatmıştır. Üreticilerin Devlet politikalarından, kendilerinden ve üretim yapısından kaynaklı bazı problemleri mevcuttur. Bölgede manda yetiştiriciliğinin üreticiler tarafından daha kârlı ve artarak devam edebilmesi için ilgili kamu ve özel kurumları ile üreticilerin gerekli tedbirleri alması, üretim ve pazarlama ile ilgili sorunları çözmesi gerekmektedir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

KAYNAKLAR

- Akoz M, Arik D, Kul M, Çelik B, 2017. Manda Yetiştiriciliği: Geçmişten Bugüne Türkiye’de Manda Yetiştiriciliği. *International Journal of Scientific and Technological Research*, 3(2): 9-14.
- Arıkan R, 2007. Araştırma Teknikleri ve Rapor Hazırlama. ISBN:975-8784-35-8 Asil Yayıncılık Dağıtım LTD-ŞTİ. Ankara.
- Atasever S, Erdem H, 2008. Manda Yetiştiriciliği ve Türkiye’deki Geleceği. *J. of Fac. of Agric., OMU*, 23(1): 59-64.
- Bayram E, 2016. Samsun İli Damızlık Manda Yetiştiricileri Birliğine Üye İşletmelerin Yapısal Durumu ile Orta ve Büyük İşletmelerdeki Bazı Yetiştiricilik Uygulamalarının Süt Verim Düzeyine Etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun.
- Canbolat Ö, 2012. Manda Yetiştiriciliği ve Türkiye’deki Mevcut Durumu. *Tarım Türk Dergisi*, 30: 176-180.
- Cazacu S, Rotsios K, Moshonas G, 2014. Consumers Purchase Intentions towards Water Buffalo Milk Products (WBMPs) in the Greater Area of Thessaloniki, Greece. *Procedia Economics and Finance*, 9: 407–416.
- Cruz LC, 2007. Trends in Buffalo Production in Asia, *Italian Journal of Animal Science*, 6(2): 9-24.
- Çetinkaya N, Genç B, Salman M, 2011. Samsun İli Manda Yetiştiriciliği. Samsun Sempozyumu, 13-16 Ekim 2011, Samsun.
- Çiftçi S, Yılmaz A, 2019. Bitlis İli Anadolu Mandası İşletmelerinin Genel Yapısal Özellikleri Üzerine Bir Araştırma. *ÇOMÜ Zir. Fak. Derg.* 7(1): 47–56.
- Çiftçi S, Yılmaz A, 2020. Bitlis İli Anadolu Mandası Yetiştiricilerinin Manda Besleme ve Ürünlerinden Faydalanma ve Pazarlama Olanaklarına Yönelik Görüşleri. *KSÜ Tarım ve Doğa Derg.* 23(1): 271-280.
- FAO, 2019. FAOSTAT. Food and Agricultural Organization of the United Nations. Livestock Primary. <https://www.fao.org/faostat/en/#data/QA>(Erişim tarihi 10.06.2021).
- Hekimoğlu B, Altındeğer M, 2009. Samsun İlinde Manda Üretimi ve Manda Sütü Ürünleri Potansiyelinin Geleceği. *Santim*, 25: 10-19.
- İslam S, Nahar TN, Begum J, Deb GK, KhatunM, Mustafa A, 2017. Economic Evaluation of Buffalo Production in Selected Regions of Bangladesh. *J Stock Forex Trad.* 5(3): 1-8.
- İşık M, 2015. Muş İlinde Manda Yetiştiriciliği Faaliyetinin Ekonomik Analizi. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta 98.
- İşık M, Gül M, 2016. Economic and social structures of water buffalo farming in Muş province of Turkey. *Revista Brasileira de Zootecnia*, 45(7): 400-408.
- Kandır EH, 2014. Manda Dünyasına Yolculuk. *Ayrıntı*, 1(10): 24-28.
- Karagölge C, 2011. Tarımsal İşletmecilik. Atatürk Üniversitesi Yayınları No:827, Ders Kitapları Serisi No:74, Erzurum, 139.
- Karlı B, Gül M, Akpınar MG, Tascioğlu Y, Bozkurt Y, 2018. Problems of Water Buffalo Breeding in Turkey and Suggestions for its Development. *Revista Brasileira de Zootecnia.* 47: 1-10.

- Mintoo AA, Zhang H, Chen C, Moniruzzaman M, Deng T, Anam M, Huque QME, Guang X, Wang P, Zhong Z, Han P, Khatun A, Awal TM, Gao Q, Liang X, 2019. Draft Genome of the River Water Buffalo. *Ecology and Evolution*, 9: 3378–3388.
- Saadullah M, 2012. Buffalo Production and Constraints in Bangladesh. *The Journal of Animal and Plant Sciences*, 22(3): 221-224.
- Safari A, Hossein-Zadeh NG, Shadparvar AA, Arpanahi RA, 2018. A Review on Breeding and Genetic Strategies in Iranian Buffaloes (*Bubalus bubalis*). *Tropical Animal Health and Production*, 50: 707–714.
- Sarıözkan S, 2011. Türkiye’de Manda Yetiştiriciliğinin Önemi. *Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 17(1): 163-166.
- Sheikh PA, Merry FD, McGrath DG, 2006. Water Buffalo and Cattle Ranching in the Lower Amazon Basin: Comparisons and Conflicts. *Agricultural Systems* 87: 313–330.
- Suphachavalit S, Sricharoen P, Luesopha T, Srisakdi T, Na-Chiangmai A, Boonprong S, 2013. Swamp Buffalo Production System and Needs for Extension on Local Scale Farmers in the Lower Northeast of Thailand. *Buffalo Bulletin* 32(2): 1204-1207.
- Sweers W, Möhring T, Müller J, 2014. Study the Economics of Water Buffalo (*Bubalus bubalis*) Breeding, Rearing and Direct Marketing. *Archiv Tierzucht*, 57(22): 1-11.
- Şahin A, Ulutaş Z, Yıldırım A, 2013. Türkiye ve Dünya’da Manda Yetiştiriciliği. *Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi*, 8: 65-70.
- Şahin G, 2015. Türkiye Zirai Hayatında Manda (*Bubalus Bubalis*) Yetiştiriciliği ve Manda Ürünlerinin Değerlendirilmesi. *İstanbul Üniversitesi, Edebiyat Fakültesi Coğrafya Dergisi*, 31: 14–40.
- TCMB, 2019. Türkiye Cumhuriyeti Merkez Bankası Döviz Kurları. http://www.tcmb.gov.tr/kurlar/kurlar_tr.html (Erişim tarihi 02.03.2020).
- TÜİK, 2016. Türkiye İstatistik Kurumu. Bitkisel Üretim Verileri. <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr> (Erişim tarihi 07.05.2020).
- TÜİK, 2017. Türkiye İstatistik Kurumu. Nüfus ve Demografi Verileri. <https://data.tuik.gov.tr/Kategori/GetKategori?p=Nufus-ve-Demografi-109> (Erişim tarihi 11.07.2021).
- TÜİK, 2020. Türkiye İstatistik Kurumu. Hayvansal Üretim Verileri. <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=101&locale=tr> (Erişim tarihi 10.06.2021).
- YamaneT, 2010. *Temel Örneklem Yöntemleri*, Literatür Yayıncılık, İstanbul.
- Yılmaz A, Kara MA, 2019. Dünyada ve Türkiye’de Manda Yetiştiriciliğinin Durumu ve Geleceği. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*, 6(3): 356-363.
- Yılmaz S, 2013. Afyonkarahisar Yöresi Manda Yetiştiriciliği: Küçükçobanlı Köyü Örneği. Yüksek Lisans Tezi, Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Aydın, 60.

Atıf İçin: Balaban M, Kodaş R, Akcelik E, Kon H İ F, Karacam M, Güler S, Külen S, 2022. Akar ve Burakbey Yemlik Arpa Çeşitlerinin Ekim Sıklığının Araştırılması. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1091-1101.

To Cite: Balaban M, Kodaş R, Akcelik E, Kon H İ F, Karacam M, Güler S, Külen S, 2022. An investigation on Sowing Rates for Feeding Barley Varieties of Akar and Burakbey. Journal of the Institute of Science and Technology, 12 (2): 1091-1101.

Akar ve Burakbey Yemlik Arpa Çeşitlerinin Ekim Sıklığının Araştırılması

Murat BALABAN^{1*}, Recep KODAŞ¹, Esra AKÇELİK¹, H.İbrahim Fırat KON¹, Musa KARAÇAM¹,
Safure GÜLER¹, Seda KÜLEN¹

ÖZET: Doğru yetiştirme tekniği uygulamaları ile üreticiye ulaşan yeni geliştirilmiş çeşitler, hem verimin hem de gelirin artmasına katkı sağlayacaktır. Yeni geliştirilen çeşitlerin yetiştirme paketleri ile birlikte üretime sunulması ilerde ortaya çıkabilecek problemlerin giderilmesi bakımından önemlidir. Bu amaçla yeni tescil edilmiş olan iki sıralı Akar ve Burakbey yemlik arpa çeşitleri ekim sıklığı bakımından ayrı ayrı denemeye alınmıştır. Araştırma 2015-2016, 2016-2017 ve 2018-2019 üretim sezonunda Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü (TARM) Müdürlüğü, Gölbaşı/ İkiçce Araştırma ve Uygulama Çiftliği'nde nadas tahıl sistemi içerisinde yürütülmüştür. Denemeler tesadüf blokları deneme desenine göre üç tekerrürlü olarak kurulmuştur. Araştırmada beş farklı tohum miktarı (300, 400, 500, 600 ve 700 adet tohum m⁻²) denenmiştir. Çeşitlerin verim ve verim öğeleri, kalite parametreleri yönünden optimum bitki sıklığı belirlenmiştir. Araştırma sonucunda Akar çeşidinde yüksek verim alabilmek için (430.30 kg da⁻¹) gerekli olan tohum miktarının 700 tohum m⁻² olduğu ve ekonomik optimum tohum miktarının 569.57 tohum m⁻² olduğu tespit edilmiştir. Burakbey çeşidinde yüksek verim alabilmek için (531.21-546.13 kg da⁻¹) gerekli olan tohum miktarının 600 ve 700 tohum m⁻² olduğu ve ekonomik optimum tohum miktarının 584.98 tohum m⁻² olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yemlik arpa, akar ve burakbey, ekim sıklığı, verim, optimum tohum, kalite

An Investigation on Sowing Rates for Feeding Barley Varieties of Akar and Burakbey

ABSTRACT: The new varieties when reached the farms with the recommended cultivation techniques can increase both yield and net income. Agronomy packages for newly released varieties is also important for above given targets. For this purpose, newly improved two-row Akar and Burakbey feeding barley varieties were tested for various sowing ratios (i.e.300, 400, 500, 600 and 700 grains m⁻²). Field trials were carried out at the Gölbaşı/ İkiçce Research Station of Field Crops Central Research Institute (TARM) Directorate, in the 2015-2016, 2016-2017 and 2018-2019 crop growing seasons under cereals-fallow crop rotation. Field trials were set up employing randomized block design with three replications for each variety. The optimum sowing rates for varieties were estimated referring the yield, yield components, some of quality parameters, physical yield and seed production of the cultivars. It was concluded that, the number of seeds highest grain yield (430.30 kg da⁻¹) for Akar was 700 seeds m⁻² and the economic optimum rate was 569.57 seeds m⁻², 600 and 700 seeds m⁻² for Burak bey resulted in 531.21 and 546.13 kg da⁻¹ grain yields respectively. Economic optimum rate was 584.98 seeds m⁻².

Keywords: Feeding barley, akar and burakbey, optimum sowing rates, yield, quality

¹Murat BALABAN ([Orcid ID: 0000-0002-2371-4060](https://orcid.org/0000-0002-2371-4060)), Recep KODAŞ ([Orcid ID: 0000-0001-5459-5749](https://orcid.org/0000-0001-5459-5749)), Esra AKÇELİK ([Orcid ID: 0000-0003-2471-7607](https://orcid.org/0000-0003-2471-7607)), H.İbrahim Fırat KON ([Orcid ID: 0000-0001-7874-4155](https://orcid.org/0000-0001-7874-4155)), Musa KARAÇAM ([Orcid ID: 0000-0001-5762-690X](https://orcid.org/0000-0001-5762-690X)), Safure GÜLER ([Orcid ID: 0000-0003-3269-8303](https://orcid.org/0000-0003-3269-8303)), Seda KÜLEN ([Orcid ID: 0000-0002-6140-3079](https://orcid.org/0000-0002-6140-3079)), Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, Ankara, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Murat BALABAN, mrtblbn@gmail.com

GİRİŞ

Arpa, dünyada ve ülkemizde ekiliş ve üretim bakımından ilk sıralarda yer alan önemli kültür bitkilerindedir. Hayvan beslenmesinin vazgeçilmez unsuru olan arpa, bugün olduğu gibi gelecekte de en önemli besin kaynaklarından biri olma özelliğini sürdürecektir. Ülkemizde arpanın ekim alanı yaklaşık yaklaşık 2.6 milyon ha ve üretimi ise yaklaşık 7 milyon tondur. Ülkemizde arpanın ortalama verimi yaklaşık 2690 kg ha⁻¹ olup, dünya ortalama arpa veriminden 44.5 kg ha⁻¹ daha düşüktür (Anonymous, 2017; Anonim,2018).

Ekim sıklığı, tane veriminin artırılması için en önemli faktörler arasında yer almaktadır. Herhangi bir çeşitten belli çevre koşullarında daha fazla birim alan tane verimi alabilmek için ilk şart uygun bitki sıklığını sağlayabilmektir (Geçit, 1982). Çeşit ıslahı çalışmalarında melezleme aşamasından başlayarak ön verim ve bölge verim denemelerinde denemeler standart bir ekim sıklığı kullanılarak yapılmaktadır. Bu standartlara göre en iyi verimi veren çeşitler tescile gönderilmektedir.

Tescil ettirilen çeşitler standart uygulamadan farklı çiftçi koşullarında kullanıldığında bazen sorunlar ortaya çıkabilmektedir. Tohum yatağının durumu, ekim yapılan makinenin durumu, kullanılan tohumun kalitesi, sertifikalı tohum olup olmadığı, ekim yapılan alanın rakım ve toprak durumu gibi değişkenler, tescil edilen tohumların çiftçi koşullarında kullanılmasıyla yaşanan verim ve kalite kayıplarının temel nedenleri olabilmektedir (Balaban ve ark, 2020).

Tohumluk bitkisel üretimde en önemli girdilerden birisidir. İyi tohumluk kullanımının verimi yaklaşık % 10 oranında arttırabileceği bilinmektedir (Bayaner ve ark, 1994). İyi tohumluk kullanarak uygun ekim sıklığında ekim yapılması hem verimi artırır hem de tohumluk miktarından ve maliyetinden tasarruf sağlar. Ayrıca, sertifikalı tohumluk kullanımı ve üretimine Tarım ve Orman Bakanlığı' nın destekleri bulunmaktadır (Anonim,2021).

Çeşitlerin tescil ettirilirken belirtilen standart tohumluk miktarları çiftçi koşullarında değişebilmektedir. Ülkemizde tarlaya atılan tohum miktarları belirtilen miktarlardan oldukça fazla olabilmektedir. Kış zararı, uygun olmayan ekim yöntemi, çeşit özellikleri gibi etkenler tohumluk miktarlarının artmasına neden olmaktadır. Bu da tohumluk girdi maliyetinin yükselmesine neden olabilmektedir. Yeni tescil ettirilen çeşitler için kullanılacak en uygun ekim sıklığının belirlenmesi ile çiftçi koşullarında fazla kullanılan tohumluk ve dolayısıyla tohumluk maliyetlerinin de düşürülmesi sağlanabilir (Balaban ve ark, 2020).

Ekim sıklığı bitkilerin gelişimlerini de etkilemektedir. Sık ekilen bitkilerde bitkiler arası rekabetten dolayı gelişme daha erken olabilmektedir (Puckridge and Donald, 1967). Ekim sıklığının artırılmasıyla tane veriminin arttığı (Akten ve Akkaya, 1989; Topal ve Mülayim, 1989; Tompkins et al.,1991; Kazan ve Doğan, 2005), bazı çalışmalarda bitki sıklığının tane verimi üzerine etki etmediği (Darwinkel et al., 1977; Turgut ve ark., 1997), tane veriminin belirli bir bitki sıklığına kadar artış gösterdiği ve daha sonra azaldığı (Doğan, 1994) değişik araştırmacılar tarafından belirlenmiştir.

Bu çalışmada ile yeni tescil edilmiş olan yemlik iki sıralı arpa Akar ve Burakbey çeşitlerinde ekim sıklığının araştırılması ile kalite ve verim yönünden optimum tohumluk miktarlarının saptanması amaçlanmıştır.

MATERYAL VE METOT

Bu çalışma 2015-16, 2016-17 ve 2018-19 yıllarında her bir çeşit için tesadüf blokları deneme desenine göre üç tekerrürlü olarak Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Gölbaşı/İkizce Araştırma ve Uygulama Çiftliği tarlalarında yağışa dayalı tarım koşullarında nadas – tahıl sistemi içerisinde yürütülmüştür.

Deneme arazisi Ankara'ya 45 km uzaklıkta ve Haymana Ankara yolu üzerindedir. Araştırmanın kurulduğu deneme alanını toprak analiz sonuçlarına bakıldığında (Çizelge 1) toprak kahverengi büyük toprak grubuna aittir. Buna göre deneme toprağı reaksiyonu hafif alkali killi organik maddece fakir tuzsuz ve kireççe zengindir.

Çizelge 1: Deneme alanının toprak özellikleri

YILLAR	Su doygunluğu	Bünye	EC	Tuz (%)	pH	Kireç	Yarayışlı fosfor	Yarayışlı potas
2015-2016	68	CL	0.7	0.03	7.78	26.98	7.08	83.08
2016-2017	45	CL	0.85		7.82	22.4	6.5	110
2018-2019	61	CL	0.71		7.61	27.8	16.9	69
YILLAR	Organik Madde (%)	Toplam Azot (%)	Ca (ppm)	Mg (ppm)	Demir (ppm)	Bakır (ppm)	Çinko (ppm)	Mangan (ppm)
2015-2016	1.11	0.09047	11942.4	571.456	4.21	0.94	0.62	6.4
2016-2017	1.48	0.114			0.86	1.81	1.67	0.12
2018-2019	1.71		5040	564	3.24	0.99	0.27	6.88

İklim verileri (Çizelge 2) incelendiğinde denemenin yürütüldüğü yetiştirme sezonlarında 2015-2016 (296.5 kg m^{-2}), 2016-2017 (187.3 kg m^{-2}) ve 2018-2019 (272.2 kg m^{-2}) yılları ortalama yağış miktarlarının uzun yıllar ortalamasından (1950-2015) (357.8 kg m^{-2}) daha düşük seyrettiği görülmektedir. Özellikle bitkinin en çok ihtiyaç duyduğu Nisan ve Mayıs aylarındaki yetersiz ve düzensiz yağış bitkilerin gelişimini olumsuz etkilemiştir. Sıcaklık değerlerinin ise uzun yıllar ortalamasının altında seyrettiği görülmektedir.

Çizelge 2: Denemenin yürütüldüğü alana ait bazı iklim verileri

		Ekim	Kasım	Aralık	Ocak	Şubat	Mart	Nisan	Mayıs	Haziran	Toplam/Ort.
1950-2015	Aylık Toplam Yağış Miktarı Ortalaması (kg m^{-2})	29.1	32	43.1	42.1	36	40.3	46.5	52	36.7	357.8
	Ortalama Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)	13	7	2.6	0.4	1.9	6	11.3	16.1	20.1	8.71
2015-2016	Aylık Toplam Yağış Miktarı Ortalaması (kg m^{-2})	58.5	5.6	2.2	66.4	18.6	67	12	59	7.2	296.5
	Ortalama Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)	12.8	7.1	-1.9	-1.3	5.4	5.7	12	13	19	7.97
2016-2017	Aylık Toplam Yağış Miktarı Ortalaması (kg m^{-2})	7.7	19.6	34.2	20.2	5.4	31.4	16	27.6	25.2	187.3
	Ortalama Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)	11.28	4.58	-2.91	-4.98	-0.31	5.18	8.12	12.95	17.33	5.7
2018-2019	Aylık Toplam Yağış Miktarı Ortalaması (kg m^{-2})	68.4	15.4	53	36.2	36.4	20.6	23.4	3.8	15	272.2
	Ortalama Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)	12	6.4	0.91	-0.8	2.16	4.99	7.9	15.06	18.65	7.49

Denemede Kullanılan Arpa Çeşitleri;

Akar: Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Müdürlüğünce 2012 yılında tescil ettirilmiş yemlik arpa çeşididir. İki sıralı, kılçıklı, uzun ve düzgün başaklı ve uzun boylu bir çeşittir. Kışlık-alternatif gelişme tabiatlı, sağlam saplı ve yatmaya dayanıklıdır. Kardeşlenme kapasitesi yüksek suya ve azota tepkisi iyi, eş zamanlı olgunlaşmaya sahip, başaklanma zamanı orta kolay harmanlanabilen yüksek verimli bir çeşittir ($450-650 \text{ kg da}^{-1}$). 1000 tane ağırlığı 35-56 g, protein oranı % 9-15.5, hektolitre ağırlığı $65.2-71 \text{ kg hl}^{-1}$, 2.8-2.5 mm elek üstü değeri % 60.8-96.2 arasında değişmektedir. İç Anadolu ve Geçit bölgelerinin yarı taban/tabandan ve destek sulama yapılan alanlarına önerilir.

Burakbey: Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Müdürlüğünce 2013 yılında tescil ettirilmiş yemlik arpa çeşididir. İki sıralı, kılçıklı, uzun ve düzgün başaklı ve uzun boylu bir çeşittir. Alternatif gelişme tabiatlı, sağlam saplı ve yatmaya dayanıklıdır. Kardeşlenme kapasitesi yüksek suya ve azota tepkisi iyi, eş zamanlı olgunlaşmaya sahip, başaklanma zamanı orta kolay harmanlanabilen yüksek verimli bir çeşittir (destek sulu koşullarda $430-690 \text{ kg da}^{-1}$). 1000 tane ağırlığı 33.4 – 48.0 g, protein oranı % 9.9-15.9, hektolitre ağırlığı $63.0-70.5 \text{ kg hl}^{-1}$, 2.8-2.5 mm elek üstü değeri % 49.5-93.4 arasında değişmektedir.

Tarla denemelerinde parsel boyutu 1.20 x 10 m, ekim derinliği 3-5 cm olarak deneme yürütülmüştür. Parsel mibzeri ile (sıra arası 20 cm) ekimler gerçekleştirilmiştir. Ekim ve hasat tarihleri 2015-16 üretim sezonunda 15.10.2015-18.07.2016'dır. 2016-17 üretim sezonunda 11.10.2016-18.07.2017'dir. Bu tarihler 2018-19 üretim sezonu için 9.10.2018-12.07.2019' dur.

Ekim sıklığı olarak beş farklı uygulama da m²'ye 300, 400, 500, 600 ve 700 adet tohum atılmıştır. Tohum miktarları hesaplanırken her çeşitten üç adet 100 tane sayılarak bunların ağırlıkları tartılmış, buradan 1000 tane ağırlığına ulaşılmıştır. Daha sonra parsel boyutlarına göre atılacak tohum miktarları gram cinsinden belirlenmiş ve ona göre parsellere deneme mibzeri ile ekim yapılmıştır. Tohum miktarı denemesinde tabana 14 kg da⁻¹ DAP (saf azot 2.5 kg da⁻¹ ve 6,44 kg da⁻¹ saf fosfor) formatında gübre, üst gübre ÜRE (%46) formatında dekara saf 6 kg azotu tamamlanacak şekilde (9,78 kg da⁻¹) kardeşlenme sonu sapa kalkma döneminde uygulanmıştır.

Deneme sonuçları Jmp istatistik programı kullanılarak analiz edilmiş ve farklılıklar (% 5) LSD testine göre gruplandırılmıştır. Verim-tohum miktarı regresyon eşitliği oluşturularak (2.derece polinom) optimum miktarlar hesaplanmıştır. Kalite analizlerinden protein oranı ICC Standart Metod No :167 'ye göre Dumas Protein tayin cihazında belirlenmiştir (Anonymous, 2008).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Akar

Araştırmamızda Akar çeşidinin tohum miktarları uygulamasında tarla gözlemleri üzerine etkisini gösteren birleşik varyans analiz tablosu Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3. Farklı tohum miktarında ekilen Akar çeşidinin bazı agro-morfolojik özelliklerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Ortalaması					
		Bitki Boyu	M ² Bitki Sayısı	M ² Başak Sayısı	Biyolojik Verim	Hasat İndeksi	Verim
Yıl	2	1155.15**	227.36	276242.22**	832117.22**	246.32*	201703.95**
Yıl*Tekerrür	6	10.70	1549.64	8768.49	32119.63	36.68	1043.39
Tohum Miktarı	4	17.41	73265.63**	21342.43**	195775.09**	21.29	8655.24*
Yıl* Tohum Miktarı	8	33.92	9221.55	12228.47	42437.13	37.40	316.97
Hata	24	10.31	2796.14	5012.61	39496.44	46.86	2785.55
Toplam	44						
DK(%)		3.72	14.76	15.33	16.38	20.98	14.00

** %1 düzeyinde önemli; **%5 düzeyinde önemli

Tohum miktarı uygulamalarının Akar çeşidinde ölçülen karakterler üzerine etkisi bitki boyu ve hasat indeksi hariç incelenen diğer özellikler üzerine istatistiksel düzeyde önemlilik göstermiştir. Diğer taraftan değişik tohum miktarlarında tarla gözlemleri üzerine etkilerine ait ortalama değerler ise Çizelge 4'te gösterilmiştir.

Çizelge 4. Farklı tohum miktarında ekilen Akar çeşidinin bazı agro-morfolojik özelliklerine ait ortalamaların LSD testine göre gruplaması

Tohum Miktarı Adet m ⁻²	Boy (cm)	M ² Bitki Sayısı	M ² Başak Sayısı (adet)	Biyolojik Verim (g m ⁻²)	Hasat İndeksi (%)	Verim kg da ⁻¹
TM-1 (300)	83.85	262.88 c	420.55 c	1050.72 b	33.68	351.63 b
TM-2 (400)	86.99	279.33 c	414.55 c	1060.05 b	34.16	365.12 b
TM-3 (500)	87.44	351.66 b	446.27 bc	1262.72 a	31.65	386.79 ab
TM-4 (600)	86.04	471 a	517 a	1339.66 a	30.46	402.57 ab
TM-5 (700)	86.43	425.22 a	509.38 ab	1350 a	33.22	430.30 a
Ortalama	86.15	358.02	461.56	1212.63	32.63	387.29
F(0.05)		**	**	**	ÖD	*
LSD (0.05)		51.45	68.88	193.36		51.35
DK(%)	3.72	14.76	15.33	16.38	20.98	14.00

** %1 düzeyinde önemli; **%5 düzeyinde önemli; DK: değişim katsayısı

Bitki boyu için ölçülen minimum ve maksimum değerler 83.85-87.44 cm arasındadır ve istatistiki önem düzeyinde anlamlı bir farklılık oluşmamıştır. Metrekarede bitki sayısı değerleri (İlkbaharda mart ayında, her parselin ortadaki iki sırasında, birer metrelik kısımdaki bitki sayısının m²' deki bitki

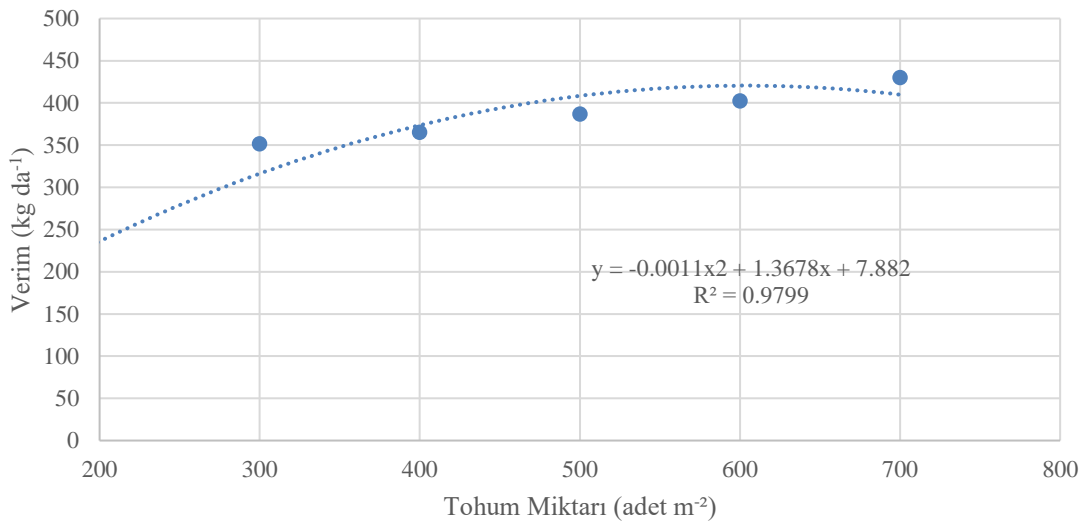
sayısına çevrilmesiyle belirlenmiştir) tohum miktarı uygulamasından etkilenmiş, 262.88-471 adet arasında oluşmuş ve tohum miktarı arttıkça m² deki bitki sayısı artmıştır. En yüksek değeri 600 ve 700 tohum m⁻² uygulamalarından elde etmiştir. Metrekarede başak sayısına ilişkin değerlere bakıldığında 414.55-517 adet arasında değiştiği görülmektedir. Metrekarede ki başak sayısı değerleri uygulanan tohum miktarı artışı ile beraber artış göstermektedir. En yüksek değeri 600 tohum m⁻² uygulamasından elde etmiştir.

Biyolojik verim değerleri de tohum miktarları uygulamasından etkilenmiş ve 1050.72-1350.0 g m⁻² arasında değişmiş ve en yüksek değerleri 500-600 ve 700 tohum m⁻² uygulamalarından elde etmiştir. Hasat indeksi değeri incelendiğinde tohum miktarı uygulamasında istatistiki olarak önemli bir farklılık belirlenmemiştir.

Tane verimi değerleri ise tohum miktarı uygulamasından etkilenmiş ve 351.63-430.30 kg da⁻¹ arasında değişiklik göstermiş ve en yüksek verim değeri 700 tohum m⁻² uygulamasından elde edilmiştir.

Tane verimi iklim koşullarından, sulama, gübreleme, hastalık ve zararlılarla mücadele gibi agronomik uygulamalardan etkilenen bir özelliktir. Tane veriminde tohum miktarı uygulamalarında ekonomik optimum noktayı tespit ederek tarlaya atılacak tohum miktarının buna göre yapılması, özellikle üreticinin fazla masraftan kaçınıp harcamalarını ekonomik olarak yapmasına imkan verecek aynı zamanda tarlaya fazladan tohum atılmasının önüne geçecektir. Tohum miktarı uygulamalarında ekonomik optimum noktasının belirlenmesi için; $Y = a + bx + cx^2$ şeklindeki kuadratik denklemden yararlanılmıştır. Doğrusal regresyon analizinde $R^2=0.8233$ çıktığından dolayı 2.derece regresyon daha uygun olmuştur.

Tohum miktarı uygulamasında ekonomik optimum noktasını bulmak amacıyla formül kullanılarak yapılan analizde ürün fiyatı 1.1 TL kg⁻¹, arpa tohumluk fiyatı ise 1.85 TL kg⁻¹ olarak alınmıştır. Analiz sonucunda $Y: -0.0011x^2 + 1.3678x + 7.882$ $R^2=0.9799$ formülünden hesaplanan ekonomik analizde **ekonomik optimum değer 569.57 tohum m⁻²** olarak belirlenmiştir (Şekil 1). Optimum tohum miktarı ile alınabilecek verim 419.18 kg da⁻¹ olarak hesaplanmıştır.



Şekil 1. Akar optimum tohum miktarı (adet m²) grafiği

Araştırmamızda Akar çeşidinin değişik tohum miktarları uygulamasında kalite analizleri üzerine etkisini gösteren varyans analiz tablosu Çizelge 5'de verilmiştir.

Çizelge 5. Farklı tohum miktarında ekilen Akar çeşidinin bazı kalite özelliklerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Ortalaması							
		Hektolitre Ağırlığı (kg)	1000 Tane Ağırlığı (g)	2.5-2.8 elek Üstü (%)	Elek Altı (%)	İrilik Sınıfı	Protein	Beta glukan	
Yıl	2	165.47**	223.32**	524.07**	12.03**	10.28**	0.38	2.58**	
Yıl* Tekerrür	6	0.60	0.89	6.39	0.12	0.31	0.79	0.08	
Tohum Miktarı	4	0.30	7.24*	35.57**	0.86**	1.2**	0.65	0.08	
Yıl* Tohum Miktarı	8	1.47	3.33	28.14	0.67	0.9	0.80	0.04	
Hata	24	0.88	2.09	6.33	0.10	0.11	0.30	0.05	
Toplam	44								
DK(%)		1.39	3.18	2.76	42.91	13.60	4.60	5.07	

** %1 düzeyinde önemli; *%5 düzeyinde önemli

Tohum miktarı uygulamalarının Akar çeşidinde kalite analizleri üzerine etkisi, hektolitre ağırlığı, beta glukan seviyesi ve protein oranı hariç diğer incelenen özellikler üzerinde istatistiksel düzeyde önemlilik göstermiştir.

Diğer taraftan değişik tohum miktarları uygulamalarının bazı kalite analizleri üzerine etkilerine ait, ortalama değerler ise Çizelge 6'da gösterilmiştir.

Çizelge 6. Farklı tohum miktarında ekilen Akar çeşidinin bazı kalite özelliklerine ait ortalamaları ve LSD grupları

Tohum Miktarı Adet m ⁻²	Hektolitre Ağırlığı (kg)	1000 Tane Ağırlığı (g)	2.5-2.8 elek Üstü (%)	Elek Altı (%)	İrilik Sınıfı	Protein	Beta glukan
TM-1 (300)	67.46	46.55 a	93.41 a	0.42 a	2.11 a	12.07	4.36
TM-2 (400)	67.36	45.71 a	92.17 ab	0.55 bc	2.33 a	11.61	4.18
TM-3 (500)	66.98	45.39 ab	90.57 bc	0.79 b	2.77 b	11.88	4.10
TM-4 (600)	67.30	45.60 a	91.49 ab	0.60 bc	2.33 a	12.33	4.25
TM-5 (700)	67.27	44.06 b	88.12 c	1.22 c	3 b	12.08	4.23
Ortalama	67.27	45.47	91.16	0.72	2.51	11.99	4.22
F(0.05)		*	**	**	**		
LSD(0.05)		1.41	2.45	0.30	0.33		
DK(%)	1.39	3.18	2.76	42.91	13.60	4.60	5.07

** %1 düzeyinde önemli; *%5 düzeyinde önemli; DK: değişim katsayısı

Kalite analizlerinde tohum miktarı uygulaması ile protein oranı ve hektolitre ağırlığı hariç diğer incelenen özellikler üzerine etkisi önemli görülmektedir. Hektolitre ağırlığına ilişkin minimum ve maksimum değerler 66.98-67.46 kg arasındadır. 1000 tane ağırlığına ilişkin değerlere bakıldığında 44.06-46.55 g arasında değiştiği ve en yüksek 1000 tane ağırlığı değerlerini m²'de 300 ve 400 tohum bitki sıklığında elde etmiştir. 2.5-2.8 elek üstü (%) değerleri de 88.12-93.41 arasında olduğu ve en yüksek elek üstü değerini 300 tohum/m² bitki sıklığının verdiği, ayrıca elek altı (%) değerlerinin 0.42-1.22 arasında değiştiği ve en düşük elek altı değerinin yine 300 tohum m² bitki sıklığından elde edildiği görülmektedir. İrilik sınıfı değerlerine bakıldığında 2.11-3 arasında değişim gösterdiği ve en yüksek değeri 300,400 ve 600 tohum m² bitki sıklıklarında elde ettiği görülmektedir. Beta glukan seviyesi 4.10-4.36 arasında değişiklik göstermiş ve tohum miktarı uygulamasında etkilenmemiştir.

Protein oranı değerleri ise tohum miktarı uygulamasından etkilenmemiş ve 11.61-12.33 arasında değişiklik göstermiştir.

Bitki sıklığı çalışmasında bitki boyu ve hasat indeksi hariç diğer tüm gözlemler de genel olarak bitki sıklığının artışına paralel olarak ölçüm değerlerinin arttığı görülmektedir. Bitki sıklığı ile yapılan çalışmalarda (Larsson, 1984; Atak ve Çiftçi, 2005; Kaydan ve Geçit, 2005; Kayaçetin ve Kırtok,2010; Kaydan ve ark., 2011) bitki sıklığının artışıyla çalışmamızdaki gibi metrekaresindeki bitki sayısı, metrekaresindeki başak sayısı, biyolojik verim ve verim değerlerinin arttığı görülmektedir.

Kalite açısından değerlendirilirse; kalite parametreleri önemli ölçüde tane protein miktarına bağlıdır ve bu protein miktarı önemli düzeyde genotip ve çevreden etkilenmektedir (Aydoğan ve ark., 2015). Hektolitre ağırlığı genetik yapı, çevre şartları ve kültürel uygulamalara bağlı olarak değişebilmektedir (Atlı ve ark., 1999). Bin tane ve hektolitre ağırlığı tahıllarda tane verimini etkileyen

önemli özelliklerden birisidir (Korkut ve ark., 1993). İki elek üstü toplamı (2.5 veya 2.5 + 2.8) %75 den fazla ise örneğin homojen tane iriliğinde olduğu kabul edilir (Köksel ve ark., 2000).

Tohum miktarı çalışmamızda azot miktarı sabit tutulduğu için proteindeki değişimlerde istatistiki olarak önemsiz bulunmuştur. Genel olarak TM-1 (300) uygulamasında 1000 tane ağırlığı daha yüksek bulunmuştur.

Tohum miktarı çalışmamızda sıklık arttıkça incelenen özelliklerden hektolitreye ağırlığı ve protein oranı hariç 1000 tane ağırlığı, 2.5-2.8 elek üstü değeri, elek altı değeri ve irilik sınıfında önemli farklılıklar meydana gelmiştir. Bitki sıklığı arttıkça 1000 tane ağırlığı azalma eğilimine girdiği yapılan benzer çalışmalarda (Larsson, 1984; Demir ve Yürür, 1984; Kaydan ve Geçit, 2005) da ortaya konmuştur ayrıca elek üstü, elek altı ve irilik sınıfının da azalma eğilimine girdiği görülmektedir.

Burakbey

Araştırmamızda Burakbey çeşidinin değişik tohum miktarları uygulamasında tarla gözlemleri üzerine etkisini gösteren birleşik varyans analiz tablosu Çizelge 7’de verilmiştir.

Çizelge 7. Farklı tohum miktarında ekilen Burakbey çeşidinin bazı agro-morfolojik özelliklerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Ortalaması					
		Bitki Boyu	M ² Bitki Sayısı	M ² Başak Sayısı	Biyolojik Verim	Hasat İndeksi	Verim
Yıl	2	1515.57**	115966.87**	161582.44**	138162.62**	587.59**	193532.84**
Yıl*Tekerrür	6	6.92	628.64	6613.95	9997.84	12.86	3212.54
Tohum Miktarı	4	6.50	51016.98**	72445.27**	267462.23**	28.13	18927.12**
Yıl* Tohum Miktarı	8	33.07	8265.89	4282.69	9688.10	22.54	3006.36
Hata	24	14.96	2435.59	12579.43	26691.91	58.66	2846.70
Toplam	44						
DK(%)		4.45	14.27	17.85	12.84	19.33	10.70

** %1 düzeyinde önemli; *%5 düzeyinde önemli

Tohum miktarı uygulamaları Burakbey çeşidinde bitki boyu ve hasat indeksi hariç incelenen diğer tarla gözlemleri üzerine istatistiksel önemlilik göstermiştir. Diğer taraftan değişik tohum miktarlarında tarla gözlemleri üzerine etkilerine ait, ortalama değerler ve oluşan gruplar ise Çizelge 8’de gösterilmiştir.

Çizelge 8 Farklı tohum miktarında ekilen Burakbey çeşidinin bazı agro-morfolojik özelliklerine ait ortalamaların LSD testine göre gruplaması

Tohum Miktarı Adet m ⁻²	Boy (cm)	M ² Bitki Sayısı	M ² Başak Sayısı (adet)	Biyolojik Verim (g m ⁻²)	Hasat İndeksi (%)	Verim kg da ⁻¹
TM-1 (300)	85.52	251.11 c	497.5 c	1039.44 d	41.74	436.45 c
TM-2 (400)	87.47	294.77 c	595.11 bc	1180.55 cd	39.70	466.29 bc
TM-3 (500)	87.24	350.55 b	624.11 ab	1271.16 bc	40.63	512.13 ab
TM-4 (600)	87.63	440.55 a	709.11 a	1394.44 ab	38.94	531.21 a
TM-5 (700)	87.15	391.66 b	714.55 a	1475.55 a	37.07	546.13 a
Ortalama	87.00	345.73	628.08	1272.23	39.61	498.45
F(0.05)		**	**	**	**	**
LSD(0.05)		48.02	109.12	158.95		51.91
DK(%)	4.45	14.27	17.85	12.84	19.33	10.70

** %1 düzeyinde önemli; *%5 düzeyinde önemli; DK: değişim katsayısı

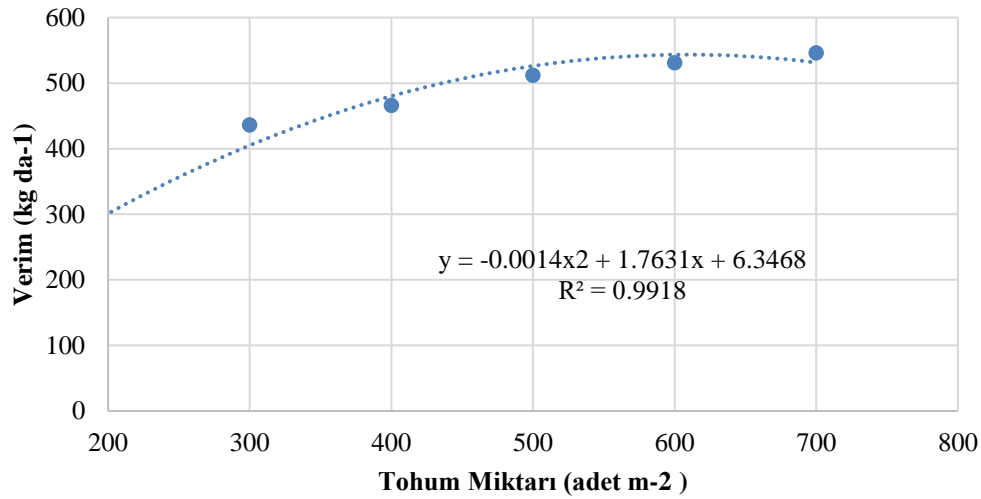
Bitki boyuna ilişkin minimum ve maksimum değerler 85.52-87.63 cm arasındadır ve istatistiki önem düzeyinde anlamlı bir farklılık oluşmamıştır. Metrekarede ki bitki sayısı değerleri tohum miktarı uygulamasından etkilenmiş, 251.11-440.55 adet arasında oluşmuştur. En yüksek değeri 600 tohum m⁻² uygulamasından elde etmiştir. Metrekare de başak sayısına ilişkin değerlere bakıldığında 497.5-714.55 adet arasında değiştiği görülmektedir. Metrekaredeki başak sayısı değerleri uygulanan tohum miktarı artışı ile beraber artış göstermektedir. En yüksek değeri 600 ve 700 tohum m⁻² uygulamasından elde

etmiştir. Biyolojik verim değerleri de tohum miktarları uygulamasından etkilenmiş ve 1039.44-1475.55 g m⁻² arasında değişmiş ve en yüksek değeri 700 tohum m⁻² uygulamasından elde etmiştir. Hasat indeksi değerleri tohum miktarı uygulamasında p<0.01-0.05 düzeyinde önemli bir farklılık oluşturmamıştır.

Verim değerleri ise tohum miktarı uygulamasından etkilenmiş ve 436.45-546.13 kg da⁻¹ arasında değişiklik göstermiş ve en yüksek verim değeri 600 ve 700 tohum m⁻² uygulamalarından elde edilmiştir.

Tohum miktarı uygulamalarında ekonomik optimum noktasının belirlenmesi için; $Y = a + bx + cx^2$ şeklindeki kuadratik denklemden yararlanılmıştır. Doğrusal regresyon analizinde $R^2=0.8392$ çıktığından dolayı 2.derece regresyon daha uygun olmuştur.

Tohum Miktarı uygulamasında ekonomik optimum noktasını bulmak amacıyla formül kullanılarak yapılan analizde ürün fiyatı 1.1 TL kg⁻¹, arpa tohumluk fiyatı ise 1.85 TL kg⁻¹ olarak alınmıştır. Analiz sonucunda $Y: -0.0014x^2 + 1.7631x + 6.3468$ $R^2= 0.9918$ formülünden hesaplanan ekonomik analizde **en ekonomik optimum değer 584.98 tohum m⁻²** olarak belirlenmiştir. Ekonomik optimum tohum miktarında alınabilecek verim 542.52 kg da⁻¹ olarak hesaplanmıştır.



Şekil 2. Burakbey optimum tohum miktarı (adet m⁻²) grafiği

Araştırmamızda Burakbey çeşidinin değişik tohum miktarları uygulamasında kalite öğelerine ait birleşik varyans analiz tablosu Çizelge 9'da verilmiştir.

Çizelge 9 Farklı tohum miktarında ekilen Burakbey çeşidinin bazı kalite özelliklerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Ortalaması						
		Hektolitre Ağırlığı (kg)	1000 Tane Ağırlığı (g)	2.5-2.8 elek Üstü (%)	Elek Altı (%)	İrilik Sınıfı	Protein	Beta glukan
Yıl	2	141.93**	203.73**	1656.77**	65.17**	45.07**	1.35	1.47**
Yıl* Tekerrür	6	0.34	1.50	51.70	1.21	0.78	0.29	0.04
Tohum Miktarı	4	0.32	2.35	41.80	0.84	0.39	0.44	0.05
Yıl* Tohum Miktarı	8	0.11	1.05	13.69	0.61	0.21	1.14	0.10
Hata	24	0.41	1.82	27.52	0.57	0.75	0.51	0.03
Toplam	44							
DK(%)		0.95	3.24	6.57	35.11	21.65	6.49	4.16

** %1 düzeyinde önemli; *%5 düzeyinde önemli

Tohum miktarı uygulamalarının Burakbey çeşidinde kalite analizleri üzerine etkisi incelenen tüm özelliklerde önemlilik göstermemiştir. Diğer taraftan değişik tohum miktarlarında incelenen kalite özellikleri üzerine etkilerine ait, ortalama değerler ise Çizelge 10'da gösterilmiştir.

Çizelge 10 Farklı tohum miktarında ekilen Burakbey çeşidinin bazı kalite özelliklerine ait ortalamaları ve LSD grupları

Tohum Miktarı adet m ⁻²	Hektolitre Ağırlığı (kg)	1000 Tane Ağırlığı (g)	2.5-2.8 elek Üstü (%)	Elek Altı (%)	İrilik Sınıfı	Protein	Beta glukan
TM-1 (300)	67.49	42.33	82.7	1.90	3.78	10.85	4.23
TM-2 (400)	67.35	41.38	78.52	2.11	4.00	10.88	4.13
TM-3 (500)	67.02	40.96	76.86	2.66	4.33	11.31	4.19
TM-4 (600)	67.35	41.84	79.83	2.11	4.00	10.75	4.17
TM-5 (700)	67.46	41.73	81.45	1.94	3.89	11.04	4.03
Ortalama	67.33	41.65	79.76	2.14	4.00	10.97	4.15
F(0.05)	ÖD	ÖD	ÖD	ÖD	ÖD	ÖD	ÖD
AÖF(0.05)							
DK(%)	0.95	3.24	6.57	35.11	21.65	6.50	4.16

** %1 düzeyinde önemli; *%5 düzeyinde önemli; ÖD: önemli değil; DK: değişim katsayısı; AÖF: asgari önemli fark

Tohum miktarı uygulaması incelenen tüm özellikler üzerinde önemli görülmemektedir. Hektolitre ağırlığına ilişkin minimum ve maksimum değerler 67.02-67.49 arasındadır. 1000 tane ağırlığına ilişkin değerlere bakıldığında 40.96-42.33 g arasında değiştiği görülmektedir. 2.5-2.8 elek üstü (%) değerleri de 76.86-82.17 arasında olduğu, ayrıca elek altı (%) değerlerinin 1.90-2.66 arasında değiştiği görülmektedir. İrilik sınıfı değerlerine bakıldığında 3.78-4.33 arasında değişim gösterdiği görülmektedir. Beta glukan seviyesi de tohum miktarı uygulamasında etkilenmemiş ve 4.03-4.23 arasında değişiklik göstermiştir.

Protein oranı değerleri ise tohum miktarı uygulamasından etkilenmemiş ve 10.85-11.31 arasında değişiklik göstermiştir.

Burakbey çeşidinde bitki boyu ve hasat indeksi hariç diğer incelenen özellikler üzerine tohum miktarının önemli olduğu ortaya çıkmıştır. Genel olarak bitki sıklığı arttıkça metrekarede bitki sayısı, metrekarede başak sayısı, biyolojik verim ve verim değerleri artış göstermiştir. Bitki sıklığı ile yapılan çalışmalarda (Yıldırım, 1995; Akıncı ve Doran, 2003; Kaya, 2016) metrekarede bitki sayısı, metrekarede başak sayısı biyolojik verim ve verim değerleri bitki sıklığı ile artış göstermektedir. En yüksek verim değerini (531.21-546.13kg da⁻¹) 600 ve 700 tohum m⁻² uygulamasından elde etmiştir.

Kalite özellikleri bakımından incelendiğinde Burakbey arpa çeşidinde metrekaredeki bitki sayısının artmasıyla incelenen kalite özelliklerinde protein oranı ve diğer özellikler üzerine istatistiki anlamda bir farklılığın oluşmadığı ve diğer araştırmacıların (Akbaş ve ark., 1983) yapmış oldukları çalışmalar ile benzerlik göstermektedir.

SONUÇ

Çeşit ıslahı çalışmalarında melezleme aşamasından başlayarak ön verim ve bölge verim denemelerinde denemeler standart bir azot dozu ve ekim sıklığı kullanılarak yapılmaktadır. Bu standartlara göre en iyi verimi veren çeşitler tescile gönderilmektedir. Tescil ettirilen çeşitler standart uygulamadan farklı çiftçi koşullarında kullanıldığında bazen sorunlar ortaya çıkabilmektedir. Tohum yatağının durumu, ekim yapılan makinenin durumu, kullanılan tohumun kalitesi, sertifikalı tohum olup olmadığı, ekim yapılan alanın rakım ve toprak durumu gibi değişkenler, tescil edilen tohumların çiftçi koşullarında kullanılmasıyla yaşanabilecek verim ve kalite kayıplarının temel nedenleri olabilmektedir.

Tohumluk bitkisel üretimde en önemli girdilerdendir. Gereğinden fazla tohum kullanımı maliyeti arttırmakta, dolayısıyla kâr marjını azaltmaktadır. Üretici için önemli olan kazanç elde etmek olduğundan, verimi arttırıcı ve maliyeti azaltıcı uygulamalar yetiştiricilikte önem arz etmektedir.

Bu çalışma ile yağışa dayalı kuru tarım şartları ve kıraç arazi koşullarında üretim yapan çiftçilere öneride bulunabilmek amacıyla yeni geliştirilmiş olan Akar (en yüksek verim 430.30 kg da⁻¹ ile 700 tohum m⁻² uygulamasından elde edilmiş olup ekonomik optimum tohum miktarı 569.57 tohum m⁻² olduğu tespit edilmiştir.) ve Burakbey (en yüksek verim 531.21-546.13 kg da⁻¹ ile 600 ve 700 tohum m⁻² uygulamalarından elde edilmiş olup, ekonomik optimum tohum miktarı 584.98 tohum m⁻² olduğu

tespit edilmiştir.) arpa çeşitlerinin optimum bitki sıklığı ve bu sıklıkta alınabilecek verim değerleri ortaya konulmuştur.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğüne desteklenen “Yeni Geliştirilmiş Bazı Arpa Çeşitlerinin Azotlu Gübreye Tepkilerinin Belirlenmesi ve Ekim Sıklıklarının Araştırılması” TAGEM/TBAD/16/A12/P05/002 nolu Proje sonuç raporundan hazırlanmıştır.

Çıkar Çatışması

Yazarların arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmadığı beyan olunur.

Yazar Katkısı

Yazar Katkısı Yazarların her biri makaleye eşit olarak katkı sağlamışlardır.

KAYNAKLAR

- Akbay G, Gençtan T, Özgen M, 1983. Tohum Sıklığının İki ve Altı Sıralı Arpalarda Tane ve Protein Verimleri İle Tanedeki Protein Oranına Etkileri. Uludağ Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Dergisi, 2 (1): 95-105.
- Akıncı C, Doran İ, 2003. Ekim Sıklığı ve Azot Dozlarının Şahin 91 Arpa Çeşidinin Verim ve Verim Unsurlarına Etkisi. Türkiye 5. Tarla Bitkileri Kongresi 13-17 Ekim 2003, Diyarbakır, (Poster Bildiri).
- Akten Ş, Akkaya A, 1989. Ekim Yöntemi ve Ekim Sıklığının Kışlık Arpanın Verim ve Bazı Verim Öğelerine Etkisi, Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, Cilt: 20, S:1.
- Anonim, 2018. Bitkisel Üretim İstatistikleri, <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr> (Erişim tarihi: 23/11/2019).
- Anonim, 2021. Tarımsal Destekler, <https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2021/12/20211208-3.htm> Erişim tarihi: 15/12/2021).
- Anonymous, 2008. Standard Methods of International Association for Cereal Science and Technology, Vienna,Austria.
- Anonymous, 2017. Production of Barley By Country, <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize>, (Erişim Tarihi 23.11.2019).
- Atak, M, Çiftçi CY, 2005. Tritikale (xTriticosecale wittmack)’de Farklı Ekim Sıklıklarının Verim ve Bazı Verim Öğelerine Etkileri. Tarım Bilimleri Dergisi 2005, 11 (1) 98-103.
- Atlı A, Koçak N, Aktan M, 1999. Ülkemiz Çevre Koşullarının Kaliteli Makarnalık Buğday Yetiştirmeye Uygunluk Yönünden Değerlendirilmesi. Orta Anadolu’da Hububat Tarımının Sorunları ve Çözüm Yolları Sempozyumu, 345-351, 8-11 Haziran 1999, Konya.
- Aydoğan S, Şahin M, Göçmen Akçacık A, Taner S, 2015. Ekmeklik Buğday Çeşitlerinin Verim ve Kalite Özelliklerinin Değerlendirilmesi. Türk Tarım – Gıda Bilim ve Teknoloji Dergisi, 3(4): 178-182.
- Balaban M, Kodaş R, Akcelik E, Kon HİF, Avcı M, Karacam M, Güler S, Külen S, 2020.”Yeni Geliştirilmiş Bazı Arpa Çeşitlerinin Azotlu Gübreye Tepkilerinin Belirlenmesi ve Ekim Sıklıklarının Araştırılması” Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü. TAGEM/TBAD/16/A12/P05/002 nolu Proje sonuç raporu, Ankara.
- Bayaner A, Bostancıoğlu H, Bayram HE, 1994. Bazı Ekmeklik Buğday Çeşitlerinin Tohum Miktarı Verim İlişkisinin Ekonometrik Analizi. Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi, Sayı 3-4, Cilt 3, S.69.
- Darwinkel A, Ten BA, Koinzenga J, 1977. Effect of Sowing Date and Seed Rate on Crop Development and Grain Production of Winter Wheat. Netherlands Journal of Agricultural Science, Zelystad, Netherlands, 1977, Field Crops Abstracts, Vol:31 (2), P: 83-94.
- Demir Z, N Yürür, 1984. Kışlık Arpada Tohum İrilik, Miktar ve Sıra Arası Açıklığının Tane Verimine Etkileri. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. TB.2, Ankara.
- Doğan R, 1994. Tohum İrilik ve Miktarlarının Atilla-12 Buğday çeşidinde (T. Aestivum var. aestivum L.) Ekonomik ve Biyolojik Verimlerine Etkileri, Doktora Tezi (Yayınlanmamış), Bursa, 114 s.

- Geçit HH, 1982. Ekmeklik Buğday (*Triticum aestivum* L. Em Thell) Çeşitlerinde Ekim Sıklığına Göre Birim Alan Değerleri ile Ana Sap ve Çeşitli Kademedeki Kardeşlerin Tane Verimi ve Verim Komponentleri Üzerine Araştırmalar. Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Doçentlik Tezi, (Basılmamış), S: 91, Ankara.
- Kaya M, 2016. Farklı Ekim Sıklıkları Ve Ekim Yöntemlerinin Tarm 92 Arpa Çeşidinde Tane Verimi ve Bazı Verim Öğeleri Üzerine Etkilerinin Belirlenmesi. Ahi Evren Üniversitesi, Yüksek lisans Tezi, 44s.
- Kayaçetin F, Kırtok Y, 2010. Ankara Koşullarında Ekim Makineleri, Bitki Sıklıkları ve Merdane Uygulamasının Arpa (*Hordeum vulgare*L.)’da Tane Verimine ve Bazı Verim Özelliklerine Etkisi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi, 20(2):107-122.
- Kaydan D, Geçit, HH, 2005. Arpada Ekim Yöntemleri ve Ekim Sıklıklarının Verim ve Erim Öğeleri Üzerine Etkileri. Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Bilimleri Dergisi (J. Agric. Sci.)C: 15(1), S:43-52.
- Kaydan D, Tepe I, Yağmur M, Yergin R, 2011. Ekim Yöntemi ve Sıklığının Buğdayda Tane Verimi, Bazı Verim Öğeleri ve Yabancı Otlar Üzerine Etkileri. Tarım Bilimleri Dergisi 17: 310-323.
- Kazan T, Doğan R, 2005. Pehlivan Ekmeklik Buğday (*Triticum aest. var. aest. L.*) Çeşidinde Ekim Zamanı ve Ekim Sıklığı Üzerine Araştırma. Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, Cilt: 19(1), S: 63-76.
- Korkut KZ, Sağlam, N. ve Başer, İ. 1993. Ekmeklik ve Makarnalık Buğdaylarda Verimi Etkileyen Bazı Özellikler Üzerine Araştırmalar. Trakya Üniversitesi Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi, 2 (2): 111-118.
- Köksel H, Sivri D, Özboy Ö, Başman A, Karacan HD, 2000. Hububat Laboratuvarı El Kitabı, Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları, Yayın no:47, Ankara.
- Larsson S, 1984. Forsok Med Hostkorn. Sorter, Satider Och Utsadesmangder Trials With Winter Barley. Varieties, Sowing Dates And Seed Rates. Rapport Institutionen for Vaxtodling Sveriges Lantbruksuniversitet, No. 134.
- Puckridge DW, Donald CM, 1967. Competition Among Wheat Plants Sown At A Wide Range Of Densities. Australian Journal of Agricultural Research, Vol. 18(2), P: 193-211.
- Tompkins DK, Hultgreen GE, Wright AT, Fowler DB, 1991. Seed Rate and Row Spacing of No-Till Winter Wheat. Agronomy Journal, 1991 Vol: 83, P: 684-689.
- Topal A, Mülayim M, 1989. İki Ekmeklik Buğday Çeşidinde Farklı Sıra Aralığı ve Tohum Miktarları Uygulamasının Verim ve Verim Unsurlarına Etkileri. Yüksek Lisans Tezi (Yayınlanmamış), Konya, 70s.
- Turgut İ, Bulur V, Çelik N, Doğan R, Yürür N, 1997. Farklı Ekim Sıklığı ve Azot Dozlarının Otholom Ekmeklik Buğday Çeşidinde Verim ve Verim Komponentlerine Etkisi. Türkiye Tarla Bitkileri Kongresi, 22-25 Eylül 1997, S: 41-45,Samsun.
- Yıldırım M, 1995. Kahramanmaraş Şartlarında Ekim Sıklığının Bazı Ekmeklik Buğday Çeşitlerinde Verim ve Verim Unsurlarına Etkisi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tarla Bitkileri Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş, 71 S.

Atf İçin: Yolci M S, Tunçtürk R, Tunçtürk M, 2022. Tıbbi Adaçayı (*Salvia officinalis* L.)’nda Bor Toksisitesi ve Rizobakteri (PGPR) Uygulamalarının Fide Gelişimi ve Fizyolojik Özellikleri Üzerine Etkileri. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1102-1113.

To Cite: Yolci M S, Tunçtürk R, Tunçtürk M, 2022. The Effects of Boron Toxicity and Bacteria (PGPR) Applications on Growth Development and Physiological Properties in Medicinal Sage (*Salvia officinalis* L.). Journal of the Institute of Science Technology, 12(2): 1102-1113.

Tıbbi Adaçayı (*Salvia officinalis* L.)’nda Bor Toksisitesi ve Rizobakteri (PGPR) Uygulamalarının Fide Gelişimi ve Fizyolojik Özellikleri Üzerine Etkileri

Muhammed Said YOLCI^{*}, Rûveyde TUNÇTÜRK¹, Murat TUNÇTÜRK¹

ÖZET: Bu çalışmada; farklı rizobakteri (*Azospirillum lipoferum*, *Bacillus megaterium* ve *Frateruria aurentia*) ve bor dozlarının (0 mM, 5 mM, 10 mM ve 20 mM) tıbbi adaçayı (*Salvia officinalis*L.) bitkisinin fide gelişim parametreleri ile toplam flavonol ve klorofil miktarları, yaprak alanı ve sıcaklığı gibi fizyolojik özellikler üzerine etkilerini belirlemek amacıyla tam kontrollü iklim kabininde 2021 yılında yürütülmüştür. Deneme, Tesadüf Parselleri Deneme Deseni’ne göre faktöriyel düzende 4 tekerrürlü olarak kurulmuştur. Araştırmada, kök ve fide uzunluğu (cm), kök ve fide yaş ağırlığı (g), kök ve fide kuru ağırlığı (g) gibi büyüme ve gelişim parametreleri ile toplam flavonol ve klorofil içeriği (dualex değeri), yaprak alanı (cm²) ve sıcaklığı (°C) gibi fizyolojik parametreler incelenmiştir. Araştırma sonucunda; PGPR uygulamalarının kök uzunluğu, fide yaş ağırlığı, fide uzunluğu, kök yaş ve kuru ağırlığı ve yaprak alanı üzerindeki etkisi istatistiksel olarak önemli bulunurken, fide kuru ağırlığı, yaprak sıcaklığı, flavonol ve klorofil miktarı üzerine etkisi istatistiksel olarak önemsiz olmuştur. Rizobakteri uygulamaları ile büyüme parametrelerinde kontrole kıyasla önemli artışların olduğu kaydedilmiştir. Bor dozlarının yaprak sıcaklığı hariç, diğer parametreler üzerindeki etkisinin önemli olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, artan bor dozları ile büyüme parametrelerinde azalmaların olduğu, ancak, toplam flavonol ve klorofil içeriğinde ise artışların olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Fide gelişimi, bor dozları, adaçayı, toplam flavonol, toplam klorofil

The Effects of Boron Toxicity and Bacteria (PGPR) Applications on Growth Development and Physiological Properties in Medicinal Sage (*Salvia officinalis* L.)

ABSTRACT: In this study; it was carried out in order to determine the effects on physiological properties such as total flavonol and chlorophyll amounts, leaf area and temperature with the seedling growth parameters of medicinal sage (*Salvia Officinalis*) plant of different rhizobacteria (*Azospirillum lipoferum*, *Bacillus megaterium* and *Frateruria aurentia*) and boron doses (0 mM, 5 mM, 10 mM and 20 mM) in a fully controlled climate cabinet in 2021. The experiment was set up in factorial order with 4 replications according to the Completely Randomized Plots Trial Design. In the study, it was investigated growth and development parameters such as root and seedling length (cm), root and seedling fresh weight (g), root and seedling dry weight (g) with physiological parameters such as total flavonol and chlorophyll content (dualex value), leaf area (cm²) and temperature (°C). As a result of the research, While the effects of PGPR applications on root length, seedling fresh weight, seedling length, root fresh and dry weight and leaf area were found to be statistically significant, the effects on seedling dry weight, leaf temperature, flavonol and chlorophyll content were found to be statistically insignificant. Significant increases in growth parameters were noted with rhizobacteria applications compared to control. It was determined that the effect of boron doses on other parameters except leaf temperature was significant. In addition, it was determined that there were decreases in growth parameters with increasing boron doses, but increases in total flavonol and chlorophyll content

Keywords: Seedling growth, boron doses, sage, total flavonol, total chlorophyll

¹ Muhammed Said YOLCI (Orcid ID: 0000-0002-5304-7342), Rûveyde TUNÇTÜRK (Orcid ID: 0000-0002-7995-0599), Murat TUNÇTÜRK (ORCID ID: 0000-0002-3759-8232), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Van, Türkiye

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Muhammed Said YOLCI, e-mail: musayol65@gmail.com

Bu çalışma 5 Ocak Uygulamalı Bilimler Kongresi özet kitapçığında yayınlanmıştır.

GİRİŞ

Lamiaceae familyası; dünya genelinde yaklaşık olarak 240 cins ve 7000 tür barındırmaktadır (Dinç ve ark., 2009). *Salvia* cinsi 1000 türü ile Lamiaceae familyasının en zengin cinsidir (Walker ve ark., 2007). *Salvia officinalis* odunsu sapsı, grimsi yaprakları, maviden mora kadar değişen çiçekleri ile çok yıllık otsu bir bitkidir (Barrett ve ark., 2000). *Salvia officinalis*'in Ukrayna, Moldova, Almanya, İtalya, İngiltere, Türkiye, Hindistan, Japonya ve Güney Afrika gibi karasal iklime sahip dünyanın birçok ülkesinde kültürü yapılmaktadır (Grdisa ve ark., 2015). Türkiye'de doğal yayılış alanına sahip olmayan *Salvia officinalis*'in özellikle Ege, Akdeniz ve Marmara bölgelerinde yetiştiriciliği yapılmaktadır (Bağdat, 2006). Tıbbi adaçayının üretim alanı ve miktarı göz önüne alındığında Türkiye'nin önde gelen illeri sırasıyla; Antalya, Denizli, Kütahya, Tekirdağ, Muğla ve Manisa'dır (Tüik, 2020).

Tıbbi adaçayı bünyesinde barındırdığı fenolik bileşikler, terpenoitler ve uçucu yağlardan ötürü dünya genelinde antidiyabetik, antimikrobiyal, antienflamatuvar, spazm çözücü, kalp-damar destekleyici, antikanser gibi geniş kapsamlı kullanım alanına sahiptir (Ghorbanpour ve ark., 2016). Ülkemizde tıbbi adaçayının çiçek ve yaprakları ağız yaralarında, faranjitte, antiseptik ve analjezik amaçlı, sinir sistemi uyarıcı ve yatıştırıcı ve sindirim kolaylaştırıcı olarak sıklıkla kullanıldığı bilinmektedir (Melo ve ark., 2012; Miraj ve Kiani, 2016).

Bitkilerde bor elementi başlıca; hücre zarı ve duvarında, birçok enzim aktivitesinde, biyokimyasal süreçlerde üretilen metabolit, hormon ve çeşitli iyonların taşınmasında görev almaktadır (Dordas ve ark., 2000). Bitkilerin doğal veya kültür ortamlarında topraktan bor mineralini yetersiz miktarda almaları durumunda; kök organında zayıflamalar, karbonhidrat metabolizmasında ve taşınımında aksaklıklar, DNA ve RNA gibi nükleik asitlerin üretiminde sorunlar, topraktan alınan mineral maddelerin bitkiye aktarılmasında zorluklar, toprak altı ve üstü akşamlarda çürümeler, bitki boyunda ve kuru madde birikiminde azalmalar ve meyve olgunlaşma süresinde uzamalar şeklinde kendini göstermektedir (Zhao ve ark., 2003; Wimmer ve Eichert, 2013; Behboudian ve ark., 2016). Bor, toprakta yüksek konsantrasyonlarda bulunduğu bitkide toksik etki yapmaktadır. Bitkide toksik seviyede olan borun belirtileri kendini karbondioksit özümlemesinde, fotosistem kimyası, karbonhidrat metabolizması ve antioksidan sistemlerde sorunlar ve yaprakta gözle görülen tipik kloroz ve nekrozlar ile göstermektedir (Han ve ark., 2009; Reid, 2013). Bitkiler için zorunlu besin elementi olan bor; doğada her element gibi farklı konsantrasyonlarda bulunmaktadır. Borun farklı konsantrasyonlarda bulunması bazı bitkiler için aşırı olurken bazı bitkiler için ise istenen miktarın altında olabilmektedir. Bu açıdan borun belirli aralıklarda tutulması bitkilerin büyüme ve gelişmelerinde kritik rol oynamaktadır (García-Sánchez ve ark., 2020). Bitkilerde bor toksisitesinin önüne geçilmesi amacıyla bazı yöntemler uygulanmaktadır. Bu yöntemlerin başlıcaları; topraktaki borun seviyesini düşürmek ve bu sayede bitkinin bor alımını kısıtlamak, borun hücreler arasında taşınımını çeşitli maddeler yardımıyla azaltmak, besin elementi takviyeleri, bitki büyüme düzenleyicileri ve bitki büyüme ve gelişiminde görev alan mikroorganizmaların kullanımı ile bitkinin fizyolojik dayanıklılığını arttırmaktır (Hua ve ark., 2021).

Bitki büyüme ve gelişimini teşvik eden rizobakteriler (PGPR=Plant Growth Promoting Rhizobacteria); bitkinin topraktan mineral madde alınımını arttırarak mahsulün kalite ve verimini arttırmak, bitkiyi sentetik gübrelerin zararlarından korumak, olumsuz çevresel koşullara karşı direncini arttırmak gibi birçok yararlı yönleriyle kullanılmaya başlanmıştır (Qiu ve ark., 2019; Khan ve ark., 2021b).

Samreen ve ark., (2019), kanolada yaptıkları çalışmada; bora toleranslı olan *Bacillus* MN-54 suşunun, alkali-kireçli toprakta fosfatı çözmeye etkili olduğu ve bitkinin büyümesine olumlu katkıda bulunduğunu tespit etmişlerdir. *Bacillus subtilis* ve *Bacillus boroniphilus türlerinin*; krom ile kirletilmiş toprakta yetiştirilen mısırın fosfat alınımına ve büyümesine olumlu katkı sağladığını bildirmişlerdir (Afzal ve ark., 2020). Ahmed ve Fujiwara (2010), topraktan izole ettikleri *Bacillus* suşunun yüksek bor seviyesinde (450 mmol L^{-1}) yaşayabildiğini ve bulunduğu ortamda yaşayan bitkilerin hücre içi bor seviyesini hücre dışına göre daha düşük seviyede tuttuğunu tespit etmişlerdir. *Azospirillum* cinsine ait türlerin kök büyüme ve gelişimini desteklediği, verimde artış sağladığı ve kuraklık stresi zararlarını azalttığını bildirmişlerdir (Czarnes ve ark., 2020). Dolayısıyla; Otoprakta yaşayan faydalı mikroorganizmaları başarılı bir şekilde formüle etmek ve verimli uygulama programları tasarlamak için mikroorganizma-bitki etkileşimlerini yöneten moleküler ve fizyolojik mekanizmaların anlaşılması zorunlu hale gelmiştir (Lephatsi ve ark., 2021).

Bu çalışma, farklı bor düzeylerinin ve kök bakterisi (PGPR) uygulamalarının, tıbbi adaçayının fide gelişimi ve fizyolojik özellikleri üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla yürütülmüştür.

MATERYAL VE METOT

Deneme Van YYÜ Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü' ne ait tam kontrollü iklim odasında 2021 yılında yürütülmüştür. Araştırmada tıbbi adaçayı (*Salvia officinalis* L.) tohumluk materyali olarak Van YYÜ tıbbi ve aromatik bitkiler bahçesinden elde edilmiş tohumlar kullanılmıştır. Deneme, Tesadüf Parselleri Deneme Deseninde iki faktörlü, 4 tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Bor, bitki bünyesinde eser miktarlarda bulunduğu büyüme ve gelişmeye katkı sağlarken, yüksek konsantrasyonlarda toksisiteye neden olan bir elementtir. Bu çalışmada, bor kaynağı olarak borik asit (H_2BO_3) formunun farklı dozları (0 (kontrol), 5, 10 ve 20 mM) ile bitki büyüme ve gelişimine katkı sağlayan toprak rizosferinde yaşamlarını sürdüren bazı faydalı bakteriler (*Azospirillum lipoferum* (1×10^6 kob ml^{-1}), *Bacillus megaterium* (1×10^5 kob ml^{-1}) ve *Frateuria aurentia* (1×10^5 kob ml^{-1})) kullanılarak yürütülmüştür. Öncelikle, tohum yüzeyleri % 3'lük sodyum hipoklorit ile sterilize edilmiş ve tohumlar steril hale getirildikten sonra torf (3/4) ve perlit (1/4) ile doldurulmuş viyollere beşer adet ekilmiştir. Ekimden ortalama üç gün sonra çimlenme başlamış ve çimlenmeden 1 hafta sonra viyollerde birer bitki kalacak şekilde tekleme işlemi yapılmıştır. Ekimden 28 gün sonra bitkilerin 4-5 yapraklı oldukları dönemde, hacimce 1/3 oranında torf (Klassman) ve 2/3 oranında bahçe toprağı konulmuş 1 litrelik saksılara aktarılmıştır. Saksılar dikimden sonra 16/8 saatlik aydınlık/karanlık fotoperiyotta, 25 °C sıcaklık %65 neme sahip iklim odasına yerleştirilmiştir. Su tutma kapasiteleri ortalama 230 ml olarak ölçülen saksılara ekimle birlikte saf su verilerek saksı kapasitesine ulaşmaları sağlanmıştır. Tüm saksılara fideler aktarıldıktan dört gün sonra gün aşırı olacak şekilde ortalama 120 ml saf su 18 gün boyunca verilmiştir. Viyollerden saksılara aktarılan fideler 20 gün bekledikten sonra Amonyum Sülfat (%21), Triple Süper Fosfat (%46) ve Potasyum Sülfat (%50 K_2O ve %16-20 S) gübre karışımından oluşan solüsyon temel gübreleme amacıyla tüm saksılara 120 ml olacak şekilde 1 kez verilmiştir. Gübre uygulamasından iki gün sonra bakteri uyg ulaması yapılacak saksılara dört gün arayla üçer defa sulama suyu yerine 10 ml L^{-1} dozunda hazırlanan bakteri solüsyonları uygulanmıştır. Kontrol uygulamalarına sadece saf su verilmiştir. Bakteri uygulamaları yapılan saksılara 3 günlük arayla yukarıda belirtilen dozlara göre hazırlanan bor solüsyonları 120 ml olacak şekilde üç kez uygulanmıştır. Deneme; bor stresinin belirtileri belirginleştğinde (saksılara aktarımdan 39 gün sonra) sonlandırılmıştır.

Bitkilerin fide uzunlukları; toprak ile en uç nokta arasındaki mesafenin, kök uzunlukları ise saksıdan çıkarılan toprağın çeşme suyu ile yumuşatılıp köklerin ayrılmasından sonra cetvel yardımıyla

ölçülmesiyle cm olarak kaydedilmiştir. Toprak üstü ve toprak altı aksamın yaş ağırlıkları; birbirinden ayrılan kök ve fidelerin hassas terazide ayrı ayrı tartılmasıyla belirlenmiştir. Kök ve fidelerin kuru ağırlıkları; kök ve fidelerin ayrı ayrı kese kağıtlarına konularak etüvde 70 °C' de 48 saat bekletildikten sonra hassas terazide ölçülmesiyle belirlenmiş ve g olarak ifade edilmiştir. Deneme sonlandırılmadan hemen önce yaprak sıcaklıkları; infrared termometre yardımıyla °C olarak, yaprak alan indeksi ise, Easy Leaf Area programı kullanılarak cm² olarak belirlenmiştir. Yine hasattan hemen önce, klorofil ve flavonol içeriği sensörde bulunan yaprak klipsi sayesinde gerçek zamanlı ve tahribatsız olarak ölçüm yapabilen Dualex Scientific⁺ (FORCE-A, Fransa) cihazı ile ölçülerek kaydedilmiştir.

Elde edilen verilerin istatistiksel analizleri COSTAT (sürüm 6.03) paket programı ile çoklu karşılaştırma testleri ise Duncan testine göre yapılmıştır (Düzgüneş ve ark., 1987).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Araştırma verilerine göre; PGPR uygulamalarının kök uzunluğu ve fide yaş ağırlığı üzerine etkisi istatistiksel olarak %5 düzeyinde önemli bulunurken, fide uzunluğu, kök yaş ve kuru ağırlığı ve yaprak alanı üzerinde %1 düzeyinde önemli bulunmuştur. Rizobakteri uygulamalarının fide kuru ağırlığı, yaprak sıcaklığı, flavonol ve klorofil miktarı üzerine etkisi istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur (Çizelge1,2). Çalışmada, bor dozlarının, yaprak sıcaklığı üzerindeki etkisi önemli bulunmazken, kök uzunluğu üzerindeki etkisi %5 seviyesinde ve diğer parametreler üzerindeki etkisi %1 düzeyinde önemli bulunmuştur. Ayrıca PGPR x B interaksiyonunun fide uzunluğu, fide yaş ağırlığı, klorofil ve flavonol içeriği ile yaprak sıcaklığı üzerindeki etkisi istatistiksel olarak önemsiz iken, diğer incelenen tüm parametreler üzerindeki etkisi % 1 seviyesinde önemli bulunmuştur (Çizelge 1,2).

PGPR uygulamaları bakımından en uzun kökler 29.16 cm ile P1 uygulamalarından elde edilirken, P2 uygulamaları ile aralarında istatistiksel bir farklılığın bulunmadığı tespit edilmiştir. En düşük değer 24.25 cm ile kontrol uygulamalarından sağlanmıştır. Bor uygulamaları yönünden ise en uzun kökler 29.91 cm ile kontrolden elde edilirken, B2 uygulamaları ile aynı Duncan grubunda yer aldığı Çizelge 1' den görülmektedir. En kısa kökler 23.16 cm ile B3 uygulamalarından tespit edilmiştir. PGPR × B interaksiyonunda, en yüksek değer 33.33 cm ile P3 uygulamalarının yapıldığı ve borun uygulanmadığı kontrol grubundan elde edilmiştir. Ancak, P0 x B1, P1 x B0, P1 x B1 uygulamaları ile aynı Duncan grubunda yer almışlardır. Çalışmada bor dozlarının artışına bağlı olarak kök uzunluğu değerlerinde kısmen düşüşlerin olduğu Çizelge 1' den izlenebilmektedir. Toprakta bor elementinin toksik seviyede bulunması ile yeni gelişen kökçüklerin büyüme ve gelişiminin engellendiği ve kök uzunluğu ve ağırlığındada düşüşlerin olduğu bildirilmiştir (Liu ve ark., 2000). Zeytin bitkisinde farklı dozlarda uygulanan bor elementinin artışına bağlı olarak büyüme parametrelerinde düşüşlerin meydana geldiği (Rostami ve ark., 2017), çeltikte kök uzunluğunun artan bor dozlarına bağlı olarak azaldığı (Riaz ve ark., 2021), nohut yetiştirilen alana uygulanan bakterilerin kök uzunluğunda artışlara neden olduğu (Mehboob ve ark., 2021) araştırmacılar tarafından tespit edilmiştir.

Çalışmada en uzun boylu fideler 25.60 cm ile P1 uygulamalarından elde edilirken, P2 ve P3 uygulamaları ile aralarında istatistiksel bir farklılığın bulunmadığı belirlenmiştir. En kısa boylu fideler ise 19.87 cm ile kontrol grubundan elde edilmiştir. Bor dozları açısından ise en yüksek boylu bitkiler 27.36 cm ile kontrolden tespit edilirken, en kısa boylu fideler 19.84 cm ile B3 uygulamalarından tespit edilmiştir (Çizelge 1). Toprakta bitki için toksik dozda bulunabilen bor, fide ve kök bölgesinde uzunluk ve ağırlıkça azalmalara neden olmaktadır. Bu durum; toprakta konsantre olan borun, su ve diğer besin elementlerinin alınımını engellemesi ve buna bağlı gelişim geriliğinin meydana gelmesi

şeklinde açıklanmıştır (Rostami ve ark., 2017). Çeşitli araştırmacılar tarafından; kadmiyum, kurşun ve bor ile kirletilmiş topraklarda yetiştirilen kolzada toprağa *Bacillus megaterium* uygulamalarının, metallere verdiği zararları azaltmada etkili oldukları (Esringü ve ark., 2014), fesleğen bitkisine uygulanan *Azospirillum* bakterisinin *Bacillus* bakterisine ve kontrole kıyasla bitki boyunu daha fazla arttırdığı (Tahami ve ark., 2017), aspir bitkisinde uygulanan farklı bor dozlarına paralel olarak bitki boyunda azalmaların gözlemlendiği (Sulus ve Leblebici, 2020) bildirilmiştir.

Kök yaş ağırlığı bakımından en yüksek değer 1.36 g ile P3 rizobakteri uygulamalarından elde edilirken, en düşük değer 0.81 g olarak rizobakteri uygulanmayan kontrol parsellerinden elde edilmiştir. Bor toksisitesi açısından ise en fazla kök yaş ağırlığı değeri 1.33 g ile kontrolden, en düşük değer ise 0.77 g ile B1 uygulamalarından tespit edilmiştir. PGPR x B interaksiyonunda en yüksek kök yaş ağırlığı değeri 1.67 g ile P2 x B2 interaksiyonundan elde edilirken, P1 x B3 ve P3 x B0 interaksiyonu ile aralarında istatistiksel bir farklılığın bulunmadığı Çizelge 1' den izlenebilmektedir. Konu ile ilgili yapılan çalışmalarda; buğdayda artan bor dozlarının kök yaş ağırlığını azalttığı (Yorgancılar ve Bababaoğlu 2005), *Bacillus megaterium* bakterisinin *Arabidopsis thaliana*'da kontrole göre kök yaş ağırlığını arttırdığı (Dahmani ve ark., 2020), mısırdaki artan bor dozlarına bağlı olarak kök ve fide yaş ağırlığını azalttığı (Nawaz ve ark., 2020) tespit edilmiştir.

Araştırmada en yüksek fide yaş ağırlığı değeri 5.19 g ile P3 uygulamalarından, en düşük değer ise 4.18 g ile P1 uygulamalarından belirlenmiştir. Bor dozları bakımından ise fide yaş ağırlığına dair en yüksek değer 5.27 g ile B1 dozundan elde edilmiştir. Ancak Çizelge 1 incelendiğinde B0 ve B2 uygulamaları ile aralarında istatistiksel olarak bir farklılığın olmadığı ve aynı Duncan grubunda yer aldığı belirlenmiştir. Farklı bitkilerde, söz konusu deneme faktörleri ile yapılan çalışmalarda; asperde uygulanan bor dozlarına bağlı olarak büyüme parametrelerinde azalmaların meydana geldiği (Day ve ark., 2017), *Bacillus megaterium* toprak bakterisinin fasulyenin ağırlıkça artışına neden olduğu (López-Bucio ve ark., 2007), nanede artan bor dozlarının fide yaş ve kuru, kök yaş ve kuru ağırlıklarında azalmalara neden olduğu (Choudhary ve ark., 2021) bildirilmiştir.

Çalışma verilerine göre; en yüksek kök kuru ağırlığı 0.12 g ile P3 rizobakteri uygulamalarından elde edilirken, en düşük değer 0.08 g ile P1 uygulamalarından tespit edilmiştir. Bor dozları bakımından en yüksek kök kuru ağırlığı değeri 0.12 g ile B2 dozundan en düşük değer ise 0.08 g ile B1 dozundan belirlenmiştir. PGPR x B interaksiyonunda en yüksek değer 0.17 g ile P2 x B3 ve P1 x B2 interaksiyonlarından elde edilmiştir. Ancak P3 x B0 ve P3 x B2 interaksiyonları ile istatistiksel bakımdan önemli farklılık oluşturmadıkları ve aynı Duncan grubunda yer aldıkları belirlenmiştir. Sorgum bitkisine uygulanan faydalı bakterilerin kuru ağırlıkta artışlara neden olduğu (Malhotra ve Srivastava, 2006), bor dozlarının 30 mg L⁻¹'den itibaren kök ve fide kuru ağırlıklarında azalmalara neden olduğu (Song ve ark., 2019), kanolada bor dozlarına bağlı olarak kök kuru ağırlığında azalmaların olduğunu (Metwally ve ark., 2018) bildirmişlerdir.

PGPR uygulamaları bakımından fide kuru ağırlığı değerleri 0.61-0.71 g arasında tespit edilmiştir. Artan bor dozlarına bağlı olarak fide kuru ağırlığı değerlerinin azaldığı, en yüksek değer B0 (0.72 g) uygulamalarından elde edildiği ancak B1 ve B2 uygulamaları ile istatistiksel açıdan önemli bir farklılığın bulunmadığı ve aynı Duncan grubunda yer aldığı tespit edilmiştir. En düşük değer ise B3 (0.54 g) uygulamalarında tespit edilmiştir. PGPR x B interaksiyonu göz önüne alındığında en yüksek fide kuru ağırlığı değeri 0.92 g ile P3 uygulamalarının yapıldığı B1 uygulamalarından elde edilmiştir (Çizelge 1). Mısırdaki artan bor konsantrasyonlarıyla birlikte kuru ağırlıkta düşüşlerin gözlemlendiği (Çelik ve ark., 2019), fesleğende fosfat çözücü bakteri uygulamalarının organik gübre uygulamalarına göre büyüme ve gelişmeye katkı sağladığı (Weisany ve ark., 2012), farklı buğday genotiplerine uygulanan

bor dozlarının artışına bağlı olarak fide ve kök yaş-kuru ağırlıklarının azaldığını bildirmişlerdir (Khan ve ark., 2021a).

Çizelge 1: Tıbbi adaçayında bor dozları ve PGPR uygulamalarının fide gelişimi üzerine etkileri

UYGULAMALAR	BOR DOZLARI	Kök Uzunluğu (cm)	Fide Uzunluğu (cm)	Kök Yaş Ağırlığı (g)	Fide Yaş Ağırlığı (g)	Kök Kuru Ağırlık (g)	Fide Kuru Ağırlık (g)
Kontrol (P0)	B0 (0 mM)	30.00 ab	23.83	1.10 bcde	5.33	0.11 bc	0.74 abc
	B1 (5 mM)	31.33 a	21.73	1.02 cde	5.09	0.10 bc	0.59 bcd
	B2 (10 mM)	19.66 bc	21	0.75 ef	4.37	0.11 bc	0.65 bc
	B3 (20 mM)	16.00 c	12.95	0.38 g	3.11	0.07 cde	0.60 bcd
	Ort	24.25 B	19.87 B	0.81 C	4.47 BC	0.10 B	0.65
<i>Azospirillum lipoferum</i> (P1)	B0 (0 mM)	31.67 a	28.2	1.27 abc	3.75	0.05 cde	0.53 bed
	B1 (5 mM)	31.33 a	27.7	0.51 fg	4.75	0.06 cde	0.60 bed
	B2 (10 mM)	20.00 bc	25.57	0.46 fg	4.35	0.05 cde	0.65 bc
	B3 (20 mM)	31.00 a	20.97	1.64 a	3.87	0.17 a	0.64 bc
	Ort	29.16 A	25.60 A	0.97 B	4.18 C	0.08 C	0.61
<i>Bacillus megaterium</i> (P2)	B0 (0 mM)	26.67 abc	29.6	1.21 abcd	5.98	0.05 cde	0.81 ab
	B1 (5 mM)	24.67 abc	25.23	0.75 def	5.1	0.12 b	0.69 abc
	B2 (10 mM)	29.33 ab	24.07	1.67 a	5.59	0.17 a	0.82 ab
	B3 (20 mM)	24.33 abc	23.17	0.75 def	3.77	0.07 cde	0.52 cd
	Ort	26.25 AB	25.51 A	1.10 B	5.11 AB	0.11 B	0.71
<i>Frateuriaa urentia</i> (P3)	B0 (0 mM)	33.33 a	27.83	1.73 a	5.43	0.15 a	0.79 abc
	B1 (5 mM)	29.33 ab	25.37	0.78 def	6.16	0.07 cde	0.92 a
	B2 (10 mM)	29.33 ab	24.07	1.57 a	4.67	0.15 a	0.58 bcd
	B3 (20 mM)	18.33 c	22.3	1.38 ab	4.5	0.13 b	0.41 d
	Ort	27.58 AB	24.89 A	1.36 A	5.19 A	0.12 A	0.68
BOR (B) DOZLARI	B0 (0 mM)	29.91 A	27.36 A	1.33 A	5.12 A	0.09 BC	0.72 A
	B1 (5 mM)	26.83 AB	25.00 B	0.77 C	5.27 A	0.08 C	0.70 A
	B2 (10 mM)	27.33 A	23.67 B	1.11 B	4.74 A	0.12 A	0.68 A
	B3 (20 mM)	23.16 B	19.84 C	1.04 BC	3.81 B	0.11 AB	0.54 B
PGPR (P)		*	**	**	*	**	öd
BOR (B)		*	**	**	**	**	**
PGPR × B		**	öd	**	öd	**	**
VK (Varyasyon Katsayısı)		18.4	9.97	17.77	18.04	16.62	19.28

*P<0.05 düzeyinde, ** P<0.01 düzeyinde önemli, öd: önemli değil

Aynı sütunda aynı küçük harfle gösterilen ortalamalar arasında %5 seviyesinde herhangi bir fark yoktur

Aynı sütunda aynı büyük koyu harfle gösterilen ortalamalar arasında %5 seviyesinde herhangi bir fark yoktur

Aynı sütunda aynı italik büyük harfle gösterilen ortalamalar arasında %5 seviyesinde herhangi bir fark yoktur.

Araştırmada; PGPR uygulamaları bakımından, toplam flavonol miktarı 0.51-0.59 arasında tespit edilmiştir. Bor dozları bakımından en yüksek flavonol değeri 0.64 olarak B3 uygulamalarından elde edilirken, en düşük değer 0.50 ile kontrolden sağlanmıştır (Çizelge 2). Fenolik bileşikler ve flavonoidlerin bir kısmını içeren flavonoller; olumsuz çevre şartlarında stoplazma ve endoplazmik retikulumda üretimi artmakta, serbest radikallerin verdiği zararları azaltmada görev almaktadırlar (İbrahim ve Jaafar, 2011). Ağır metal toksisitesinde bitki direncinin yükseltilmesinde etkili olan B2 vitamininin artırılması flavonollerin miktarı ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Flavonollerin dolaylı yollarla olumsuz çevre koşullarına karşı bitkiye direnç sağladığı bilinmektedir (Li ve ark., 2018). Çalı fasulyesinde bakır ve kadmiyum uygulamalarının artan dozlarına bağlı olarak flavonol miktarında artışların gözlemlendiği (Wianowska ve ark., 2004), fasulyede uygulanan kadmiyum dozlarına paralel olarak flavonol miktarının da arttığını bildirmişlerdir (El Hocine ve ark., 2020). Çörekotunda artan tuz dozlarının toplam antosiyanin ve toplam flavonol miktarlarında artışlara neden olduğunu

(Golkar ve ark., 2020), Azarafshan ve ark., (2020), ıtır bitkisinde UV stresinin flavonol miktarını arttırdığını bildirmişlerdir.

Çizelge 2. Tıbbi adaçayında bor dozları ve PGPR uygulamalarının bazı fizyolojik özellikler üzerine etkileri

UYGULAMALAR		Toplam Flavonol Miktarı (Duallex değeri)	Yaprak Alanı (cm ²)	Yaprak Sıcaklığı (°C)	Toplam Klorofil miktarı (Duallex değeri)
PGPR	BOR DOZLARI (B)				
Kontrol (P0)	B0 (0 mM)	0.47	11.75 a	21.27	18.47
	B1 (5 mM)	0.45	11.34 a	22.17	17.93
	B2 (10 mM)	0.53	5.63 cd	22.20	21.67
	B3 (20 mM)	0.59	3.87 e	22.10	27.10
Ort		0.51	8.14 A	21.93	21.29
<i>Azospirillum lipoferum</i> (P1)	B0 (0 mM)	0.45	7.04 bcd	22.30	17.37
	B1 (5 mM)	0.52	7.47 bc	21.67	17.13
	B2 (10 mM)	0.63	6.28 cd	22.13	21.50
	B3 (20 mM)	0.71	3.71 e	21.87	24.97
Ort.		0.59	6.12 B	21.99	20.24
<i>Bacillus megaterium</i> (P2)	B0 (0 mM)	0.47	8.79 ab	22.57	16.27
	B1 (5 mM)	0.49	7.20 bc	21.73	19.30
	B2 (10 mM)	0.65	6.08 cd	22.13	25.27
	B3 (20 mM)	0.72	4.71 de	22.43	21.63
Ort		0.58	6.69 B	22.21	20.61
<i>Frateuria aurentia</i> (P3)	B0 (0 mM)	0.54	5.52 cde	22.37	21.47
	B1 (5 mM)	0.54	6.93 bcd	21.70	19.90
	B2 (10 mM)	0.57	6.42 bcd	21.97	20.27
	B3 (20 mM)	0.54	5.90 cd	22.17	21.77
Ort		0.55	6.19 B	22.05	20.85
BOR (B) DOZLARI	B0 (0 mM)	0.51 C	8.27 A	22.12	18.39 B
	B1 (5 mM)	0.50 BC	8.23 A	21.81	18.56 B
	B2 (10 mM)	0.59 AB	6.10 B	22.10	22.17 A
	B3 (20 mM)	0.64 A	4.55 C	22.14	23.86 A
PGPR		öd	**	öd	öd
BOR (B)		**	**	öd	**
PGPR × B		öd	**	öd	öd
VK (Varyasyon Katsayısı)		18.31	15.48	2.23	16.96

*P<0,05 düzeyinde, ** P<0,01 düzeyinde önemli, öd: önemli değil

Aynı sütunda aynı küçük harfle gösterilen ortalamalar arasında %5 seviyesinde herhangi bir fark yoktur

Aynı sütunda aynı büyük koyu harfle gösterilen ortalamalar arasında %5 seviyesinde herhangi bir fark yoktur

Aynı sütunda aynı italik büyük harfle gösterilen ortalamalar arasında %5 seviyesinde herhangi bir fark yoktur

Denemede; en fazla yaprak alanı 8.14 cm² ile rizobakteri uygulanmayan kontrol grubundan, en düşük değer ise 6.12 cm² ile P1 uygulamalarından ölçülmüştür. Ancak P1 uygulamaları ile P2 ve P3 uygulamaları arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık tespit edilmemiştir. Bor dozlarının artışına paralel olarak yaprak alanında azalmanın meydana geldiği belirlenmiştir. Bor uygulamalarına göre en yüksek değer 8.27 cm² ile kontrolden elde edilirken, B1 uygulamaları ile aynı Duncan

grubunda yer almıştır. En düşük değere 4.55 cm² ile B3 dozundan ölçülmüştür. PGPR × B interaksiyonunda en yüksek değer (11.75 cm²) rizobakteri ve bor stresinin uygulanmadığı kontrol uygulamalarından elde edilmiş ve P0 × B1 interaksiyonu ile istatistiki olarak önemli farklılık oluşturmadığı ve aynı Duncan grubunda yer aldığı tespit edilmiştir. Pancarda 2 mg L⁻¹'den sonraki bor uygulamalarında yaprak alanının gittikçe azaldığını (Song ve ark., 2019), çeltikte bor dozu ile yaprak alanının ters orantılı olarak değiştiğini (Riaz ve ark., 2021) bildirmişlerdir.

Rizobakteri uygulamaları bakımından yaprak sıcaklığı değeri 21.93-22.21 °C olarak belirlenirken, bor uygulamalarına göre bu değerler 21.81-22.14 °C arasında tespit edilmiştir. Lordkaev ve ark., (2019), bor uygulamalarının buğday hatlarına etkilerini araştırdıkları çalışmada bor uygulamalarının yaprak sıcaklığını etkilemediğini bildirmişlerdir.

Çalışmada, PGPR uygulamalarına göre toplam klorofil miktarı 20.24-21.29 dualex değeri arasında belirlenirken, bor dozlarının artışına paralel olarak toplam klorofil miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Bor uygulamalarına göre en yüksek değer 23.86 olarak B3 dozundan elde edilmiştir. Ancak B2 bor dozu ile aralarında istatistiksel olarak önemli bir farklılığın olmadığı belirlenmiştir. En düşük değer ise 18.39 ile kontrolden tespit edilirken, B1 uygulamaları ile istatistiksel olarak önemli bir farklılığın olmadığı belirlenmiştir. Bor bitkilerde başlıca; fotosentez mekanizmasında üretilen şekerlerin taşınımında, antioksidan mekanizmasında, bitki büyüme ve gelişiminde görev almaktadır (Zhao ve ark., 2003). Araştırma bulgularımız ile paralellik gösteren Fujiyama ve ark., (2019)' nın soyada yaptıkları çalışmada, toksik seviyeye ulaşmayan bor dozlarının klorofil miktarında artışlara neden olduğunu bildirmişlerdir. Çalışmamızda, uygulanan bor dozlarının klorofil miktarında artışlara neden olmasının borun toksik seviyeye ulaşmamasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Diğer taraftan, bazı araştırmacılar tarafından, artan bor dozlarıyla birlikte çeltikte klorofil a, klorofil b, toplam klorofil ve toplam karotenoid gibi fotosentetik pigmentlerde düşüşlerin meydana geldiği bildirilirken (Riaz ve ark., 2021), toksik seviyede bor elementine maruz kalmış bitkilerde klorofil miktarında düşüşlerin olduğu ve buna bağlı olarak fotosentez oranında da azalmaların meydana geldiği (Camacho-cristobal ve ark., 2008) bildirilmiştir.

SONUÇ

Günümüzde tarımsal üretimin yapıldığı alanların metal ve yarı metallerce kirletilmiş olduğu ve kirletilmeye devam ettiği bir gerçektir. Bor içeriğinin yüksek olduğu topraklarda üretimi yapılan bitkilerin agronomik ve fizyolojik parametrelerinde anormallikler ve dolayısıyla verim düşüklüğü gibi sorunlar meydana gelmekte ve dolaylı olarak hayvan ve insanların sağlığı da tehdit edilmektedir. Toprakta yaşamlarını sürdüren ve son zamanlarda kullanımı giderek artan faydalı rizobakterilerin bitki ile olan ilişkilerinin belirlenmesi, çevresel stres durumlarında bitkiye olası katkılarının tespit edilmesi ekolojik tarımın benimsenmesi ve sürdürülebilirliği açısından büyük bir öneme sahiptir. Araştırma sonucunda; bor dozlarının artışı ile birlikte incelenen büyüme parametrelerinde olumsuz sonuçlara neden olduğu, bitkisel üretimde temel yapıtaşı olan toplam klorofil ve bitkinin çevresel şartlara uyum ve direncini sağlamada görevli toplam flavonol miktarında ise olumlu katkılar sağladığı tespit edilmiştir. Çalışmada; *Azospirillum lipoferum*, *Bacillus megaterium* ve *Frateuria aurentia* bakterilerinin tıbbi adaçayında bor toksisitesini tolere etmede kontrole göre oldukça etkili oldukları belirlenmiştir. Dolayısıyla; faydalı toprak bakterilerinin kuraklık başta olmak üzere çeşitli abiyotik stres durumlarında bitkiye olumlu katkılar sağlayacağı kanaatine varılmıştır.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Afzal MJ, Khan MI, Cheema SA, Hussain S, Anwar-ul-Haq M, Ali MH, Naveed M, 2020. Combined application of Bacillus sp. MN-54 and phosphorus improved growth and reduced lead uptake by maize in the lead-contaminated soil. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(35): 44528–44539.
- Ahmed I, Fujiwara T, 2010. Mechanism of boron tolerance in soil bacteria. *Canadian journal of microbiology*, 56(1): 22-26.
- Azarafshan M, Peyvandi M, Abbaspour H, Noormohammadi Z, Majd A, 2020. The effects of UV-B radiation on genetic and biochemical changes of *Pelargonium graveolens* L' Her. *Physiology and Molecular Biology of Plants*, 26(3): 605-616.
- Bağdat RB, 2006. Tıbbi ve Aromatik Bitkilerin Kullanım Alanları, Tıbbi Adaçayı (*salvia officinalis* L.) ve Ülkemizde Kekik Adıyla Bilinen Türlerin Yetiştirme Teknikleri. *Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 15(1-2): 19-28.
- Barrett SCH, Wilken DH, Cole WW, 2000. Heterostyly in the Lamiaceae: The case of *Salvia brandegeei*. *Plant Systematics and Evolution*, 223(3): 211–219
- Behboudian MH, Pickering AH, Dayan E, 2016. Deficiency diseases, principles. In: second ed. In: Thomas B, Murray BG, Murphy D.J, (Eds.), *Encyclopedia of Applied Plant Sciences* Vol. 1. Elsevier, pp 219–224, Amsterdam.
- Camacho-Cristobal JJ, Rexach J, Gonzalez-Fontes A, 2008. Boron in plants: Deficiency and toxicity. *Journal of Integrative Plant Biology*, 50(10): 1247–1255.
- Choudhary S, Zehra A, Mukarram M, Wani KI, Naeem M, Khan MMA, Aftab T, 2021. Salicylic acid-mediated alleviation of soil boron toxicity in *Mentha arvensis* and *Cymbopogon flexuosus*: Growth, antioxidant responses, essential oil contents and components. *Chemosphere*, 276: 130153.
- Czarnes S, Mercier PE, Lemoine DG, Hamzaoui J, Legendre L, 2020. Impact of soil water content maize responses to the plant growth-promoting rhizobacterium *Azospirillum lipoferum* CRT1. *Journal of Agronomy and Crop Science*, 206(5): 505-516.
- Çelik H, Turan MA, Aşık BB, Öztüfekçi S, Katkat AV, 2019. Effects of soil-applied materials on the dry weight and boron uptake of maize shoots (*Zea mays* L.) under high boron conditions. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 50(7): 811-826.
- Dahmani MA, Desrut A, Moumen B, Verdon J, Mermouri L, Kacem M, Vriet C, 2020. Unearthing the plant growth-promoting traits of *Bacillus megaterium* RmBm31 an endophytic bacterium isolated from root nodules of *retamamonosperma*. *Frontiers Plant Sciences*, 11: 124.
- Day S, Çıkılı Y, Aasim M, 2017. Screening of three safflower (*Carthamus tinctorius*L.) cultivars under boron stress. *Acta Scientiarum Polonorum Hortorum Cultus*, 16(5): 109–116.
- Diñç M, Pinar NM, Dogu S, Yildirimli S, 2009. Micro morphological studies of *Lallemantia* l. (*Lamiaceae*) species growing in Turkey. *Acta Biologica Cracoviensia Series Botanica*, 51(1): 45-54.
- Dordas C, Chrispeels MJ, Brown PH, 2000. Permeability and channel-mediated transport of boric acid across membrane vesicles isolated from squash roots. *Plant physiology*, 124(3): 1349-1362.

- Düzgüneş O, Kesici T, Kavuncu O, Gürbüz F, 1987. Research and Experimental Methods. Statistical Methods-II. Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları No: 1, pp:1021-1295, Ankara-Turkey.
- El hocine BAK, Bellout Y, Amghar F, 2020. Effect of Cadmium Stress on The Polyphenol Content Morphological, Physiological, and Anatomical Parameters of Common Bean (*Phaseolus vulgaris* L.). *Applied Ecology and Environmental Research*, 18(2): 3757-3774.
- Esringü A, Turan M, Güneş A, Karaman MR, 2014. Roles of *Bacillus megaterium* in remediation of boron lead, and cadmium from contaminated soil. *Communications in soil science and plant analysis*, 45(13): 1741-1759.
- Fujiyama BS, Silva ARB, Silva Júnior ML, Cardoso NRP, Fonseca AB, Viana RG, Sampaio LS, 2019. Boron fertilization enhances photosynthesis and water use efficiency in soybean at vegetative growth stage. *Journal of Plant Nutrition*, 42(19): 2498–2506.
- García-Sánchez F, Simón-Grao S, Martínez-Nicolás JJ, Alfosea-Simón M, Liu C, Chatzissavvidis C, Pérez-Pérez JG, Cámara-Zapata JM, 2020. Multiple stresses occurring with boron toxicity and deficiency in plants. *Journal of Hazardous Materials*, 397: 122713.
- Ghorbanpour M, Hatami M, Kariman K, Abbaszadeh Dahaji P, 2016. Phytochemical variations and enhance deficiency of antioxidant and antimicrobial ingredients in *Salvia officinalis* as inoculated with different rhizobacteria. *Chemistry & biodiversity*, 13(3): 319-330.
- Golkar P, Bakhshi G, Vahabi MR, 2020. Phytochemical, biochemical, and growth changes in response to salinity in callus cultures of *Nigella sativa* L. *In Vitro Cellular & Developmental Biology-Plant*, 56(2): 247-258.
- Grdiša M, Jug-Dujaković M, Lončarić M, Carović-Stanko K, Ninčević T, Liber Z, Šatović Z, 2015. Dalmatian sage (*Salvia officinalis* L.): A review of biochemical contents, medical properties and genetic diversity. *Agriculturae Conspectus Scientificus*, 80(2): 69-78.
- Han S, Tang N, Jiang H, Yang L, Li Y, Chen L, 2009. CO₂ assimilation, photosystem II photochemistry, carbohydrate metabolism and antioxidant system of citrus leaves in response to boron stress. *Plant Science*, 176(1): 143–153.
- Hua T, Zhang R, Sun H, Liu C, 2021. Alleviation of boron toxicity in plants: Mechanisms and approaches. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 51(24): 2975-3015.
- Ibrahim MH, Jaafar HZE, 2011. Photosynthetic capacity photochemical efficiency and chlorophyll content of three varieties of *Labisia pumila* Benth. exposed to open field and greenhouse growing conditions. *Acta Physiologiae Plantarum*, 33(6): 2179–2185.
- Khan MI, Afzal MJ, Bashir S, Naveed M, Anum S, Cheema SA, Wakeel A, Sanullah M, Ali MH, Chen Z, 2021b. Improving nutrient uptake, growth, yield and protein content in chickpea by the co-addition of phosphorus fertilizers, organic manures, and *Bacillus* sp. Mn-54. *Agronomy*, 11(3): 1-13.
- Khan MK, Pandey A, Hamurcu M, Avsaroglu ZZ, Ozbek M, Omay AH, Gezgin S, 2021a. Variability in Physiological Traits Reveals Boron Toxicity Tolerance in *Aegilops* Species. *Frontiers in plant science*, 12: 1-15.
- Lephatsi MM, Meyer V, Piater LA, Dubery IA, Tugizimana F, 2021. Plant Responses to Abiotic Stresses and Rhizobacterial Biostimulants: Metabolomics and Epigenetics Perspectives. *Metabolites*, 11(7): 457-488.

- Li M, Zhang X, Yang H, Li X, Cui Z, 2018. Soil Sustainable Utilization Technology: Mechanism of Flavonols in Resistance Process of Heavy Metal. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(26): 26669-26681.
- Liu D, Jiang W, Zhang L, Li L, 2000. Effects of boron ions on root growth and cell division of broad bean (*V. faba* L.). *Israel Journal of Plant Sciences*, 48(1): 47–51.
- López-Bucio J, Campos-Cuevas JC, Hernández-Calderón E, Velásquez- Becerra C, Farías-Rodríguez R, Macías-Rodríguez LI, Valencia-Cantero E, 2007. *Bacillus megaterium* rhizobacteria promote growth and alter root-system architecture through an auxin- and ethylene-independent signaling mechanism in *Arabidopsis thaliana*. *Molecular Plant-Microbe Interactions*, 20(2): 207–217.
- Lordkaew S, Yimyam N, Jamjod S, Rerkasem B, 2019. Evaluating boron efficiency in heat tolerant wheat germplasm. *International Journal of Agriculture and Biology*, 21(2): 385-390.
- Malhotra M, Srivastava S, 2006. Targeted engineering of *Azospirillum brasilense* SM with indoleacetamide pathway for indoleacetic acid over- expression. *Can. J. Microbiology*, 52(11): 1078–1084.
- Mehboob N, Hussain M, Minhas WA, Yasir TA, Naveed M, Farooq S, Zuan ATK, 2021. Soil-Applied boron combined with Boron-Tolerant Bacteria (*Bacillus* sp. MN54) improve root proliferation and nodulation, yield and agronomic grain biofortification of chickpea (*Cicer arietinum* L.). *Sustainability*, 13(17): 9811.
- Melo G, Fonseca JP, Farinha TO, Pinho RJ, Damiao MJ, Grespan R, Cuman RKN, 2012. Anti-inflammatory activity of *Salvia officinalis* L. *Journal of Medicinal Plant Research*, 6(35): 4934-4939.
- Metwally AM, Radi AA, El-Shazoly RM, Hamada AM, 2018. The role of calcium, silicon and salicylic acid treatment in protection of canola plants against boron toxicity stress. *Journal of plant research*, 131(6): 1015-1028.
- Miraj S, Kiani S, 2016. A review study of therapeutic effects of *Salvia officinalis* L. *Der Pharmacia Lettre*, 8(6): 299-303.
- Nawaz M, Ishaq S, Ishaq H, Khan N, Iqbal N, Ali S, Alyemini MN, 2020. Salicylic Acid Improves Boron Toxicity Tolerance by Modulating the Physio-Biochemical Characteristics of Maize (*Zea mays* L.) at an Early Growth Stage. *Agronomy*, 10(12): 1-15.
- Reid RJ, 2013. Boron toxicity and tolerance in crop plants. In *Crop improvement under adverse conditions* Springer pp. 333-346, New York.
- Riaz M, Kamran M, El-Esawi MA, Hussain S, Wang X, 2021. Boron-toxicity induced changes in cell Wall components boron forms and antioxidant defense system in rice seedlings. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 216: 112192.
- Rostami H, Tabatabaei SJ, ZareNahandi F, 2017. Effects of different boron concentration on the growth and physiological characteristics of two olive cultivars. *Journal of Plant Nutrition*, 40(17): 2421-2431.
- Samreen T, Zahir ZA, Naveed M, Asghar M, 2019. Boron tolerant phosphorus solubilizing *Bacillus* spp. MN-54 improved canola growth in alkaline calcareous soils. *International Journal of Agriculture and Biology*, 21(3): 538-546.
- Song B, Hao X, Wang X, Yang S, Dong Y, Ding Y, Zhou J, 2019. Boron stress inhibits beet (*Beta vulgaris* L.) growth through influencing endogenous hormones and oxidative stress response. *Soil Science and Plant Nutrition*, 65(4): 346-352.

- Sulus S, Leblebici S, 2020. The Effect of Boric Acid Application on Ecophysiological Characteristics of Safflower Varieties (*Carthamus tinctorius* L.). *Fresenius Environmental Bulletin*, 29(9): 8177-8185.
- Tahami MK, Jahan M, Khalilzadeh H, Mehdizadeh M, 2017. Plant growth promoting rhizobacteria in an ecological cropping system: A study on basil (*Ocimum basilicum* L.) essential oil production. *Industrial Crops and Products*, 107: 97–104.
- TÜİK, 2020. Dış Ticaret İstatistikleri. <https://data.tuik.gov.tr/Kategori/GetKategori?p=dis-ticaret-104> Erişim Tarihi: 10/11/2021.
- Walker JB, Sytsma KJ, 2007. Staminal Evolution in the Genus *Salvia* (Lamiaceae): Molecular Phylogenetic Evidence for Multiple Origins of the Staminal Lever. *Annals of Botany*, 100(2): 375–391.
- Weisany V, Rahimzadeh S, Sohrabi Y, 2012. Effect of biofertilizers on morphological, physiological characteristic and essential oil content in basil (*Ocimum basilicum* L.). *Iranian Journal of Medicinal and Aromatic Plants Research*, 28(1): 73-87.
- Wianowska D, Maksymiec W, Dawidowicz AL, Tukiendorf A, 2004. The influence of heavy metal stress on the level of some flavonols in the primary leaves of *Phaseolus coccineus*. *Acta physiologiae plantarum*, 26(3): 247-254.
- Wimmer MA, Eichert T, 2013. Mechanisms for boron deficiency- mediated changes in plant water relations. *Plant Sciences*, 203: 25–32.
- Yorgancilar M, Babaoglu M, 2005. Investigation of the effect of boron on germination of wheat varieties in vitro and pot conditions. *Journal of Selcuk University Faculty of Agriculture*. 19(35): 109-114.
- Zhao DL, Oosterhuis D, Dugger P, Richter D, 2003. Cotton Growth and Physiological Responses to Boron Deficiency. *Journal of Plant Nutrition*, 26(4): 855–867.
- Qiu Z, Egidi E, Liu H, Kaur S, Singh BK, 2019. New frontiers in agriculture productivity: Optimised microbial inoculants and insitu microbiome engineering. *Biotechnology Advances*, 37(6): 1-11.

Atf İçin: Çınar O, Tokgöz H, Gölükcü M, Uysal Bayar F, 2022. Biberiye (*Rosmarinus officinalis* L.) Uçucu Yağ Kalite Parametrelerinin Hasat Zamanı ve Lokasyona Göre Değişimi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(2): 1114-1123.

To Cite: Çınar O, Tokgöz H, Gölükcü M, Uysal Bayar F, 2022. Quality Parameters Variation of Rosemary (*Rosmarinus Officinalis* L.) Essential Oil With Respect to Harvesting Time and Location. Journal of the Institute of Science and Technology, 11(2): 1114-1123.

Biberiye (*Rosmarinus officinalis* L.) Uçucu Yağ Kalite Parametrelerinin Hasat Zamanı ve Lokasyona Göre Değişimi

Orçun ÇINAR^{1*}, Haluk TOKGÖZ¹, Muharrem GÖLÜKCÜ¹, Fatma UYSAL BAYAR¹

ÖZET: Bitkisel ürünlerin üretiminde kaliteyi etkileyen birçok parametre bulunmaktadır. Çalışmanın amacı biberiye bitkisinde uçucu yağı miktarı ve bazı kalite özelliklerinin bitkisel materyalin alındığı lokasyon ve hasat zamanına göre değişimini tespit etmektir. Çalışma kapsamında kullanılan materyaller doğal yetiştiriciliğinin yaygın olarak yapıldığı Akdeniz Bölgesi'nden üç farklı lokasyondan 12 ay boyunca birer aylık periyotlarla iki yıl süreyle (2018-2019) hasat edilmiştir. Hasat edilen örneklerde uçucu yağ miktarı, kırılma indisi, optikçe aktiflik ve özgül ağırlık analizleri gerçekleştirilmiştir. Ele alınan kalite parametreleri üzerinde lokasyon önemli etkiye sahip iken, hasat zamanı, uçucu yağ miktar ve optikçe aktiflik değeri üzerinde etkili olmuştur. Biberiyenin önemli kalite parametrelerinden birisi olan uçucu yağ bakımından, lokasyon bazında değerlendirme yapıldığında Adana-Karaisalı lokasyonu öne çıkmıştır. Hasat zamanına göre bir değerlendirme yapıldığında, uçucu yağ açısından en uygun hasat zamanının temmuz ayı olduğu tespit edilmiştir. Araştırma bulguları biberiyenin değerlendirilmesinde lokasyon ve her bir lokasyon için uygun hasat zamanının belirlenmesinin yerinde olacağını göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: *Rosmarinus officinalis*, uçucu yağ, hasat zamanı, lokasyon, kalite

Quality Parameters Variation of Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) Essential Oil with Respect To Harvesting Time and Location

ABSTRACT: There are many parameters which are affected the herbal products quality. It was aimed to determine the effects of location and harvesting time on essential oil content of rosemary and some quality parameters of the oil. Plant materials were harvested one month intervals during two years (2018-2019) at three different location on Mediterranean region, this region is main wild growing area for rosemary. Essential oil content, refractive index, optical activity and specific gravity analyzes were carried out for these plant materials. While, location has statistically significant effect on all quality parameters, harvesting time has important effect essential oil content and optical activity parameters. In terms of essential oil ratio, which is one of the important quality parameters of rosemary, the highest essential oil content was determined the plant harvested from Adana-Karaisalı according to location. And, the highest volatile oil content was obtained at the samples collected in July with respect to harvesting time. As a result, in order to determine the appropriate harvest time for each location should be evaluated before rosemary processing.

Keywords: *Rosmarinus officinalis*, essential oil, harvesting time, location, quality

¹Orçun ÇINAR (Orcid ID: 0000-0002-8356-384X), Haluk TOKGÖZ (Orcid ID: 0000-0002-9956-0045), Muharrem GÖLÜKCÜ (Orcid ID: 0000-0003-1646-5876), Fatma UYSAL BAYAR (Orcid ID: 0000-0002-7130-5704), Antalya Batı Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü, Antalya, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Orçun ÇINAR, e-mail: orcun.cinar@tarimorman.gov.tr

GİRİŞ

Türkiye sahip olduğu ekolojik koşullar nedeniyle, bitki türlerinin çokluğu bakımından dünyanın en zengin ülkeleri arasında yer almakta olup, pek çok bitkinin de gen merkezi konumundadır. Biberiye (*Rosmarinus officinalis* L.) de bu tıbbi ve aromatik bitkiler içerisinde önemli bir yer tutmaktadır. Labiatae (Lamiaceae) familyasında, herdem yeşil, çok yıllık ve güçlü aromaya sahip bir çalı türü olup Akdeniz bitki örtüsünün bir elementidir (Davis, 1982). Biberiye bitkisi ülkemizde özellikle yayılış gösterdiği doğal alanlardan toplanmak suretiyle üretimi ve ihracatı gerçekleştirilmektedir. Herdem yeşil olan ve yıl boyu kullanım olanağı bulunan biberiye Mersin-Tarsus başta olmak üzere Akdeniz Bölgesi'nde yoğunlaşmıştır. Yıllara göre biberiye üretim miktarlarında önemli değişimler olabilmekte olup, Orman Genel Müdürlüğü verilerine göre 2015 yılında 278 ton olan biberiye üretimi 2020 yılında 218 ton olarak gerçekleşmiştir (OGM, 2021).

Biberiye oldukça geniş kullanım alanına sahip olup, gıda, kozmetik, ilaç endüstrisi gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Uçucu yağ içeriğinden dolayı, geleneksel tıp, modern tıp ve aromaterapide de kullanım alanı bulmuştur (Sasikumar, 2004). Uçucu yağlar doğal ürün kaynakları olarak önem kazanmaya başlamışlardır. Birçok hastalığın tedavisi için alternatif tedavi yöntemi olarak kullanılmaktadır (Najem ve Abed, 2017). Biberiye dünyanın birçok bölgesinde yetiştirilmektedir. Kurutulmuş biberiye yaprakları çorbalarda, et yemeklerinde ve balık yemeklerinde kullanılmaktadır (Ayoob ve ark., 2018). Biberiye uçucu yağının antifungal, antioksidan, antimutajenik ve sitotoksik aktiviteleri bulunmaktadır. Ayrıca analjezik, antienflamatuvar ve antitümör aktivitelere de sahip olduğu kanıtlanmıştır (Genena ve ark., 2008). Farklı ülkelerin ekolojik koşulları bitki materyallerinin kimyasal profilini etkilemektedir. Farklı lokasyonlardan farklı zamanlarda temin edilen biberiyelerin uçucu yağ miktar ve kalite özellikleri farklılıklar gösterebilmekte, bu da uçucu yağların biyolojik aktivitelerinde mevsimlere göre değişiklik olabileceğini göstermektedir (Hussain ve ark., 2010). Uçucu yağ üretiminde yaygın olarak kullanılan biberiyede, yağ miktarı en önemli kalite parametrelerinden birisidir. Diğer tıbbi ve aromatik bitkilerde olduğu gibi biberiyede de uçucu yağ miktar ve kalite özellikleri biberiye kemotip ve çeşidi başta olmak üzere, çevresel ve kültürel uygulamalardan, bitkinin kullanılan kısmı gibi birçok faktörden önemli oranda etkilenebilmektedir (Ayanoğlu ve ark., 2016). Biberiye bitkisinin başta uçucu yağ miktar ve bileşimi üzerine birçok çalışma yapılmıştır (Gülbaba ve ark., 2002; Atti-Santos ve ark., 2005; Bazaid ve ark., 2013; Barakat ve Ghazal, 2016; Anh ve ark., 2019; Roomiani ve ark., 2019). Ülkemizde de biberiye uçucu yağ ve uçucu yağın bazı özellikleri üzerine bazı çalışmalar yürütülmüştür (Kırıcı ve İnan, 2001; Ayanaoğlu ve ark., 2016; Gürbüz ve ark., 2016; Dıraz Yıldırım, 2018; Kırpık ve Özgüven, 2018).

Mevsimsel olarak bazı özellikleri üzerine bazı çalışmalar bulunan biberiyenin bu bölgeler için aylık olarak yıl boyu değerlendirmeye tabi tutulduğu bir çalışmaya rastlanmamıştır. Mevcut çalışma kapsamında, lokasyon (Akdeniz Bölgesi'nde üç farklı lokasyon) ve hasat zamanının (iki yıl süre ile aylık olarak) biberiyenin uçucu yağ miktar ve uçucu yağa ait bazı kalite özellikleri üzerine etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

MATERYAL VE METOT

Materyal

Biberiye örnekleri doğal yayılış alanları olan üç farklı lokasyondan toplanmıştır. Lokasyonlara ait iklim özellikleri Çizelge 1 ve Çizelge 2'de, lokasyonların koordinatları ve rakım özellikleri ise Çizelge 3'te verilmiştir. Araştırma kapsamında örneklemeye 26 Eylül 2017 tarihinde başlanmış, bundan sonraki hasatlar birer aylık periyotlarla 2 yıl süreyle her ay hasat yapılacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Hasat, vejetasyon gelişim süresi tamamlanmış bitkilerden, toprak seviyesinden

ortalama 20 cm yükseklikten olacak şekilde yapılmıştır. Çevresel faktörlerden etkilenmemesi için bitkiler her ay her lokasyondan aynı yerden toplanmıştır. Daha sonra ön işlemler ve analizler için toplanan örnekler Batı Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü Tıbbi ve Aromatik Bitkiler Merkezi Laboratuvarı'na getirilmiştir.

Çizelge 1. Örnekleme yapıldığı lokasyonun iklim özellikleri (2018 yılı)

Aylar	Ortalama sıcaklık (°C)			Nisbi nem (%)			Yağış miktarı (mm)		
	K.isalı	Tarsus	D.altı	K.isalı	Tarsus	D.altı	K.isalı	Tarsus	D.altı
Ocak	9.0	9.0	10.8	57.6	70.4	72.2	170.8	163.0	93.0
Şubat	9.3	9.8	12.8	62.2	70.5	83.0	170.2	81.0	91.0
Mart	14.2	14.5	15.0	62.1	72.1	78.9	99.0	41.6	94.0
Nisan	17.0	17.1	18.5	65.6	73.3	68.7	24.2	14.2	2.0
Mayıs	22.2	22.1	23.2	58.1	64.8	66.2	81.6	12.6	19.0
Haziran	23.5	23.8	25.5	72.9	75.4	72.8	82.0	8.0	65.0
Temmuz	28.6	28.2	28.5	72.0	78.5	65.8	0.0	0.0	18.0
Ağustos	28.8	28.2	28.0	60.9	72.0	71.2	26.6	0.0	0.0
Eylül	28.8	27.8	25.9	60.6	73.1	65.1	0.0	0.0	13.0
Ekim	24.5	23.9	20.4	76.0	79.2	67.3	1.8	0.0	24.0
Kasım	16.8	15.9	15.7	46.0	59.2	72.5	62.8	48.4	57.0
Aralık	12.6	12.6	11.5	56.5	63.0	78.0	61.8	51.0	156.0
Ortalama	19.6	19.4	19.7	62.5	71.0	71.8	65.1	35.0	52.7
Toplam							780.8	419.8	632.0

Çizelge 2. Örnekleme yapıldığı lokasyonun iklim özellikleri (2019 yılı)

Aylar	Ortalama sıcaklık (°C)			Nisbi nem (%)			Yağış miktarı (mm)		
	K.isalı	Tarsus	D.altı	K.isalı	Tarsus	D.altı	K.isalı	Tarsus	D.altı
Ocak	8.9	9.2	7.7	66.6	73.3	82.4	289.2	147.2	338.9
Şubat	10.7	11.2	9.8	69.4	74.0	30.1	122.6	106.2	89.9
Mart	12.7	13.0	12.2	64.6	71.9	68.9	161.0	100.8	54.6
Nisan	15.6	16.2	14.5	66.0	70.7	66.8	116.8	68.0	121.8
Mayıs	22.8	22.5	20.6	55.6	64.4	62.4	18.4	2.8	60.6
Haziran	25.5	25.7	25.5	72.9	75.9	58.6	235.4	0.2	16.2
Temmuz	26.8	27.1	28.3	73.0	76.6	46.9	62.6	18.6	0.5
Ağustos	28.1	27.9	29.3	70.0	76.2	45.0	0.0	0.0	0.2
Eylül	25.8	25.6	25.1	57.5	69.2	54.3	10.0	3.2	1.8
Ekim	23.4	23.0	21.7	53.9	64.3	55.9	17.8	14.0	20.2
Kasım	17.9	17.5	15.7	46.4	53.5	66.7	28.4	26.8	190.9
Aralık	11.3	11.5	10.5	71.8	81.0	74.2	366.8	305.6	312.7
Ortalama	19.1	19.2	18.4	64.0	70.9	59.4	119.1	66.1	100.7
Toplam							1429.0	793.4	1208.3

Çizelge 3. Örnekleme yapıldığı lokasyon koordinatları

Lokasyon	Lokasyon koordinatları	Rakım
Adana-Karaisalı	37° 07' 52" K; 35° 08' 75" D	182 m
Mersin-Tarsus	36° 58' 05" K; 34° 48' 30" D	264 m
Antalya-Döşemealtı	36° 58' 53" K; 30° 40' 35" D	212 m

Laboratuvara getirilen biberiye materyallerinin ön temizleme işlemleri yapılarak bitki üzerinde yer alan yabancı maddeler ayıklanmıştır. Sonrasında materyaller 45°C sıcaklığa ayarlanan hava sirkülasyonlu (7.272 m³ saat⁻¹) kurutma fırınında (Venticell-404 Standard. MMM group. Almanya) kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Kurutma işlemine materyallerin nem oranı %10 seviyesine gelinceye kadar devam edilmiştir.

Metot

Araştırma kapsamında öncelikle uçucu yağ miktar analizi gerçekleştirilmiştir. Uçucu yağ miktar analizi dal ve gövdeden ayıklanmış yaprak kısmında gerçekleştirilmiştir. Uçucu yağ miktar analizleri clevenger düzeneğinde (İsotex. 98-IV-B) gerçekleştirilmiştir. Analiz edilmek üzere hazırlanmış olan kurutulmuş bitki materyalinden yaklaşık 20 g numune tartılmıştır. Tartılan numune cam clevenger balonuna yerleştirilmiştir. Üzerine numunenin yaklaşık 10 katı kadar (200 mL) saf su ilave edilmiş ve yaklaşık üç saat süre ile hidrodistilasyon işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra dereceli kısımda biriken uçucu yağ hacminin okuması yapılarak sonuç mL cinsinden kaydedilmiş ve uçucu yağ miktarı yüzde ($v w^{-1}$, %) olarak hesaplanmıştır (Anonim. 2011).

Biberiye uçucu yağlarının kırılma indisi değerleri masa tipi sıcaklık kontrollü dijital refraktometre (A. Krüss Optronic GmbH. DR6000 series. Almanya) kullanılarak ölçülmüştür. Cihaz açıldıktan sonra sıcaklık ayarlaması (20°C) için beklenmiş ve daha sonra uçucu yağ kırılma indisi değerleri tespit edilmiştir (Anonim. 2009).

Hidrodistilasyon metodu ile elde edilen biberiye uçucu yağlarında optikçe aktiflik analizi sıcaklık kontrollü polarimetre cihazı (Optical Activity Ltd., PolAAR 31. İngiltere) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümler 589.3 nm dalga boyunda ışık veren bir ışık kaynağı kullanılarak yapılmıştır. Cihaz açıldıktan sonra örnek numune tüpe yerleştirildikten (içinde hava kabarcığı olmayacak şekilde) sonra sıcaklığı 20°C'ye ulaşıncaya kadar beklenmiş ve okuma işlemleri gerçekleştirilmiştir (Anonim. 2008). Örneklerde özgül ağırlık tespiti kapiler tüpler kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bunun için öncelikle kapiler tüp boş durumdayken darası ölçülüp not edilmiştir. Sonrasında kapiler tüpe saf su konulmuş ve tartım miktarı not edilmiştir. Sonrasında kapiler tüpe uçucu yağ eklenmiş ve tartılarak özgül ağırlık değeri hesaplanmıştır (Anonim. 2012).

İstatistiksel Analizler

Araştırma tesadüf parselleri deneme desenine göre yürütülmüştür (Düzgüneş ve ark., 1987). Araştırma kapsamında örnekleme iki tekerrürlü olarak yapılmıştır. Çalışmada hidrodistilasyon işlemi ile birlikte kalite parametrelerinin analizi de her bir tekerrür için iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar. SAS paket programı kullanılarak varyans analizi yapılarak önemli çıkan konular Duncan Çoklu Karşılaştırma Testine tabi tutulmuştur. Araştırma bulguları ortalama±standart sapma (SS) şeklinde verilmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Üç farklı lokasyondan aylık olarak hasat edilen örneklerin ortalama uçucu yağ miktarı sonuçları Çizelge 4'te verilmiştir.

Örneklerin uçucu yağ miktarları biberiyenin elde edildiği lokasyon ve hasat zamanına göre istatistiksel olarak önemli farklılıklar gösterirken lokasyon hasat zamanı interaksyonunun etkisi önemsiz düzeyde kalmıştır. İki yıllık veriler üzerinden bir değerlendirme yapıldığında. Karaisalı-Adana örnekleri ortalama % 2.02 ± 0.279 uçucu yağ içeriği ile en yüksek lokasyon olmuş. bunu % 1.70 ± 0.430 ile Tarsus-Mersin ve % 0.96 ± 0.197 ile de Döşemealtı-Antalya örnekleri takip etmiştir. Hasat dönemlerine göre bir değerlendirme yapıldığında da biberiye uçucu yağ miktarlarında farklılıklar olduğu görülmektedir. Bu farklılıkların Çizelge 1 ve Çizelge 2'de görüleceği üzere ortalama sıcaklık, nisbi nem ve yağış miktarının aylara göre farklılık göstermesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Üç lokasyona ait iki yıllık veriler üzerinden değerlendirildiğinde dönemsel olarak en yüksek uçucu yağ içeriği, temmuz ayında hasat edilen örneklerde tespit edilmiştir. Ancak mayıs, haziran ve ekim aylarında hasat edilen örnekler ile istatistiki olarak farklılık bulunmamaktadır.

Çizelge 4. Biberiye örneklerinin hasat zamanı ve lokasyonlara göre uçucu yağ miktarları (%) ortalamaları.

Hasat zamanı	Adana	Mersin	Antalya	Ortalama*
Eylül	2.00±0.142	1.46±0.540	0.77±0.232	1.41±0.614 ^{ed}
Ekim	2.16±0.248	1.70±0.319	1.14±0.098	1.66±0.489 ^{abc}
Kasım	1.87±0.153	1.63±0.437	0.92±0.106	1.47±0.488 ^{cde}
Aralık	2.09±0.104	1.86±0.164	0.94±0.160	1.63±0.538 ^{bcd}
Ocak	1.64±0.109	1.42±0.318	0.80±0.075	1.29±0.413 ^{ef}
Şubat	1.72±0.169	1.04±0.083	0.79±0.062	1.18±0.422 ^f
Mart	2.08±0.068	1.76±0.544	1.00±0.196	1.61±0.562 ^{bcd}
Nisan	2.26±0.248	1.72±0.471	0.85±0.314	1.61±0.684 ^{bcd}
Mayıs	2.19±0.440	2.06±0.058	1.04±0.046	1.76±0.585 ^{ab}
Haziran	2.15±0.366	2.07±0.060	1.01±0.095	1.74±0.577 ^{ab}
Temmuz	2.24±0.207	2.10±0.501	1.28±0.105	1.87±0.529 ^a
Ağustos	1.91±0.149	1.60±0.157	0.96±0.071	1.49±0.429 ^{cde}
Ortalama**	2.02±0.279^A	1.70±0.430^B	0.96±0.197^C	

*: Farklı harfler hasat zamanına göre ortalamalar arasında $p<0.05$ düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

** : Farklı harfler lokasyona göre ortalamalar arasında $p<0.05$ düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

Melito ve ark. (2019) biberiye uçucu yağ oranı ve bileşenleri üzerine hasat zamanının etkilerini araştırdıkları çalışmada örneklerin uçucu yağ oranının % 0.29-0.98 arasında değişim gösterdiğini saptamışlardır. Kış aylarında hasat edilen örneklerde uçucu yağ oranı daha düşük tespit edilmiştir. Alipour ve Saharkhiz (2016) ise farklı fenolojik dönemlerde uçucu yağ oranlarını inceledikleri çalışmada; uçucu yağ oranlarını % 0.94-1.15 arasında tespit etmişlerdir. En yüksek uçucu yağ oranını % 1.15 ile tohum olgunluk döneminde elde etmişlerdir. Gürbüz ve ark. (2016). Ankara koşullarında yürüttükleri çalışmada ise Mersin popülasyonundan temin edilen bitkilerden elde edilen uçucu yağ oranının en yüksek (% 2.08) olduğunu bildirmişlerdir. Kırıcı ve İnan (2001) tarafından yapılan çalışmada da. Çukurova koşullarında 1 yıl boyunca 15 gün aralıklarla alınan örneklerde uçucu yağ oranını % 0.27-0.65 arasında tespit ederken. en yüksek uçucu yağ oranını. bu çalışmaya benzer şekilde. temmuz ayında alınan örneklerden elde edildiğini bildirmişlerdir. Lokasyon bazında değerlendirme yapıldığında da literatür değerleri ile araştırmamızda elde edilen bulgular genel olarak benzerlik göstermektedir. Literatür verileri. Adana ve Mersin lokasyonlarından elde edilen değerlerden ise kısmi olarak daha düşüktür. Bu veriler biberiyede lokasyonun uçucu yağ miktarı üzerinde etkili olabileceğini göstermektedir.

Çizelge 5. Biberiye uçucu yağlarının hasat zamanı ve lokasyonlara göre kırılma indisi (nD. 20°C) değerleri

Hasat zamanı	Adana	Mersin	Antalya	Ortalama
Eylül	1.4664±0.00055	1.4669±0.00057	1.4759±0.00099	1.4697±0.00462
Ekim	1.4658±0.00057	1.4664±0.00057	1.4762±0.00078	1.4695±0.00503
Kasım	1.4660±0.00066	1.4659±0.00101	1.4754±0.00066	1.4691±0.00471
Aralık	1.4654±0.00073	1.4653±0.00016	1.4752±0.00039	1.4686±0.00486
Ocak	1.4665±0.00073	1.4662±0.00058	1.4761±0.00074	1.4696±0.00484
Şubat	1.4659±0.00066	1.4671±0.00132	1.4750±0.00082	1.4693±0.00429
Mart	1.4657±0.00062	1.4665±0.00048	1.4752±0.00043	1.4691±0.00453
Nisan	1.4663±0.00088	1.4662±0.00050	1.4770±0.00152	1.4698±0.00538
Mayıs	1.4664±0.00050	1.4661±0.00015	1.4753±0.00082	1.4692±0.00447
Haziran	1.4663±0.00087	1.4660±0.00030	1.4754±0.00059	1.4692±0.00460
Temmuz	1.4659±0.00049	1.4664±0.00033	1.4732±0.00740	1.4685±0.00521
Ağustos	1.4664±0.00033	1.4666±0.00013	1.4716±0.00566	1.4682±0.00389
Ortalama*	1.4661±0.00067^B	1.4663±0.00070^B	1.4751±0.00281^A	

*: Farklı harfler lokasyona göre ortalamalar arasında $p<0.05$ düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

Araştırma kapsamında elde edilen uçucu yağlarda önemli bazı kalite parametreleri analiz edilmiş olup. bunlardan birisi de yağların kimyasal bileşimine göre farklılık gösteren kırılma indisi değeri olmuştur. Çalışmada. üç farklı lokasyondan aylık olarak iki yıl boyunca temin edilen örneklerin uçucu yağlarının kırılma indisi değerleri Çizelge 5’te verilmiştir.

Kırılma indisi bitkisel yemeklik yağlar ve uçucu yağlar için önemli kalite kriterlerinden birisi olup ulusal (Türk Standartları) ve uluslararası (Avrupa Farmakopesi) düzenlemelerde kalite kriteri olarak yer almaktadır. Örneklerin uçucu yağlarına ait kırılma indisi değerleri 20°C’de ölçülmüş olup lokasyonlara göre önemli farklılık gösterirken. hasat zamanı ve lokasyon x hasat zamanı interaksiyonuna göre farklılıklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur. Lokasyona göre değerlendirme yapıldığında Antalya-Döşemealtı bölgesinden temin edilen örneğin ortalama kırılma indisi değeri 1.4751 ile diğer iki lokasyondan daha yüksek tespit edilmiştir. Adana-Karaisalı ve Mersin-Tarsus bölgesinden temin edilen örneklerin uçucu yağlarının kırılma indisi değerleri benzerlik göstermiştir. Hasat zamanına göre kırılma indisi. 1.4682 ile 1.4698 değişim göstermektedir.

Atti-Santos ve ark. (2005) Brezilya’da biberiye örneklerinde yaptıkları çalışmada. kırılma indisi değerlerinin değişimlerini incelemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre kırılma indisi değerleri 1.4682 ile 1.4697 arasında değişim göstermiştir. Chalchat ve ark. (1993) yaptıkları çalışmada. Fas ve İspanya’dan alınan biberiye örneklerinde kırılma indisi değerlerini incelemişlerdir. Kırılma indisi değerleri Fas’tan alınan örneklerde 1.4695-1.4740 arasında. İspanya’dan alınan örneklerde ise 1.4696-1.4770 arasında değişim göstermiştir. TSE ve Avrupa Farmakopesi’nde tanımlanan kırılma indisi değerleri 1.464-1.472 arasındadır. Bu çalışmada Adana ve Mersin’den alınan lokasyonlardaki kırılma indisi değerleri literatür ile az da olsa farklılık gösterirken TSE ve Avrupa Farmakopesi’nde tanımlı değerlerle uyumluluk göstermektedir (Anonim. 2003; Anonymous 2008). Antalya’dan toplanan örneklerden alınan kırılma indisi değerleri TSE ve Avrupa Farmakopesi’nde yer alan sınırlamalardan çok az sapsa da literatürde yer alan Fas’tan alınan örneklerdeki kırılma indisi değerleriyle uyumluluk göstermektedir. Literatürde kırılma indisinin uçucu yağın içeriğinde yer alan bileşenlerle direkt olarak ilgisinin olduğu belirtilmiştir (Ospina ve ark.. 2016).

Araştırma kapsamında elde edilen uçucu yağ örneklerinde belirlenen bir diğer kalite parametresi optikçe aktiflik değeri olup bu parametre de tıbbi ve aromatik bitkilerden elde edilen uçucu yağlar için önemli kalite kriterlerinden birisidir. Adana-Karaisalı. Mersin-Tarsus ve Antalya-Döşemealtı lokasyonlarından aylık olarak iki yıl boyunca hasat edilen örneklerin uçucu yağlarının optikçe aktiflik değerleri Çizelge 6’da verilmiştir.

Örneklerin optikçe aktiflik değerleri lokasyon. hasat zamanı ve lokasyonxhasat zamanı interaksiyonuna göre önemli farklılıklar göstermiştir. Lokasyonlara göre bir değerlendirme yapıldığında örneklerin optikçe aktiflik değerlerinde önemli farklılıklar olduğu görülmektedir. Çizelge 4’te de görüldüğü üzere Antalya-Döşemealtı lokasyonundan temin edilen örneğin ortalama optikçe aktiflik değeri 27.36° ile diğer iki bölgeden oldukça önemli farklılık göstermiştir. Adana-Karaisalı ile Mersin-Tarsus lokasyonlarından temin edilen örneklerin ortalama optikçe aktiflik değerleri arasında da istatistiksel olarak önemli farklılık olduğu tespit edilmiştir. Örneklerin hasat zamanlarına göre optikçe aktiflik verileri değerlendirildiğinde de ortalama değerler arasında istatistiksel olarak önemli farklılık olduğu görülmektedir. Lokasyon x hasat zamanı interaksiyonu üzerinden değerlendirme yapıldığında en düşük optikçe aktiflik değeri -1.93° ile Mersin-Tarsus lokasyonunsa Şubat ayında. en yüksek ise 31.93° ile Antalya-Döşemealtı lokasyonunda Ağustos ayında belirlenmiştir (Çizelge 6).

Çizelge 6. Biberiye uçucu yağlarının hasat zamanı ve lokasyonlara göre optikçe aktiflik (°) değerleri.

Hasat zamanı	Adana	Mersin	Antalya	Ortalama*
Eylül	5.68±2.533 ^g	0.30±1.236 ^{g-j}	29.15±2.009 ^{a-d}	11.71±13.21 ^A
Ekim	2.83±0.862 ^{gh}	-1.20±2.486 ^{jk}	25.10±5.494 ^{ef}	8.91±12.49 ^{BCD}
Kasım	3.70±0.316 ^{gh}	-0.40±1.637 ^{ijk}	28.25±1.636 ^{b-e}	10.52±13.27 ^{AB}
Aralık	3.88±0.922 ^{gh}	-0.20±1.273 ^{ijk}	25.55±2.913 ^{def}	9.74±11.93 ^{A-D}
Ocak	3.75±0.700 ^{gh}	-1.50±0.432 ^k	25.35±4.829 ^{ef}	9.20±12.40 ^{BCD}
Şubat	3.78±0.359 ^{gh}	-1.90±0.516 ^k	28.30±3.655 ^{b-e}	10.06±13.82 ^{A-D}
Mart	2.40±0.829 ^{g-j}	-1.08±0.443 ^{jk}	26.10±3.185 ^{c-f}	9.14±12.73 ^{BCD}
Nisan	3.18±1.047 ^{gh}	-1.55±0.342 ^k	29.50±5.912 ^{abc}	10.38±14.61 ^{ABC}
Mayıs	2.78±0.629 ^{gh}	-1.93±0.538 ^k	23.70±1.699 ^f	8.18±11.68 ^D
Haziran	2.83±0.519 ^{gh}	-1.33±0.263 ^{jk}	23.50±1.409 ^f	8.33±11.37 ^{CD}
Temmuz	3.13±0.403 ^{gh}	0.00±1.160 ^{h-k}	31.85±4.538 ^{ab}	11.66±15.17 ^A
Ağustos	3.13±0.443 ^{gh}	0.50±0.408 ^{g-j}	31.93±3.726 ^a	11.85±15.00 ^A
Ortalama**	3.42±1.191 ^B	-0.86±1.273 ^C	27.36±4.304 ^A	

*: Farklı harfler hasat zamanına göre ortalamalar arasında p<0.05 düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

** : Farklı harfler lokasyona göre ortalamalar arasında p<0.05 düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

***: Farklı harfler lokasyon x hasat zamanı interaksyonuna göre ortalamalar arasında p<0.05 düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

Ayoob ve ark. (2018). Hindistan’da topladıkları biberiye bitkilerinden elde edilen uçucu yağlarda optikçe aktiflik değerini tespit etmişlerdir. Elde edilen uçucu yağda optikçe aktiflik değeri -5° olarak bulunmuştur. Begum ve ark. (2013) biberiyenin tıbbi özellikleri üzerine kapsamlı bir araştırma yapmışlar ve biberiye uçucu yağının optikçe aktiflik değerinin 5°-10° arasında değişim gösterdiğini bildirmişlerdir. Atti-Santos ve ark. (2005) Brezilya’da yaptıkları çalışmada, biberiye örneklerinde optikçe aktiflik değerleri 11.58 ile 12.13° arasında değişim göstermiştir. Chalchat ve ark. (1993) Fas, İspanya ve Fransa’dan alınan biberiye örneklerinde optikçe aktiflik değerlerini Fas’tan alınan örneklerde -0.77 ile 0.61° arasında, İspanya’da -3.80 ile 0.98 arasında, Fransa’da ise 10.50 ile 15.34° arasında değişim göstermiştir. TSE ve Avrupa Farmakopesi’nde tanımlanan optikçe aktiflik değerleri -5 ile 8° arasındadır. Bu çalışmada Adana ve Mersin’den alınan örneklerin optikçe aktiflik değerleri TSE ve Avrupa Farmakopesi sınır değerleri ile uyum göstermektedir. Antalya’dan alınan örneklerdeki optikçe aktiflik değerleri hem literatür ile hem de TSE ve Avrupa Farmakopesi ile uyumluluk göstermemektedir (Anonim, 2003; Anonymous 2008).

Adana-Karaisalı, Mersin-Tarsus ve Antalya-Döşemealtı lokasyonlarından temin edilen örneklerin uçucu yağlarının hasat zamanlarına göre özgül ağırlık değerleri Çizelge 7’de verilmiştir.

Uçucu yağ örneklerinin özgül ağırlık değerleri, lokasyon ve lokasyon x hasat zamanı interaksyonuna göre önemli farklılıklar gösterirken, hasat zamanına göre tespit edilen farklılık istatistiksel olarak önemsiz düzeyde kalmıştır. Kırılma indisi ve optikçe aktiflik değeri gibi özgül ağırlık değeri de tıbbi ve aromatik bitkilerden elde edilen uçucu yağlar için önemli kalite kriterlerinden bir diğeridir. En yüksek özgül ağırlık değerine Antalya-Döşemealtı lokasyonundan temin edilen örnek sahip olurken bu örneği sırasıyla Adana-Karaisalı ve Mersin-Tarsus bölgesinden temin edilen örnekler takip etmiştir. Lokasyon x hasat zamanı interaksyonuna göre değerlendirme yapıldığında en yüksek özgül ağırlık değeri 0.920 ile Antalya-Döşemealtı lokasyonu örneklerinde, en düşük ise 0.904 ile 0.904 Mersin-Tarsus lokasyonu örneklerinde belirlenmiştir (Çizelge 7).

Çizelge 7. Biberiye uçucu yağlarının hasat zamanı ve lokasyonlara göre özgül ağırlık değerleri

Hasat zamanı	Adana	Mersin	Antalya	Ortalama
Eylül	0.915 ±0.0022 ^{**a-e}	0.910 ±0.0035 ^{c-j}	0.906±0.0127 ^{hij}	0.910±0.0079
Ekim	0.912 ±0.0036 ^{b-1}	0.908 ±0.0025 ^{e-j}	0.917 ±0.0068 ^{a-d}	0.912±0.0057
Kasım	0.908 ±0.0026 ^{e-j}	0.906±0.0008 ^{hij}	0.915 ±0.0034 ^{a-f}	0.909±0.0045
Aralık	0.909 ±0.0024 ^{e-j}	0.907 ±0.0034 ^{g-j}	0.914 ±0.0037 ^{a-g}	0.910±0.0044
Ocak	0.910 ±0.0034 ^{c-j}	0.907 ±0.0034 ^{g-j}	0.917±0.0047 ^{abc}	0.911±0.0058
Şubat	0.909 ±0.0042 ^{e-j}	0.904±0.0044 ^j	0.919±0.0022 ^{ab}	0.910±0.0075
Mart	0.908 ±0.0022 ^{e-j}	0.907 ±0.0039 ^{f-j}	0.908 ±0.0087 ^{e-j}	0.908±0.0051
Nisan	0.907 ±0.0026 ^{g-j}	0.905±0.0014 ^j	0.913 ±0.0035 ^{b-1}	0.908±0.0043
Mayıs	0.911 ±0.0042 ^{c-j}	0.907 ±0.0041 ^{g-j}	0.920±0.0056 ^a	0.913±0.0073
Haziran	0.912 ±0.0048 ^{c-1}	0.906±0.0042 ^{hij}	0.913 ±0.0050 ^{b-1}	0.910±0.0052
Temmuz	0.911 ±0.0033 ^{c-j}	0.908 ±0.0046 ^{e-j}	0.912 ±0.0021 ^{b-1}	0.911±0.0036
Ağustos	0.912 ±0.0031 ^{b-1}	0.909 ±0.0041 ^{d-j}	0.914 ±0.0031 ^{a-h}	0.912±0.0037
Ortalama *	0.910±0.0037 ^B	0.907±0.0035 ^C	0.914±0.0066 ^A	

*: Farklı harfler lokasyona göre ortalamalar arasında $p<0.05$ düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

** : Farklı harfler lokasyonXhasat zamanı interaksiyonuna göre ortalamalar arasında $p<0.05$ düzeyinde farklılık olduğunu göstermektedir

Kassahun ve Feleke (2019). biberiye uçucu yağının özgül ağırlık değerini 0.899 g mL^{-1} olarak bulmuşlardır. Koleilat ve ark. (2017). farklı biberiye uçucu yağlarının yoğunluk değerleri $0.897\text{-}0.908 \text{ g mL}^{-1}$. Atti-Santos ve ark. (2005). 0.8858 ile 0.8911 g mL^{-1} . Chalchat ve ark. (1993) 0.900 ile 0.920 g mL^{-1} arasında değişim gösterdiğini belirtmişlerdir. TSE ve Avrupa Farmakopesi'nde yer alan sınır değerlere göre biberiyenin yoğunluğu 0.892 g mL^{-1} ile 0.920 g mL^{-1} arasında değişim göstermektedir (Anonim. 2003; Anonymous. 2008). Bizim yaptığımız çalışmada elde edilen sonuçlar hem literatür ile hem de TSE ve Avrupa Farmakopesi ile uyumluluk göstermektedir.

SONUÇ

Araştırma sonucunda; elde edilen analiz bulguları değerlendirildiğinde biberiyenin temin edildiği lokasyon ve hasat zamanının bitkinin uçucu yağ içeriği ile uçucu yağın bazı fiziko-kimyasal özellikleri üzerine önemli etkisi olduğu görülmüştür. Araştırma bulguları bitkinin temin edildiği bölge ve döneme göre bu anlamda farklılıklar oluşturulabileceğini göstermektedir. Elde edilen veriler üzerinden değerlendirme yapıldığında uçucu yağ açısından Karaisalı-Adana lokasyonunun daha avantajlı olduğunu, hasat zamanına göre de Temmuz ayının bu anlamda avantajlı olduğunu göstermektedir. Ulusal ve uluslararası standartlar açısından değerlendirildiğinde de Doğu Akdeniz Bölgesi'nde yer alan Karaisalı-Adana ve Tarsus-Mersin lokasyonlarının uygun olduğu sonucuna varılabilir. Döşemealtı-Antalya lokasyonu ise gerek uçucu yağ verimi gerekse de analizi yapılan uçucu yağ kalite parametrelerine göre oluşturulan standart değerlerinden kısmi farklılıklar göstermektedir. Bu veriler de ulusal ve uluslararası standartlarda bu durumun değerlendirmeye alınmasının yerinde olacağını göstermektedir. Ayrıca bu veriler ülkemizin bu bitkisel materyal anlamında önemli bir varyasyona sahip olduğunu da ortaya koymaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından desteklenen 213Z647 nolu projenin bir kısmını oluşturmaktadır. Araştırmayı destekleyen TÜBİTAK'a teşekkür ederiz.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Alipour M. Saharkhiz MJ. 2016. Phytotoxic Activity and Variation in Essential Oil Content and Composition of Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) During Different Phenological Growth Stages. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*. 7: 271-278.
- Anh TT. Ngan LTT. Lam TD. 2019. Essential Oil from Fresh and Dried Rosemary Cultivated in Lam Dong Province. Vietnam. *Materials Science and Engineering*. 544: 1-5.
- Anonim. 2003. Eteri yağları-Biberiye yağı (*Rosmarinus officinalis* L.). TS ISO 1342.
- Anonim. 2008. Eteri yağlar-Optik çevirme açısı tayini-Polarimetrik metot. TS ISO 592.
- Anonim. 2009. Eteri yağlar - Kırılma indisi tayini. TS ISO 280.
- Anonim. 2011. Baharatlar. çeşniler ve tıbbi bitkiler - Uçucu yağ muhtevasının tayini (hidrodistilasyon yöntemi). TS EN ISO 6571.
- Anonim. 2012. Hayvansal ve Bitkisel Yağlar – Özgül ağırlık tayini. TS 4959.
- Anonymous. 2008. Rosemary leaf (*Rosmarini folium*). *European Pharmacopeia*. p: 2839-2840.
- Atti-Santos AC. Rossato M. Pauletti GF. Rota LD. Rech JC. Pansera MR. Agostini F. Serafini L.. Moyna P. 2005. Physico-chemical Evaluation of *Rosmarinus officinalis* L. Essential Oils. *Brazilian Archives of Biology and Technology*. 48 (6): 1035-1039.
- Ayanoğlu F. Başkaya Ş. Bahadırılı NP. 2016. Biberiye (*Rosmarinus officinalis* L.) Bitkisinin Uçucu Yağ Oranı. Uçucu Yağ Bileşenleri ve Antioksidan İçeriğinde Morfogenetik ve Ontogenetik Varyabilite. *Mustafa Kemal Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*. 21(1): 12-20.
- Ayoob I. Rahman MU. Rehman SU. 2018. Essential Oil Composition of *Rosmarinus officinalis* L. from Kashmir (India). *EC Microbiology*. 14 (2): 29-32.
- Barakat H. Ghazal GA. 2016. Antifungal and Antioxidant Activities of Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) Essential Oil. *Journal of Food and Dairy Science*. 7 (5): 273-282.
- Bazaid SA. El-Amoudi MS. Ali EF. Abdel-Hamed ES. 2013. Volatile Oil Studies of Some Aromatic Plants in Taif Region. *Journal of Medicinal Plants Studies*. 1 (5): 119-128.
- Begum A. Sandhya S. Ali SS. Vinod KR. Reddy S. Banji D. 2013. An In-Depth Review on the Medicinal Flora *Rosmarinus officinalis* (Lamiaceae). *Acta Scientiarum Polonorum. Technologia Alimentaria*. 12 (1): 61-73.
- Chalchat JC. Garry RP. Michet A. Benjilali B. Chabart JL. 1993. Essential Oils of Rosemary (*Rosmarinus oflicinalis* L.) The Chemical Composition of Oils of Various Origins (Morocco. Spain. France). *Journal of Essential Oil Research*. 5: 613-618.
- Davis PH. 1982. *Flora of Turkey and The East Aegean Islands*. Volume 7. Edinburgh: Edinburgh University Press.
- Dıraz Yıldırım E. 2018. The Effect of Seasonal Variation on *Rosmarinus Officinalis* (L.) Essential Oil Composition. *International Journal of Agriculture and Wildlife Science*. 4(1): 33-38.
- Düzgüneş O. Kesici T. Kavuncu O. Gürbüz F. 1987. *Araştırma ve Deneme Metotları*. Ankara Üniversitesi. Ziraat Fakültesi Yayınları. Ankara. 381s.
- Genena AK. Hense H. Smania Junior A. Souza SMD. 2008. Rosemary (*Rosmarinus officinalis*) – A Study of the Composition. Antioxidant and Antimicrobial Activities of Extracts Obtained with Supercritical Carbon Dioxide. *Food Science and Technology (Campinas)*. 28 (2): 463-469.

- Gülbaba AG, Özkurt N, Kürkçüoğlu M, Başer KHC. 2002. Mersin Ve Adana Yöresindeki Doğal Biberiye (*Rosmarinus Officinalis* L.) Populasyonlarının Tespiti Ve Uçucu Yağ Verim Ve Bileşimlerinin Belirlenmesi. Orman Bakanlığı Yayın No:193.
- Gürbüz B, Bahtiyarca Bağdat R, Uyanık M, Pour Rezaeieh KA. 2016. Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) Cultivation Studies under Ankara Ecological Conditions. *Industrial Crops and Products*. 88: 12–16.
- Hussain AI, Anwar F, Chatha SAS, Jabbar A, Mahboob S, Nigam PS. 2010. *Rosmarinus officinalis* Essential Oil: Antiproliferative, Antioxidant and Antibacterial Activities. *Brazilian Journal of Microbiology*. 41: 1070-1078.
- Kassahun A, Feleke G. 2019. Proximate Analysis, Physicochemical Properties and Chemical Characterization of *Rosmarinus officinalis* L. Oil. *Natural Volatiles & Essent Oils*. 6 (2): 20-24.
- Kırıcı S, İnan M. 2001. Effect of Different Harvesting Time on The Essential Oil Content of Rosemary in the Çukurova Conditions. *Proceedings of the Workshop on Agricultural and Quality Aspects of Medicinal and Aromatic Plants*. May 29- June 01-2001 Adana. pp: 263-271.
- Kırpık M, Özgüven.M. 2018. Farklı Kökenli *Rosmarinus officinalis* L. (Biberiye) Bitkilerinin Verim Ve Uçucu Yağları Üzerinde Araştırmalar. *Adıyaman Üniversitesi Tarımsal Araştırma ve Uygulama Merkezi Dergisi*. 6 (2): 46-54.
- Koleilat M, Raafat K, El-Lakany A, Aboul-Ela M. 2017. Designing Monographs for *Rosmarinus officinalis* L. and *Lavandula angustifolia* L.: Two Lebanese Species with Significant Medicinal Potentials”. *Pharmacognosy Journal*. 9 (4): 452-474.
- Melito S, Petretto GL, Chahine S, Pintore G, Chessa M. 2019. Seasonal Variation of Essential Oil in *Rosmarinus officinalis* Leaves in Sardinia. *Natural Product Communications*. 14 (7): 1–7.
- Najem AM, Abed IJ. 2017. Potential Use of Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) Essential Oil as Anti-Bacterial and Anti –Algal. *Journal of Pharmacy and Biological Sciences*. 12 (2): 68-71.
- OGM. 2021. T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı Orman Genel Müdürlüğü. Resmi İstatistikleri (<https://www.ogm.gov.tr/tr/e-kutuphane/resmi-istatistikler>) (Erişim tarihi: 20.03.2021).
- Ospina JD, Tovar CDG, Flores JCM, Orozco MSS. 2016. Relationship Between Refractive Index and Thymol Concentration in Essential Oils of *Lippia origanoides* Kunth. *Chilean Journal of Agricultural & Animal Sciences*. 32 (2): 127-133.
- Roomiani L, Ghaeni M, Moarref M, Fallahi R, Lakzaie F. 2019. The Effects of *Rosmarinus officinalis* Essential Oil on the Quality Changes and Fatty Acids of *Ctenopharyngodon idella*. *Iranian Journal of Fisheries Sciences*. 18 (1): 95-109.
- Sasikumar B. 2004. Rosemary. *Handbook of Herbs and Spices*. Editor: Peter. K.V. Cambridge: CRC Press.

Atf için: Çirka M, Tunçtürk R, Kulaz H, Tunçtürk M, Eryiğit T, Baran İ, 2022. Kuraklık Stresi Altında Yetiştirilen Bakla (*Vicia Faba L.*) Bitkisinde Rizobakteri ve Alg Uygulamalarının Bitki Gelişimi Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1124-1133.

To Cite: Çirka M, Tunçtürk R, Kulaz H, Tunçtürk M, Eryiğit T, Baran İ, 2022. Investigation of the Effects of Rhizobacteria and Algae Applications on Plant Growth in Broad Bean (*Vicia faba L.*) Plant Grown under Drought Stress. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1124-1133.

Kuraklık Stresi Altında Yetiştirilen Bakla (*Vicia Faba L.*) Bitkisinde Rizobakteri ve Alg Uygulamalarının Bitki Gelişimi Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi

Mustafa ÇİRKA^{1,2*}, Rüveyde TUNÇTÜRK³, Haluk KULAZ³, Murat TUNÇTÜRK³, Tamer ERYİĞİT⁴, İshak BARAN³

ÖZET: Bu çalışma, rizobakteri ve alg uygulamalarının, kuraklık stresi altında yetiştirilen baklada (*Vicia faba L.*) bazı fizyolojik ve biyokimyasal özelliklere olan etkisini belirlemek için yapılmıştır. Çalışma tesadüf parselleri deneme deseni'ne göre faktöriyel düzende 4 tekerrürlü olarak şekilde yürütülmüştür. Denemede bitki materyali olarak Filiz-99 bakla çeşidi kullanılmıştır. Çalışmada üç farklı kuraklık seviyesi (%100 NS, %50 K₁ ve %25 K₂) ve dört farklı biyolojik uygulama (Kontrol, *Bacillus megaterium* (B₁), *Azospirillum lipoferum* (B₂) ve *Chlorella saccharophila* (A)) mavi yeşil alg kullanılmıştır. Kuraklık stresi klorofil, yaprak sıcaklığı ve MDA üzerindeki etkisi önemli bulunmuştur. En yüksek klorofil değerleri (44.45 ve 42.78 µg cm⁻²) ile K₂ ve K₁ uygulamalarından alınırken en düşük klorofil değer ise (36.82 µg cm⁻²) ile NS uygulamasından alındığı tespit edilmiştir. En yüksek yaprak sıcaklığı (25.91 °C) K₂ ve en düşük yaprak sıcaklığı (24.78 °C) NS uygulamasından elde edilmiştir. Ayrıca, bakteri ve alg uygulamaları yaprak alanı ve Malondialdehit içeriği üzerindeki etkisi anlamlı görülmüştür. En yüksek yaprak alanı değeri (10.71 cm²) A uygulamasından alınırken en düşük değer (8.02 cm²) ise B₁ uygulamasından saptanmıştır. En yüksek Malondialdehit içeriği (0.86 nmol g⁻¹) kontrol gurubundan elde edilirken en düşük değerler ise (0.63, 0.67 ve 0.68 nmol g⁻¹) ile B₁, B₂ ve A uygulamalarından elde edilmiştir. Çalışmada interaksiyon göz önüne alındığında, en yüksek MDA değerleri (0.85 ve 0.95 nmol g⁻¹) olarak kontrol x K₁ ve kontrol x K₂ uygulamalarından elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Bakla (*Vicia faba L.*), Rizobakteri, Kuraklık stresi

Investigation of the Effects of Rhizobacteria and Algae Applications on Plant Growth in Broad Bean (*Vicia faba L.*) Plant Grown under Drought Stress

ABSTRACT: This study was carried out to determine the effects of rhizobacteria and algae treatments on some physiological and biochemical properties of broad bean (*Vicia faba L.*) grown under drought stress. The study was carried out in a factorial arrangement with 4 replications according to the completely randomized experimental design. Filiz-99 broad bean variety was used as plant material in the experiment. In the study, three different drought levels (100% NS, 50% K₁ and 25% K₂) and four different biological treatments (Control, *Bacillus megaterium* (B₁), *Azospirillum lipoferum* (B₂) and *Chlorella saccharophila* (A)) blue green algae were applied. The effects of drought stress on chlorophyll, leaf temperature and MDA were found to be significant. It was determined that the highest chlorophyll values (44.45 and 42.78 µg cm⁻²) were obtained from K₂ and K₁ applications, while the lowest chlorophyll value (36.82 µg cm⁻²) were obtained from NS application. The highest leaf temperature (25.91 °C) was obtained from K₂ and the lowest leaf temperature (24.78 °C) was obtained from NS application. Additionally, the effects of bacteria and algae applications on leaf area and malondialdehyde content were found to be significant. In leaf area, the highest value (10.71 cm²) was determined from A application, and the lowest value (8.02 cm²) from B₁ application. The highest Malondialdehyde content (0.86 nmol g⁻¹) was obtained from control while the lowest values (0.63, 0.67 and 0.68 nmol g⁻¹) were obtained from B₁, B₂ and A applications, respectively. Considering the interactions in the study, the highest MDA values of (0.85 and 0.95 nmol g⁻¹) were obtained from control x K₁ and control x K₂ applications.

Keywords: Broad Bean (*Vicia faba L.*), Rhizobacteria, Drought Stress

^{1,2} Mustafa ÇİRKA (Orcid ID: 0000-0001-6506-7407), ¹İğdır Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bahçe Bitkileri Bölümü, İğdır, Türkiye, ²Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Van, Türkiye

³Rüveyde TUNÇTÜRK (Orcid ID: 0000-0002-3759-8232), Haluk KULAZ (Orcid ID: 0000-0003-3044-5046), Murat TUNÇTÜRK (Orcid ID: 0000-0002-7995-0599), İshak BARAN (Orcid ID: 0000-0002-6299-8043), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Van, Türkiye

⁴Tamer ERYİĞİT (Orcid ID: 0000-0001-5069-8206), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Gevaş Meslek Yüksek Okulu, Bitkisel ve Hayvansal Üretim Bölümü, Van, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mustafa ÇİRKA, e-mail: m_cirka@hotmail.com

GİRİŞ

Ilıman iklim bitkisi olan bakla, börülce, fasulye ve bezelyeye nazaran soğuklara daha dayanıklıdır ve protein içeriği bakımından yeşil bakla %5 ile %7 aralığında değer içerirken, kuru bakla ise %20 ile %36 aralığında bir değere sahiptir (Vural ve ark., 2000). Dünyada 2.671.497 hektarlık alanda kuru bakla ekimi yapılmakta olup, bu alandan 5.669.185 ton ürün elde edilmektedir (FAO 2020). Bakla ülkemizde sebze ve kuru tane olarak değerlendirilmekte ve ayrıca gıda ve konserve sanayisinde kullanılmaktadır. İnsan beslenmesinde önemli bir yere sahip olan bakla yetiştiricilik masrafları en az olan kültür bitkilerinden birisidir. İlkbaharda erken ürün verdiği için ekim nöbetinde iyi bir ön bitkidir. Ayrıca azot fiksasyonu yüksek olan baklanın yeşil gübre olarak toprak verimliliğinin artırılmasında büyük önemi vardır (Özdemir, 2002).

İklim değişikliğine bağlı olarak meydana gelen önemli konulardan biri de kuraklıktır. Kuraklığı daha genel bir ifadeyle tanımlamak gerekirse, azalan yağışlar ve artan sıcaklık sonucu oluşan ve bir veya birden fazla mevsime yayılabilen iklim olayı olarak isimlendirebiliriz (Akbaş, 2014). Genellikle ilk etkileri tarım alanlarında ortaya çıkan kuraklık, daha sonralarında suya bağlı işletmeleri de etkileyebilmektedir (Kapluhan, 2013) Kurak şartlarda bitkilerde meydana gelen morfolojik değişikliklerde, yaprak alanının daralmasıyla tranprasyon miktarında düşüş ve köklerde ise gövdeye oranla daha fazla gelişme sağlanarak ortamdaki sudan gereği kadar yararlanma şeklinde görülür. Kurak şartlarda fotosentez hızı yavaşlar. Bunun nedeni fotosentez olayında rol alan bileşiklerin kök bölgesine yönlendirilmesidir. Böylece köklerde hızlı bir gelişme sağlanırken fotosentez hızında meydana gelen düşüş filizlerin gelişimini engeller (Öztürk ve ark., 1992). Kuraklığa maruz kalan bitkiler, hormon ve iyon mekanizmalarını devreye sokarlar. Hormon mekanizmasında kuraklık esnasında bitkilerin hücrelerinde artan absisik asit (ABA) ile birlikte stomaların kapanması sağlanırken iyon mekanizmasında ise stoma hücrelerine bağlı olan potasyum iyonu alınarak stomaların açılması sağlanır (Çırak ve Esendal, 2006). Stomaların kapanması karbondioksit alım oranı düşürür ve bunun neticesinde fotosentez olayı yavaşlar. Bitkilerin kuraklık stresine verdikleri tepkiler genel itibariyle genetik yapılarına bağlı olarak değişkenlik göstermektedirler (Chaves ve ark., 2002).

Toprakta bulunan mikroorganizmalarla bitkiler arasında simbiyotik bir bağın olduğu bilinen bir gerçektir. Arbuskular Mikorizal Funguslar (AMF) bu birlikteliğin bilinen en iyi örneklerindedir (Tüfenkçi ve ark., 2012). Abiyotik ve biyotik stres koşulları tarımsal üretimi kalite ve verim anlamında kayda değer oranlarda etkilemektedir. AMF ve PGPR birlikteliğiyle bitkinin stresten korunduğu ve böylelikle bitki gelişmesinin teşvik edildiği belirlenmiştir. Öte yandan bu birlikteliğin bitkiyi koruduğu gibi toprağın canlılığını da koruduğu ileri sürülmüştür (Nadeem ve ark., 2014). Bitki kök bölgesinde yaşayan bazı bakterilerin bitki gelişimini birçok açıdan etkilediği bilinmektedir. Bu faydaya dönük bakterileri (Kloepper ve ark., 1980), Plant Growth Promoting Rhizobacteria (PGPR) olarak isimlendirilmiş ve ayrıca bitkiye sağladığı birçok yarardan dolayı Probiyotik Rizobakteriler olarak ta bilinirler. Bitkiler açısından birçok öneme sahip olan bu bakteriler, özellikle fosforu ve ağır metalleri çözebilme, azotu bağlayabilme, su ve mineral alımını artırabilme, hormon üretebilme, bitkideki enzim aktivitesini artırabilme ve kök gelişimini destekleyebilme gibi birçok etki alanına sahip olmasından dolayı bitki gelişimini teşvik etme kabiliyetine sahiptirler (Djordjevic ve ark., 1987; Ferreira, M.C.B. ve ark., 1987). Azot içeriği bakımından çiftlik gübresine yakın olan algler, bitkisel üretimde alternatif kullanımlardan biridir. Ayrıca toprağın daha iyi havalanmasında ve toprak neminin muhafaza edilmesinde yardımcı olarak görev almaktadırlar (Aktar ve Cebe, 2010).

Bu çalışma, bakla (*Vicia faba* L.) bitkisinin alg ve rizobakteri uygulamaları neticesinde kuraklık stresi koşullarından nasıl etkilendiğini belirlemek amacıyla yapılmıştır.

MATERYAL ve METOT

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi Tarla Bitkileri Bölümü'nde tam kontrollü iklim kabininde 2020 yılında yürütülen bu çalışma, tesadüf parselleri deneme deseni'ne göre faktöriyel düzende 4 tekerrürlü olacak şekilde yapılmıştır. Çalışmada tohumluk materyali olarak Ege Tarımsal Araştırma Enstitüsü'nden temin edilen Filiz-99 bakla (*Vicia faba* L.) çeşidi kullanılmıştır. Çalışma, normal su (NS), 1/2 oranında (K₁) ve 3/4 oranında (K₂) azaltılmış su uygulamalarıyla birlikte bir kontrol grubu, *Azospirillum lipoferum* (1x10⁶ kob/ml) (B₁), *Bacillus megaterium* (1 x 10⁵ kob/ml) (B₂), rizobakterileri ile *Chlorella saccharophila* (2 x 10⁴ kob ml⁻¹) (A) mikroalg olmak üzere üç mikroorganizma kullanılmış ve çalışma 4x3x4=48 saksı ile kurulmuştur. Bakla tohumları %70 (v/v) etanol içerisinde 2 dakikalık süreyle muamele edildikten hemen sonra saf su ile 10 defa yıkanarak kimyasaldan arındırılmıştır (Çakmakçı ve ark., 2014). Bu şekilde arındırılan bakla tohumları, 10 ml lt⁻¹ dozunda hazırlanmış rizobakteri solüsyonuna (*Bacillus megaterium* ve *Azospirillum lipoferum*) ve %5 oranında hazırlanmış olan mavi yeşil alg (*Chlorella saccharophila*) solüsyonuna batırılmıştır. Bu işlem 81 rpm'de döner bir karıştırıcı ile 20 saat boyunca devam ettirilmiştir (Çakmakçı ve ark, 2014). Çalışma, 3 adet tohum ekilmek üzere toprak ve perlit (2:1) karışımından meydana gelen ve 2 lt'lik saksılarda kurulmuştur. Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi Toprak Bilimi ve Bitki Besleme laboratuvarında yapılan analizler neticesinde saksılarda kullanılan harcın (toprak + perlit) organik madde bakımından fakir, tuzsuz ve hafif alkali olduğu belirlenmiştir. Tohum ekimi yapıldıktan sonra harcın nem içeriğine bakılarak bitkilerde çıkış sağlanana kadar 50 cc can suyu verilmiş ve çıkışlar başladıktan sonra bu uygulamaya devam edilmemiştir. Saksılarda tarla kapasitesi nem içerikleri kuraklık muamelesi öncesinde yapılmıştır. Bu işlemden hemen sonra saksılar tartılmış ve sulama uygulamaları yapılarak tarla kapasitesine getirilmiştir (Çoşkan ve Şenyiğit, 2018; Karagöz ve ark., 2018). Bakla bitkisinde azot içeriği 4 kg da⁻¹ ve fosfor (P₂O₅) için 9 kg da⁻¹ olmak şartıyla besin çözültisi hazırlanmış ve hazırlanan bu çözültüler saksılara verilmiştir. Her saksıda tek bir bitki kalacak şekilde seyreltme yapıldıktan sonra kuraklık uygulamalarına başlanmıştır. Fidelerde çiçeklenme başlamadan önce (45. günde) hasat işlemi gerçekleştirilmiştir (Tunçtürk ve ark., 2021).

Yapraklarda klorofil oranı-içeriği Dualex scientific + (FORCE-A, Fransa) cihazı kullanılarak yaprak üzerinde tahribatsız ve gerçek zamanlı olacak şekilde ölçüm yapılmıştır. Yaprak alanı (YA) için Easy Leaf Area programı (Easlon ve Bloom, 2014), yaprak sıcaklığı (YS) için ise infrared termometre kullanılmıştır. Arora ve ark., (2002)'ye göre yaprak dokularında bağıl su içeriği, Premchandra ve ark. (1990) ve Sairam ve Saxena (2000)'a göre ise yaprak dokularında iyon sızıntısı miktarı ve yaprak dokularında membran dayanıklılık indeksi yapılmıştır.

Verilerin İstatistiksel Analizi

Çalışmada elde edilen veriler, Costat (sürüm 6.34) paket programı yardımıyla Tesadüf Parselleri Deneme Deseninde faktöriyel düzene göre varyans analizine tabi tutulmuş ve ortalamalar LSD çoklu karşılaştırma testine göre yapılmıştır (Düzgüneş ve ark. 1987).

BULGULAR ve TARTIŞMA

Klorofil Oranı (µg cm⁻²)

Çalışmada elde edilen klorofil oranı değerleri Çizelge 1'de verilmektedir. Buna göre, bakla bitkisinde klorofil oranı üzerine kuraklık stresinin etkisi önemli bulunmuş olup, en yüksek klorofil oranı değeri (44.45 ve 42.78 µg cm⁻²) ile K₁ ve K₂'den ve en düşük değer ise (36.82 µg cm⁻²) ile NS uygulamasından elde edilmiştir. Rizobakterilerin ve algın klorofil içeriği üzerindeki etkisinin önemsiz olduğu ve bu değerlerin 40.73 ve 42.14 µg cm⁻² aralığında değiştiği belirlenmiştir. Kuraklık stresi,

bakteri ve alg faktörlerine ait interaksiyon etkisinin önemli olmadığı ve klorofil içeriğinin ise 34.37-46.66 $\mu\text{g cm}^{-2}$ arasında olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 1). Kuraklık stresi altındaki bitkilerde fotosentetik sistemler oldukça hassas olduğundan öncelikle bu yapılarda zarar meydana gelmektedir. Bu durum klorofil oranının düşmesine neden olmaktadır (Huo ve ark., 2016). Bakteri gibi bazı mikroorganizmaların kök bölgesinde kolinize olarak abiyotik stres faktörlerine karşı bitkilere direnç sağlamanın yanı sıra besin kullanım etkinliğini arttırdığı bildirilmiştir (Inbar ve ark., 1994). Bunun sonucunda fotosentez aktivitesi artarak klorofil oranı gibi parametreleri olumlu yönde etkilediği belirtilmiştir (Harman ve ark., 2004). Benzer bir çalışmada yer fıstığında üç farklı su kısıtlaması (%40, %60 ve %80) uygulaması altında mavi ve yeşil alglerden oluşan solüsyon püskürtme yoluyla yapraklara uygulanması sonucunda klorofil değerleri, fotosentetik pigmentler, verim bileşenleri ve karbonhidrat içeriklerinde düzelmeler meydana gelmiştir. Bu durum fotosentezde etkili parametreler olan fotosentetik verimlilik, klorofil oranı ve klorofil floresans değerlerini arttırdığı görülmüştür (Saied ve ark., 2020).

Çizelge 1. Kuraklık stresi ve rizobakteri uygulamalarının baklada bazı fizyolojik ve biyokimyasal özellikleri üzerindeki etkisi

Uygulamalar	Kuraklık Stresi	Klorofil Oranı ($\mu\text{g cm}^{-2}$)	Yaprak Alanı (cm^2)	Yaprak Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	MDA ** (nmol g^{-1})	
Kontrol	NS	34.37	10.60	24.80	0.78 b-d	
	K ₁	46.66	8.89	25.42	0.85 a	
	K ₂	41.69	9.69	26.28	0.95 a	
	Ort.	40.90	9.73 AB	25.50	0.86 A	
Bakteriler *	B ₁	NS	37.07	9.41	25.32	0.67 c-f
		K ₁	45.30	7.35	25.33	0.58 ef
		K ₂	42.53	7.29	25.63	0.65 d-f
		Ort.	41.63	8.02 B	25.43	0.63 B
	B ₂	NS	38.18	10.89	24.81	0.53 f
		K ₁	43.14	10.44	25.38	0.68 c-e
		K ₂	40.87	6.67	26.10	0.79 bc
Ort.	40.73	9.33 AB	25.43	0.67 B		
Mavi yeşil alg**	A	NS	37.65	13.66	24.56	0.60 ef
		K ₁	42.72	8.77	25.63	0.79 bc
		K ₂	46.03	9.70	25.61	0.63 d-f
		Ort.	42.14	10.71 A	25.27	0.68 B
Kuraklık Stresi Ort.***	NS	36.82 B	11.14 A	24.87 B	0.65 B	
	K ₁	42.78 A	8.86 B	25.44 AB	0.73 A	
	K ₂	44.45 A	8.34 B	25.91 A	0.76 A	
LSD (%5) Bakteri ve Alg	Öd	2.281	Öd	0.057		
LSD (%5) Kuraklık Stresi	5.309	1.975	0.607	0.450		
LSD (%5) BA x KS	Öd	Öd	Öd	0.172		

* : Aynı sütunda aynı büyük ve kalın harf ile gösterilen ortalamalar arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

** : Aynı sütunda aynı küçük harf ile gösterilen ortalamalar arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

*** : Aynı sütunda aynı büyük ve italik harf ile gösterilen ortalamalar arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

Yaprak alanı (cm^2)

Yaprak alanı üzerine kuraklık stresi uygulamalarının etkisi önemli bulunmuştur. En yüksek yaprak alanı değeri (11.14 cm^2) ile NS uygulamasına ve en düşük değer ise ($8.34-8.86 \text{ cm}^2$) ile K₂ ve K₁ uygulamalarına ait olduğu tespit edilmiştir. Rizobakterilerin ve algın bakla bitkisinde yaprak alanı üzerinde etkisinin önemli olduğu saptanmış ve en yüksek yaprak alan değeri (10.71 cm^2) A uygulamasından, en düşük değer ise (8.02 cm^2) B₁ uygulamasından elde edilmiştir. Bakterilerin ve algın farklı kuraklık stresi koşullarında baklada yaprak alanı üzerindeki etkisinin önemli olmadığı,

yaprak alanın ise (6.67 cm²) ile (13.66 cm²) aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 1). Yıldırım ve ark., (2020) tarafından fasulyede kuraklığın bitki üzerindeki etkisine bakıldığı bir çalışmada, kurak şartlarda fasulyede en çok yaprak alanında azalmanın %60 kuraklık uygulamasında görüldüğünü bildirmişlerdir. Sulu ve kurak koşullarda bezelyede PGPR uygulamalarının etkilerini inceleyen Dodd ve ark., (2004), bakteri uygulamalarının yaprak alanı ve tranpirasyon üzerinde etkili olduğunu rapor etmişlerdir. Lahana bitkisinde PGPR'nin etkilerinin incelendiği bir diğer çalışmada %75, 50 ve 25 kısıtlı sulama şartlarında yapraklarda kıvrılma, sararma ve nekrotik yaralanmalara karşı bakteri uygulanan bitkilerde bu zararın azaldığı görülmüştür (Samancıoğlu ve ark., 2016).

Malondialdehit (MDA/ nmol g⁻¹)

Çizelge 1'de verilen değerlere göre, bakla bitkisinde MDA içeriği üzerinde alg ve PGPR izolatların etkisinin önemli olduğu belirlenmiştir. En yüksek MDA değeri (0.86 nmol g⁻¹) ile B₀ uygulamasından ve en düşük MDA değerleri ise (0.63 nmol g⁻¹) B₁, (0.67 nmol g⁻¹) B₂ ve (0.68 nmol g⁻¹) A uygulamalarından alınmıştır. Birçok araştırmacıya göre, kuraklık stresi neticesinde membran lipitlerinde cereyan eden oksidatif hasar sonucunda MDA oluşmaktadır (Abogadallah, 2011; Catola ve ark., 2016). Çalışmada kuraklık stresi uygulamalarının baklada MDA içeriği üzerindeki etkisinin önemli olduğu saptanmış ve en yüksek MDA değerleri (0.76 ve 0.73 nmol g⁻¹) olarak K₂ ve K₁ uygulamalarından, en düşük MDA değeri ise (0.65 nmol g⁻¹) NS uygulamasından alınmıştır. Gill ve Tuteja, (2010), mikroalgler ve bakteriler stres koşullarında bitkide MDA içeriğinin düşük seviyelerde kalmasına katkı sağladığını bildirmişlerdir. Ayrıca Çizelge 1'e bakıldığında bakterilerin ve algin farklı kuraklık stresi koşullarında baklada MDA içeriği üzerindeki etkisinin önemli olduğu saptanmış ve en yüksek MDA değerinin 0.95 nmol g⁻¹ ile kontrol x K₂ uygulamasından, en düşük MDA değerinin ise 0.60 nmol g⁻¹ ile A x NS uygulamasından elde edilmiştir. Fasulyede yapılan bir başka çalışmada, kuraklık stresinin ilerleyen dönemlerinde bitkinin yapraklarındaki MDA oranının arttığı belirlenmiştir (Kabay ve Şensoy, 2016). Soya fasulyesinde PGPR izolatlarının kuraklık üzerindeki etkisinde bakıldığı bir çalışmada Tunçtürk ve ark., (2021), en yüksek MDA değerini (1.9 nmol g⁻¹) ASU₂ uygulamasından ve en düşük MDA değerini ise NSU (1.7 nmol g⁻¹) uygulamasından elde ettiklerini bildirmişlerdir.

Yaprak Sıcaklığı (°C)

Çizelge 1'de görüldüğü gibi, kuraklık stresinin yaprak sıcaklığı üzerindeki etkisinin önemli olduğu saptanmış ve en yüksek sıcaklık değeri (24.87 °C) ile NS uygulamasından ve en düşük sıcaklık değeri ise (25.44 °C) ile K₁ uygulamasından elde edilmiştir. Rizobakterilerin ve algin baklada yaprak sıcaklığı üzerinde hiçbir etkisinin olmadığı ve bu değerlerinin de 25.27 °C ve 25.50 °C arasında değiştiği ve ayrıca bakterilerin ve algin farklı kuraklık stresi koşullarında baklada yaprak sıcaklığı üzerindeki etkisinin önemli olmadığı ve yaprak sıcaklığının 24.56 °C ile 26.28 °C arasında değiştiği belirlenmiştir. Stresin şiddetine bağlı olarak yaprak sıcaklığında artış meydana gelmiştir. Kuraklık gibi abiyotik stres şartlarında kanopi sıcaklığında artış meydana geldiği ve verim ile negatif bir korelasyona sahip olduğunu bildirmiştir (Blum, 2009). Buğdayda yürütülen bir çalışmada ortalama sıcak 19.5 °C, kuraklık stresi uygulamalarında 21.6 °C, kontrol uygulamalarında ise 17.2 °C ölçülmüş ve bu durumun verim ve kalite parametrelerini önemli ölçüde etkilemiştir (Öztürk ve Korkut, 2018). Kuraklık ile birlikte bitkilerin stomalarını kapatarak, su kullanım etkinliğinin arttığı bulunmuştur (Abayomi ve Abidove, 2009). Kuraklık stresi ile yaprak sıcaklığı arasında doğrusal bir ilişki olduğuna dair araştırıcı sonuçları bulgularımız ile benzerlik göstermektedir. Rizobakteri uygulamaları ile yaprak sıcaklığı değerleri 24.87-25-91 °C arasında değişiklik göstermektedir.

Yaprak dokularında membran dayanıklılık indeksi (YDMDİ, %)

Çalışmada, bakla bitkisinde YDMDİ değeri üzerine rizobakterileri, alg ve kuraklık stresi etmenlerine ait interaksiyonun önemli olmadığı belirlenmiştir. Yaprak dokularında membran dayanıklılık indeksi üzerinde rizobakteri ve algin %81.79-88.35, kuraklık stresi uygulamalarında %80.48-86.63, bakteri ve kuraklık stresi muamelelerinde ise %70.32-89.95 arasında bir değişim gösterdiği saptanmıştır (Çizelge 2). Bitkilerde su kısıtlamasından kaynaklı ciddi fiziksel ve kimyasal zarar meydana gelmektedir (Chaves ve ark., 2002). Bu şartlarda bitkilerin çok farklı mekanizmaları harekete geçirdiği bilinmektedir (Mullet ve Whitsitt, 1996). Su noksanlığından kaynaklı stres altındaki soya fasulyesinde hücre içerisindeki osmotik basınç ve membran dayanıklılık indeksini arttırarak zarar düzeyini minimum seviyede tutmaya çalıştıkları belirtilmiştir (Kijne, 2006). Rizobakteri uygulamalarına göre YDMDİ değerleri %78.0-79.6 arasında değişiklik göstermektedir. Bu konuda yürütülen benzer çalışmalarda su noksanlığından kaynaklı stres şartlarında membran dayanıklılığının artmasında elisitörler önemli bir yer tuttuğu belirtilmiştir (Zhang ve ark., 2019).

Çizelge 2. Kuraklık stresi ve rizobakteri uygulamalarının baklada bazı fizyolojik özellikleri üzerindeki etkisi

Uygulamalar	Kuraklık Stresi	YDİS (%)	YDMDİ (%)	YDBSİ (%)	
Kontrol	NS	13.46	86.54	60.30	
	K ₁	10.18	89.82	63.16	
	K ₂	11.31	88.69	63.85	
	Ort.	11.65	88.35	62.44	
Bakteriler*	B₁	NS	10.05	89.95	67.75
		K ₁	10.65	89.35	63.63
		K ₂	29.68	70.32	55.63
	Ort.	16.79	83.21	62.34	
	B₂	NS	15.08	84.92	61.75
		K ₁	16.80	83.20	63.58
K ₂		22.75	77.25	62.69	
Ort.	18.21	81.79	62.68		
Mavi Yeşil Alg**	A	NS	14.91	85.09	68.54
		K ₁	18.53	81.47	54.88
		K ₂	14.35	85.65	61.23
	Ort.	15.93	84.07	61.55	
Kuraklık Stresi Ort.	NS	13.37	86.63	64.58	
	K ₁	14.04	85.96	61.31	
	K ₂	19.52	80.48	60.85	
LSD (%5) Bakteri ve Alg		Öd	Öd	Öd	
LSD (%5) Kuraklık Stresi		Öd	Öd	Öd	
LSD (%5) BA x KS		Öd	Öd	Öd	

* : Aynı sütunda aynı büyük ve kalın harf ile gösterilen ortalamalar arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

** : Aynı sütunda aynı küçük harf ile gösterilen ortalamalar arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

*** : Aynı sütunda aynı büyük ve italik harf ile gösterilen ortalamalar arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

Yaprak dokularında bağıl su içeriği (YDBSİ, %)

Denemede, bakla bitkisinde yaprak dokularında bağıl su içeriği değeri üzerinde PGPR izolatlarının ve algin, kuraklık stresi uygulamalarına ait interaksiyonun önemli olmadığı tespit edilmiştir. Yaprak dokularında bağıl su içeriği üzerinde PGPR izolatları ve algin %81.79-88.35, kuraklık stresi uygulamalarının %80.48-86.63, bakteri, alg ve kuraklık stresi muamelelerinin ise %70.32-89.95 arasında bir değişim gösterdiği belirlenmiştir (Çizelge 2). Patates üzerinde yürütülen bir çalışmada kontrol grubu dâhil 4 farklı kuraklık stresinde bağıl su içeriğinin %57 ile %72 arasında değiştiği belirtilmiştir (Mullet ve Whitsitt, 1996). Bitkinin su ihtiyacı ile transpirasyon hızı arasındaki dengeyi gösterir (Aslam ve ark., 2020). Son yıllarda yürütülen çalışmalarda mikroalgler,

siyanobakteriler ve transgenik organizmalar kuraklık gibi stres şartları ile mücadelede önerilen yöntemler arasındadır (Patiwal ve ark., 2017). *Bacillus spp.* ait HX-2 bakteri suşu ile yapılan bir çalışmada bitkideki YDBSİ oranın kontrol gruplarına göre ortalama % 12.6 oranında arttığı bildirilmiştir (Li ve ark., 2019).

Yaprak dokularında iyon sızıntısı (YDİS, %)

Yapılan çalışmada, PGPR izolatların, algin ve kuraklık stresi etmenlerine ait interaksiyonun hiçbir etkisinin olmadığı ve yaprak dokularında iyon sızıntısı PGPR izolatlarında ve algde %11.65-18.21, kuraklık stresi uygulamalarında %13.37-19.52, bakteri, alg ve kuraklık stresi muamelelerinde ise %10.05-29.68 arasında değiştiği belirlenmiştir (Çizelge 2). Kuraklık, tuz ve sıcaklık stresi gibi çevresel faktörler altında bitkilerin hücre yapısında bütünlük ve geçirgenlik stabilizesinde bozulmalar meydana gelmektedir (Blokhina ve ark., 2003). Bu bozulma sonucunda dokulardaki zararın tespitinde hücre içine ve dışına iyon hareketlerinin miktarı önemli bir gösterge olarak kabul edilmektedir. Valentovic ve ark. (2006)'nın mısır ile çeşitli kuraklık seviyelerinde yürüttükleri çalışmada iyon sızıntısının kontrol gruplarına göre %11 ile %54 arasında daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Sreenivasulu ve ark (2000)'nin yürüttükleri bir çalışmada kuraklık stresi ile membran zararı arasında pozitif bir ilişki olduğu belirtilmiştir. Benzer çalışmalarda PGPR uygulamalarının membran bütünlüğünü artırarak kuraklık stresi altındaki bitkilerde elektrolit sızıntısını azalttığı tespit edilmiştir (Vardharajula ve ark., 2011). Ayrıca bakteri ve mikroalg uygulamalarının stres kaynaklı membran zararını da iyileştirdiği belirlenmiştir (Jodeh ve ark., 2015; Tiwari ve ark., 2016). Benzer çalışmada 5 adet petunya ve sardunya çeşidi ile bir çalışmada bakteri inokulasyonunun membran dayanıklılık indeksini %54 oranında artırdığı belirlenmiştir (Nordstedt ve Jones, 2000). Bu çalışmada elde edilen veriler sonuçlarımızla kısmen benzerlik göstermektedir.

SONUÇ

Yapılan bu çalışma ile birlikte, bitkilerde gerek gelişme ve gerekse büyüme üzerinde olumlu etkilere sahip olan mikroalg ve rizobakteri uygulamalarının bakla bitkisinde kuraklık stresine maruz kalma aşamasında nasıl bir etki ortaya koyacağı hususunda gerek fizyolojik olarak ve gerekse biyokimyasal olarak bitkide bazı parametrelere bakılmıştır.

Kuraklık stresi uygulamalarının, klorofil, yaprak alanı, yaprak sıcaklığı ve MDA üzerinde etkili olduğu görülmüştür. Uygulamada kullanılan mikroalgın *Chlorella saccharophila*, kuraklık stresine karşı yaprak alanı üzerinde etkisinin olduğu tespit edilmiştir. Böylelikle elde edilen sonuçlara göre, mikro algler ve bakteriler kıyaslandığında mavi yeşil algin kuraklık stresini azaltmada daha etkili olduğu söylenebilir. Ancak daha gerçekçi sonuçların ortaya çıkarılması için bu gibi çalışmaların tarla koşullarında yapılması daha doğru olacaktır. Yapılan bu çalışmanın, kuraklık stresi ve rizobakteri ile yapılacak çalışmalara kaynak olabileceğini ve bu gibi çalışmalara rehberlik edebileceği kanaatindeyiz.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından “FYD-2020-8967” kodlu proje ile desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

M Ç, R T ve M T çalışmanın kurgulanmasında, materyal ve yöntem kısmının hazırlanmasında; T E ve H K çalışmanın istatistiksel hesaplamalarında ve literatür araştırmasında; M Ç ve İ B çalışmanın

kurulması, yürütülmesi ve sonuçlandırılmasında; M Ç ve T E makalenin yazılması ve hazırlanmasında katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

KAYNAKLAR

- Abayomi YA, Abidoye TO, 2009. Evaluation of Cowpea Genotypes for Soil Moisture Stress Tolerance Under Screen House Conditions. African Journal of Plant Science, 3(10), 229-237.
- Abogadallah GM, 2011. Differential regulation of photorespiratory gene expression by moderate and severe salt and drought stress in relation to oxidative stress. Plant Science, 180(3), 540-547.
- Akbaş A, 2014. Türkiye üzerindeki önemli kurak yıllar. Coğrafi Bilimler Dergisi, 12 (2), 101-118. DOI: 10.1501/Cogbil_0000000155.
- Aktar S, Cebe GE, 2010. Algerin Genel Özellikleri, Kullanım Alanları ve Eczacılıktaki Önemi. Ankara Ecz. Fak. Derg. J. Fac. Pharm. 39 (3):237-264.
- Aslam MU, Raza MAS, Saleem MF, Waqas M, Iqbal R, Ahmad S, Haider I, 2020. Improving Strategic Growth Stage-Based Drought Tolerance in Quinoa by Rhizobacterial Inoculation. Community Soil Science Plant Anal., 51(5):1-16.
- Arora A, Sairam RK, Srivastava GC, 2002. Oxidative Stress and Antioxidative Systems in Plants. Curr. Sci. 82: 1227-1238.
- Blokhina O, Virolainen E, Fagerstedt KV, 2003. Antioxidants, Oxidative Damage and Oxygen Deprivation Stress Annual Botany. 91: 179-194.
- Blum A, 2009. Effective Use of Water (EUW) and Not Water-Use Efficiency (WUE) is the Target of Crop Yield Improvement Under Drought Stress. Field Crops Res. 112(2-3): 119-123.
- Catola S, Marino G, Emiliani G, Hüseyinovi T, Musayev M, Akparov Z, Maserati BE, 2016. Physiological and Metabolomic Analysis of *Punica granatum* (L.) Under Drought Stress. Planta. 243: 441–449.
- Chaves MM, Pereira JS, Maroco J, Rodrigues ML, Ricardo, CPP, Osorio ML, Carvalho L, Faria T, Pinheiro C, 2002. How Plants Cope with Water Stress in the Field. Photosynthesis and Growth. Annals of Bot. 89: 970-916.
- Çakmakçı R, Turan R, Güllüce M, Şahin F, 2014. Rhizobacteria for Reduced Fertilizer Inputs in Wheat (*Triticum aestivum* spp. *vulgare*) and Barley (*Hordeum vulgare* L.) on Aridisols in Turkey. International Journal of Plant Production 8 (2):163-181.
- Çırak C, Esenal E, 2006. Soyada Kuraklık Stresi. Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi, 21(2), 231-237.
- Çoşkan A, Şenyiğit U, 2018. Farklı sulama Suyu Düzeyi ve Vermikompost Dozlarının Marul Bitkisinin Mikro Element Alımına Etkileri. 1. Uluslararası Tarımsal Yapılar ve Sulama Kongresi Özel Sayısı:348-356
- Djordjevic MA, Gabriel DW, Rolfe BG, 1987. Rhizobium the Refined Parasite of Legumes. Annual review of phytopathology, 25(1), 145-168.
- Dodd IC, Belimov AA, Sobeih WY, Safronova VI, Grierson D, Davies WJ, 2004. Will modifying plant ethylene status improve plant productivity in water-limited environments. In Proceedings of the 4th international crop science congress, Brisbane, Australia (Vol. 26).
- Düzgüneş O, Kesici T, Kavuncu O, Gürbüz F, 1987. Research and experimental methods. Statistical Methods-II. Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları. 1:1021-1295.
- Easlon HM, Bloom AJ, 2014. Easy Leaf Area: Automated digital image analysis for rapid and accurate measurement of leaf area. Applications in plant sciences, 2(7), 1400033.
- FAO, 2020. <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL/visualize>. Erişim tarihi; 17.03.2022.

- Ferreira MCB, Fernandes MS, Döbereiner J, 1987. Role of Azospirillum Brasilense Nitrate Reductase in Nitrate Assimilation by Wheat Plants. *Biology and fertility of soils*, 4(1), 47-53.
- Gill SS, Tuteja N, 2010. Reactive Oxygen Species and Antioxidant Machinery in Abiotic Stress Tolerance in Crop Plants. *Plant Physiol. Biochem.*48:909-930.
- Harman GE, Howell CR, Votterbo A, Chet I, Lordto M, 2004. Trichoderma Species: Opportunistic, a Virulent Plant Symbionts. *Nat Rev Microbiol.* 2: 43-56.
- Heath, R.L., Packer, L, 1968. Photoperoxidation in isolate chloroplast.i. Kinetics and Stoichmetryof Fatty Acid Peroxidation. *Arch. Biochem. Biophys.* 125: 189-198.
- Huo Y, Wang M, Wei Y, Xia Z, 2016. Overexpression of the Maize Psba Gene Enhances Drought Tolerance Through Regulating Antioxidant System, Photosynthetic Capability, and Stress Defense Gene Expression in Tobacco. *Frontiers in plant science*, 6, 1223.
- Inbar J, AbramSuy M, Cohen D, Chet I, 1994. Plant Growth Enhancement and Disease Control by *Trichoderma harzianum* in Vegetable Seedlings Grown Under Commercial Conditions. *Eur. J. Plant Pathol.* 100: 337-346.
- Kabay T, Şenso, S, 2016. Kuraklık Stresinin Bazı Fasulye Genotiplerinde Oluşturduğu Enzim, Klorofil ve İyon Değişimleri. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 26(3), 380-395.
- Kadioğlu S, 2011. Fosforlu Gübre ve Bakteri Uygulamalarının Farklı Yem Bezelyesi Çeşitlerinin Tarımsal ve Morfolojik Özelliklerine Etkileri (Doctoral dissertation, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü (Basılmamış), Erzurum).
- Kapluhan E, 2013. Türkiye’de Kuraklık ve Kuraklığın Tarıma Etkisi. *Marmara Coğrafya Dergisi*, 0 (27), 487-510. Retrieved from <https://dergipark.org.tr/en/pub/marucog/issue/474/3913>
- Karagöz H, Çakmakçi R, Hosseinpour A, Kodaz,S, 2018. Alleviation of Water Stress and Promotion of the Growth of Sugar Beet (*Beta vulgaris* L.) Plants by Multi-Traits Rhizobacteria. *Applied Ecology and Environmental Res.* 16(5):6801-6813.
- Kijne JW, 2006. Abiotic Stress and Water Scarcity: Identifying and Resolving Conflicts From Plant Level To Global Level. *Field Crops Res.* 97: 3–18.
- Kloepper JW, Schroth MN, Miller TD, 1980. Effects of Rhizosphere Colonization by Plant Growth-Promoting Rhizobacteria on Potato Plant Development and Yield. *Phytopathology*, 70(11), 1078-1082.
- Li H, Zhao Y, Jiang X, 2019. Seed Soaking with Bacillus sp. Strain HX-2 Alleviates Negative Effects of Drought Stress on Maize Seedlings. *Chilian Journal Agriculture Res.* 79:3.
- Jodeh S, Alkowni R, Hamed R, Samhan S, 2015. The Study of Electrolyte Leakage from Barley (*Hordeum vulgare* L.) and Pearlmillet Using Plant Growth Promotion (PGPR) and Reverse Osmosis. *J. Food Nutr. Res.* 3: 422–429. doi: 10.12691/jfnr-3-7-3.
- Mullet JE, Whitsitt MS,1996. Plant Cellular Responses to Water Deficit. *Plant Growth Regul.* 20: 119-124.
- Nadeem SM, Ahmad M, Zahir ZA, Javaid A, Ashraf M, 2014. The Role of Mycorrhizae and Plant Growth Promoting Rhizobacteria (PGPR) in Improving Crop Productivity under Stressful Environments. *Biotechnology advances*, 32(2), 429-448.
- Nordstedt NP, Jones ML, 2020. Isolation of Rhizosphere Bacteria That Improve Quality and Water Stress Tolerance in Greenhouse Ornamentals. *Front. Plant Sci.* 11:826. doi: 10.3389/fpls.2020.00826.
- Özdemir S, 2002. *Yemeklik Baklagiller*. Hasat Yayıncılık Ltd. Şti., İstanbul.
- Öztürk MA, Seçmen Ö, 1992. *Bitki Ekolojisi*. Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, 141.

- Öztürk İ, Korkut KZ, 2018. Kuraklığın Buğdayın Kök Ağırlığına Etkisi ve Kökün Bazı Fizyolojik Parametrelerle İlişkisi. Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi 2018, 27 (1): 14–24.
- Patiwal C, Mitra M, Bhayani K, SV, VB, 2017. Abiotic Stresses as Tools for Metabolites in Microalgae. Bioresource Tech. 244: 1216–1226.
- Premchandra GS, Saneoka A, Ogato S, 1990. Cell Membrane Stability and Indicator of Drought Tolerance, as Affected by Applied Nitrogen in Soybean. Journal of Agriculture Sci. 115: 63- 66.
- Samancıoğlu A, Yildirim E, Şahin Ü, 2016. Bitki Gelişimini Teşvik Eden Rizobakteri Uygulamalarının Farklı Sulama Seviyelerinde Yetiştirilen Lahanada Fide Gelişimi, Bazı Fizyolojik ve Biyokimyasal Özelliklerin Etkisi. KSÜ Doğa Bilimleri Dergisi. 19(3):332-338.
- Saied El-Sayed, Amany Abd El-Mohsen Ramadan and Farid Hellal, 2020. Drought Stress Mitigation by Application of Algae Extract on Peanut Grown under Sandy Soil Conditions. Asian Journal of Plant Sciences, 19: 230-239.
- Sairam RK, Saxena, D.C, 2000. Oxidative Stress and antioksidants in Wheat Genotypes: Possible Mechanism of Water Stres Tolerance. J. Agron. 13-18:223 p.
- Sreenivasulu N, Grimm B, Wobus U, Weschke W, 2000. Differential Response of Antioxidant Compounds to Salinity Stress in Salt-Tolerant and Saltsensitive Seedlings of Foxtail Millet (*Setaria italica*). Physiol. Plant. 109: 435-442.
- Tiwari S, Lata C, Chauhan PS, Nautiyal CS, 2016. *Pseudomonas putida* attunes morphophysiological, Biochemical and Molecular Responses in *Cicer arietinum* L. During Drought Stress And Recovery. Plant Physiol. Biochem. 99, 108–117. doi: 10.1016/j.plaphy.2015.11.001.
- Tunçtürk R, Tunçtürk M, Oral E, 2021. Kuraklık Stresi Koşullarında Yetiştirilen Soya Fasulyesinin (*Glycine max* L.) Bazı Fizyolojik Özellikleri Üzerine Rizobacterium (PGPR) Uygulamalarının Etkisi. ÇOMÜ Ziraat Fakültesi Dergisi, 9 (2), 359-368. DOI: 10.33202/comuagri.881226.
- Tüfenkçi Ş, Demir S, Şensoy S, Ünsal H, Durak ED, Erdin C, Ekincialp A, 2012. The effects of Arbuscular Mycorrhizal Fungi on the Seedling Growth of Four Hybrid Cucumber (*Cucumis sativus* L.) Cultivars. Turkish Journal of Agriculture and Forestry, 36(3), 317-327.
- Valentovic P, Luxova M, Kolarovic I, Gasparikova O, 2006. Effect of Osmotic Stress on Compatible Solutes Content, Membrane Stability and Water Relations in Two Maize Cultivars. Plant Soil Environ. 52(4): 186-191.
- Vardharajul, S, Ali SZ, Grover M, Reddy G, Bandi V, 2011. Drought-Tolerant Plant Growth Promoting *Bacillus* spp.: Effect on Growth, Osmolytes, and Antioxidant Status of Maize Under Drought Stress. J. Plant Interact. 6, 1–14. doi: 10.1080/17429145.2010.535178.
- Vural H, Eşiyok D, Duman İ, 2000. Kültür Sebzeleri (Sebze Yetiştirme). Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Bahçe Bitkileri Bölümü, s. 440, Bornova, İzmir.
- Yıldırım E, Çaşka KS, Ekinci M, Kul R, 2020. Kuraklık Stresinin Fasulyede Bitki Gelişimi, Bazı Fizyolojik ve Biyokimyasal Özellikler Üzerine Etkisi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi, 36 (2), 264-273.
- Zhang W, Xie Z, Zhang X, LanGD, Zhang X, 2019. Growth-promoting bacteria Alleviates Drought Stress of g. Uralensis Through İmproving Photosynthesis Characteristics and Water Status. Journal of Plant Interactions. 14 (1):580-589.

To Cite: Erdel E, 2022. Soil Enzyme Activities Affecting by Different Tillage Systems and Cover Crops Following Corn Cultivation. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1134-1142.

Soil Enzyme Activities Affecting by Different Tillage Systems and Cover Crops Following Corn Cultivation

Erhan ERDEL^{1*}

ABSTRACT: Cover crops and minimum tillage or zero- tillage practices are the soil conservation management practices. These practices improve or sustain soil properties especially soil organic matter. In the study, we investigated the effects of cover crops and tillage practices on soil urease, alkaline phosphatase and catalase activities at different soil depths following corn. The corn was planted in May, and the cover crops (common vetch, fodder beet, mix of common vetch and fodder beet) were planted in late summer under minimum and conventional tillage. Soil samples were collected at 0-10, 10-20 and 20-30 cm soil depths in 2018. With respect to results of the study, cover crops affected all the enzyme activities while tillage systems affected urease and catalase activities in soil. The highest urease (9.91 and 7.48 $\mu\text{g g N soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$), alkaline phosphatase (99.29 and 84.61 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$) and catalase (58.73 and 64.82 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$) activities were in common vetch plots in minimum and conventional tilled plots and all the enzyme activities were decreased with increasing soil depth. The results suggest that cover crops and minimum tillage practices increase soil enzyme activities.

Keywords: Tillage, urease activity, phosphatase activity, catalase activity, cover crops, corn

¹Erhan ERDEL ([Orcid ID: 0000-0002-8011-9452](https://orcid.org/0000-0002-8011-9452)), İğdır University, Faculty of Agriculture, Department of Soil Science and Plant Nutrition, İğdır, Turkey

*Corresponding Author: Erhan ERDEL, erhanerdel@gmail.com

INTRODUCTION

Soil is the key element of plant production. As a result of excessive and unconscious practices in areas which intensive agriculture is made, soil degradation has occurred, it also causes reductions in crop fertility and productivity. For these reasons, new practices have been developed under the name of soil conservation management practices to maintain the sustainability of soils.

Soil conservation management practices have many positive impacts on soil properties. Such as; increasing soil organic matter, increasing transpiration and infiltration so that decreasing runoff and water erosion, increase soil nutrients (Lal, 2015; Pareja-Sánchez et al., 2017). However, it has positive effects as well as some negative effects. Due to intense machinery traffic, it has been observed that soil compaction and penetration resistance increased as a result of long-term no-till or reduced till (Nunes et al., 2015). In addition, water flows in soils are also negatively affected as a result of compaction. Some researchers have suggested deep tillage to eliminate these negative effects (Stavi et al., 2011).

Cover crops and minimum tillage practices are some of the soil conservation management practices. Cover crops remaining on the land during the winter affect soil properties by covering the soil surface, reducing evaporation and preserving soil moisture, reducing surface flow, reducing nutrient loss, and thus ensuring aggregate stability and organic matter accumulation in soils (Locke et al., 2015; Mitchell et al., 2017). On the other hand, in minimum tillage, however, by decreasing the tillage frequency, the decomposition of organic matter in the soil decreases and the stability of aggregates increases. So, it has been determined that these applications have many positive impacts (increase of soil organic matter, aggregate stability and nutrient content) on soils (Fourie et al., 2007). Besides, legume-based cover crops effects of soil carbon and soil nitrogen and availability of carbon substrates largely controls microbial growth and activity in soil (Elfstrand et al., 2007).

Soil enzymes are essential for soil health and also play an important role in the decomposition of organic matter and in the cycling of nutrients. Soil enzymes, as a result of soil microbial activity affects by the applications on soils. Since they are very sensitive to agricultural practices, they can be used as an index for microbial activity and productivity in soil (Benitez et al., 2000). Some researchers have determined that cover crops and minimum tillage practices increase enzyme activities in soils (Balota et al., 2014; Mbuthia et al., 2015). Although the effects of tillage systems and cover crops on soil properties are well studied, the effects of different types of cover crops on soil properties are different. In addition, this difference varies according to regional characteristics (climatic and topographic conditions). So, in this study, I investigated how cover crops and minimum tillage practices influenced soil catalase, urease and alkaline phosphatase activity at different depths (0-10, 10-20, 20-30 cm) following corn cultivation.

MATERIALS AND METHODS

Study Site

The study was conducted in the research area of Iğdır University Agricultural Research and Application Center.

The region has a microclimate feature and the elevation of the plain is 850 m. It is hot in summers and mild in winters, the highest rainfall falls in May and the lowest in August. In the plain, the annual average rainfall is 254.2 mm and the evaporation is 1094.9 mm, the coldest month is January and the warmest is July (data of Turkish State Meteorological Service, 2). Some physical and chemical soil properties have shown in Table 1.

Table 1. Some physical and chemical soil properties

Tillage practices	Cover crops	Soil properties				
		SOM, %	AS,%	P, kg da ⁻¹	EC, μ mhos cm ⁻¹	pH
Minimum tillage	Control	1.42±0.03	19±0.59	4.79±0.20	427±3.51	8.51±0.02
	Common vetch	1.74±0.01	24±1.40	5.57±0.38	398±2.64	8.43±0.02
	Common vetch-Fodder beet	1.61±0.02	23±0.89	5.36±0.07	389±10.01	8.47±0.05
	Fodder beet	1.50±0.02	22±0.51	5.32±0.08	342±2.00	8.46±0.04
Conventional tillage	Control	1.41±0.04	18±0.43	4.26±0.05	430±8.00	8.54±0.03
	Common vetch	1.68±0.01	23±1.53	4.56±0.23	361±16.50	8.44±0.03
	Common vetch-Fodder beet	1.55±0.02	21±0.63	4.30±0.07	365±8.08	8.43±0.01
	Fodder beet	1.46±0.02	20±1.05	4.34±0.11	371±3.00	8.49±0.06

*SOM: soil organic matter; AS: aggregate stability; P: plant available phosphorus; EC: electrical conductivity; pH: soil pH.

Experimental Design

The research contains of cultivation of corn (hybrid silage) and cover crops in conventional tillage (moldboard plow with the depth of 30 cm, spring tine harrow) and minimum-tillage (no tillage before planting) and the cultivation of cover crops after corn harvesting. Vetch (*Vicia sativa* L.), fodder beet (*Beta vulgaris* var. rapacea), vetch and fodder beet mixtures were used as cover crops.

The experimental design was randomized blocks and it included of 24 parcels: two different tillage methods, three different cover crops applications with no cover crops (control, C) and three replications (2 x 4 x 3). The size of each experiment plot was taken 6 x 4 m.

In may 2016, corn was planted at 7500 seeds da⁻¹ rate under conventional tillage and minimum tillage. After corn harvesting, cover crops were sowed under conventional tillage and minimum tillage (common vetch 12 kg da⁻¹ seeds rate, fodder beet 4 kg da⁻¹ seeds rate). Cover crops were left on the land surface until the corn sowing period. The same procedures were replicated in 2017 and 2018.

Soil Sampling and Analysis

For soil physical and chemical analysis, disturbed soil samples were collected after corn planted in 2018 for determining the soil properties of the research area from the depth of 0-30 cm. For enzyme analysis; disturbed soil samples were collected from the depth of 0-10 cm, 10-20 cm and 20-30 cm after corn planted in 2018. The samples were brought to the laboratory and sieved through a 2 mm sieve and then stored at 4 °C at the refrigerator for enzyme analyses.

Organic matter, aggregate stability, soil pH, plant available phosphorus and electrical conductivity were determined in disturbed soil samples. Soil organic matter, aggregate stability, plant available phosphorus, electrical conductivity and pH were determined according to Walkley and Black (1934), Kemper and Rosenau (1986), Olsen et al. (1954), Rhoades (1983) and McLean (1982), respectively.

Soil urease, alkaline phosphatase and catalase activity were tested by Hoffmann and Teicher (1961), Hofmann and Hoffmann (1966) and Beck (1971), respectively.

Statistical Analysis

The data were analyzed using the statistical software program SPSS (SPSS Inc., USA). For comparison of means to each group were tested by using ANOVA (Analysis of variance) tests. The differences between each group were detected for statistical significance ($p < 0.05$) and the differences between specified groups were determined by Duncan multiple comparison test ($p < 0.05$).

RESULTS AND DISCUSSION

The activities of soil urease, alkaline phosphatase and catalase were significantly ($P < 0.05$) influenced by cover crops and sampling depths in the region soils following corn cultivation. However, tillage systems significantly ($P < 0.05$) affected soil urease and catalase activities. The two-way interactions: tillage x cover crops were significantly affected soil urease and phosphatase activities; tillage x sampling depths were significantly affected soil phosphatase and catalase activities; cover crops

x sampling depths were significantly affected soil urease and catalase activities. The three-way interaction was found to be statistically insignificant ($P < 0.05$).

Urease Activity

Findings showed that tillage systems significantly ($P < 0.05$) affected soil urease activity. The average of soil urease activity in the minimum tilled plots was $6.23 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ and $4.86 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ on the conventional tilled plots (Table 2). This means that soil urease activity was greater under minimum tilled plots than conventional tilled plots. The differences between tillage systems may be caused by higher organic matter content under minimum tilled plots (Table 1) and some other researchers (Zhao et al., 2014; Zhang et al., 2016) reported that organic matter increases soil enzyme activity. Similarly with previous research, our findings demonstrated that conservation tillage increased soil enzyme activities (Pandey et al., 2014; Nivellet et al., 2016; Vazquez et al., 2017).

Table 2. Cover crops and tillage systems effect on soil urease activity ($\mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$) at different depths

Tillage Practices	Depths, cm	Cover Crops				Means of Depths	Means of tillage systems
		Control	Common vetch	Common vetch-Fodder beet	Fodder beet		
Minimum Tillage	0-10	4.90±0.97	9.91±0.51A	8.91±0.14A	6.50±0.78A	7.55±2.13A	6.23±1.88A
	10-20	4.50±0.82	7.75±0.58B	7.13±0.51B	5.88±0.66AB	6.32±1.41B	
	20-30	4.14±0.57	5.11±0.86C	5.32±0.70C	4.67±0.52B	4.81±0.74C	
Means of Cover Crops		4.51±0.77c	7.59±2.16aA	7.12±1.61aA	5.68±0.98b		
Conventional Tillage	0-10	4.68±0.59A	7.48±0.27A	6.60±0.12A	6.04±0.40A	6.20±1.11A	4.86±1.28B
	10-20	3.44±0.50B	5.19±0.10B	4.90±0.93B	4.53±0.37B	4.52±0.84B	
	20-30	3.55±0.48B	3.92±0.30C	3.94±0.05B	4.08±0.57B	3.87±0.40C	
Means of Cover Crops		3.89±0.75c	5.53±1.57aB	5.15±1.25abB	4.88±0.97b		
Overall Means of Cover crops		4.20±0.80c	6.56±2.11a	6.13±1.73ab	5.28±1.03b		5.54±1.74

* – differences between means of treatments were tested by using Duncan multiple comparison test at $p < 0.05$ significance level.

Soil sampling depths significantly ($P < 0.05$) affected urease activity. The activities were $7.55 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$, $6.32 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ and $4.81 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ at 0-10 cm, 10-20 cm and 20-30 cm soil depths in minimum tilled plots. In conventional tilled plots, the activities were $6.20 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$, $4.52 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ and $3.87 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ at 0-10 cm, 10-20 cm and 20-30 cm soil depths, respectively. Soil urease activity decreased with increasing soil depths (Green et al., 2007).

Urease activity in cover crops was significantly ($P < 0.05$) greater than control plots. At 0-10 cm soil depth, urease activities were $9.91 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$, $8.91 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$, $6.50 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ and $4.90 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ in common vetch, common vetch-fodder beet, fodder beet and control under minimum tilled plots, respectively. Urease activity was also higher in cover crops ($7.48 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$, $6.60 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$, $6.04 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$; common vetch, common vetch-fodder beet, fodder beet, respectively) than control ($4.68 \mu\text{g g N soil}^{-1} \text{h}^{-1}$) plots under conventional tillage.

Findings showed that at 0-10 cm and 10-20 cm soil depth, the highest urease activities were in common vetch plots under both minimum and conventional tilled plots. The increases in common vetch plots may be caused by turning over soil nutrients (soil C, soil N, etc.) to the soil and increasing soil organic matter (Marschner et al., 2015). In conclusion, we determined that cover crops increased soil enzyme activity (Nautiyal et al., 2010; Nivellet et al., 2016).

Alkaline Phosphatase Activity

Statistical analyses suggested that tillage systems affected soil phosphatase activity statistically insignificant ($P < 0.05$), however the values of phosphatase activities were higher in minimum tilled than conventional tilled plots. The mean values of phosphatase activity in minimum tilled plots were $67.14 \mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ and $663.89 \mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{h}^{-1}$ in the conventional tilled plots (Table 3). It is clear of that minimum tillage increased soil enzyme activity (Deng and Tabatabai, 1997; Wang et al., 2011). The changes in soil enzyme activities may be caused by higher rates of soil plant

available phosphorus in minimum tilled plots (Table 1). Prior research reported that higher concentrations of total P and plant available P were in no-tilled than conventional tilled soils (Saavedra et al., 2007; Qin et al., 2010). In addition, the higher values of phosphatase activities were in minimum tilled plots could be because minimum tillage with a cover of plant residues can provide more substrate available for phosphatases and therefore support phosphatase activities.

Table 3. Effects of cover crops and tillage systems on alkaline phosphatase activity ($\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$) at different depths

Tillage Practices	Depths, cm	Cover Crops				Means of Depths	Means of tillage systems
		Control	Common vetch	Common vetch-Fodder beet	Fodder beet		
Minimum Tillage	0-10	64.49±9.59A	99.29±2.63A	89.90±6.64A	75.07±5.53A	82.19±15.06A	67.14±17.20
	10-20	58.98±5.34A	78.99±6.26B	73.13±4.71B	65.71±1.01B	69.20±8.87B	
	20-30	42.56±4.23B	57.78±2.68C	56.95±1.30C	42.79±2.37C	50.02±8.05C	
Means of Cover Crops		55.34±11.50d	78.69±18.34a	73.33±14.85b	61.19±14.70c		
Conventional Tillage	0-10	64.61±1.87A	84.61±7.28A	71.66±6.34A	67.32±2.17A	72.05±9.09A	63.89±10.75
	10-20	61.11±8.29A	72.53±4.05B	67.41±0.25A	65.36±4.84A	66.60±6.18B	
	20-30	44.49±3.35B	59.10±1.28C	53.14±3.25B	55.37±3.44B	53.02±6.15C	
Means of Cover Crops		56.74±10.36c	72.08±11.82a	64.07±9.13b	62.68±6.38b		
Overall Means of Cover Crops		56.04±10.64c	75.38±15.35a	68.70±12.87ab	61.94±11.02bc		65.51±14.33

* – differences between means of treatments were tested by using Duncan multiple comparison test at $p < 0.05$ significance level.

The phosphatase activities were significantly different with respect to soil depths. The activities were 82.19 and 72.05 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ at 0-10 cm depth, 69.20 and 66.60 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ at 10-20 cm depth, 50.02 and 53.02 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ at 20-30 cm depth in minimum tillage and conventional tillage, respectively. The results showed that phosphatase activity decreased with soil depth (Shi et al., 2013; Cai et al., 2018) and the decrease may be associated with a decrease in organic carbon content (Deng and Tabatai, 1997).

Statistical analyses revealed that cover crops affected soil phosphatase activity statistically significant ($P < 0.05$). Phosphatase activity was 99.29 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$, 89.90 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ and 75.07 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ in cover crops (common vetch, common vetch-fodder beet, fodder beet, respectively) and 64.49 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ in control at 0-10 cm depth under minimum tilled plots. And it was 84.61 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$, 71.66 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ and 67.32 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ in cover crops (common vetch, common vetch-fodder beet, fodder beet, respectively) and 64.61 $\mu\text{g g p-nitrophenol soil}^{-1} \text{ h}^{-1}$ in control at 0-10 cm depth under conventional tilled plots. It is obvious according to findings that cover crops increased activity of phosphatase in soil (Fernandez et al., 2016; Zhao et al., 2016). This may be caused by increasing soil phosphorus, soil organic matter and turning over crop residues with cover crops (Nielsen et al., 2014; Wei et al., 2014).

Catalase Activity

Catalase activity was significantly ($P < 0.05$) affected by tillage systems. The average values of catalase activity in the minimum tilled plots were 28.32 and 41.83 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$ in conventional tilled plots (Table 4). It was clear that catalase activity was higher in conventional tillage than minimum tillage. Rodriguez-Kabana, Truelove (1982) reported that increasing aerobic microbial activity with tillage practices increases catalase activity in soil. Similar to our findings, previous investigations (Luo et al., 2011; Meng et al., 2016) reported that catalase activity was higher in conventional tillage than conservation tillage practices.

It was found to be statistically significant ($P < 0.05$) with respect to sampling depths in both tillage systems. In minimum tilled plots, the activity was 41.36, 27.56 and 16.04 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$ at 0-10, 10-20 and 20-30 cm soil depths, respectively. Besides, it was 54.22, 46.56 and 24.72 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$ in conventional tilled plots at 0-10, 10-20 and 20-30 cm soil depths, respectively (Table 4). Our

findings suggested that catalase activity decreased with increasing soil depths (Ulrich et al., 2010; Cai et al., 2018).

Table 4. Effects of cover crops and tillage systems on catalase activity ($\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$) at different depths

Tillage Practices	Depths, cm	Cover Crops				Means of Depths	Means of tillage systems
		Control	Common vetch	Common vetch-Fodder beet	Fodder beet		
Minimum Tillage	0-10	24.90±5.20A	58.73±0.97A	47.42±2.22A	34.37±5.30A	41.36±13.80A	28.32±14.02B
	10-20	16.95±1.09B	35.15±6.80B	31.29±4.78B	26.85±3.88A	27.56±8.11B	
	20-30	15.31±3.76B	18.39±4.93C	18.87±3.61C	11.57±0.47B	16.04±4.32C	
Means of Cover Crops		19.05±5.51d	37.43±18.05a	32.53±12.80b	24.26±10.58c		
Conventional Tillage	0-10	46.55±3.26A	64.82±9.99A	56.01±4.24A	49.49±7.09A	54.22±9.28A	41.83±14.70A
	10-20	43.01±1.70A	52.45±8.91A	46.42±7.62A	44.37±10.25A	46.56±7.67B	
	20-30	24.09±3.51B	24.45±7.87B	27.30±0.82B	23.02±9.04B	24.72±5.59C	
Means of Cover Crops		37.88±10.76b	47.24±19.52a	43.24±13.39ab	39.96±14.39b		
Overall Means of Cover Crops		28.47±12.75c	42.33±18.92a	37.88±13.85ab	31.61±14.40bc		35.07±15.80

* – differences between means of treatments were tested by using Duncan multiple comparison test at $p < 0.05$ significance level.

Statistical analyses suggested that cover crops affected significantly ($P < 0.05$) catalase activity. At 0-10 cm soil depth, catalase activity was higher in cover crops (58.78, 47.42 and 34.37 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$; common vetch, common vetch-fodder beet and fodder beet, respectively) than control (24.90 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$) in minimum tilled plots. In conventional tilled plots, significantly higher values of catalase activity were found in cover crops (64.82, 56.01 and 49.49 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$; common vetch, common vetch-fodder beet and fodder beet, respectively) than control (46.55 $\text{ml O}_2 \text{ 3 min}^{-1} \text{ g soil}^{-1}$) plots at 0-10 cm soil depth. The findings of this research showed that cover crops increased catalase activity and the increase may be caused by an increase in organic matter via cover crops (Zhao et al., 2014; Zhang et al., 2016). These results are in agreement with those obtained by Navas et al. (2011), Zhao et al. (2016), who concluded that cover crops increased soil catalase activity.

CONCLUSION

In the study, I investigated the effects of cover crops and tillage treatments on soil urease, alkaline phosphatase and catalase activities. As a result of the experiment, I detected that cover crops effected all enzymes but tillage treatments effected soil urease and catalase activities following corn. The higher rates of soil urease, phosphatase activities were determined in minimum till practices, while the higher rates of soil catalase activities were in conventional till. The greater values of soil enzyme activities were found in cover crops than control under all tillage treatments. In cover crops, the higher rates of enzyme activities were observed in common vetch under both minimum and conventional tilled plots. It is clear that growing a legume cover crop like vetch, soil enzyme activities are increased. Furthermore, the vetch cover crop improves soil properties such as (soil organic matter, aggregate stability, soil available phosphorus) and fixes nitrogen to the soil with root nodules. Consequently, the use of common vetch as a cover crop is important tool for improving soil properties.

Conflict of Interest

The article authors declare that there is no conflict of interest between them.

Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article.

REFERENCES

Balota EL, Calegari A, Nakatani AS, Coyne MS, 2014. Benefits of winter cover crops and no-tillage for microbial parameters in a Brazilian Oxisol: A long-term study. *Agriculture, Ecosystems and Environment* 197: 31–40.

- Beck TH, 1971. Die messung der katalaseaktivitaet von Böden. Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde 130.1: 68-81(in german).
- Benitez E, Melgar R, Sainz H, Gomez M, Nogales R, 2000. Enzyme activities in the rhizosphere of pepper (*Capsicum annum*, L.) grown with olive cake mulches. *Soil Biology and Biochemistry*, 32(13), 1829-1835.
- Cai X, Lin Z, Penttinen P, Li Y, Li Y, Luo Y, Yue T, Jiang P, Fu W, 2018. Effects of conversion from a natural evergreen broadleaf forest to a Moso bamboo plantation on the soil nutrient pools, microbial biomass and enzyme activities in a subtropical area. *Forest Ecology and Management* 422: 161–171.
- Deng SP, Tabatabai MA, 1997. Effect of tillage and residue management on enzyme activities in soils. 3. Phosphatases and arylsulfatase. *Biology and Fertility of Soils* 24: 141–146.
- Elfstrand S, Båth B, Mårtensson A, 2007. Influence of various forms of green manure amendment on soil microbial community composition, enzyme activity and nutrient levels in leek. *Applied Soil Ecology* 36: 70–82.
- Fernandez AL, Sheaffer CC, Wyse DL, Staley C, Gould TJ, Sadowsky MJ, 2016. Associations between soil bacterial community structure and nutrient cycling functions in long-term organic farm soils following cover crop and organic fertilizer amendment. *Science of The Total Environment* 566-567: 949-959. doi: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.05.073>
- Fourie JC, Agenbag GA, Louw PJE, 2007. Cover crop management in a sauvignon blanc/ramsey vineyard in the semi-arid Olifants River Valley, South Africa. 3. Effect of different cover crops and cover crop management practices on the organic matter and macro-nutrient contents of a sandy soil. *South African Journal of Enology and Viticulture* 28 (2): 92-100.
- Green VS, Stott DE, Cruz JC, Curi N, 2007. Tillage impacts on soil biological activity and aggreration in a Brazilian Cerrado Oxisol. *Soil & Tillage Research* 92: 114–121.
- Hoffmann GG, Teicher K, 1961. Ein kolorimetrisches verfahren zur bestimmung der urease aktivitat in böden. *Z. Pflanzenernahr.Düng. Bodenkunde* 91(140): 55 – 63 (in german).
- Hofmann ED, Hoffmann GG, 1966. Die bestimmug der biologischen tatigheit in böden mit enzymethoden. Reprinted from *Advances in Enzymology and Related Subject of Biochemistry*, 28: 365-390 (in german).
- Kemper WD, Rosenau RC, 1986. Aggregate stability and size distribution. methods of soil analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods (2nd ed.). *Agronomy* 9: 425-442, 1188. doi:10.2136/sssabookser5.1.2ed.c17
- Lal R, 2015. Restoring soil quality to mitigate soil degradation. *Sustainability* 7(5): 5875-5895.
- Locke MA, Krutz LJ, Steinriede Jr RW, Testa III S, 2015. Conservation management improves runoff water quality: Implications for environmental sustainability in a glyphosate-resistant cotton production system. *Soil Science Society of America Journal*, 79(2), 660-671. doi:10.2136/sssaj2014.09.0389
- Luo Y, Wang Z, Gao M, Wei C, 2011. Effects of conservation tillage on organic carbon, nitrogen and enzyme activities in a hydragric anthrosol of Chongqing, China. *Energy Procedia* 5: 30–36.
- Mbuthia LW, Acosta-Martínez V, DeBruyn J, Schaeffer S, Tyler D, Odoi E, Mpheshea M, Walker F, Eash N, 2015. Long term tillage, cover crop, and fertilization effects on microbial community structure, activity: Implications for soil quality. *Soil Biology and Biochemistry* 89: 24-34. doi:10.1016/j.soilbio.2015.06.016
- Mclean EO, 1982. Soil ph and lime requirement. Methods of soil analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties (2nd ed.). *Agronomy* 9: 199-224.

- Meng Q, Li D, Zhang J, Zhou L, Ma X, Wang H, Wang G, 2016. Soil properties and corn (*Zea mays* L.) production under manure application combined with deep tillage management in solonchic soils of Songnen Plain, Northeast China. *Journal of Integrative Agriculture* 15(4), 879–890.
- Mitchell JP, Shrestha A, Mathesius K, Scow KM, Southard RJ, Haney RL, ..., Horwath WR, 2017. Cover cropping and no-tillage improve soil health in an arid irrigated cropping system in California's San Joaquin Valley, USA. *Soil and Tillage Research*, 165, 325-335. 10.1016/j.still.2016.09.001
- Nautiyal CS, Chauhan PS, Bhatia CR, 2010. Changes in soil physico-chemical properties and microbial functional diversity due to 14 years of conversion of grassland to organic agriculture in semi-arid agroecosystem. *Soil & Tillage Research* 109: 55–60.
- Navas M, Benito M, Rodríguez I, Masaguer A, 2011, Effect of five forage legume covers on soil quality at the Eastern plains of Venezuela. *Applied Soil Ecology* 49: 242– 249.
- Neilsen G, Forge T, Angers D, Neilsen D, Hogue E, 2014. Suitable orchard floor management strategies in organic apple orchards that augment soil organic matter and maintain tree performance. *Plant and Soil* 378: 325-335.
- Nivelle E, Verzeaux J, Habbib H, Kuzyakov Y, Decocq G, Roger D, Lacoux J, Duclercq J, Spicher F, Nava-Saucedo J E, Catterou M, Dubois F, Tetu F, 2016. Functional response of soil microbial communities to tillage, cover crops and nitrogen fertilization. *Applied Soil Ecology* 108: 147–155.
- Nunes MR, Denardin JE, Pauletto EA, Faganello A, Pinto LFS, 2015. Mitigation of clayey soil compaction managed under no-tillage. *Soil and Tillage Research* 148: 119-126.
- Olsen SR, Cole CV, Watanabe FS, Dean LA, 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. *US Department of Agriculture* 939.
- Pandey D, Agrawal M, Bohra JS, 2014. Effects of conventional tillage and no tillage permutations on extracellular soil enzyme activities and microbial biomass under rice cultivation. *Soil & Tillage Research* 136: 51–60.
- Pareja-Sánchez E, Plaza-Bonilla D, Ramos M C, Lampurlanés J, Álvaro-Fuentes J, Cantero-Martínez C, 2017. Long-term no-till as a means to maintain soil surface structure in an agroecosystem transformed into irrigation. *Soil and Tillage Research* 174: 221-230.
- Qin S, Hu C, He X, Dong W, Cui J, Wang, Y, 2010. Soil organic carbon, nutrients and relevant enzyme activities in particle-size fractions under conservational versus traditional agricultural management. *Applied Soil Ecology* 45: 152–159.
- Rhoades JD, 1983. Soluble salts. *Methods of Soil Analysis: Part 2 Chemical and Microbiological Properties* 9: 167-179.
- Rodriguez-Kabana R, Truelove B, 1982. Effects of crop rotation and fertilization on catalase activity in a soil of the southeastern United States. *Plant and Soil* 69: 97–104.
- Saavedra C, Velasco J, Pajuelo P, Perea F, Delgado A, 2007. Effects of tillage on phosphorus release potential in a Spanish vertisol. *Soil Science Society of America J.* 71: 56–63.
- Shi Y, Lalonde R, Hamel C, Ziadi N, Gagnon B, Hu Z, 2013. Seasonal variation of microbial biomass, activity, and community structure in soil under different tillage and phosphorus management practices. *Biol Fertil Soils* 49: 803–818.
- Stavi I, Lal R, Owens LB, 2011. On-farm effects of no-till versus occasional tillage on soil quality and crop yields in eastern Ohio. *Agronomy for sustainable development* 31(3): 475-482.
- Ulrich S, Tischer S, Hofmann B, Christen O, 2010. Biological soil properties in a long-term tillage trial in Germany. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 173: 483–489. doi: 10.1002/jpln.200700316

- Vazquez E, Teutscherova N, Almorox J, Navas M, Espejo R, Benito M, 2017. Seasonal variation of microbial activity as affected by tillage practice and sugar beet foam amendment under Mediterranean climate. *Applied Soil Ecology* 117: 70–80.
- Walkley A, Black LA, 1934. An examination of the degtjareff method for determining soil organic matter, and a proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Science* 37 (1): 29–38. doi: <https://doi.org/10.1097/00010694-193401000-00003>.
- Wang JB, Chen ZH, Chen LJ, Zhu AN, Wu ZJ, 2011. Surface soil phosphorus and phosphatase activities affected by tillage and crop residue input amounts. *Plant Soil and Environment* 57 (6): 251–257.
- Wei K, Chen Z, Zhu A, Zhang J, Chen L, 2014. Application of ³¹P NMR spectroscopy in determining phosphatase activities and P composition in soil aggregates influenced by tillage and residue management practices. *Soil and Tillage Research* 138: 35-43.
- Zhang T, Zhang J, Wang T, Tian X, Ge H, Ma Y, Wang K, 2016. Effects of organic matter on *Leymus-chinensis* germination, growth, and urease activity and available nitrogen in coastal saline soil. *Toxicological & Environmental Chemistry* 98(5-6): 623-629.
- Zhao J, Meng Q, Zhou L, Sun Y, Ma X, 2014. Effect on soil enzyme activity and nutrient content in meadow alkali soil at long-term application of organic manure. *Soil and Fertilizer in China* 2: 23-26.
- Zhao J, Ni T, Li J, Lu Q, Fang Z, Huang Q, Zhang R, Li R, Shen B, Shen O, 2016. Effects of organic–inorganic compound fertilizer with reduced chemical fertilizer application on crop yields, soil biological activity and bacterial community structure in a rice–wheat cropping system. *Applied Soil Ecology* 99: 1–12.

Atf İçin: Kurt Ö, Kamalak A, Kurt AN, 2022. Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin Nispi Yem Değerleri, *In Vitro* Gaz Üretimi, Organik Madde Sindirim Derecesi ve Metabolik Enerji İçeriklerinin Belirlenmesi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1143-1153.

To Cite: Kurt O, Kamalak A, Kurt AN, 2022. Determination of Relative Feed Value, *In Vitro* Gas Production, Organic Matter Digestibility and Metabolic Energy Content of Some Legume Forages. Journal of the Institute of Science Technology, 12(2): 1143-1153.

Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin Nispi Yem Değerleri, *In Vitro* Gaz Üretimi, Organik Madde Sindirim Derecesi ve Metabolik Enerji İçeriklerinin Belirlenmesi

Özer KURT^{1*}, Adem KAMALAK², Ayşe Nida KURT³

ÖZET: Bu çalışma 21 farklı baklagil yem bitkisinin kimyasal kompozisyonlarının, nispi yem değerlerinin (NYD), *in-vitro* gaz üretimi (IVGÜ) ile metabolik enerji (ME) ve organik madde sindirim derecelerinin (OMSD) belirlenmesi amacıyla yürütülmüştür. İncelenen türlerin ham protein (HP) oranları %12.75-24.96, ADF oranları %23.63-39.53, NDF oranları %36.29-49.16, nispi yem değerleri (NYD) 109.96-179.20, toplam gaz üretimleri (TG) 38.81-50.89 ml, metabolik enerjileri (ME) 8.52-10.45 MJ kg⁻¹ KM, organik madde sindirim dereceleri (OMSD) %56.10-68.54 aralığında bulunmuştur. Macar fiği (*Vicia pannonica* Crantz.) ve koca fiğ (*Vicia narbonensis* L.) HP oranı bakımından öne çıkarken (sırasıyla %24.96 ve %24.72), ADF oranı bakımından koca fiğ (%23.63) ve fiçi yoncası (*Medicago truncatula* Gaertn.) (%23.64), NDF oranı bakımından sırasıyla anadolu üçgülü (*Trifolium resupinatum* L.) (%36.29), alaca taç otu (*Coronilla varia* L.) (%36.49) ve ak üçgül (*Trifolium repens* L.) (%36.72) öne çıkmıştır. NYD en yüksek anadolu üçgülü (179.20), en düşük tarla üçgülünde (*Trifolium arvense* L.) (109.96) tespit edilmiştir. TG üretimi bakımından en yüksek değerlere fiçi yoncası (50.89 ml) ve ak üçgül (50.52 ml), en düşük değerlere alaca taç otu (38.81 ml), tarla üçgülü (40.27ml) ve sarı çiçekli gazal boynuzu (*Lotus corniculatus* L.) (40.64 ml) sahip olmuştur. En yüksek ME değeri koca fiğde (10.45 MJ kg⁻¹ KM), en düşük tarla üçgülünde (8.52 MJ kg⁻¹ KM), en yüksek OMSD koca fiğ (%68.54), fiçi yoncası (%68.02) ve ak üçgülde (%67.96), en düşük tarla üçgülü (%56.10) ve alaca taç otunda (%56.62) belirlenmiştir. Sonuç olarak ak üçgül, fiçi yoncası ve Anadolu üçgülü TG, ME, OMSD ve NYD içeriği bakımından diğer baklagil yem bitkilerine göre önemli derecede üstün bulunmuştur (P<0.05).

Anahtar Kelimeler: Baklagil kaba yemler, *in vitro* gaz üretimi, kimyasal kompozisyon

Determination of Relative Feed Value, *In Vitro* Gas Production, Organic Matter Digestibility and Metabolic Energy Content of Some Legume Forages

ABSTRACT: This study was carried out to determine chemical composition, relative feed values (RFV), *in vitro* gas production (IVGP), metabolisable energy (ME), organic matter digestibility (OMD) of 21 different legume forages. Species examined, crude protein (CP) ration of legume forages was 12.75-24.96%, ADF 23.63-39.53%, NDF 36.29-68.54%, RFV 109.96-179.20, IVGP 38.81-50.89 ml, ME 8.52-10.45 MJ kg⁻¹ DM, OMD 56.10-68.54% was in range. *Vicia pannonica* Crantz. and *Vicia narbonensis* L. stand out in terms of CP ratio (24.96%), while *Vicia narbonensis* L. and *Medicago truncatula* Gaertn. stand out in terms of ADF. In terms of NDF ratio, *Trifolium resupinatum* L. (36.29%), *Coronilla varia* L. (36.49%) and *Trifolium repens* L. (36.72%) stand out, respectively. In terms of RFV, *Trifolium resupinatum* L. (179.20) had the highest value and the lowest in *Trifolium arvense* L. (109.96). In terms of total gas was highest value was detected in *Medicago truncatula* Gaertn. (50.89 ml) and *Trifolium repens* L. (50.52 ml) the lowest TG was detected in *Coronilla varia* L. (38.81 ml), *Trifolium arvense* L. (40.27 ml) and *Lotus corniculatus* L. (40.64 ml). The highest and the lowest ME were determined by *Vicia narbonensis* L. (10.45 MJ kg⁻¹ DM) and *Trifolium arvense* L. (8.52 MJ kg⁻¹ DM), the highest OMD degrees were determined by *Vicia narbonensis* L. (68.54%), *Medicago truncatula* Gaertn. (68.02%) and *Trifolium repens* L. (67.96%) lowest OMD degrees *Trifolium arvense* L. (56.10%) and *Coronilla varia* L. (56.62%) respectively. In conclusion, it has been determined that the TG production, ME, OMD and RFV content of *Trifolium repens* L., *Trifolium resupinatum* L. and *Medicago truncatula* Gaertn. were significantly higher.

Keywords: Legume forages, *in-vitro* gas production, chemical composition

¹Özer KURT (Orcid ID: 0000-0002-6325-6201), Muş Alparslan Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Fakültesi, Hayvansal Üretim ve Teknolojileri Bölümü, Muş, Türkiye

²Adem KAMALAK (Orcid ID: 0000-0003-0967-4821), Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Zootekni Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

³Ayşe Nida KURT (Orcid ID: 0000-0001-7752-5663), Muş Alparslan Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Fakültesi, Bitkisel Üretim ve Teknolojileri Bölümü, Muş, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Özer KURT, e-mail: o.kurt@alparslan.edu.tr

Bu makale yer alan hayvan deneyleri için "Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Hayvan Deneyleri Yerel Etik Kurulu'nun Tarih: 29.01.2021 Toplantı, Sayı No: 2021/01 kararı ile Etik Kurul Onayı almıştır.

GİRİŞ

Çayır-meralar ve yem bitkileri ülkemizin en önemli kaliteli kaba yem kaynaklarıdır. Yıllardır süregelen amenajman ilkelerine uygun olmayan kullanımları nedeniyle verimliliklerini kaybetmiş olmakla birlikte, mevcutta tarımı yapılan yem bitkisi türleri de oldukça yetersiz kalmaktadır. Muş ili başta olmak üzere bölgede hayvancılığın daha verimli ve karlı bir şekilde yapılabilmesi; yem bitkilerinin üretim deseninde daha fazla yer alması ve yöre ekolojik koşullarına uyum sağlayan yeni yem bitkisi tür ve çeşitlerinin geliştirilmesine bağlı bulunmaktadır. Farklı iklim özelliklerine sahip ülkemizde pek çok yem bitkisinin başarılı bir şekilde yetiştirilebileceği bildirilmekte (Avcıoğlu, ve ark., 2000) olup, Muş ili çayır-meraları bölge ekolojik koşullarına adapte olmuş bir çok yem bitkisi türünü barındırmaktadır. Böylelikle yörenin ekolojik şartlarında doğal olarak var olan yem bitkilerinin kalite özelliklerini belirlemek, yeni yem bitkisi çeşitlerinin geliştirilmesine olanak sağlayacak, yem bitkilerinin üretim alanlarının arttırılmasıyla birlikte çayır meraların otlatma baskısını azaltarak hayvancılığın gelişmesine katkıda bulunacaktır.

Baklagil kaba yemleri ruminant ve diğer hayvanların beslenmesinde kullanılan önemli kaba yem kaynaklarından. Bahsi geçen yemlerin protein, mineral ve vitamin içeriği yönünden diğer kaba yemlere göre daha zengin olduğu bilinen bir gerçektir (Karabulut ve ark., 2007). Nitekim hayvanların tükettiği proteinin %38'i, lipitlerin %16'sı ve karbonhidratların %5'inin baklagil yem bitkilerinden sağlandığı bildirilmektedir (Açıkgöz, 2001). Bununla birlikte köklerinde simbiyotik yaşayan *Rhizobium* bakterileri tarafından atmosferdeki azotu toprağa bağlayarak, toprağı azot bakımından zenginleştirmesi gibi üstün özelliklere de sahiptir (Başbağ ve ark., 2015).

Hayvan beslemede kullanılan yemlerin kaliteleri; fiziksel, biyolojik ve kimyasal değerleri ölçülerek belirlenir. Yemin sindirilebilirliği, tüketimi, hayvansal ürüne dönüşmesi, hayvanların beslenme davranışları yemin kalitesinden etkilenmektedir (Van Soest, 1994). Nispi yem değeri, yemlerin alımında, enerji değerini tahmin etmede kısacası yemlerin kalitelerini belirlemede kullanılan bir kavramdır (Szyszkowska ve Sowinski, 2001). Nispi yem değeri tam çiçeklenme dönemindeki yoncanın ADF (%41) ve NDF (%53) içeriklerinden faydalanılarak hesaplanan ve diğer yemler için de kullanılan 100 değerini esas almaktadır. Bu indeksin altındaki yemler düşük kalitede olup, değerini üzerine çıkıldıkça yem kalitesi artmaktadır. Bu sınıflandırmaya göre, nispi yem değeri (NYD) 150'nin üzerinde ise en iyi kalite, 125-150 ise 1. kalite, 103-124 ise 2. kalite, 87-102 ise 3. kalite, 75-86 ise 4. kalite ve 75'in altında ise 5. kalite olarak nitelendirilmektedir (Szyszkowska ve Sowinski 2001; Barchiesi-Ferrari ve ark., 2011).

Yemler arasında görülen farklılıklar belirlenirken, yemlerin kimyasal kompozisyonları, enerji değerleri ve sindirilebilir besin maddesi miktarının da belirlenmesi önemli olmaktadır. Yemlerin besleme değerini belirleyen enerji ve sindirilebilir besin maddelerinin saptanması, genellikle *in vivo* yöntemlerle yapılmaktadır. Ancak söz konusu yöntemler uzun zaman gerektiren pahalı yöntemler oldukları için araştırmacılar *in vitro* çalışmalara yönelmişlerdir. Burdan hareketle yemlerin *in vitro*, parçalanma hızı, miktarı, metabolik enerji ve organik madde sindirim derecesini *in vitro* gaz üretim tekniğini kullanarak belirlemişlerdir (Menke ve ark., 1979). Yemlerin fermantasyonu neticesinde açığa çıkan gazların (CH₄, CO₂, vb.) ölçümü şeklinde tanımlanan gaz üretim tekniği ile üretilen gaz miktarından yararlanarak yeme ait birçok parametre hesabı da yapılabilmektedir (Blümmel ve Ørskov 1993; Khazaal ve ark., 1993). Baklagil yem bitkisi türlerinin besleme değerleri genetik özellikleri ile birlikte ekolojik faktörlerden de etkilenmektedir (Açıkgöz, 2001). Hayvan beslemede oldukça önem taşıyan baklagil kaba yemlerinin yetiştiriciliği yapılanlar dışında kalite ve besleme değerlerini detaylı şekilde ortaya koyan bilimsel çalışmalar oldukça kısıtlı sayıdadır. Bu itibarla çalışmada Muş ilindeki

bazı baklagil kaba yemlerinin yem değerlerinin kimyasal analizler ve *in vitro* gaz üretim tekniği ile belirlenmesi amaçlanmıştır.

MATERYAL VE METOT

Çalışma materyalini adi fiğ (*Vicia sativa* L.), alaca taç otu (*Coronilla varia* L.), macar fiğ (*Vicia pannonica* Crantz.), ak üçgül (*Trifolium repens* L.), yonca (*Medicago sativa* L.), anadolu üçgülü (*Trifolium resupinatum* L.), şerbetçi otu yoncası (*Medicago lupulina* L.), korunga (*Onobrychis sativa* L.), ak taş yoncası (*Melilotus alba* Desr.), nohut mürdümüğü (*Lathyrus cicera* L.), mor üçgül (*Trifolium purpureum* Lois.), çayır mürdümüğü (*Lathyrus pratensis* L.), koca fiğ (*Vicia narbonensis* L.), fiçı yoncası (*Medicago truncatula* Gaertn.), yem bezelyesi (*Pisum sativum* L.), sarı çiçekli gazal boynuzu (*Lotus corniculatus* L.), iri kır üçgülü (*Trifolium campestre* Schreb.), sarı taş yoncası (*Melilotus officinalis* L.), çayır üçgülü (*Trifolium pratense* L.), tüylü fiğ (*Vicia villosa* Roth.), tarla üçgülü (*Trifolium arvense* L.) olmak üzere 21 farklı baklagil yem bitkisi oluşturmuştur. Çalışmaya materyal olan baklagil yem bitkilerine ait örnekler, Muş ilinden, 2020 yılı mayıs ayında bitkilerin gelişme durumları takip edilerek çiçeklenme dönemlerinde hasat edilmiştir. Hasat bitki kompozisyonunu temsil edecek şekilde her bir bitki için 10 farklı yerden yapılmıştır (Canbolat ve Karaman, 2009). Yemler laboratuvara getirilerek kurutma fırınında 65 °C 24 saat bekletilerek kurutulup ardından kimyasal analizlerde kullanılacak şekilde 1mm elekli yem değirmeninde öğütülmüştür. Yakma fırınında 525 °C de 8 saat yakılarak kül içerikleri belirlenmiştir. Yemlerin azot (N) içerikleri Kheldal metoduyla (AOAC, 1990), ham protein ise N x 6.25 çarpımıyla hesaplanmıştır. Yemlerin doğal çözücülerde çözünmeyen lif (NDF), asit çözücülerde çözünmeyen lif (ADF) ve yağ içerikleri AOAC (1990) tarafından bildirilen yöntemlere göre belirlenmiştir. Yemlerin NYD'lerinin belirlenmesinde aşağıda yer alan eşitliklerden faydalanılmıştır (Van Dyke ve Anderson, 2000). %KMS değerinin belirlenmesinde ADF değerlerinden yararlanılarak, %KMT değeri ise NDF değerinden yararlanılarak hesaplanmıştır.

$$\% \text{ KMS} = 88.9 - (0.779 \times \% \text{ ADF}) \quad (1)$$

$$\% \text{ KMT} = 120 / \text{NDF} \quad (2)$$

% KMT ve % KMS oranları belirlendikten sonra NYD'leri aşağıda yer alan formül ile hesap edilmiştir.

$$\text{NYD} = \% \text{ KMS} \times \% \text{ KMT} \times 0.775 \quad (3)$$

Hayvan Materyali

Bu çalışmanın etik kurul onayı, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Hayvan Deneyleri Yerel Etik Kurulu'ndan 29.01.2021 tarih ve 2021/01 sayılı toplantı ile karar alınmıştır.

Gaz üretimi için rumen sıvılarından faydalanılan 2 yaşlı, 3 adet ivesi cinsi koçlar 15 günden az olmamak koşuluyla 400 gr arpa 600 gr kuru yonca ile kaba/kesif yem oranı %60/40 olacak şekilde beslenmişlerdir. Hayvanlara içme suyu ad-libitum olacak şekilde, yemleme ise sabah 08:00 ve akşam 16:00'da olmak üzere günde iki öğün yapılmıştır. Alınan rumen sıvısı homejen olacak şekilde karıştırılmıştır. Yem numuneleri (0.200 g), 30 ml çözelti ile (10 ml rumen sıvısı + 20 ml yapay tükürük) 100 ml'lik cam şırıngalar içerisinde 39 °C'de dört tekerrürlü olarak inkubasyona tabi tutulmuş ve gaz ölçümleri 24. saate yapılmıştır (Menke ve Steingass, 1988). Denemedeki körlerden elde edilen gaz değerleri ölçümlerden çıkarmak suretiyle yem numunelerinden elde edilen toplam net gazlar tespit edilmiştir. Yemlerdeki metabolik enerji (ME) ve organik madde sindirim dereceleri (OMSD) aşağıda belirtilen eşitlikler yardımıyla hesaplanmıştır (Menke ve ark., 1979).

$$\text{ME (MJ kg}^{-1} \text{ KM)} = 2.20 + (0.136\text{GÜ}) + (0.057\text{HP}) + (0.002859\text{HY}*\text{HY}) \quad (4)$$

$$\text{OMSD (\%)} = 14.88 + (0.8893\text{GÜ}) + (0.448\text{HP}) + (0.651\text{HK}) \quad (5)$$

OMSD: Organik Madde Sindirim Derecesi (%)

GÜ: 24 saat üretilen Gaz miktarı (ml); HP: Yem örneklerindeki ham protein ($g\ kg^{-1}\ KM$); HY: Yem örneklerdeki ham yağ ($g\ kg^{-1}\ KM$); HK: Yem örneklerindeki ham kül içeriği ($g\ kg^{-1}\ KM$).

İstatistiksel Analizler

Araştırma sonucunda elde edilen veriler varyans analizine tabi tutulmuş, ortalamalar arasında mevcut olan farklar ise Duncan çoklu karşılaştırma testi ile karşılaştırılmıştır (Duncan, 1955; Statistica, 1993).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Yemlerin Kimyasal Bileşimi

Araştırma materyali olan bazı baklagil yem bitkilerinin kimyasal bileşimleri Çizelge 1 de verilmiş olup, yem bitkisi türleri arasında kimyasal bileşimleri bakımından önemli farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0.05$).

Rumen mikrobiyal faaliyetlerinin düzenli şekilde gerçekleştirilebilmesi için ruminant rasyonlarında kuru maddede %13 HP içermesi ($9\ mg\ NH_3/100ml$) gerektiği söylenmektedir (Aksoy ve ark.,2000; Norton, 2012). Çalışmada değerlendirilen yem bitkilerinin en önemli besin maddesi olan ham protein (HP) içerikleri %12.75-24.96 arasında değişmekte olup en yüksek macar fiğ (%24.96) ve aynı istatistiki grupta yer alan koca fiğde (%24.72), en düşük tarla üçgülünde (%12.75) belirlenmiştir. HP oranlarının belirlendiği benzer araştırmalara baktığımızda, Albayrak ve Ekiz (2005), korungada ortalama HP oranını %16.07, Kamalak (2005), yoncada HP oranını %18.37, Yavuz (2005), yoncada HP oranını %22.1, Başaran ve ark. (2006), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %12.15-20.66, Turgut ve ark. (2006), macar fiğe ait HP oranını %24.1, Karabulut ve ark. (2007), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %11.71-18.60, Canbolat ve Karaman (2009) bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %14.89-19.11, Kiraz (2011), ak üçgülde HP oranını %15.08, Başbağ ve ark. (2011), bazı fiğ türlerine ait HP oranını %16.25-25.06, Başbağ ve ark. (2012), nohut mürdümünde %21.35, Çaçan ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %16.30-28.09, Başbağ ve ark. (2011) ak üçgül, mor üçgül ve anadolu üçgülünün HP oranını sırasıyla %19.41, %13.05, %21.26, Gürsoy ve Macit (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %16.13, %22.85, Gürsoy ve Macit (2017), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %14.95-20.61, Özkan ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %11.10-15.21, Uslu ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ait HP oranını %13.61-21.51, Tan ve ark. (2019), şerbetçi otu yoncası ve alaca taç otunda HP oranını sırasıyla %16.23, %15.36, Gülümser ve ark. (2020), aktaş yoncalarının ortalama HP oranını %16.26, Kaya (2021), macar fiği ve adi fiğe ait HP oranını sırasıyla %22.4 ve 17.5 olarak tespit etmişlerdir.

Çalışmada değerlendirilen yem bitkilerinin ham kül (HK) içerikleri %5.41-11.71 aralığında yer almıştır. En düşük HK korungada (%5.41,) en yüksek sarı çiçekli gazal boynuzunda (%11.71) tespit edilmiştir. HK değerlerine ilişkin benzer araştırmaların bulgularına bakıldığında Kamalak (2005) yoncaya ait HK içeriğini %10.73, Başaran ve ark. (2006), bazı baklagil yem bitkilerine ait HK içeriklerini %8.13-14.97, Özyiğit ve Bilgen (2006), adi fiğ, anadolu üçgülü ve korungaya ait ortalama HK içeriklerini %9.47, 9.36, 9.25, Karabulut ve ark. (2007), bazı baklagil yem bitkilerine ait HK içeriklerini %6.5-10.2, Canbolat ve Karaman (2009), bazı baklagil yem bitkilerine ait HK içeriklerini %5.75-8.08, Gürsoy ve Macit (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait HK içeriklerini %3.85-8.96, Gürsoy ve Macit (2017), bazı baklagil yem bitkilerine ait HK içeriklerini %3.85-8.96, Uslu ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ait HK içeriklerini %5.99-11.37, Ertekin ve ark. (2020), macar fiği ve adi fiğe ait HK içeriğini sırasıyla %11.58 ve 10.68 olarak tespit etmişlerdir.

Sindirim oranı çok düşük olan ADF'nin, rasyonlarda düşük oranda olması istenmektedir (Van Soest, 1994). Rasyonlarda ADF düzeyinin artması, hayvanlarda tokluk hissine neden olarak hayvanların yem tüketimini sınırlamaktadır (Van Soest, 1994; Yavuz, 2005). Baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarının %23.63-39.53 aralığında olduğu tespit edilmiştir. En yüksek ADF oranı tarla üçgülünde (%39,53), en düşük koca fiğde (%23.63) saptanmıştır. ADF oranına ait benzer çalışmalara baktığımızda Yavuz (2005), yoncaya ait ADF oranını %37.3, Canbolat ve Karaman (2009), ak taş yoncasına ait ADF oranını %32.98, Başbağ ve ark. (2011), farklı üçgül türlerinin ADF oranlarını %22.99-65.00, Başbağ ve ark. (2012), nohut mürdümüğüne ait ADF oranını %31.98, Çağan ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarını %19.41-45.50, Başbağ ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarını %18.25-44.25, Gürsoy ve Macit (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarını %22.09-38.36, Macit ve Gürsoy (2017), bazı baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarını %20.07-35.91, Özkan ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ati ADF oranlarını %36.16-50.88, Uslu ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarını %20.24-37.16, Tan ve ark. (2019), bazı baklagil yem bitkilerine ait ADF oranlarını %28.77-35.59, Ertekin ve ark. (2020), adi fiğ ve macar fiğe ait ADF oranlarını sırasıyla %32.40, 33.85, Gülümser ve ark. (2020), ak taş yoncalarının ortalama ADF oranını %34.57, Kaya (2021), bazı fiğ türlerinin ADF oranını %17.1 ve 26.6 olarak belirlemiştir.

Çizelge 1. Baklagil yem bitkilerinin kimyasal içerikleri

Baklagil Yem Bitkileri	Kimyasal Kompozisyon						ADF	NDF
	KM	OM	HP	HK	HY			
Tarla üçgülü	93.44 ^{cd}	93.97 ^b	14.27 ^k	6.02 ⁿ	3.30 ^{fg}	39.53 ^a	49.16 ^a	
Tüylü fiğ	91.61 ^l	92.31 ^f	18.50 ^g	7.68 ⁱ	5.55 ^{ab}	31.74 ^{cd}	48.65 ^{ab}	
Yonca	94.93 ^a	93.65 ^b	17.17 ^h	6.34 ⁿ	3.91 ^{def}	33.25 ^c	47.43 ^{abc}	
Mor üçgül	91.82 ^{kl}	92.85 ^{de}	12.75 ^l	7.14 ^{kl}	3.26 ^{fg}	32.52 ^c	46.75 ^{bc}	
Şerbetçiotu yoncası	93.55 ^{cde}	89.40 ^m	20.91 ^e	10.59 ^c	3.58 ^{ef}	29.55 ^{ef}	45.25 ^d	
Aktaş yoncası	92.84 ^{efgh}	93.08 ^{cd}	16.57 ⁱ	6.91 ^{lm}	4.74 ^{bcd}	27.90 ^{fghi}	44.17 ^{de}	
Çayır üçgülü	94.05 ^{bcd}	92.13 ^f	16.70 ^{hi}	7.86 ⁱ	3.71 ^{ef}	35.66 ^b	44.10 ^{de}	
Sarı çiçekli taş yoncası	92.39 ^{hkl}	93.27 ^c	20.83 ^e	6.72 ^m	5.75 ^a	28.54 ^{efg}	43.16 ^{def}	
Korunga	92.21 ^{ikl}	94.58 ^a	17.15 ^h	5.41 ^o	3.17 ^{fg}	32.82 ^{cd}	43.09 ^{def}	
İri kır üçgülü	92.63 ^{fhk}	93.83 ^b	16.94 ^{hi}	6.16 ⁿ	4.78 ^{abcd}	30.23 ^{de}	42.18 ^{efg}	
Sarı çiçekli gazal boynuzu	93.21 ^{defg}	92.88 ^{de}	21.77 ^{cd}	7.11 ^{kl}	3.87 ^{def}	29.81 ^{def}	42.15 ^{efg}	
Macar fiğ	94.43 ^{ab}	89.70 ^{lm}	24.96 ^a	10.29 ^{cd}	3.42 ^f	30.47 ^{de}	41.49 ^{fg}	
Yem bezelyesi	93.61 ^{bcde}	89.97 ^{kl}	23.51 ^b	10.02 ^{de}	4.49 ^{cde}	28.94 ^{efgh}	41.27 ^{fg}	
Adi fiğ	94.15 ^{abc}	90.44 ^h	21.49 ^d	9.55 ^g	2.38 ^{gh}	26.53 ^{hik}	40.28 ^g	
Fıçı yoncası	92.55 ^{hik}	90.32 ^{hi}	20.69 ^e	9.67 ^{fg}	3.54 ^{ef}	23.64 ^m	39.83 ^{gh}	
Nohut mürdümüğü	93.47 ^{cdef}	91.22 ^g	21.98 ^c	8.77 ^h	4.98 ^{abc}	28.95 ^{efg}	38.03 ^{hi}	
Koca fiğ	93.79 ^{bcd}	88.28 ^o	24.72 ^a	11.71 ^a	3.77 ^f	23.63 ^m	37.98 ^{hi}	
Çayır mürdümüğü	91.57 ^l	88.78 ⁿ	21.02 ^e	11.21 ^b	3.66 ^{ef}	26.24 ^{ikl}	37.88 ^{hi}	
Ak üçgül	91.87 ^{kl}	90.01 ^{kl}	17.85 ^g	9.98 ^{def}	3.67 ^{ef}	24.73 ^{klm}	36.72 ⁱ	
Alaca taç otu	91.81 ^{kl}	92.63 ^e	19.58 ^f	7.36 ^k	5.42 ^{abc}	27.28 ^{ghi}	36.49 ⁱ	
Anadolu üçgülü	92.23 ^{ikl}	90.08 ^k	20.81 ^e	9.91 ^{ef}	2.13 ^h	24.47 ^{lm}	36.29 ⁱ	
SEM	0.156	0.060	0.088	0.060	0.181	0.375	0.421	

a-o Aynı sütunda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir (P<0.05). SEM: Standart Hata Ortalaması

Yemlerin hücre duvarı bileşenlerinden olan NDF'nin sindirimi yavaşlattığı için rasyonlarda düşük oranda bulunması istenmektedir (Van Soest, 1994; Yavuz, 2005). Baklagil yem bitkilerine ait NDF oranları %36.29-49.16 olarak bulunmuştur. En yüksek NDF oranı tarla üçgülünde (%49.16), en düşük NDF oranı anadolu üçgülünde (%36.29) tespit edilmiştir. NDF oranına ait benzer çalışmalara

baktığımızda Yavuz (2005), yoncaya ait NDF oranını %46.7, Canbolat ve Karaman (2007), aktaş yoncasına ait NDF oranını %45.21, Başbağ ve ark. (2011), farklı üçgül türlerinin NDF oranlarını %11.35-49.81, Başbağ ve ark. (2012), nohut mürdümügüne ait NDF oranını %39.28, Başbağ ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait NDF oranlarını %28.29-46.17, Gürsoy ve Macit (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait NDF oranları %34.28-52.40, Çaçan ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait NDF oranlarını %35.90-62.60, Gürsoy ve Macit (2017), bazı baklagil yem bitkilerine ait NDF oranlarını %31.16-48.26, Özkan ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ati NDF oranlarını %43.71-50.88, Uslu ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerine ait NDF oranlarını %22.86-37.64, Tan ve ark. (2019), bazı baklagil yem bitkilerine ait NDF oranlarını %42.47-52.00, Ertekin ve ark. (2020), adi fiğ ve macar fiğe ait NDF oranlarını sırasıyla %49.63, 51.79, Gülümser ve ark. (2020), ak taş yoncalarının ortalama NDF oranını %50.48 olarak belirlemiştir.

Yemlerin Kuru Madde Sindirilebilirlikleri, Kuru Madde Tüketimleri ve Nispi Yem Değerleri

Değerlendirilen baklagil yem bitkilerinde ADF ve NDF oranları düşük olanların en yüksek KMS'ye sahip olduğu görülmüştür. Baklagil yem bitkisi türlerinin KMS oranı %58.06-70.50 arasında değişim göstermiştir. En yüksek KMS oranı aynı istatistiki grupta yer alan koca fiğ ve fiçı yoncasında (%70.50), en düşük tarla üçgülünde (%58.06) tespit edilmiştir. KMS değerlerine ait tespitlere bakıldığında Yavuz (2005), yoncanın KMS oranını %59.7, Canbolat ve Karaman (2009), aktaş yoncası, korunga ve yoncanın SKM oranını sırasıyla %63.2-62.6-66.4, Başbağ ve ark. (2011), bazı üçgül türlerinin KMS oranını %38.21-70.99, Başbağ ve ark. (2012), nohut mürdümügünün KMS oranını %64.0, Çaçan ve ark. (2015) bazı baklagil yem bitkilerinin KMS oranlarını %53.50-73.78, Başbağ ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerinin KMS oranlarını %54.43-74.61, Gürsoy ve Macit (2017), bazı baklagil yem bitkilerinin KMS oranlarını %60.92-73.26 olarak tespit edilmiştir.

Baklagil yem bitkisi türlerinin KMT oranları %2.46-3.33 aralığında değişiklik göstermiş olup, en yüksek anadolu üçgülünde (%3.33), en düşük tarla üçgülünde (%2.46) tespit edilmiştir. KMT oranına ait bulgulara bakıldığında Yavuz (2005), yoncanın KMT oranını %2.56, Canbolat ve Karaman (2009), aktaş yoncası, korunga ve yoncaya ait KMT oranlarını sırasıyla %2.7-2.7-2.8, Başbağ ve ark. (2011) bazı üçgül türlerinin KMT oranını %2.59-10.57, Başbağ ve ark. (2012), nohut mürdümügünün KMT oranını %3.05, Çaçan ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerinin KMT oranlarını %1.9-3.3, Başbağ ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerinin KMT oranlarını %2.60-4.24, Gürsoy ve Macit (2017), bazı baklagil yem bitkilerinin KMT oranlarını %2.46-3.90 olarak saptanmıştır.

Baklagil yem bitkilerine ait NYD 109.96-179.20 olarak bulunmuş olup, en yüksek anadolu üçgülünde (179.20) en düşük tarla üçgülünde (109.96) tespit edilmiştir. NYD'e ait literatür bildirişlerine bakıldığında Yavuz (2005), yoncanın NYD 18.8, Canbolat ve Karaman (2009), aktaş yoncası, korunga ve yoncada NYD sırasıyla 130.1-132.8-145.4, Başbağ ve ark. (2011) bazı üçgül türlerinin NYD 101.72-313.17, Başbağ ve ark. (2012), nohut mürdümügünün NYD 151.3, Başbağ ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerinin NYD 131.11-245.34, Çaçan ve ark. (2015), bazı baklagil yem bitkilerinin NYD 91.3-186.4, Gürsoy ve Macit (2017), bazı baklagil yem bitkilerinin NYD 116.69-166.57, Tan ve ark. (2019), şerbetçi otu yoncası, alaca taç otu ve yoncanın NYD sırasıyla 141.1-121.0-131.0, Gülümser ve ark. (2020), ak taş yoncalarının ortalama NYD 116.46 olarak tespit etmişlerdir.

Çizelge 2. Baklagil yem bitkilerinin kuru madde sindirimi (KMS), kuru madde tüketimi (KMT) ve nispi yem değerleri (NYD)

Baklagil Yem Bitkileri	KMS	KMT	NYD
Tarla üçgülü	58.06 ⁿ	2.46 ^l	109.96 ^l
Tüylü fiğ	64.20 ^{ikl}	2.50 ^{hi}	126.66 ^k
Yonca	62.96 ^l	2.53 ^{hi}	123.53 ^k
Mor üçgül	63.56 ^{kl}	2.56 ^{hi}	126.46 ^k
Şerbetçiotu yoncası	65.86 ^{gh}	2.63 ^{gh}	135.50 ^{hi}
Aktaş yoncası	67.16 ^{defg}	2.73 ^{fg}	141.60 ^{fgh}
Çayır üçgülü	61.10 ^m	2.73 ^{fg}	128.90 ^{ik}
Sarı çiçekli taş yoncası	66.66 ^{efgh}	2.76 ^{fg}	143.66 ^{fgh}
Korunga	64.10 ^{ikl}	2.80 ^f	138.33 ^{gh}
İri kır üçgülü	65.36 ^{hi}	2.80 ^f	144.03 ^{fgh}
Sarı çiçekli gazal boynuzu	65.66 ^{ghi}	2.83 ^{ef}	145.06 ^{fg}
Macar fiğ	65.13 ^{hk}	2.90 ^{def}	146.06 ^{fg}
Yem bezelyesi	66.33 ^{fgh}	2.90 ^{def}	149.50 ^f
Adi fiğ	68.20 ^{cde}	2.96 ^{de}	157.53 ^e
Fiçı yoncası	70.50 ^a	3.03 ^{cd}	165.03 ^{cde}
Nohut mürdümüğü	66.36 ^{fgh}	3.16 ^{bc}	162.30 ^{de}
Koca fiğ	70.50 ^a	3.13 ^{bc}	172.60 ^{abc}
Çayır mürdümüğü	68.43 ^{bcd}	3.16 ^{bc}	168.10 ^{bcd}
Ak üçgül	69.63 ^{abc}	3.26 ^{ab}	176.33 ^{ab}
Alacataç otu	67.63 ^{def}	3.26 ^{ab}	172.40 ^{abc}
Anadolu üçgülü	69.83 ^{ab}	3.33 ^a	179.20 ^a
SEM	0.293	0.029	1.563

^{a-m} Aynı sütunda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir (P<0.05). SEM: Standart hata ortalaması

Yemlerin Toplam Gaz Üretimi, Metabolik Enerjileri ve Organik Madde Sindirim Dereceleri

Baklagil yem bitkilerine ait 24 saatlik inkübasyon süresine ait toplam gaz üretim değerleri 38.81-27-50.89 ml aralığında değişmiş olup en yüksek fiçı yoncası (50.89 ml) ve istatistiki olarak aynı grupta yer alan ak üçgülde (50.52 ml), en düşük alacataç otu (38.81 ml) ile aynı istatistiki grupta yer alan tarla üçgülü (40.27 ml) ve sarı çiçekli gazal boynuzunda (40.64 ml) belirlenmiştir. Gaz üretim değerlerinin verildiği çalışmalara bakıldığında Abaş ve ark. (2005), yoncanın 24 saatlik gaz üretimini 41.18 ml, Kamalak (2005), yoncanın 24 saatlik gaz üretimini 52.67 ml, Karabulut ve ark. (2007), bazı baklagil yem bitkilerinin 24 saatlik gaz üretimini 100.33-138.53 ml, Canbolat ve Karaman (2009), aktaş yonca, korunga ve yoncanın 24 saatlik gaz üretim miktarını sırasıyla 50.0ml, 52.4ml, 52.9ml, Uslu ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerinin 24 saatlik gaz üretimini 42.56-51.42 ml olarak belirlemiştir.

Baklagil yem bitkilerinin metabolik enerji değerleri 8.52-10.45 MJ kg⁻¹ KM arasında değişmiştir. En yüksek ME koca fiğde (10.45 MJ kg⁻¹ KM), en düşük ME tarla üçgülünde (8.52 MJ kg⁻¹ KM) tespit edilmiştir. ME değerlerine ait bulgulara bakıldığında Kamalak (2005), yoncanın ME değerini 10.41 MJ kg⁻¹ KM, Abaş ve ark. (2005), yoncanın ME değerini 8.88 MJ kg⁻¹ KM, Karabulut ve ark. (2007), bazı baklagil yem bitkilerinin ME değerlerini 9.3-10.7 MJ kg⁻¹ KM, Gürsoy ve Macit (2015), bazı baklagil yem bitkilerine ait ME değerleri 6.90-10.93 MJ kg⁻¹ KM, Özkan ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerinin ME değerlerini 10.63-10.91 MJ kg⁻¹ KM, Uslu ve ark. (2018), bazı

baklagil yem bitkilerine ait ME değerleri 8.98-10.30 MJ kg⁻¹ KM olarak tespit etmişlerdir.

Baklagil yem bitkilerinin OMS dereceleri %56.10-68.54 aralığında yer almış olup, bu değer en yüksek koca fiğ (%68.54) ile aynı istatistiki grupta yer alan fıçı yoncası (%68.02) ve ak üçgülde (%67.96), en düşük tarla üçgölünde (%56.10) belirlenmiştir. OMS dereceleri ile ilgili literatür bildirişlerine bakıldığında Kamalak (2005), yoncanın OMS derecesini %64.90, Abaş ve ark. (2005) yoncanın OMS derecesini %66.32, Karabulut ve ark. (2007), bazı baklagil yem bitkilerinin OMS derecelerini %61.30-75.54, Canbolat ve Karaman (2009), bazı baklagil yem bitkilerinin OMS derecelerini %65.5-78.3, Gürsoy ve Macit (2015), bazı baklagil yem bitkilerinin OMS derecelerini %50.99-75.91, Özkan ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerinin OMS derecelerini %71.46-73.41, Uslu ve ark. (2018), bazı baklagil yem bitkilerinin OMS derecelerini %64.21-72.87 olarak belirlemiştir.

Çizelge 3. Baklagil yem bitkilerinin toplam gaz (TG), metabolik enerji (ME) ve organik madde sindirim dereceleri (OMSD)

Baklagil Yem Bitkileri	TG	ME	OMSD
Tarla üçgülü	40.27 ^{h1}	8.52 ^m	56.10 ^h
Tüylü fiğ	42.93 ^{efgh}	9.18 ^{ghk}	60.54 ^{cdef}
Yonca	44.36 ^{def}	9.25 ^{fghk}	60.21 ^{def}
Mor üçgül	49.34 ^{ab}	9.67 ^{def}	64.87 ^b
Şerbetçiotu yoncası	42.10 ^{fgh}	9.15 ^{hik}	60.82 ^{cde}
Aktaş yoncası	43.10 ^{efgh}	9.07 ^{kl}	59.83 ^{defg}
Çayır üçgülü	46.13 ^{cde}	9.46 ^{efgh1}	62.69 ^{bcd}
Sarı çiçekli taş yoncası	43.96 ^d	9.46 ^{efgh1}	60.93 ^{cde}
Korunga	42.83 ^{efgh}	9.03 ^{kl}	57.92 ^{fgh}
İri kır üçgülü	49.79 ^{ab}	10.00 ^{bcd}	65.31 ^b
Sarı çiçekli gazal boynuzu	40.64 ^{h1}	9.01 ^{kl}	57.38 ^{gh}
Macar fiğ	41.00 ^{gh1}	9.23 ^{fghk}	59.58 ^{efg}
Yem bezelyesi	43.96 ^{defg}	9.57 ^{defgh}	62.51 ^{bcd}
Adi fiğ	47.18 ^{bcd}	9.85 ^{cde}	64.13 ^b
Fıçı yoncası	50.89 ^a	10.33 ^{ab}	68.02 ^a
Nohut mürdümüğü	44.75 ^{def}	9.61 ^{defg}	62.63 ^{bcd}
Koca fiğ	50.06 ^{ab}	10.45 ^a	68.54 ^a
Çayır mürdümüğü	44.30 ^{def}	9.46 ^{efgh1}	63.22 ^{bc}
Ak üçgül	50.52 ^a	10.12 ^{abc}	67.96 ^a
Alaca taç otu	38.81 ^{h1}	8.68 ^{lm}	56.62 ^h
Anadolu üçgülü	47.96 ^{abc}	9.92 ^{bcd}	64.94 ^b
SEM	0.576	0.077	0.502

^{a-m} Aynı sütunda farklı harfler ile gösterilen ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir (P<0.05). SEM: Standart Hata Ortalaması

Baklagil yem bitkisi türlerinin bazı besin madde bileşimleri ile TG, ME, OMSD, KMS, KMT ve NYD arasındaki korelasyonlar saptanmış ve Çizelge 4’de verilmiştir. HP ile ME, KMS, KMT ve NYD arasında pozitif ve önemli, HY ile TG, ME, OMSD arasında negatif ve önemli, ADF ve NDF ile TG, ME, OMSD, KMS, KMT, NYD arasında negatif ve önemli ilişkiler tespit edilmiştir. Bulgularımız, Karabulut ve ark. (2006; 2017), Canbolat ve ark. (2006), Canbolat ve Karaman, (2009), Gürsoy ve Macit (2015; 2017) ve Kaya (2021) ‘in araştırma bulgularını destekler niteliktedir.

Çizelge 4. Baklagil yem bitkilerine ait bazı besin madde bileşimleri ile TG, ME, OMSD, KMS, KMT, NYD arasındaki korelasyonlar

Unsurlar	Besin madde bileşimleri			
	HP	HY	ADF	NDF
TG	-0.65	-0.309*	-0.415**	-0.278*
ME	0.273*	-0.261*	-0.593**	-0.451*
OMSD	0.161	-0.250*	-0.558**	-0.413*
KMS	0.565**	-0.102	-1.000**	-0.745**
KMT	0.505**	-0.121	-0.726**	-0.978**
NYD	0.557**	-0.121	-0.870**	-0.971**

*:P<0.05; **:P<0.01, TG: Toplam gaz; ME: Metabolik enerji; OMSD: Organik madde sindirim derecesi; KMS: Kuru madde sindirilebilirliği; KMT: Kuru madde tüketimi; NYD: Nispi yem değeri; HP: Ham protein; HY: Ham yağ; ADF: Asit deterjan fiber; NDF: Nötr deterjan fiber.

Çalışmaya konu olan yem bitkilerinin kimyasal kompozisyonlarının literatür bulgularından farklılık göstermesinin ekolojik faktörler, bitki türleri arasındaki farklılıklar, hasat zamanı ve yemin kaynağı gibi birçok faktörden kaynaklandığı düşünülmektedir. Yemlerin besin madde içeriklerindeki farklılıklar; *in vitro* gaz üretimini, gaz üretim parametrelerini, bunlardan hesaplanan enerji değerlerini ve organik madde sindirim derecesini büyük oranda etkilemektedir (Kamalak ve ark., 2004).

SONUÇ

Çalışma materyalleri olan baklagil yem bitkilerinin besin madde içerikleri, NYD ve *in vitro* gaz üretim değerleri, ME ve OMSD açısından farklılıkların önemli (P<0.05) olduğu saptanmıştır. HP açısından yemler arasında en yüksek değerler macar fiği, nohut mürdümüğü ve adi fiğden tespit edilmiştir. Söz konusu çalışmada kullanılan yem bitkilerinin genel olarak iyi ve en iyi kalite sınıfında oldukları görülmüştür. Sonuç olarak, araştırma bulguları ak üçgül, fıçı yoncası ve anadolu üçgülü TG, ME, OMSD ve NYD içeriği bakımından diğer baklagil yem bitkilerinden önemli düzeyde yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca bulguların tamamı değerlendirildiğinde tüm baklagil yemlerinin ruminant beslemede oldukça önemli olduğu, bu itibarla da kaliteli kaba yem açığının giderilmesine destek olmak adına da bu kaynakların kullanılması ve kullanımlarının yaygınlaştırılma olanaklarının artırılması kanaatine varılmıştır.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Abaş İ, Özpınar H, Kutay HC, Kahraman R, Eseceli H, 2005. Determination of the Metabolizable Energy (ME) and Net Energy Lactation (NEL) Contents of Some Feeds in the Marmara Region by *in vitro* gast Technique. Turkish Journal of Veterinary and Animal Sciences, 29(3): 751-757.
- Açıkgöz E, 2001. Yem Bitkileri. Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Tarla Bitkileri Bölümü, Yayın No:182, s.27, Bursa-Turkey.
- Aksoy A, Macit M, Karaoğlu M, 2000. Hayvan Besleme Ders Kitabı. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Zootečni Bölümü Erzurum, 179-199.
- Albayrak S, Ekiz H, 2005. An Investigation on the Establishment of Artificial Pasture Under Ankara's Ecological Conditions. Turkish Journal of Agriculture and Forestry, 29(1): 69-74.

- AOAC, 1990. Official Method of Analysis. Association of Official Analytical Chemists 15th.edition pp. 66-88. Washington-DC. USA.
- Avcıoğlu R, Açıkgöz E, Soya H, Tan, A, 2000. Yem Bitkileri Üretimi. Türkiye Ziraat Mühendisliği V. Teknik Kongresi, 17-21 Ocak 2000, Ankara.
- Barchiesi-Ferrari C, Alomar D, Miranda H, 2011. Pepsin-Cellulase Digestibility of Pasture Silage: Effect of Pature Type, Maturity Stage, and Variations in the Enzymatic Method. Chilean Journal Agricultural Research. 71 (2): 249-257.
- Başaran U, Acar Z, Mut H, Aşçı ÖÖ, 2006. Doğal Olarak Yetişen Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin Bazı Morfolojik ve Tarımsal Özellikleri. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 21(3): 314-317.
- Başbağ M, Aydın A, Çağan E, Sayar MS, 2012. Güneydoğu Anadolu Bölgesi Doğal Alanlarından Toplanan Bazı Mürdümük Taksonlarında (*Lathyrus* spp.) Kalite Özelliklerinin Belirlenmesi. Tarım Bilimleri Araştırma Dergisi, 5 (2): 110-113.
- Başbağ M, Aydın A, Çağan E, Sayar, MS, 2015. Güneydoğu Anadolu Bölgesinde Yer Alan Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin Kalite Değerleri. 11. Tarla Bitkileri Kongresi, 7-10 Eylül 2015, Çanakkale.
- Başbağ M, Çağan E, Aydın A, Sayar MS, 2011. Güneydoğu Anadolu Bölgesi Doğal Alanlarından Toplanan Bazı Fiğ Türlerinin Ot Kalite Özelliklerinin Belirlenmesi. 1. Ulusal Ali Numan Kıraç Tarım Kongresi ve Fuarı, 27-29 Nisan 2011, Eskişehir.
- Başbağ M, Çağan E, Aydın A, Sayar MS, 2011. Güneydoğu Anadolu Bölgesi Doğal Alanlarından Toplanan Bazı Üçgül Türlerinde (*Trifolium* spp.) Kalite Özelliklerinin Belirlenmesi. 2. Türkiye IX. Tarla Bitkileri Kongresi, 12- 15 Eylül 2011, Bursa.
- Blümmel M, Ørskov ER, 1993. Comparison of *in vitro* Gas Production and Nylon Bag Degradabilities of Roughages in Predicting Food Intake of Cattle. Animal. Feed Science. and Technology, 40(2-3): 109-119.
- Canbolat Ö, Karaman Ş, 2009. Bazı Baklagil Kaba Yemlerinin *in vitro* Gaz Üretimi, Organik Madde Sindirilebilirliği, Nispi Yem Değeri ve Metabolik Enerji İçeriklerinin Karşılaştırılması. Tarım Bilimleri Dergisi, 15 (2): 188-195.
- Çağan E, Aydın A, Başbağ M, 2015. Bingöl Üniversitesi Yerleşkesinde Yer Alan Bazı Baklagil Yem Bitkilerine Ait Kalite Özelliklerinin Belirlenmesi. Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi, 2(1): 105-111.
- Duncan DB, 1955. Mutiple Range and Multiple F Tests. Biometrics, 11: 1-42.
- Ertekin İ, Atış İ, Yılmaz Ş, 2020. Bazı Fiğ Türlerinin Yem Verim ve Kalitesi Üzerine Farklı Organik Gübrelerin Etkileri, Mustafa Kemal Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi, 25(2): 243-255.
- Gülümser E, Mut H, Doğrusöz MÇ, Başaran U, 2020. Some Quality Traits of White Sweet Clover Collected from Natural Flora. Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology, 8(2): 324-328.
- Gürsoy E, Macit M, 2015. Erzurum İli Meralarında Doğal Olarak Yetişen Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin *in vitro* Gaz Üretim Değerlerinin Belirlenmesi. Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi, 30(3): 292-299.
- Gürsoy E, Macit M, 2017. Erzurum İli Meralarında Doğal Olarak Yetişen Farklı Baklagil Yem Bitkilerinin Nispi Yem Değerlerinin Belirlenmesi. Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi, 32(3): 407-412.
- Kamalak A, 2005. Bazı Kaba Yemlerin Gaz Üretim Parametreleri ve Metabolik Enerji İçerikleri Bakımdan Karşılaştırılması. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 8(2):20-30.
- Kamalak A, Canbolat O, Gurbuz Y, Ozay O, Ozkose E, 2004. Variation in Metabolizable Energy Content of Forages Estimated Using *in vitro* Gas Production. Pakistan Journal of Biological Sciences. 7(4):601-605.
- Karabulut A, Canbolat O, Kalkan H, Gurbuzol F, Sucu E, Filya I. 2007. Comparison of *in vitro* gas production, Metabolizable Energy, Organic Matter Digestibility and Microbial Protein Production of Some Legume Hays. Asian-Australasian Journal of Animal Sciences 20(4): 517-522.
- Karabulut A, Canbolat O, Kamalak A, 2006. Effect of Maturity Stage on the Nutritive Value of Birdsfoot Trefoil (*Lotus corniculatus* L) hays. Lotus Newsletter 36(1): 11-21.
- Kaya E, 2021. Effect of Species on Nutritive Value and Anti-Methanogenic Potential of Vetch Hays Grown in Native Pasture in Turkey. Progress in Nutrition, 23(2):1-8.

- Khazaal K, Markantonatos X, Nastis A, Orskov ER, 1993. Changes with Maturity in Fibre Composition and Levels of Extractable Polyphenols in Greek browse: Effect in vitro Gas Production and in Sacco Dry Matter Degradation. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 63: 237-244.
- Kiraz AB, 2011. Determination of Relative Feed Value of Some Legume Hays Harvested at Flowering Stage. *Asian Journal of Animal and Veterinary Advances*, 6(5):525-530.
- Menke HH, Steingass H, 1988. Estimation of the Energetic Feed Value Obtained from Chemical Analysis and *in vitro* Gas Production Using Rumen Fluid. *Animal Research Development*, 28: 7-55.
- Menke KH, Raab L, Salewski A, Steingass H, Fritz D, Schneider W, 1979. The Estimation of the Digestibility and Metabolisable Energy Content of Ruminant Feedingstuffs from the Gas Production When They are Incubated with Rumen Liquor. *Journal of Agricultural Science*, 93: 217-222.
- Norton BW, 2012. The Nutritive Value of Tree Legumes, <http://www.fao.org/ag/AGP/AGPC/doc/Pubicat/Guttshel/x5556e0j.htm>. (Erişim tarihi, 07.11.2012).
- Özkan ÇÖ, Kamalak A, Şahin M, Canbolat Ö, 2018. Farklı Dönemlerinde Hasat Edilen Bazı Baklagil Yem Bitkilerinin Sindirim Derecesinin ve Metabolik Enerji Değerlerinin *in-vitro* Gaz Tekniği ile Belirlenmesi. *Black Sea Journal Of Agriculture*, 1(1): 15-19.
- Özyiğit Y, Bilgen M, 2006. Bazı Baklagil Yem Bitkilerinde Farklı Biçim Dönemlerinin Bazı Kalite Faktörleri Üzerine Etkisi. *Akdeniz Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 19 (1): 29-34.
- Statistica, 1993. *Statistica for Windows (Release 4.3)*, Sat Soft, Inc. Tulsa. OK.
- Szyszkowska A, Sowinski J, 2001. Botanical Composition and Nutritional Value of Two-Component Mixtures Containing Red Clover and Different Grass Species. *Electronic Journal of Polish Agricultural Universities. Series Animal Husbandry*, 2(04).
- Tan M, Severoğlu S, Yazıcı A, 2019. Çayır ve Meralarda Yetişen Bazı Baklagil ve Buğdaygil Yem Bitkilerinin Besleme Değerlerinin Belirlenmesi. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 9(3): 1776-1784.
- Turgut L, Yanar M, Kaya A, Tan M, 2006. Farklı Olgunluk Dönemlerinde Hasat Edilen Bazı Fiğ Türlerinin Ham Besin Maddeleri İçeriği ve Bunların *in situ* Rumen Parçalanabilirlikleri. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 37(2): 181-186.
- Uslu OS, Kurt O, Kaya E, Kamalak A, 2018. Effect of Species on Chemical Composition, Metabolizable Energy, Organic Matter Digestibility and Methane Production of Some Legume Plants Grown in Turkey. *Journal of Applied Animal Research*, 46(1): 1158-1161.
- Van Dyke NJ, Anderson PM, 2000. *Interpreting aFforage Analysis*. Alabama cooperative extension. Circular ANR-890.
- Van Soest P. J, 1994. *Nutritional Ecology of the Ruminant* Ithaca, N.Y. Cornell University Press.
- Yavuz M, 2005. Bazı Ruminant Yemlerinin Nispi Yem Değeri ve *in vitro* Sindirim Değerlerinin Belirlenmesi. *GOÜ. Ziraat Fakültesi Dergisi*, 22(1): 97-101.

Atf İçin: Yıldız S, Deniz S, Özkan F, Altaçlı S, 2022. Ayçiçek Hasılı Farklı Oranlarda Şeker Pancarı Bitkisi ile Silolamanın Silaj Kalitesi, İn-Vitro Sindirilebilirlikleri ve Enerji İçeriğine Etkisi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1154-1162.

To Cite: Yıldız S, Deniz S, Özkan F, Altaçlı S, 2022. The Effects of Making Silage at Different Ratios of Sunflower and Sugar Beet on Silage Quality, In-Vitro Digestibility and Energy Content. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1154-1162.

Ayçiçek Hasılı Farklı Oranlarda Şeker Pancarı Bitkisi ile Silolamanın Silaj Kalitesi, İn-Vitro Sindirilebilirlikleri ve Enerji İçeriğine Etkisi

Serhat YILDIZ^{1*}, Suphi DENİZ², Fatma ÖZKAN², Selçuk ALTAÇLI²

ÖZET: Bu çalışma, ayçiçeği hasılı ve şeker pancarı bitkisinden kaliteli bir silaj elde etmek için, en uygun karışım oranlarının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Araştırmada hamur olum döneminde biçilen silajlık ayçiçek hasılı (tam bitki) ve şeker pancarı (yapraklar ve baş dahil tam bitki) silaj materyali olarak kullanılmıştır. Ayçiçek hasılı (A) ve şeker pancarı (ŞP) bitkileri ağırlık esasına göre %100A ve %0ŞP, %85A ve %15ŞP, %55A ve %45ŞP olacak şekilde doğranıp karıştırılarak bir litrelik cam kavanozlarda 5'er tekerrür olacak şekilde silolanmıştır. Kavanozlar 70 günlük inkubasyon süresi sonrasında analizlerin yapılması için açılmıştır. %100A ve %0ŞP, %85A ve %15ŞP, %55A ve %45ŞP gruplarında silaj kuru madde (KM, %) değerleri 24.97, 26.29 ve 28.72; silaj pH değerleri 4.39, 4.34 ve 4.41; amonyak azotu (NH₃-N, mg.dl⁻¹) değerleri 5.59, 3.65 ve 4.34; laktik asit (LA, %) değerleri 2.41, 1.91 ve 2.16; Fleig puanı nitelik değerleri iyi, pekiyi ve pekiyi; organik madde sindirilebilirliği (OMS, %) değerleri 54.60, 51.34 ve 49.42; metabolik enerji (ME, Mcal.kg⁻¹) değerleri 1.97, 1.87 ve 1.79; net enerji laktasyonu (NE_L, Mcal.kg⁻¹) değerleri ise, 1.22, 1.14 ve 1.09 olarak bulunmuştur. Çalışmada hazırlanan silajların ham besin madde kompozisyonu, fermantasyon kalite parametreleri ve *in-vitro* sindirilebilirlik değerleri ile enerji içerikleri dikkate alındığında, gerek saf ayçiçek hasılı, gerekse ayçiçek hasılı ve şeker pancarı karışımından, her hangi bir katkıya ihtiyaç duyulmaksızın, kaliteli silajlar elde edilebileceği; ancak %45 düzeyinde şeker pancarı bitkisi katkılı grupta OMS ve enerji içeriklerinde düşüş gözlemlendiği sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Ayçiçek-Şekerpancarı silajı, silaj kalitesi, *in-vitro* sindirilebilirlik, enerji içeriği

The Effects of Making Silage at Different Ratios of Sunflower and Sugar Beet on Silage Quality, In-Vitro Digestibility and Energy Content

ABSTRACT: This study was carried out to determine the most suitable mixing ratios to obtain a high quality silage from sunflower and sugar beet plants. As the silage material in the study, Sunflower crops in the dough stage (whole plant) and sugar beets (whole plant, including leaves and roots) were used. The sunflower crops (S) and sugar beet plants (SB) were ensiled as 5 replicates in 1-liter glass jars by slicing and mixing based on weight as 100%S and 0%SB, 85%S and 15%SB, 55%S and 45%SB. The jars were opened for analyses at the end of 70 days of incubation. In the 100%S and 0%SB, 85%S and 15%SB, 55%S and 45%SB groups, the silage dry matter (DM, %) values were 24.97, 26.29 and 28.72; pH values were 4.39, 4.34 and 4.41; ammonia nitrogen (NH₃-N, mg.dl⁻¹) values were 5.59, 3.65 and 4.34; lactic acid (LA, %) values were 2.41, 1.91 and 2.16; Fleig scores were good, very good and very good; organic matter digestibility (OMD, %) values were 54.60, 51.34 and 49.42; metabolic energy (ME, Mcal.kg⁻¹) values were 1.97, 1.87 ve 1.79; net energy lactation (NE_L, Mcal.kg⁻¹) values were 1.22, 1.14 and 1.09, respectively. Considering the nutrient content, fermentation quality, *in-vitro* digestibility and energy content parameters of the silages prepared in the study, it was concluded that qualified silages could be obtained from not only pure sunflower crops but also the mixture of sunflower crops and sugar beets, without needing any supplements. However, a decrease in OMD and energy contents was observed in the group with 45% sugar beet plant added.

Keywords: Sunflower-Sugar beet silage, silage quality, *in-vitro* digestibility, energy content

¹ Serhat YILDIZ ([Orcid ID: 0000-0003-1063-4704](https://orcid.org/0000-0003-1063-4704)), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Gevaş MYO, Veterinerlik Bölümü, Van/ Türkiye

² Suphi DENİZ ([Orcid ID: 0000-0002-6005-0056](https://orcid.org/0000-0002-6005-0056)), ² Fatma ÖZKAN ([Orcid ID: 0000-0001-9225-3811](https://orcid.org/0000-0001-9225-3811)), Selçuk ALTAÇLI ([Orcid ID: 0000-0003-1736-6239](https://orcid.org/0000-0003-1736-6239)), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Veteriner Fakültesi, Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları, Van/ Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Serhat YILDIZ, e-mail: syildiz@yyu.edu.tr

Bu çalışmanın özeti 20-22 Aralık 2019 tarihlerinde Van'da düzenlenen 3. Uluslararası Tarım, Hayvancılık ve Kırsal Kalkınma Kongresi'nde sunulmuştur.

GİRİŞ

Türkiye’de üretilen tüm kaliteli kaba yem kaynakları mevcut olan ihtiyacı karşılayamamaktadır. Ülke hayvanlarının kaliteli kaba yeme olan ihtiyacı giderek artmaktadır. Gelecek yıllarda hayvanların yem ihtiyaçlarının karşılanması için yapılan çalışmalarda, kaliteli kaba yem açığının hızlı bir üretim programıyla kapatılması ana hedefler arasında olması gerekmektedir. Bu hedeflere varabilmek için, üretimi ve kalitesi artırılabilir yem kaynaklarına ihtiyaç duyulmaktadır (Kara ve ark. 2013). Yıldırım, (2015) yaptığı bir çalışmada, 2004-2015 yılları arasında Türkiye’de yapılmış bazı silaj çalışmaları üzerinde incelemelerde bulunmuş ve bu çalışmaların sonucuna göre şeker, meyve suyu ve alkollü içki gibi bazı sanayi artığı posaları, atık sebze ve meyveler, doğada yetişen ağaçların yaprak ve sürgünleri silaj materyali ya da silaj katkı maddesi şeklinde kullanılabilirliğini bildirmiştir. Ayrıca, ülke hayvancılığı açısından buna benzer ürünlerin kaba yem kaynağı olarak silaj yapımında değerlendirilmesi, yetiştiricilere silaj yapım teknikleri ile hayvan beslemede kullanımı konusunda bilinçlendirmeler yapılması, hem kaliteli kaba yem sorununun çözümünde hem de ulusal ekonomiye sağlayacağı önemli katkılar göz ardı edilmemesi gerektiği bildirilmektedir.

Söz konusu bitkiler içerisinde yer alan ve ülkemiz tarımında çok yönlü faydalarından dolayı en önemli bitkilerden biri şeker pancarıdır. Şeker pancarı, şeker üretiminin yapıldığı yerlerde örnek bir üretim kolu ve tarımda ana itici güç durumundadır. Ülkemiz genelinde şeker pancarı üretimi ile birçok yararlar sağlanmaktadır. Yaklaşık 500 bin çiftçi, başka bir ifadeyle 3 milyon insan, şeker pancarı üretimiyle geçimini temin etmektedir ve diğer sektörlerle ilişki içerisinde bulunmaktadır. Şeker pancarı üretimi; tarım ve hayvancılık, et, süt, yem ve ilaç sanayileri ile hizmet ve nakliye sektörlerine katkı sağlamaktadır. Şeker pancarı üretiminin yapılmasıyla; bitkisel ve hayvansal üretimin gelişmesine, endüstriyel girdilerin azami derecede kullanılmasına, ekolojik dengenin iyileşmesine ve toprakların fiziki yapılarının gelişmesini sağlamakta, makineli tarımın yapılmasına olanak sağlamakta, kendisinden sonra ekilecek olan ürünlerin verimlerinin artmasına da katkı sağlamaktadır. Baş, yaprak, yaş pancar posası ve melas gibi yan ürünleri, hayvan yemi ve katkı maddesi olarak kullanılmaktadır (Çalışkan, 2018). Ülkemizde 2018 yılı verilerine göre 2 907 000 da alanda 17 436 000 ton şeker pancarı üretimi yapılmış, birim alan verimi ise 5 998 kg.da⁻¹ olarak gerçekleşmiştir (Anonim, 2019). Dünyada ve ülkemizde şeker pancarı üretimi, tarımsal sanayi sektöründe önemli bir rol oynamakta ve stratejik öneme sahip bulunmaktadır. Şeker pancarından, başta şeker olmak üzere, melas, maya, alkol, biyoetanol gibi çeşitli ham madde ürünleri elde edilmektedir (Tosun, 2017). Şeker pancarı ve yan ürünleriyle yapılan bir çalışmada, yaş şeker pancarı posası (YŞPP) ile %4 buğday kırığı ya da %5 melas katkılarının ilave edilmesiyle kaliteli silajların elde edilebileceği bildirilmektedirler (Avcı ve ark., 2005). Levendoğlu ve Karlı (2010) tarafından yapılan bir çalışmada, yaş şeker pancarı posasının %25, %30 ve %35 KM içerecek şekilde kepek ile silolanmasıyla elde edilen silajlarda kalitenin ve sindirilebilirliğin kaliteli bir mısır silajı kadar iyi olduğunu tespit etmişlerdir. Gladiçya meyvesinin YŞPP silajına katılmasıyla yapılan bir çalışmada (Özkan, 2012), bu katkı ile silajların besin madde (BM) içeriklerinin yükseldiği; aerobik stabilitenin kötüleştiği, buna rağmen bu katkının rumen KM parçalanabilirliğine ve metabolik enerji düzeyine etki etmediği bildirilmektedir. Deniz ve ark. (2001) ise, yaptıkları bir çalışmada, yaş şeker pancarı posasının, kuru ot ya da buğday samanı ile kuru madde düzeyinin yükseltilmesi (%20-30) ve melas ile desteklenmesiyle (%5), kolaylıkla silolanabileceği, üre ilavesinin de kaliteyi düşürmeden, silajı azot yönünden zenginleştirdiğini tespit etmişlerdir. Aldemir ve ark., (2019) tarafından yapılan bir çalışmada, arpa yerine yaş şeker pancarı posası silajı verilmesinin hayvan sağlığını etkilemeden çiftçiler için alternatif bir besleme stratejisi olabileceğini bildirmektedirler.

Ülkemiz tarımında çok yönlü faydalarından dolayı, önemli bitkilerden biri de ayçiçek bitkisidir. Ülkemizde ayçiçeğinin en önemli kullanım biçimi, yağ üretimi amaçlıdır. Ayçiçeğinin yağı alındıktan sonra geriye kalan kısmı olan küspe de protein kaynağı olarak hayvan yemlerinde kullanılmaktadır. Taneleri kavrulduktan sonra çerez olarak ya da çiğ olarak kuşyemi şeklinde değerlendirilmektedir. Hasattan sonra kalan saplar ile tohum kabukları toprağa karışıp gübre olarak değer kazanmaktadır. Ayçiçeği iyi bir çapa bitkisidir ve kendinden sonra ekilen bitkiler için temiz ve havalanmış bir toprak oluşturmaktadır. Bundan dolayı, iyi bir ekim nöbeti bitkisi olarak bilinmektedir. Mısır ve soya gibi bitkilerle karışık olarak ekilebilmekte ve yeşil yem ya da kaliteli silaj yemi olarak da hayvanların beslenmesinde kullanılabilir (Fidan ve Özçelik, 2003). Ülkemizde 2018 yılı verilerine göre 7 344 651 da alanda 1 949 229 ton ayçiçeği üretilmiş, birim alan verimi ise ortalama 226 kg.da⁻¹ olarak gerçekleşmiştir (TÜİK, 2020). Ayçiçeğinin hayvan beslemede kullanımıyla ilgili, Özdüven ve ark. (2009) tarafından yapılan bir çalışmada, ayçiçek hasılları hamur olum döneminde hasat edilmiş ve inokulant ve inokulant+enzim karışımları ilave edilerek silolanmıştır. Analizler sonunda silajların pH değerlerinin düştüğü ve laktik asit oluşumunun arttığını tespit etmişlerdir. Farklı oranlarda ayçiçeği ve soya hasılı karışımlarıyla hazırlanan silajlarla yaptıkları bir çalışmada Temur ve ark. (2009), silajlarda soya miktarının artmasına bağlı olarak kuru madde, ham protein ve organik madde miktarlarının arttığı; ham yağ düzeyinin azaldığı; tüm karışımlardan elde edilen silajların kalitesinin yüksek olduğu bildirilmektedirler. Ayçiçeği hasıllarını çiçeklenme, süt olum ve hamur olum gibi 3 farklı dönemde hasat edilerek yapılan bir çalışmada, hazırlanan silajlara 1, 1.5, 2.5 ml kg⁻¹ KM seviyelerinde enzim ilave edilmiştir. Sonuçta hasat döneminin ilerlemesine bağlı olarak, silajların organik madde sindirilebilirliğinin azaldığı, çiçeklenme dönemine ait silajlarının ham selüloz sindirilebilirliğinin daha yüksek olduğu, diğer iki hasat döneminde enzim ilavesinin (1 ml.kg⁻¹) sindirilebilirliği arttırdığını tespit etmişlerdir (Erdoğan ve Demirel, 2011). Yapılan bir çalışmada (Ayaşan ve Karakozak, 2012), silaj yapma amacıyla yetiştirilen ayçiçeği, sorgum, börülce ve soya bitkilerinden yapılan silajlara inokulant ilave edilmesinin, silaj kalitesi üzerine etkileri incelenmiştir. İnokulant ilavesinin sorgum ve ayçiçeği silajlarının fleig puanlarını yükselttiği belirlenmiştir. Silajlık mısır ve ayçiçeğinin bazı verim parametreleri ile besin madde özelliklerinin belirlendiği bir çalışmada (Yıldız ve Erdoğan, 2018a), kuru madde ve yeşil ot verimleri açısından silajlık ayçiçeği ve mısır arasında farklılık tespit edilememiş; bitki boyları ve koçan/tabla oranları bakımından ise, istatistiki olarak çok önemli (P<0.01) farklılıklar olduğu; ayçiçek silajından elde edilen besin maddelerine ait kalite özellikleri, mısır silajı için elde edilen değerlerden daha yüksek olduğu belirlenmiştir. (P<0.05). Aynı araştırmacılar (Yıldız ve Erdoğan, 2018b), erken laktasyondaki süt keçilerinin beslenmesinde mısır silajı ve ayçiçeği silajlarının, rumen ve kan parametreleri ile süt miktarı ve süt kompozisyonu değerleri açısından benzer sonuçlar verdiğini ve ayçiçeği silajının mısır silajı yerine kullanılabilirliğini bildirilmektedirler. Ruminantlarda en çok kullanılan kaba yem kaynağı olan saman ve kuru otlar yerine kaliteli, suca zengin silo yemlerinin kullanılması ile hayvansal ürün miktarında artış, konsantre yem kullanımının en düşük düzeye inmesiyle maliyetlerin düşmesi ve sindirim bozukluklarının azalması sağlanabilmektedir. Ayçiçek hasılımının değişik oranlarda şeker pancarı bitkisi ile karıştırılmasıyla, kaliteli silajların elde edilmesiyle, ülkemiz kaliteli kaba yem üretimine katkı sağlayacaktır.

Bu çalışma, ruminantlarda önemli derecede yetersizliği hissedilen kaliteli kaba yem ihtiyacını gidermek için, ayçiçek hasılı ve şeker pancarı bitkisinin değişik oranlarda karıştırılmasıyla hazırlanan silajlara ait besin madde değerleri, silaj kaliteleri, *in-vitro* sindirilebilirlikleriyle enerji içeriklerinin tespit edilmesi amacıyla yapılmıştır.

MATERYAL VE METOT

Materyal

Bu araştırmada, hamur olum döneminde biçilen silajlık ayçiçek hasılı (Trakya Tarımsal Araştırma Enstitüsü ve Alfa Tohumculuktan Kaan silajlık ayçiçeği tohumundan üretilen tam bitki) ve şeker pancarı (yapraklar ve baş dahil tam bitki) silaj materyali olarak, Van İli Gevaş ilçesinde bir üreticiden temin edilmiştir. Ayçiçek hasılı (A) ve şeker pancarı (ŞP) ağırlık esasına göre %100A ve %0ŞP, %85A ve %15ŞP, %55A ve %45ŞP olacak şekilde 3 grup oluşturulmuştur. Silaj örnekleri doğranıp karıştırılarak, üç farklı grupta ve beş tekerrür olacak şekilde toplamda 15 adet silaj örneği 1 litrelik cam kavanozlarda sıkıştırılıp hazırlanmıştır. Kavanozların kapakları delindikten sonra ters çevrilerek 48 saat süre ile silo suyu drenajı sağlanmıştır. Silaj örnekleri inkubasyon süresi olan 70 günün sonunda analizlerin yapılması için açılmıştır.

Metot

Silaj örneklerinin açılmasını takiben pH değerlerinin ölçülmesi gerçekleştirilmiştir. Silajlara ait kuru madde (KM), ham protein (HP) ve ham kül (HK) analizleri Weende analiz sistemine göre (Anonymous, 1990), ADF ve NDF analizleri ise Goering ve Van Soest (1970) tarafından bildirilen yöntemle yapılmıştır. Silajların Fleig puanlaması, Kılıç (1986)'ın bildirdiği Fleig Puanı=220+(2x%KM-15)-40xpH eşitliği ile hesaplanmıştır.

Silaj örneklerinin *in-vitro* kuru madde sindirilebilirliği (KMS) ve organik madde sindirilebilirliklerinin (OMS) belirlenmesi ANKOM DAISY II INCUBATOR cihazı ile yapılmış ve aşağıdaki formülden yararlanılmıştır (Ankom, 2002).

$$\text{In-vitro sindirilebilirlik, \% (IVS)} = 100 - ((W3 - (W1 \times C1)) * 100) / W2 \quad (1)$$

Silajların enerji içeriklerinin belirlenmesinde NRC (1989) ve Ishler ve ark., (2000)'nın bildirdiği formüllerden yararlanılmıştır.

SE, Sindirilebilir Enerji, Mcal/kg KM

$$\text{SE} = \% \text{TSBM(OMS)} * 0.04409 \quad (2)$$

ME, Metabolik Enerji, kcal/kg KM

$$\text{ME} = \text{SE} * 0.082 \quad (3)$$

NE_L, Net Enerji Laktasyon, Mcal/kg KM

$$\text{NE}_L = (\% \text{TSBM(OMS)} * 0.0245) - 0.12 \quad (4)$$

Silajların NH₃-N konsantrasyonunun hesaplanmasında distilasyon yöntemi kullanılmıştır (Markham, 1942). Silajların asetik, propiyonik, bütirik ve laktik asit düzeyleri, HPLC cihazında Agilent Hi-Plex organik asit kolonu ile belirlenmiştir (Suzuki ve Lund, 1980). Araştırmadan elde edilen verilerin istatistiksel değerlendirilmesinde varyans analizi, gruplar arası farklılığın belirlenmesinde ise Duncan çoklu karşılaştırma testi uygulanmıştır (Steel ve Torrie 1980).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Ayçiçek hasılı ve şeker pancarı bitkisinin değişik oranlarda karıştırılmasıyla yapılan silajların BM içerikleri, silaj kaliteleri, *in-vitro* sindirilebilirlikleri ve enerji içeriklerinin belirlenmesi amacıyla yapılan bu çalışmada, ayçiçek ve şeker pancarı bitkilerinin silolama öncesi BM içerikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde, grupların silolama öncesi KM, OM, HK, NDF ve ADF değerleri bir birine yakın bulunmuştur. HP ve HY değerleri ise, gruplar arasında rakamsal düzeyde farklılık

göstermiştir. Yapılan bir çalışmada, silolama öncesi ayçiçek hasılına KM (%29.85) ve ADF (%44.05) değerleri, yapılan bu çalışmadan elde edilen ayçiçek hasılına ait değerden yüksek, HP (%11.20) ve NDF (%44.13) değerleri benzer bulunmuştur (Yıldız ve ark. 2010). Başka bir çalışmada (Yıldız, 2017), ayçiçek hasılına silolama öncesi KM, OM, HK, HP, HY, NDF ve ADF değerlerini sırasıyla; %23.28, 90.06, 9.95, 12.45, 14.86, 47.49 ve 39.23 olarak tespit edilmiştir. Bu değerler, yapılan bu çalışmadan elde edilen OM, HP, HY, NDF ve ADF değerlerinden yüksek, KM ve HK değerlerinden düşük olarak bulunmuştur.

Çizelge 1. Ayçiçek ve şeker pancarı bitkilerinin silolama öncesi BM içerikleri (% KM)

Gruplar	KMS, %	OM, %	HK, %	HP, %	HY, %	NDF, %	ADF, %
%100A %0P	24.51	89.18	10.83	11.61	5.46	44.23	29.04
%85A %15P	25.85	88.95	11.05	10.00	4.53	45.08	29.94
%55A %45P	25.58	88.49	11.51	10.96	3.19	45.60	31.87

KMS: kuru madde, OM: organik madde, HK: ham kül, HP: ham protein, HY: ham yağ, NDF: nötral detergent fibre, ADF: acid detergent fibre

Ayçiçek ve şeker pancarı bitkisi silajlarının BM içerikleri Çizelge 2’de verilmiştir. Silolama öncesi karışımlarla benzer şekilde, karışımlardaki pancar bitkisi miktarı arttıkça, silajların KM düzeyi de artmış; silolama öncesi HK değeri gibi, silajlarda da HK düzeyi oldukça yüksek bulunmuştur. Bu durum, gerek silolama öncesi dönemde, gerekse de silajlarda, pancar bitkisi miktarının artışına paralel olarak, karışımların OM düzeyini de düşürmüştür. Şeker pancarı bitkisi ve ayçiçek silajlarına ait BM içerikleri incelendiğinde, KM değerleri açısından gruplar arasındaki farklılıklar önemli ($P<0.05$) bulunmuş ve en yüksek değer %55A%45P grubunda tespit edilmiştir. Silajların OM ve HK değerleri bakımından gruplar arasındaki farklılık önemsiz bulunmuştur. %55A%45P silajına ait HP, NDF ve ADF değerleri diğer gruplardan farklı ve daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu değerlerin yüksek olması, bu silajın KM değerinin diğer gruplardan yüksek olmasına bağlanabilir. HY içeriği açısından en yüksek değer saf ayçiçek silajı grubunda olduğu tespit edilmiştir. Yıldız (2017) tarafından yapılan bir çalışmada, ayçiçeği silajlarının KM, OM, HK, HP, HY, NDF ve ADF değerlerini sırasıyla; %19.48, 88.97, 11.02, 11.19, 14.63, 47.42 ve 39.74 olarak belirlenmiştir. Bu değerler, yapılan bu çalışmada tespit edilen OM, HP, HY, NDF ve ADF değerlerinden yüksek, KM ve HK değerlerinden düşük olarak bulunmuştur. Pereira Neto ve ark. (2009) ise, ayçiçeği silajının KM, HP, HY, NDF ve ADF içeriklerini sırasıyla %23.87, %9.07, %13.34, %46.10 ve %36.02 olarak bildirmişlerdir. Bu değerler, yapılan bu çalışmada tespit edilen HK, HY, NDF ve ADF değerlerinin yüksek, KM ve HP değerlerinin düşük olduğu gözlenmiştir.

Çizelge 2. Ayçiçek ve şeker pancarı bitkisi silajlarının BM içerikleri (% KM)

Gruplar	KM %	OM, %	HK, %	HP, %	HY, %	NDF, %	ADF, %
%100A %0P	24.97±1.25 c	87.55±0.61	12.45±0.61	10.66±0.22 b	11.22±0.11 a	37.33±1.22 b	18.60±0.39 b
%85A %15P	26.29±0.92 ab	88.13±0.35	11.87±0.35	9.38±0.15 c	8.84±0.31 b	39.01±0.97 ab	19.50±0.33 b
%55A %45P	28.72±0.59 a	88.67±0.28	11.33±0.28	11.29±0.18 a	4.06±0.67 c	42.37±1.32 a	21.97±0.53 a
P-değeri	*			***	***	**	**

KM: kuru madde, OM: organik madde, HK: ham kül, HP: ham protein, HY: ham yağ, NDF: nötral detergent fibre, ADF: acid detergent fibre, *: ($P<0.05$); **: ($P<0.01$); ***: ($P<0.001$); a,b,c: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir

Ayçiçek ve şeker pancarı bitkisi silajlarının fermantasyon kalitesi ve fleig puanlarına ait değerler Çizelge 3’te verilmiştir. Silaj fermantasyon değerleri, silajların kalitelerinin belirlenmesinde önemli

kriterlerden birisidir. Bu çalışmada, silajlara ait pH değerleri 4.34-4.41 aralığında belirlenmiştir. Bu değerler silaj pH'larına ait optimum (3.8-4.2) değerlerine yakın bulunmuş ve gruplar arasındaki farklılığın önemsiz olduğu tespit edilmiştir. En yüksek NH₃ değeri saf ayçiçek silajında (5.59 mg.dl⁻¹), en düşük NH₃ değeri ise, %85A%15P silajında (3.65 mg.dl⁻¹) bulunmuş ve katkısız ayçiçek silajına göre diğer silajların NH₃ değerleri düşük olarak tespit edilmiştir (P<0.001). En yüksek LA değeri %100A%0P grubunda bulunmuş, asetik asit, bütirik asit düzeyleri ve fleig puanları açısından, silaj gruplarındaki farklılık önemli bulunmamıştır. Nitelik sınıfı açısından pancar katkılı grupların “pekiyi” olarak tespit edilmiştir. Demirel ve ark. (2008) mısır, ayçiçeği ve mısır-ayçiçeği karışımı silajların fermantasyon ve sindirilebilirlik özelliklerini araştırdığı bir çalışmada, ayçiçeği silajında fermantasyon ürünlerini sırasıyla; pH 4.35, LA %8.75, AA %1.89, PA %1.84 ve BA %0.61 olarak belirlemişlerdir. Ayçiçek silajının fermantasyon ve aerobik stabilitesini belirleyen Koç ve ark. (2009) silaj pH'sını 3.84, LA ve AA konsantrasyonlarını ise %1.51 ve %1.76 olarak belirlemişler ve ayçiçeğine bakteriyel inokulant ilavesinin silajlarda fermantasyon kalite kriterlerini iyileştirdiğini ifade etmişlerdir. Çiçeklenme, süt ve hamur olum şeklinde farklı vejetasyon dönemlerinde hasat edilen ayçiçeği silajlarının besin değeri ve fermantasyon özelliklerinin incelendiği bir çalışmada (Erdoğan ve Demirel, 2016), silajların fermantasyon özellikleri hasat dönemlerine göre sırasıyla; pH için 4.10, 4.30, 4.40; LA için 88.30, 85.80, 76.70 g.kg⁻¹ KM; AA için 36.00, 28.00, 23.50 g.kg⁻¹ KM; PA için 21.00, 17.20, 17.00 g.kg⁻¹ KM ve BA için 1.00, 0.20, ve 0.20 g.kg⁻¹ KM olarak belirlemişlerdir. Araştırmacılar, hasat döneminin gecikmesiyle silaj pH'sının yükseldiğini, AA, PA ve BA konsantrasyonunun düştüğünü bildirmişlerdir. Özdüven ve ark. (2009) ayçiçeği silajında pH'yı 4.22, LA konsantrasyonunu KM'de %5.96, AA konsantrasyonunu ise, KM'de %1.57 olarak bulmuşlardır. Bu değerler, bu çalışmadan elde edilen pH değerinden düşük; LA ve AA değerlerinden yüksek olarak belirlenmiştir. Bu araştırmacılar, silajlara LAB ve LAB+enzim katkısının silaj pH'sını düşürdüğünü; LA ve AA düzeyini ise yükselttiğini tespit etmişlerdir. Fleig puanı, kuru madde ve pH oranları göz önüne alınarak hesaplanmaktadır. Kuru madde ile pH oranını etkileyen her türlü faktör fleig puanını da etkilemektedir. Silo yemlerinde nitelik değerlerinin belirlenmesi için kullanılan yöntemlerden biridir. (Kılıç, 1986). Bu çalışmada, saf ayçiçek silajı hariç, silajların fleig puanı nitelik sınıfı “pekiyi”; saf ayçiçek silajında ise, “iyi” olarak belirlenmiştir. Ayçiçeği, börülce, sorgum ve soya bitkilerinin inokulantlı ve inokulantsız silajlarıyla yapılan bir çalışmada, inokulant katkısının ayçiçeği ve börülce silajlarının yem niteliğini arttırdığı tespit edilmiştir (Aşayan ve Karakozak, 2012). Sütçü sığır işletmelerinde silo yemlerinde silaj kalitesinin saptanmasıyla ilgili yapılan bir çalışmada, çiftçi şartlarında farklı materyallerden yapılmış 37 adet silaj örneği değerlendirilmiş ve silaj örneklerinde fleig puanları 11-98 arasında olduğu ve işletmelerde en çok mısır silajının yapıldığı, bu silajların silaj kalitesinin ‘orta’ ile ‘pekiyi’ değerleri arasında olduğu bildirilmektedir (Konca ve ark., 2005).

Çizelge 3. Ayçiçek ve şeker pancarı silajlarının fermantasyon kalitesi ve fleig puanları

Gruplar	pH	NH ₃ -N mg.dl ⁻¹	LA, %	AA, %	BA, %	Fleig puanı	Nitelik sınıfı
%100A %0P	4.39±0.07	5.59±0.24 a	2.41±0.15 a	1.05±0.10	0.41±0.02	78.14±5.08	İyi
%85A %15P	4.34±0.06	3.65±0.20 c	1.91±0.21 b	1.11±0.13	0.52±0.05	85.79±3.74	Pekiye
%55A %45P	4.41±0.02	4.34±0.11 b	2.16±0.10 ab	1.15±0.16	0.55±0.10	86.03±1.23	Pekiye
P değeri		***	*				

pH: asitlik derecesi, NH₃-N: amonyak azotu, LA: laktik asit, AA: asetik asit, BA: bütirik asit. *: (P<0.05); ***: (P<0.001)

a,b,c: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir

Ayçiçek ve şeker pancarı bitkisi silajların *in-vitro* KM ve OM sindirilebilirlikleri ile enerji değerleri Çizelge 4'de verilmiştir. Ayçiçek ve şeker pancarı silajlarının *in-vitro* KM ve OM sindirilebilirlikleri ile enerji değerleri incelendiğinde, grupların KM sindirilebilirliği açısından aralarındaki farklılığın önemsiz (P>0.05) olduğu; OM, SE, ME, ve NE_L değerlerinde gruplar arasındaki

farklılık çok önemli ($P<0.01$) bulunmuş ve silaj grupları için, tüm parametrelerde en yüksek değerler %100A%0P grubu olan saf ayçiçeği silajından elde edilmiştir (Çizelge 4). Farklı olgunluk dönemlerinde hasat edilerek hazırlanan ayçiçek silajlarının kalitelerinin incelendiği bir çalışmada (Demirel ve ark. 2006), en yüksek KM ve OM sindirilebilirliği çiçeklenme döneminde hasat edilen silajlarda tespit edildiği bildirilmektedir. Konca ve ark. (2015) tarafından yapılan bir çalışmada, ayçiçeği silajlarına melas, LAB ve enzim ilavesinin silajlarının kalitesi üzerine olan etkileri belirlenmiş ve silajların KM sindirilebilirliğinde melas katkılı grubun OM sindirilebilirliğinde LAB katkılı grubun, ayrıca ME düzeyi açısından LAB katkılı grubun daha iyi sonuç verdiği bildirilmektedir. Yapılan bir çalışmada, farklı vejetasyon dönemlerinde hasat edilerek hazırlanan ayçiçeği silajlarında, *in-vitro* KM ve OM sindirilebilirlikleri açısından en yüksek değerler, tomurcuklanma ve çiçeklenme döneminin sonunda hasat edilip yapılan silajlarda belirlenmiştir (Mafakher ve ark., 2010). YŞPP'nın buğday kepeği ile silolanma olanaklarıyla silaj kalitesi ve sindirilebilirliğinin tespit edilmesi amacıyla yapılan bir çalışmada, farklı KM seviyelerinde yapılan silajların *in-vitro* sindirim (%KM) ve enerji değerleri (Mcal.kg⁻¹, KM) araştırılmış ve *in-vitro* sindirilebilirlik ve ME, NE_L değerleri açısından en iyi değerler %25 KM seviyesindeki yaş şeker pancarı ile kepek karışım silajında belirlenmiş, hem mısır silajından hem de diğer KM düzeyinde hazırlanan silajlardan daha iyi sonuç verdiği tespit edilmiştir (Levendoglu ve Karşlı, 2010).

Çizelge 4. Ayçiçek ve şeker pancarı silajların *in-vitro* KM ve OM sindirilebilirlikleri (%) ile enerji değerleri (Mcal.kg⁻¹ KM)

Gruplar	KMS	OMS	SE	ME	NE _L
%100A %0P	50.75±0.26	54.60±0.36 a	2.41±0.02 a	1.97±0.01 a	1.22±0.01 a
%85A %15P	49.01±1.02	51.34±1.52 ab	2.26±0.07 ab	1.86±0.05 ab	1.14±0.04 ab
%55A %45P	47.41±0.90	49.42±1.52 b	2.18±0.07 b	1.79±0.06 b	1.09±0.04 b
P-değeri		**	**	**	**

KMS: kuru madde sindirilebilirliği, OMS: organik madde sindirilebilirliği, SE: sindirilebilir enerji, ME: metabolik enerji, NE_L: net enerji laktasyon. **: (P<0.01); a,b: Aynı sütunda farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki farklılıklar önemlidir

SONUÇ

Ayçiçeği ve şeker pancarı bitkileri karışımından hazırlanan silajların, ham besin madde kompozisyonu, silaj fermantasyon kalite parametreleri ve *in-vitro* KM ve OM sindirilebilirlik değerleri ile enerji değerleri incelendiğinde, gerek saf ayçiçek hasılından, gerekse ayçiçeği hasılı ve şeker pancarı karışımlarından, her hangi bir katkıya ihtiyaç duyulmaksızın kaliteli silajlar elde edilebileceği; ancak %45 düzeyinde şeker pancarı bitkisi katkılı grupta OMS ve enerji içeriklerinde düşüş gözlemlendiği ve literatürde tüm şeker pancarı bitkisi silajı ile ilgili çok fazla çalışmaya rastlanmadığından, bu bitki üzerinde daha fazla çalışma yapılması gerektiği sonucuna varılmıştır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından, FHD-2019-7981 nolu hızlı destek projesi olarak desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları arasında herhangi bir çıkar çatışması olmadığı beyan olunur.

Yazar Katkısı

Makaleye yazarlar eşit oranda katkı sağlamışlardır.

KAYNAKLAR

- Aldemir R, Bingol NT, Karsli MA and Dede S, 2019. Effect of Substituting Barley Grain with Wet Sugar Beet Pulp Silage on Some Blood Metabolites in Lambs. *Indian Journal of Animal Research*, 53(1): 55-58.
- Ankom, 2002. Operator's Manual ANKOM II 200/220 Fiber Analyzer. ANKOM Technology Corp., Fairport, NY.
- Anonim, 2019. Sektör Raporu. Türkiye Şeker Fabrikaları A.Ş. Mayıs 2019 https://www.turkseker.gov.tr/data/dokumanlar/2018_Sektor_Raporu.pdf (Erişim Tarihi: 27.12.2019).
- Anonymous, 1990. Association of Official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis. Vol.1. 15th ed. AOAC, Arlington, VA.
- Avcı M, Akdeniz H, Deniz S, 2005. Değişik Katkılarla Hazırlanan Yaş Şeker Pancarı Posası Silajlarının Kalitesinin Belirlenmesi. III. Ulusal Hayvan Besleme Kongresi, 7-10 Eylül 2005, Adana.
- Ayaşan T, Karakozak M, 2012. İnokulant Kullanımının Değişik Yem Bitkilerinden Oluşan Silajlarda Ham Besin Maddeleri ile Kalite Üzerine Etkisi. *Fırat Üniversitesi Sağlık Bilimleri Veteriner Dergisi*, 26(2): 93-98.
- Çalışkan ME, 2018. Şekerpancarı. <http://www.mku.edu.tr/files/898-dfe752ff-e965-425e-95f4-443f56acba11.pdf> (Erişim Tarihi: 27.12.2018).
- Demirel M, Bolat D, Çelik S, Bakıcı Y, Çelik S, 2006. Quality of Silages From Sunflower Harvested at Different Vegetational Stages. *Journal of Applied Animal Research*, 30: 161-165.
- Demirel M, Bolat D, Çelik S, Bakıcı Y, Eratak S, 2008. Determination of Fermentation and Digestibility Characteristics of Corn, Sunflower and Combination of Corn and Sunflower Silages. *Journal of Animal and Veterinary Advances*, 7 (6): 707-711
- Deniz S, Demirel M, Tuncer ŞD, Kaplan O, Aksu T, 2001. Değişik Şekillerde Üretilen Şeker Pancarı Posası Silajının Süt İneği ve Kuzu Rasyonlarında Kullanılma Olanakları. 1. Kaliteli Şeker Pancarı Posası Silajının Elde Edilmesi. *Turkish Journal of Veterinary and Animal Sciences*, 25;1015-1020
- Erdoğan S ve Demirel M, 2011. Farklı Hasat Dönemlerinde Biçilen Ayçiçeği Hasılına Artan Düzeylerde Enzim İlavasının Silajların Enerji İçerikleri ile Ham Besin Maddelerinin Sindirilebilirliği Üzerine Etkisi. VI. Ulusal Hayvan Besleme Kongresi (Uluslararası Katılımlı), 29 Haziran-2 Temmuz 2011, Samsun.
- Erdoğan S ve Demirel M, 2016. Conservation Characteristics and Nutritive Value of Sunflower Silages as Affected by the Maturity Stages and Fibrolytic Enzymes. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 4(6): 464-469.
- Fidan H ve Özçelik A, 2003. Türkiye Ekonomisi Yönünden Ayçiçeğinin Önemi. Türkiye I. Yağlı Tohumlar, Bitkisel Yağlar ve Teknolojileri Sempozyumu Bildirileri, 22/23 Mayıs 2003, İstanbul
- Goering MK and Van Soest PJ, 1970. Forage Fibre Analysis. *Agricultural Handbook*, No.379. Agric. Res., U.S. Dep. Agric.
- Ishler V, Heinrichs J and Varga G, 2000. From Feed to Milk: Understanding Rumen Function. Penn State University. College of Agricultural Sciences. Extension Circular 422. USA.
- Kara B, Yıldız F, Özkul J, 2013. Sebze Olarak Tüketilen Bazı Bitki Hasat Artıklarının Silaj Olarak Değerlendirilme Olanakları. *Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi* 17(1), 76-80
- Kılıç A, 1986. Silo Yemi (Öğretim, Öğrenim ve Uygulama Önerileri). Bilgehan Basımevi, İzmir.
- Koç F, Özduven ML, Coşkuntuna L, Polat C, 2009. The Effects of İnoculant Lactic Acid Bacteria on the Fermentation and Aerobic Stability of Sunflower Silage. *Poljoprivreda*, 15(2): 47-52
- Konca Y, Alçiçek A, Yaylak E, 2005. Süt Sığırcılığı İşletmelerinde Yapılan Silo Yemlerinde Silaj Kalitesinin Saptanması. *Hayvansal Üretim* 46(2): 6-13
- Konca Y, Beyzi SB, Kaliber M, Ülger İ, 2015. Chemical and Nutritional Changes in Sunflower Silage Associated With Molasses, Lactic Acid Bacteria and Enzyme Supplementation. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi* 19 (4), 223-231
- Levendoglu T, Karşlı MA, 2010. Yaş Şeker Pancarı Posasının Buğday Kepeği ile Birlikte Silolanma Olanakları ile Silaj Kalitesi ve Sindirilebilirliğinin Belirlenmesi (I. Silaj Kalitesi). *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 21(3): 175-178.

- Mafakher E, Meskarbashee M, Hassibi P, Mashayekhi MR, 2010. Evaluation of Sunflower Silage in Different Developmental Stages. *Asian Journal of Crop Science*, 2(1): 20-24.
- Markham P, 1942. A Steam Distillation Apparatus Suitable for Micro-Kjeldahl Analyses. *Journal Biochemistry*, 36: 790-797.
- NRC, 1989. Nutrient Requirements of Dairy Cattle. 6th Revised Edit., National Academy Press Washington D.C., USA
- Özdüven ML, Koc F, Polat C, Coskuntuna L, 2009. The Effects of Lactic Acid Bacteria and Enzyme Mixture Inoculants on Fermentation and Nutrient Digestibility of Sunflower Silage. *Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 15(2): 195-199
- Özkan ÇÖ, 2012. Gladiçya (*Gleditsia triacanthos*) Meyvesinin Şeker Pancarı Posası Silajında Kullanımı. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 69s.
- Pereira Neto M, Maciel FC, Vasconcelos RMJ, 2009. Produção e Uso de Silagens. (Editor: Natal Emparn). 30.
- Steel RCD and Torrie JH, 1980. Principles and Procedures of Statistics. A Biometrical Approach. Mc Graw- Hill Book Company. New York.
- Suzuki M and Lund CW, 1980. Improved Gas-liquid Chromatography for Simultaneous Determination of Volatile Fatty Acids and Lactic Acid in Silage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 28: 1040-1
- Temur C, Çelik S, Güney M, Demirel M, 2009. Soya, Ayçiçeği ve Soya Ayçiçeği Karışımlarının Fermantasyon Özellikleri ve Ham Besin Maddelerinin Sindirilme Derecelerinin Belirlenmesi. V. Ulusal Hayvan Besleme Kongresi, 30 Eylül- 3 Ekim 2009, Tekirdağ.
- Tosun F, 2017. Şeker Pancarı Ürün Raporu. Tarımsal Ekonomi ve Politika Geliştirme Enstitüsü. Tepge Yayın No: 291, ISBN: 978-605-9175-96-8
- TUİK, 2020. Bitkisel Üretim İstatistikleri. http://www.tuik.gov.tr/PreTablo.do?alt_id=1001 (Erişim Tarihi: 07.02.2020)
- Yıldırım B, 2015. Türkiye'deki Silaj Çalışmaları: 2005-2014 Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 5(2): 79-88
- Yıldız S, 2017. Saanen X Kıl Keçisi Melezi (F1) Keçilerin Rasyonlarında Mısır Silajı Yerine Ayçiçeği Silajının Kullanılmasının Rumen ve Kan Parametreleri ile Süt Verimi ve Bileşimine Etkisi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Zootekni Anabilim Dalı Doktora Tezi. Van, 2017
- Yıldız S. ve Erdoğan S, 2018a. Van Koşullarında Yetiştirilen Silajlık Mısır (*Zea mays L.*) ve Ayçiçeği (*Helianthus annuus L.*)'nin Verim Parametreleri ve Besin Madde Kompozisyonuna Ait Kalite Özellikleri. *Turkish Journal Agricultural Research.*, 5(3): 280-285
- Yıldız S and Erdogan S, 2018b. Using of Sunflower Silage Instead of Corn Silage in the Diets of Goat. *Indian Journal of Animal Research*, no.10, pp.1446-1451
- Yıldız C, Ozturk I and Erkmen Y, 2010. Effects of Chopping Length and Compaction Values on the Feed Qualities of Sunflower Silage. *Scientific Research and Essays*, 5(15), 2051-2054

Atf İçin: Kaygısız A, Yılmaz İ, Şanver N, Serim ST, 2022. Ankara İli Elmadağ ve Yenimahalle İlçelerinde Sığır Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1163-1176.

To Cite: Kaygısız A, Yılmaz İ, Şanver N, Serim ST, 2022. Structural Analysis of Cattle Breeding in Yenimahalle and Elmadağ Counties of Ankara Province. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1163-1176.

Ankara İli Elmadağ ve Yenimahalle İlçelerinde Sığır Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi

Ali KAYGISIZ^{1*}, İsa YILMAZ², Necati ŞANVER³, Salih Taner SERİM⁴

ÖZET: Bu çalışmanın amacı Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerinde sığırcılık işletmelerinde sürü yönetimi, barınakların durumu ve buzağı yetiştirme ile ilgili mevcut uygulamaların yeterliliğini araştırmaktır. Çalışma Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerinde sığırcılık işletmelerinde 2021 yılında yetiştiricilerle yüz yüze anket çalışması şeklinde yürütülmüştür. Basit Tesadüfi Örnekleme yöntemiyle örnek büyüklüğü 200 işletme olarak belirlenmiştir. Verilerin istatistiksel değerlendirilmesinde, SPSS 20.0 paket programı kullanılmıştır. Verilerin sınıflama (kategorik) ölçeğinde olması nedeniyle karşılaştırmalarda Ki-Kare bağımsızlık testi kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre işletmelerde ortalama sığır sayısı 39.60 ± 2.76 baş, sürü ortalaması günlük süt verimi 17.35 ± 0.371 kg gün sürü⁻¹, işletmeler bazında buzağı kaybı %4.65 ve ortalama yıllık işletme başına buzağı kaybı 1.01 ± 0.12 baş olarak tespit edilmiştir. İşletmelerde buzağı kayıplarının az olduğu gözlenmiş olup, bunun sebebi olarak buzağılara zamanında ağız sütü verilmesi ve hayati öneme sahip bazı pratik uygulamaların yüksek oranda yapılmasının uygun olduğu kanaatine varılmıştır. Sonuç olarak, hayvansal ürünler talebin sürekli olduğu bir üretim şeklidir. Bu nedenle süreklilik gösteren talebi karşılamak için ise sürdürülebilir bir üretim gereklidir. Hayvancılığın yoğun olarak yapıldığı bölgelerde öncelikle mevcut hayvancılığın durumunun ortaya konulması ve sürdürülebilirliğin yol haritasının belirlenmesi gereklidir. İşletmelerde sürdürülebilir bir yetiştiricilikle birlikte yüksek süt verimi ve yılda bir buzağı alınması hedefi ile yaygın hastalıklardan sürüleri korumak için eradikasyon programlarının uygulanması gereklidir. İşletmelerin verimliliği, yapısal durumunu, problemler ve yetiştirici isteklerinin tespiti için daha fazla bilimsel çalışmaya ihtiyaç vardır.

Anahtar Kelimeler: İşletme, sığırcılık, hayvansal üretim, buzağı yetiştirme, yapısal analiz

Structural Analysis of Cattle Breeding in Yenimahalle and Elmadağ Counties of Ankara Province

ABSTRACT: This study was carried out in the form of a face-to-face survey with breeders in the cattle farms in Elmadağ and Yenimahalle counties of Ankara in 2021. The aim of this study is to investigate the adequacy of existing practices related to herd management, status of barns and status calf reared in farms. In determination as sample size was the Simple Random Sampling method and determined 200 farms. In the statistical evaluation of the data was used SPSS 20.0 package program Since the data were in classification (categorical) scale, in comparisons of data was used Chi-Square independence test. According to the results obtained, the average number of cattle in the farms was 39.60 ± 2.76 heads, the average daily milk yield of the herd was 17.35 ± 0.371 kg day herd⁻¹, and the calf loss rate per farm was 4.65%. The average annual calf loss per farm was 1.01 ± 0.12 heads. It may be indicated that the calf losses are low in the farms, and it was concluded that this is due to the timely giving of colostrum to the calves and the implementation of some vital practical applications at a high rate. As a result, animal products are a mode of production in which demand is a continued state. For this reason, a sustainable production is necessary to meet the continuous demand. In regions where animal husbandry is intense, first of all, it is necessary to reveal the current situation of animal husbandry and to determine the roadmap for sustainability. it is also required to implement eradication programs in order to protect the herds from common diseases with the aim of high milk yield and one calf per year, together with sustainable breeding in the enterprises. In order to help a sustainable production of farms are needed to more scientific studies to determine the productivity, structural status, problems and grower requests of the farm.

Keywords: Farm, cattle, animal production, calf breeding, structure analysis

^{1*}Ali KAYGISIZ ([Orcid ID: 0000-0002-5302-2735](https://orcid.org/0000-0002-5302-2735)), Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Zootekni Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

²İsa YILMAZ ([Orcid ID: 0000-0001-6796-577X](https://orcid.org/0000-0001-6796-577X)), Muş Alparslan Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Fakültesi, Hayvansal Üretim ve Teknolojileri Bölümü, Muş, Türkiye

³Necati ŞANVER ([Orcid ID: 0000-0003-0027-0978](https://orcid.org/0000-0003-0027-0978)), Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü, Uluslararası Hayvancılık ve Araştırma Eğitim Merkezi Müdürlüğü, Lalahan-Mamak-Ankara

⁴Salih Taner SERİM ([Orcid ID: 0000-0003-0355-3615](https://orcid.org/0000-0003-0355-3615)), Tarımsal Araştırmalar Genel Müdürlüğü Zirai Mücadele Merkez Araştırma Enstitüsü Yenimahalle / Ankara

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Ali KAYGISIZ, e-mail: alikaygisiz@ksu.edu.tr

Bu çalışma için, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Etik Kurulundan 13.04.2021 tarih, 2021/7 sayılı toplantısında, 2-3 nolu, karar ile etik kurul izni alınmıştır.

GİRİŞ

Türkiye şartlarında, farklı yörelerde sığır yetiştiriciliğinin mevcut durumunu ortaya koymaya yönelik çok sayıda çalışma (Demir ve Aral, 2009; Şeker ve ark., 2012; Koçyiğit ve ark., 2018; Mundan ve ark., 2018; Karaca, 2020) yapılmıştır.

Büyükbaş hayvancılıkta başarılı ve karlı bir üretim için; işletmelerde yeterli arazi, yem bitkisi üretimi ve yüksek verimli hayvan ırkları ile çalışılması gerekmektedir (Koçyiğit ve ark., 2015; Göncü ve Gökçe, 2017). Süt ve döl verimleri süt sığıru yetiştiriciliğinin en önemli üretim parametreleri olup, maksimum süt üretimi ve yılda bir yavru almak hedeflenir (Karakas, 2002; Varışlı ve Akyol, 2018). Hayvan yetiştirme konusunda yetiştiricilerin eğitimi, üretilen süt ve etin işlenmesi, paketlenmesi, pazarlanmasına yönelik projelerin hayata geçirilmesi, damızlık hayvan materyali temini ile hayvan sağlığı ve refahı konularında standartlara uyumun sağlanması, eski ve kullanışsız olan ahırların daha basit, maliyeti düşük ve kullanışlı yapılara dönüştürülmesi gerekir (Koçyiğit ve ark., 2015).

Sığırcılık işletmelerinin sürdürülebilirliklerinin ve karlılıklarının sağlanması, elde edilen buzağuların uygun bir yetiştirme programıyla büyütülmesine bağlıdır (Tüzemen ve Yanar, 2013; Kaygısız ve Sönmez, 2018). Ayrıca, yetiştiricilere yönelik eğitim ve bilgi takviyesiyle de buzağı yetiştirme programlarının başarıya ulaşması mümkündür (Köseman ve Şeker, 2016).

Türkiye genelinde buzağı kayıplarının önlenmesi için öncelikle bu kayıpların nedenlerinin araştırılması, yavru atmanın önemli bir nedeni olan brusella kaynağının elemine edilmesi (Can, 2010), ve bu hastalığın kontrol altına alınması için iyi bir eradikasyon programının uygulanması gereklidir (Benkirane, 2006). Türkiye’de buzağı kayıplarının önemli bir başka sebebi, neonatal buzağı ishalleri ve sepsis’tir. Kayıplar sonunda işletmeler çok zarar görmektedir. İshallerin oluşmasında birçok faktör rol oynamakta olup, bunların başında; olumsuz çevre etkileri, zayıf immunité ve yetersiz kolostrum alınması, bakteriyel etkenler, viral ve paraziter patojenleri sıralamak mümkündür (Akyüz ve ark., 2017). Buzağılara kolostrumun zamanında verilmemesi ve göbek kordonu bakımının ihmali gibi faktörlerinde buzağı ishallerinin oluşumunda önemli rolü vardır (Lorenz ve ark., 2011).

Teknik sığır yetiştiriciliğinde, buzağılarda süttten kesimin belirli bazı kriterlere göre yapılması gereklidir. Buzağıların yeterince yem tüketimlerinin sağlanması ile birlikte belirli bir cüsse büyüklüğüne de ulaşmasına dikkat edilerek süttten kesime karar verilmelidir (Doğan, 2014).

Buzağıların doğumu müteakip, canlı ağırlıklarının %10'u kadar kolostrumu 24 saat içinde almaları gerekir. Bu miktarın yarısının doğumu müteakip 6 saat içinde alınması çok önemlidir (Tüzemen ve Yanar, 2013). Çünkü kolostrumdaki bağışıklık maddelerinin düzeyi doğumla birlikte hızla azalmakta olup, buzağı 6 saatlik yaşa ulaştığında kolostrumdaki immunoglobulinler’in %66’sını emmiş duruma gelmelidir. Bunu sağlamak için ilk 30 dakika içerisinde kolostrumu alınması en iyi durum olarak kabul edilmektedir. Çünkü immunoglobulinler’in varlığı başlangıçta sütte %6.0 iken, üçüncü sağımdan sonra %0.2 seviyesine kadar düşmektedir (Anonim, 2019). Kolostrumun buzağıyı hastalıklardan koruyacak kalitede olabilmesi için ineklerin kuru dönemde dengeli ve yeterli beslenmesi ve hayvanlara konforlu bir çevre sağlanması ile mümkündür (Kaygısız ve Köse, 2007; Doğan, 2014).

Süt sığır işletmelerinde sürdürülebilir bir sürü devamlılığı, yetiştiricilerin sağlıklı buzağı yetiştirme programındaki başarısına bağlıdır. Programı etkileyen çok sayıda faktör olmasına rağmen, buzağılara yeterli düzeyde yüksek kaliteli kolostrum sağlanması buzağı sağlığı ve yaşama gücünü etkileyen en önemli etkidir (Erdem ve Atasever, 2005). Tüm dünyada buzağı ölüm oranı hayvanların refah düzeyi ve yönetim kalitesinin en önemli göstergeleri arasında kabul edilmektedir (Koyuncu ve Karaca, 2018).

Bu çalışma ile; Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerinde büyükbaş hayvan yetiştiren işletmelerin bazı yapısal özellikleri incelenerek, ilçelerdeki sığır yetiştiriciliği faaliyetlerinin gelişmesine katkı sağlayacak öneriler getirilmeye çalışılmıştır.

MATERYAL VE METOT

Materyal

Araştırmanın materyalini Ankara ili Yenimahalle ve Elmadağ ilçelerinde faaliyet gösteren sığır yetiştiriciliği işletmeleri sahipleriyle yüz yüze anket çalışması ile elde edilen veriler oluşturmuştur.

Metod

Anket yöntemiyle veriler toplandığında tam sayım yoluyla elde edilen bilgiler daha doğru sonuçları yansıttığından; popülasyon küçükse ve istenilen bilgiye ulaşmak kolay ve ucuzsa tam sayım yapılmalıdır (Çiçek ve Erkan, 1996; Yamane, 2010). Aksi takdirde, toplam işletme sayısını gösteren N (popülasyon büyüklüğü) bilinmesine rağmen, bölgede detaylı çalışmaların yapılmadığı, standart sapma ve varyans değerlerinin bilinmediği durumlarda anket sayısını belirlemek için basit tesadüf örnekleme yöntemi kullanılabilir (Yamane, 2010). Bu nedenle anket sayısını belirlemek için Eşitlik 1’de verilen örnekleme formülü kullanılmıştır. Söz konusu metod bir çok araştırmacı tarafından da kullanılmıştır (Topçu, 2012; Karadaş, 2015; Karadaş, 2018).

Araştırmanın popülasyonu 2021 yılında Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle İlçe Tarım Müdürlüğü verileri dikkate alınarak tespit edilmiştir. Ankara ili Elmadağ ilçesinde 864 adet ve Yenimahalle ilçesinde 650 olmak üzere toplam 1514 adet sığır yetiştiriciliği işletmesi olduğu belirlenmiştir. Buna göre örnek büyüklüğü aşağıdaki eşitlik yardımıyla belirlenmiştir (Eşitlik 1).

$$n = \frac{N * t^2 * p * q}{(N-1) * D^2 + t^2 * p * q} \quad (1)$$

n= Örnek büyüklüğü

N= İşletme sayısı

D= Kabul edilen veya arzu edilen örnekleme hatası

t= Tablo değeri

p= Hesaplanması istenen oran

q=1-p

$$n = \frac{1514 * 1.96^2 * 0.5 * 0.5}{(1514-1) * 0.065^2 + 1.96^2 * 0.5 * 0.5} = 198$$

Örneklem sayısı 198 adet olarak tespit edilmiş olup, araştırmanın yapıldığı Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerindeki sığır yetiştiriciliği işletmelerinin sayıları bir birine yakın olduğu için her ilçede 100’er olmak üzere toplam 200 örneklem için anket yapılmıştır. Elde edilen bilgiler Excel elektronik tablo programı yardımıyla düzenlenerek analize hazır hale getirilmiştir. Verilerin analizi SPSS 20.0 paket programı yardımıyla yapılmıştır.

İşletme gruplarının farklı özellikler açısından karşılaştırılmasında analitik değerlendirmede X^2 (Ki-kare) bağımsızlık testi uygulanmış, tablolarda hücrelerden herhangi birisinin beklenen değerinin 5’den küçük olması durumunda ise Fisherin Ki kare Testi uygulanmıştır (Yıldız ve ark., 2020).

Çalışmanın yürütülebilmesi için KSÜ Fen ve Mühendislik Bilimleri Etik Kurulundan izin alınmıştır. (13.04.2021 tarih, sayı: 2021/7 sayılı toplantı, 2-3 sayılı karar).

BULGULAR VE TARTIŞMA

Sığırcılık işletmelerinde karlılık için yetiştirilen sığırlardan elde edilen ve beklenen verimlerin başında buzağı verimi ve süt geliri gelmektedir. İşletmelerde özellikle yılda bir buzağı alınması hedeflenir. Bunun yanında süt geliri de işletmenin kârını artırmada önemli bir rol oynamaktadır. Bu çalışma kapsamında Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerinde sığırcılık işletmelerinden elde edilen verilere ait bazı tanımlayıcı istatistikler Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. İşletmelerdeki hayvanlara ait bazı tanımlayıcı istatistikler

Özellikler	N	$\bar{X} \pm S_{\bar{x}}$	Medyan	En az	En çok
Ortalama sığır sayısı (baş sığır ⁻¹)	200	39.60±2.76	29.00	10	320
Ortalama sağmal inek sayısı (baş sığır ⁻¹)	200	20.63±1.43	14.00	3	125
Sürü ortalama süt verimi (kg gün inek ⁻¹)	200	17.35±0.371	16.00	10	35
Sürü toplam ortalama süt verimi (kg gün sürü ⁻¹)	200	399.42±37.09	231.50	45	3500
Yıllık ortalama süt verimi (kg yıl sürü ⁻¹)	198	5288.77±112.31	4880.00	3050	10675
Ortalama doğan buzağı sayısı (baş yıl ⁻¹)	200	19.54±1.47	13.00	0	125
Ortalama buzağı kaybı (baş yıl sürü ⁻¹)	200	1.01±0.12	0.00	0	10
Ölen buzağı yüzdesi (ölen buzağı sayısı doğan buzağı sayısı ⁻¹) (%)	200	5.14	-	-	-

Anket yapılan işletmelerde ortalama olarak; sığır sayısı 39.60±2.76 (baş yıl sürü⁻¹), sağmal inek sayısı 20.63±1.43 (baş sığır⁻¹), sürü başına süt miktarı 17.35±0.371 (kg gün inek⁻¹), yıllık doğan buzağı sayısı 19.54±1.47 (baş yıl⁻¹), buzağı kaybı 1.01±0.12 (baş yıl sürü⁻¹) ve yıllık buzağı kaybı oranı (%) 5.14 (201 baş/3907 baş⁻¹) olarak tespit edilmiştir (Çizelge 1).

Konu ile ilgili yürütülen benzer bir çalışmada, Yılmaz ve Sariözkan (2020) yaptıkları bir çalışmada Kayseri ili Yahyalı ilçesindeki işletmeleri hedeflenen fertilitate parametrelerini sağlayıp (etkin) ve sağlayamama (etkin olmayan) durumlarına göre sınıflandırarak buzağı ölüm oranını etkin olan ve olmayan işletmelerde sırasıyla %3.3±3.3 ve %6.1±1.6 olarak bildirmişlerdir. İsviçre’de 100 tarım işletmesinde yapılan çalışmada ise buzağı ölüm oranı %3.1 olarak tespit edilmiştir (Busato ve ark., 1997). Hızlı ve ark. (2017) ise Doğu Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü işletmesinde yetiştirilen Siyah Alaca buzağılarda 6. ay yaşama gücünü %97.12 (ölüm oranı % 2.88) olarak bildirmişlerdir. Malatya İlinde yetiştirici şartlarındaki buzağılarda 7. güne kadar ölüm oranları ise Siyah Alaca ırkında %2.2 (yaşama gücü %97.8), Simental ırkında %1.6 (yaşama gücü %98.4), Esmer ırkta ise % 0.5 (yaşama gücü %99.5) olarak hesaplanmıştır (Koşum ve Kaygısız, 2019).

Afyonkarahisar da yapılan bir çalışmada ortalama günlük süt veriminin 15.4 litre olduğu (Şahanoğlu, 2014), Hatay İli Damızlık Sığır Yetiştiricileri Birliği (HDSYB)’ne üye olan işletmelerde ise 17.38 kg (Tapkı ve ark., 2018) olarak tespit edilmiştir.

Çalışma kapsamında anket sorularını yanıtlayan ve çalışmaya katılan yetiştiricilerin işletmelerinde barındırdıkları sığır genotipleri, ahır tipleri ve bazı uygulamalar Çizelge 2’de verilmiştir.

Çalışma kapsamında değerlendirilen işletmelerden elde edilen sonuçlara göre (Çizelge 2), işletmelerin %14 (n=28 200⁻¹)’ünde sığırın dışında başka küçükbaş yetiştiriciliğinin de yapıldığı belirlenmiştir. İşletmelerin bulunduğu ilçelere göre başka ruminant yetiştirme durumu arasında farklılık önemli olup (p<0.001), işletme büyüklüklerine göre ise farklılık yoktur. Sığır dışında başka bir ruminant hayvan yetiştiren işletmelerin oranı Karaca (2020) tarafından %31.3 olarak bildirilmiştir.

İşletmelerde sürü besleme şekli otlatma + yemleme (%73.5, n=147 200⁻¹) ve ahırda yemleme (%26.5, n=53 200⁻¹) şeklinde belirlenmiş olup, besleme şeklinin ilçelere göre farklılık gösterdiği (p<0.001), ancak işletme büyüklüklerine göre farklılık göstermediği tespit edilmiştir (Çizelge 2). Konu ile ilgili yapılan bir çalışmada ineklerin %68.8’inin ahırda ve %31.3’ünün otlatma + ahırda yemleme şeklinde beslendikleri bildirilmiştir (Karaca, 2020). Avusturya’da yapılan bir çalışmada ise işletmelerin

%23.9'unda otlatma ve %76.1'in de ise ahırda yemleme yapıldığı bildirilmiştir (Klein-Jobstl ve ark., 2015).

Çizelge 2. Sığırcılık işletmelerinin ilçe ve işletme büyüklüğüne göre karşılaştırılması

İncelenen özellikler	İlçeler		İstatistik Testler	İşletme Büyüklüğü (Baş)				İstatistik Testler
	Elmadağ N=100 (n)	Yenimahalle N=100 (n)		1-20 N=64 % (n)	21-40 N=85 % (n)	41-60 N=25 % (n)	> 60 N=26 % (n)	
Başka ruminant yetiştirme								
Yok	(95)	(77)	$\chi^2=13.455$	85.9(55)	81.2(69)	96.0(24)	92.3(24)	$\chi^2=4.578$
Var	(5)	(23)	$P<0.001^{**}$	14.1 (9)	18.8(16)	4.0 (1)	7.7 (2)	$P>0.05$
Sürü besleme								
Otlatma+yem	(48)	(99)	$\chi^2=66.769$	75.0(48)	76.5(65)	76.0(19)	57.7(15)	$\chi^2=3.875$
Ahırda	(52)	(1)	$P<0.001^{**}$	25.0(16)	23.5(20)	24.0 (6)	42.3(11)	$P>0.05$
Sığır genotipleri								
Kültür ırkı	(28)	(0)	$\chi^2=37.343$	20.3(13)	10.6 (9)	0.0 (0)	23.1 (6)	$\chi^2=9.711$
Melez	(14)	(8)	$P<0.001^{**}$	9.4 (6)	12.9(11)	8.0 (2)	11.5 (3)	$P>0.05$
Kültür+melez	(58)	(92)		70.3(45)	76.5(65)	92.0(23)	65.4(17)	
Ahır tipleri								
Serbest durak	(16)	(17)	$\chi^2=0.036$	9.4 (6)	9.4 (8)	20.0 (5)	53.8(14)	$\chi^2=32.001$
Bağlı durak	(84)	(83)	$P>0.05$	90.6(58)	90.6(77)	80.0(20)	46.2(12)	$P<0.001^{**}$
İnekleri doğum için ayırma								
Ayrılıyor	(59)	(78)	$\chi^2=8.365$	64.1(41)	70.6(60)	68.0(17)	73.1(19)	$\chi^2=1.011$
Ayrılmıyor	(41)	(22)	$P<0.004^*$	35.9(23)	29.4(25)	32.0 (8)	26.9 (7)	$P>0.05$

*: Fisher's χ^2 testi.

İşletmelerde yetiştirilen sığır genotipleri incelendiğinde kültür ırkları, melez genotipler ve kültür ırkları + melez genotipler olarak tespit edilmiş olup, sırasıyla dağılımları %14 ($n=28 \cdot 200^{-1}$), %11 ($n=22 \cdot 200^{-1}$) ve %75.0 ($n=150 \cdot 200^{-1}$) olarak belirlenmiştir. Çalışmada yerli ırk yetiştiren işletmeye rastlanılmamıştır. İlçeler bazında işletmelerde sığır genotipleri yetiştirilme oranları istatistiksel olarak farklılık göstermiş olup ($p<0.001$), işletme büyüklüklerine göre ise sığır genotiplerine sahip olma durumları benzer bulunmuştur (Çizelge 2). Karaca (2020) Sakarya ili Hendek ilçesi işletmelerinde kültür ırkı ve kültür ırkı + melez genotiplerin oranını sırasıyla %65.0 ve %18.1 olarak tespit etmiştir.

Çalışma kapsamında incelenen işletmelerde serbest (%16.5, $n=33 \cdot 200^{-1}$) ve bağlı duraklı (%83.5, $n=167 \cdot 200^{-1}$) olmak üzere iki ahır tipi belirlenmiştir. İlçelere göre yetiştiricilerin sahip oldukları ahır tipleri bakımından farklılık bulunmamış, ancak işletme büyüklüklerine göre sahip olunan ahır tipleri arasında farklılık belirlenmiştir ($p<0.001$).

Farklı illerde yapılan bazı çalışmalar incelendiğinde; mevcut işletmelerin Kayseri ilinde %75.0'inin (Şahin, 2009), Çankırı ilinde %73.9'unun (Yıldız, 2013), Sakarya ili Hendek ilçesinde %43.8'inin (Karaca, 2020) ve Avusturya da işletmelerin %40.2'sinin bağlı duraklı ahır tiplerini tercih ettikleri bildirilmiştir (Klein-Jobstl ve ark., 2015).

Bununla birlikte doğumu yaklaşan ve doğum yapacak olan ineklerini diğer ineklerden ayıran (%68.5, $n=137 \cdot 200^{-1}$) ve ayırmayan (%31.5, $n=63 \cdot 200^{-1}$) işletmelerin ilçelere göre farklılık gösterdikleri ($p<0.01$), işletme büyüklüklerine göre ise herhangi bir farklılığın olmadığı belirlenmiştir (Çizelge 2).

Yapılan bir başka çalışmada doğumu yaklaşan ineklerin %63.9'unun işletmelerde ayrı bir bölmeye alındığı bildirilmiştir (Karaca, 2020). Bununla birlikte doğumda ananın ayrı bir bölmeye alınması oranı Çek Cumhuriyetinde yapılan bir çalışmada %28.0 (Stanek ve ark., 2014), Avusturya da yapılan bir çalışmada ise %47.0 (Klein-Jobstl ve ark., 2015) olarak bildirilmiştir.

Ankete katılan işletmelerde buzağı yönetimi ile ilgili olarak doğumda buzağıyı ayırma, boynuz köreltme ve göbek kordonu bakımı uygulamalarının ilçelere ve işletme büyüklüklerine göre karşılaştırma (benzerlik ve farklılık) istatistikleri Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3. İşletmelerde buzağı ayırma, boynuz köreltme ve göbek kordonu bakımı istatistiği

İncelenen özellikler	İlçeler		İstatistik Testler	İşletme Büyüklüğü (Baş)				İstatistik Testler
	Elmadağ N=100 (n)	Yenimahalle N=100 (n)		1-20 N=64 % (n)	21-40 N=85 % (n)	41-60 N=25 % (n)	> 60 N=26 % (n)	
Doğumda buzağı ayırma								
Hemen	(64)	(35)		48.4(31)	49.4(42)	48.0(12)	53.8(14)	
< 12 saat	(23)	(27)	$\chi^2=21.07$	26.6(17)	27.1(23)	12.0 (3)	26.9(7)	$\chi^2=5.597$
12-24 saat	(1)	(5)	P<0.001**	1.6 (1)	3.5 (3)	4.0 (1)	3.8(1)	P>0.05
Ayırım yok	(12)	(33)		23.4(15)	20.0(17)	36.0 (9)	15.4(4)	
Göbek kordonu bakım şekli								
Daldırma	(89)	(86)	$\chi^2=0.411$	82.8(53)	88.2(75)	96.0(24)	88.5(23)	$\chi^2=3.001$
Sprey	(11)	(14)	P>0.05	17.2(11)	11.8(10)	4.0 (1)	11.5(3)	P>0.05
Boynuz köreltme işlemi								
Var	(11)	(6)	$\chi^2=1.607$	7.8 (5)	4.7 (4)	0.0 (0)	30.8 (8)	$\chi^2=20.513$
Yok	(89)	(94)	P>0.05	92.2(59)	95.3(81)	100.0(25)	69.2(18)	P<0.001**
Boynuz köreltme şekli								
Elektrikli alet	0.0(0)	66.7(4)	$\chi^2=9.590$	40.0 (2)	25.0 (1)	0.0 (0)	12.5(1)	$\chi^2=1.300$
Kimyasalla	100.0(11)	33.3(2)	P<0.01*	60.0 (3)	75.0 (3)	0.0 (0)	87.5(7)	P>0.05
Boynuz köreltme yaşı								
< 2 hafta	45.5(5)	83.3(5)	$\chi^2=2.300$	80.0 (4)	75.0 (3)	0.0 (0)	37.5(3)	$\chi^2=2.860$
2-4 hafta	54.5(6)	16.7(1)	P>0.05	20.0 (1)	25.0 (1)	0.0 (0)	62.5(5)	P>0.05

* Fisher's χ^2 testi.

Buzağı yönetimi ile ilgili ilçeler ve işletme büyüklüklerine göre yapılan uygulamalar incelendiğinde (Çizelge 3), doğum sonrası buzağının annesinden ayrılması konusunda, hemen ayıran, >12 saatte ayıran, 12-24 saatte ayıran ve süttten kesime kadar ayırmayan işletmelerin oranları sırasıyla %49.5 (n=99 200⁻¹), %25.0 (n=50 200⁻¹), %3.0 (n=6 200⁻¹) ve %22.5 (n=45 200⁻¹) şeklinde belirlenmiştir. Bu uygulamalar ilçelere göre farklılık gösterirken (p<0.001), işletme büyüklüklerine göre benzer bulunmuştur (Çizelge 3).

Konu ile ilgili Sakarya ili Hendek ilçesinde yapılan çalışmada işletmelerde doğan buzağları anasından ayırmayan işletmelerin %29.4 oranında olduğu (Karaca, 2020), Bangladeş'te yapılan bir çalışmada ise %66.0 (Chowdhury ve ark. 2017) oranında olduğu bildirilmiştir.

Buzağılarda göbek kordonu bakımı yönünden işletmeler incelendiğinde ise yetiştiricilerin %87.5 (n=175 200⁻¹)'inin göbek kordonunu doğum sonrası daldırma yöntemi ile dezenfekte ettikleri ve %12.5 (n=25 200⁻¹)'inin ise sprej olarak kullanılan dezenfekte özelliği olan maddeleri kullandıkları belirlenmiştir. Göbek kordonu bakım uygulamasının ilçeler ve işletme büyüklüklerine göre farklılık göstermedikleri belirlenmiştir (Çizelge 3).

Karaca (2020) tarafından yapılan bir çalışmada Sakarya ili Hendek ilçesi işletmelerinde %20.6 oranında göbek kordonu bakımı yapılmadığı bildirilmiştir. Klein-Jobstl ve ark. (2015) Avusturya'daki sığırcılık işletmelerde göbek kordonu dezenfeksiyonunun %69.5 oranında yapıldığını bildirmişlerdir. Aynı çalışmada daldırma veya sprej yöntemini kullanarak göbek kordonu bakımı yapanların oranı ise %28.4 olarak bildirilmiştir.

Türkiye dışında yapılan çalışmalarda göbek kordonu bakımı yapılmayan işletme oranı Kanada da %36.8 (Vasseur ve ark., 2010), Çek Cumhuriyetinde ise %11.8'inde (Stanek ve ark., 2014) olarak bildirilmiştir.

Yetiştiricilere işletmelerinde buzağılara boynuz köreltme işlemi uygulayıp uygulamadıkları sorulmuş olup, uygulayanların %8.5 (n=17 200⁻¹), uygulayanların ise %91.5 (n=183 200⁻¹) oranında olduğu belirlenmiştir. Boynuz köreltme yöntemi sorulduğunda ise yetiştiricilerin %23.5 (n=4 17⁻¹)'inin elektrikli alet kullandıkları, %76.5 (n=13 17⁻¹)'inin ise çeşitli kimyasallar ile bu işlemi yaptıkları tespit edilmiştir. Buzağılara boynuz köreltme işleminin %58.8 (n=10 17⁻¹)'inin < 2 hafta ve %41.2 (n=7 17⁻¹)'inin

¹⁾'inin ise 2-4 hafta arasındaki yaşlarda yapıldığı belirlenmiştir (Çizelge 3). Boynuz köreltme işlemi yapma ve yapmama açısından ilçeler arasında bir farklılık bulunmaz iken, işletme büyüklükleri açısından farklılık tespit edilmiştir ($p<0.001$). Boynuz köreltme işleminin en fazla uygulandığı işletme grubunun >60 hayvana sahip grup olduğu belirlenmiştir

Boynuz köreltme şekli bakımından ise ilçelere göre farklılık anlamlı bulunmuş olup ($p<0.01$), işletme büyüklükleri incelendiğinde farklılık tespit edilememiştir. Buzağılara uygulanan boynuz köreltme işleminin yaşa göre değerlendirilmesinde ise hem ilçelere göre, hem de işletme büyüklüklerine göre anlamlı bir farklılık tespit edilememiştir (Çizelge 3).

Sığırcılık işletmelerinde karlılığı etkileyen ve sürdürülebilirliği sağlayan en önemli konu ucuz maliyetle yüksek süt üretimi ve aynı yıl içerisinde inek başına bir canlı buzağı elde edilmesidir. Süt sığırcılığı işletmelerinde üretim buzağı doğumuyla başlar. Fakat işletmelerin başarılı bir şekilde sürdürülebilirliğini sağlamak, buzağı yönetiminin doğru bir şekilde yapılması ile yakından ilişkilidir. Bu çalışmada işletmelerde buzağı yönetimine ait farklılık ve benzerliklerin ilçe ve işletme büyüklüklerine göre dağılımı Çizelge 4'te karşılaştırılmalı olarak verilmiştir.

Çizelge 4. İşletmelerde ilçe ve işletme büyüklüğüne göre buzağı yönetimi

İncelenen özellikler	İlçeler		İstatistik Testler	İşletme Büyüklüğü (Baş)				İstatistik Testler
	Elmadağ	Yenimahalle		1-20	21-40	41-60	> 60	
	N=100 % (n)	N=100 % (n)		N=64 % (n)	N=85 % (n)	N=25 % (n)	N=26 % (n)	
Buzağı barındırma sistemi (grup halinde, içerde bireysel, dışarıda bireysel)								
Grup halinde	(82)	(80)	$\chi^2=1.191$ $P>0.05$	81.3(52)	82.4(70)	76.0(19)	80.8(21)	$\chi^2=19.315$ $P<0.01^{**}$
Bireysel içte	(14)	(18)		17.2(11)	17.6(15)	20.0 (5)	3.8.0 (1)	
Bireysel dışta	(4)	(2)		1.5 (1)	0.0 (0)	4.0 (1)	15.4 (4)	
Buzağı bölmelerinin yeri								
Sığır ile aynı	(78)	(93)	$\chi^2=9.074$ $P<0.01^{**}$	93.8(60)	89.4(76)	68.0(17)	69.2(18)	$\chi^2=16.289$ $P<0.01^{**}$
Sığırdan ayrı	(22)	(7)		6.2 (4)	10.6 (9)	32.0 (8)	30.8 (8)	
Buzağı bölmesi yapı malzemesi								
Ahşap	(44)	(58)	$\chi^2=14.647$ $P<0.01^{**}$	51.5(33)	57.6(49)	32.0 (8)	46.2(12)	$\chi^2=32.948$ $P<0.01^{**}$
Plastik	(14)	(5)		6.3 (4)	2.4 (2)	16.0 (4)	34.6(19)	
Metal	(26)	(11)		21.9(14)	15.3(13)	32.0 (8)	7.7 (2)	
Tuğla	(16)	(26)		20.3(13)	24.7(21)	20.0 (5)	11.5 (3)	
Buzağı bölmesinde kullanılan altlık malzemesi								
Saman	(86)	(41)	$\chi^2=51.859$ $P<0.001^{**}$	67.2(43)	64.7(55)	56.0(14)	57.7(15)	$\chi^2=2.850$ $P>0.05$
Saman+Talaş	(11)	(59)		31.2(20)	34.1(29)	44.0(11)	38.5(10)	
Özel altlık	(3)	(0)		1.6 (1)	1.2 (1)	0.0 (0)	3.8 (1)	
Buzağıların bireysel bölmede kalma süresi								
4-6 hafta	(28)	(37)	$\chi^2=7.765$ $P<0.05^*$	29.7(19)	32.9(28)	32.0 (8)	38.5(10)	$\chi^2=1.199$ $P>0.05$
7-8 hafta	(70)	(54)		65.6(42)	61.2(52)	60.0(15)	57.7(15)	
>8 hafta	(2)	(9)		4.7 (3)	5.9 (5)	8.0 (2)	3.8 (1)	
Buzağı bölmelerini temizleme yöntemi								
Süpürme ile	(84)	(55)	$\chi^2=22.452$ $P<0.001^{**}$	71.9(46)	69.4(59)	72.0(18)	61.5(16)	$\chi^2=16.577$ $P<0.05^*$
Su ile yıkama	(12)	(41)		21.9(14)	30.6(26)	28.0(7)	23.1 (6)	
Basınçlı su ile	(1)	(2)		3.1 (2)	0.0 (0)	0.0 (0)	3.8 (1)	
Dezenfeksiyon	(3)	(2)		3.1 (2)	0.0 (0)	0.0 (0)	11.6 (3)	

Buzağıları barındırma şekli; grup halinde, bireysel içte ve bireysel dışta olmak üzere üç farklı tip sistem tespit edilmiştir. Bu üç tip sistemin sırasıyla işletmelere göre dağılımları %81.0 ($n=162$ 200^{-1}), %16.0 ($n=32$ 200^{-1}) ve %3 ($n=6$ 200^{-1}) olarak belirlenmiştir. Buzağı barındırma şeklinde ilçelere göre farklılık bulunmaz iken, işletme büyüklüklerine göre uygulamaların farklılık gösterdikleri belirlenmiştir ($p<0.01$). Buzağı barındırılma yeri olarak ise işletmelerin %85.5 ($n=171$ 200^{-1}) ahır içinde, %14.5 ($n=29$ 200^{-1})'inin ise ahır dışında buzağıları barındırdıkları belirlenmiş olup, hem ilçelere hem de işletme büyüklüklerine göre bu durumun farklılık gösterdiği belirlenmiştir ($p<0.01$), (Çizelge 4).

Konu ile ilgili Chowdhury ve ark. (2017) işletmelerin %97.0'sinde, Şahanoğlu (2014) %95.0'inin buzağuların grup olarak barındırıldıklarını ifade ederken; Hotzel ve ark. (2014) işletmelerin %70.2'sinin ve Akbay (2010) ise %60.9'unun bireysel bölmelerin tercih edildiğini bildirmişlerdir. İşletmelerde buzağı bölmelerinin yerleri ile ilgili Klein-Jobstl ve ark. (2015) %46.3'ünde sığırların bulunduğu ahır içinde, %38.2'sinde ise buzağular için yapılan ayrı bir yerde barındırıldığı bildirilmiştir. Vasseur ve ark. (2010) ise çalışmalarında işletmelerin %79.6'sında ahır içinde barındırılma tercih edildiğini bildirmişlerdir. Hotzel ve ark. (2014) tarafından ise Brezilya'da yapılan bir anket çalışmasında işletmelerin %81.0'inin kapalı ortamda buzağularını barındırmayı tercih ettikleri rapor edilmiştir.

Buzağuların barındırıldıkları bölmelerde kullanılan yapı malzemesi olarak; işletmelerde ahşap, plastik, metal ve tuğla kullanımı sırasıyla %51.0 (n=102 200⁻¹), %9.5 (n=19 200⁻¹), %18.5 (n=37 200⁻¹) ve %21.0 (n=42 200⁻¹) şeklinde tespit edilmiştir. Bu oranlar istatistiksel olarak değerlendirildiğinde ilçelere ve işletme büyüklüğüne göre gruplar arası farklılıkların önemli olduğu tespit edilmiştir (p<0.01), (Çizelge 4).

Buzağı bölmelerinde altlık malzeme olarak saman, saman + talaş ve özel altlık olarak üç grup kullanım tespit edilmiştir. Bu grupların oranı sırasıyla %63.5 (n=127 200⁻¹), %35.0 (n=70 200⁻¹) ve %1.5 (3 200⁻¹) olarak tespit edilmiştir. Bu kullanımlar ilçelere göre önemli farklılıklar oluştururken (p<0.001), işletme büyüklüklerine göre farklılık oluşturmamıştır (Çizelge 4).

Bu çalışma kapsamında işletmelerde buzağuların bireysel bölmelerde kalış süreleri 4-6 hafta, 7-8 hafta ve > 8 haftadan çok şeklinde belirlenmiş olup, işletmelere göre dağılımları sırasıyla %32.5 (n=65 200⁻¹), %62.0 (n=124 200⁻¹) ve %5.5 (n=11 200⁻¹) olarak belirlenmiştir. Bireysel bölmelerde buzağı barındırma süresi bakımından ilçeler arasında farklılık bulunurken (p<0.05), işletme büyüklükleri açısından bir farklılık bulunamamıştır (Çizelge 4).

Çalışmada ele alınan yetiştiricilerinin buzağı bölmelerinin temizliği ile ilgili kullandıkları yöntem; süpürme, suyla yıkama, basınçlı su kullanma ve dezenfektanlı su ile yıkama şeklinde belirlenmiş olup, uygulanan yöntemlerin işletmelere göre oranları sırasıyla %69.5 (n=139 200⁻¹), %26.5 (n=53 200⁻¹), %1.5 (n=3 200⁻¹) ve %2.5 (n=5 200⁻¹) olarak tespit edilmiştir. Yetiştiricilerin buzağı bölmelerinin temizliği ile ilgili kullandıkları yöntem ilçelere göre (p<0.001) ve işletme büyüklüklerine göre farklılık göstermiştir (p<0.05), (Çizelge 4).

Sığırcılık işletmelerinde en önemli gelir kaynağı olan süt ve canlı buzağı yetiştirmek, buzağuların sağlıklı bir şekilde büyütülmesine bağlıdır. Buzağı ölümlerini azaltmak ve işletme gelirini artırmak için işletmelerde uygulanan buzağı yetiştirme uygulamaları önemli bir yere sahiptir. Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerinde yetiştiriciler tarafından buzağı yetiştirme uygulamaları konusundaki anket sorularına verilen cevapların değerlendirilmesi Çizelge 5'te verilmiştir.

Buzağı besleme ile ilgili yetiştiricilerin anket sorularına verdikleri cevapların değerlendirildiği Çizelge 5'e göre; yetiştiricilerin doğum sonrası buzağulara ilk ağız sütünü sağlama süresi bakımından ilçeler ve işletme büyüklüğüne göre bir farklılık bulunmamıştır.

Buzağulara doğum sonrası süt verilme süresi olarak; anasının yanında, < 4 saat ve 4-8 saat arasında verdiklerini ifade eden yetiştiricilerin oranı sırasıyla %11.0 (n=22 200⁻¹), %81.5 (n=163 200⁻¹) ve %7.5 (n=15 200⁻¹) olup, bu sonuçlar yetiştiricilerin yüksek oranda (%81.5 + %11.0= %92.5) ağız sütünü buzağulara doğum sonrası ilk üç saat içinde verdiklerini göstermektedir. Bu uygulamanın işletmelerde buzağı kaybını azalttığı düşünülmektedir.

Çizelge 5. İşletmelerde ilçe ve işletme büyüklüğüne göre buzağı sütle besleme uygulamaları

İncelenen özellikler	İlçeler		İstatistik Testler	İşletme Büyüklüğü (Baş)				İstatistik Testler
	Elmadağ N=100	Yenimahalle N=100		1-20 N=64	21-40 N=85	41-60 N=25	> 60 N=26	
	(n)	(n)		% (n)	% (n)	% (n)	% (n)	
Buzağıya doğumda ilk ağız sütü sağlama								
Ana yanında	(10)	(12)	$\chi^2=3.945$ P>0.05	79.7(51)	85.8(73)	76.0(19)	77.0(20)	$\chi^2=4.569$ P>0.05
< 4 saat	(86)	(77)		7.8 (5)	7.1 (6)	4.0 (1)	11.5 (3)	
4-8 saat	(4)	(11)		12.5 (8)	7.1 (6)	20.0 (5)	11.5 (3)	
Ağız sütünü saklama								
Evet	(9)	(29)	$\chi^2=12.995$ P<0.001**	18.8(12)	17.6(15)	12.0 (3)	30.8 (8)	$\chi^2=3.240$ P>0.05
Hayır	(91)	(71)		81.2(52)	82.4(70)	88.0(22)	69.2(18)	
Ağız sütünü ilk verme yöntemi								
Biberonla	(65)	(45)	$\chi^2=8.081$ P<0.01**	48.4(31)	55.3(47)	56.0(14)	69.2(18)	$\chi^2=3.254$ P>0.05
Ana yanında	(35)	(55)		51.6(33)	44.7(38)	44.0(11)	30.8 (8)	
Ağız sütünün ilk verilen miktarı								
2 Litre	(58)	(24)	$\chi^2=60.447$ P<0.001**	48.4(31)	30.6(26)	40.0(10)	56.0(15)	$\chi^2=12.688$ P>0.05
3 Litre	(29)	(9)		18.7(12)	22.4(19)	16.0(4)	12.0 (3)	
4 Litre	(1)	(4)		1.6 (1)	1.1 (1)	8.0 (2)	4.0 (1)	
Ana yanında	(12)	(63)		31.3(20)	45.9(39)	36.0(9)	28.0 (7)	
Doğumdan 30 günlük yaşa kadar ortalama verilen süt miktarı								
< 5Litre	(73)	(71)	$\chi^2=0.324$ P>0.05	81.3(52)	71.7(61)	56.0(14)	65.4(17)	$\chi^2=8.292$ P>0.05
> 5 Litre	(17)	(20)		9.4 (6)	21.2(18)	28.0 (7)	23.1 (6)	
Ana yanında	(10)	(9)		9.4 (6)	7.1 (6)	16.0 (4)	11.5 (3)	
Buzağıya 31 günlük yaştan süttten kesime kadar ortalama verilen süt miktarı								
< 5Litre	(14)	(43)	$\chi^2=21.948$ P<0.001**	28.1(18)	28.2(24)	32.0 (8)	26.9 (7)	$\chi^2=0.227$ P>0.05
> 5 Litre	(86)	(57)		71.9(46)	71.8(61)	68.0(17)	73.1(19)	
Buzağının süttten kesim yaşı								
90-109 gün	(70)	(64)	$\chi^2=0.158$ P>0.05	73.4(47)	62.4(53)	64.0(16)	68.2(18)	$\chi^2=7.975$ P>0.05
110-119 gün	(4)	(9)		21.9(14)	29.4(25)	28.0 (7)	26.8 (7)	
+120 gün	(26)	(27)		4.7 (3)	8.2 (7)	8.0 (2)	3.8 (1)	

Buzağuların doğum sonrası ağız sütü alımlarıyla ilgili olarak, bazı çalışmalarda ilk kolostrum alınma zamanının kritik olduğu ve immunoglobulinler'in 4 saatten önce ortaya çıktığı ve 12 saat sonra hızla azaldığı, bu nedenle doğumdan en geç 6 saat sonra buzağının ağız sütünü aldığından emin olunması gerektiği belirtilmiştir (Weaver ve ark., 2000). Vasseur ve ark. (2010) tarafından yapılan anket çalışmasında işletmelerde ilk 6 saat içinde %94.8 oranında buzağılara ağız sütü sağlandığı bildirilmiştir. Stanek ve ark. (2014) işletmelerde kolostrumun ilk 6 saat içinde buzağılara verilme oranını %90.5 olarak bildirmiştir. Klein-Jobstl ve ark. (2015) ise buzağılara ilk 4 saat içinde kolostrum sağlama oranını %83.7 olarak bildirmişlerdir. Koçyiğit ve ark. (2021) ise Ağrı ilindeki süt sığırcılığı işletmelerinin %85.2'sinde kolostrumla beslemenin üç gün sürdüğünü, buzağuların kolostrumu (%81.7) annelerinden emerek veya (%16.5) biberonla aldıklarını bildirmişlerdir.

Yine mevcut çalışmada yetiştiricilerin ihtiyaç fazlası ağız sütünü saklama durumu değerlendirildiğinde %19.0 (n=38 200⁻¹)'unun ağız sütünü sakladıkları, %81.0 (n=162 200⁻¹)'inin ise saklamadıkları belirlenmiştir. Ağız sütünü saklama bakımından ilçelere göre farklılıklar tespit edilirken (p<0.001), işletme büyüklüğüne göre uygulamalar benzer bulunmuştur (Çizelge 5).

Yapılan bazı çalışmalarda fazla ağız sütünü saklamayan işletmelerin oranı %68.75 olarak bildirilirken (Karaca 2020), saklayanların oranı ise %73.5 (Stanek ve ark., 2014), %72.7 (Klein-Jobstl ve ark., 2015) ve %74.0 (Santos ve Bittar, 2015) şeklinde bildirilmiştir.

İşletmelerde doğum sonrası buzağılara verilen ilk ağız sütü miktarının; işletmelerin %40.5 (n=81 200⁻¹)'inde 2 litre, %19.0 (n=38 200⁻¹)'unda 3 litre, %2.5 (n=5 200⁻¹)'inde 4 litre ve %37.5'inde ise anadan sürekli süt emmesine müsaade edilmiştir. Bu uygulamaların işletmelerin bulunduğu ilçeler açısından önemli farklılıklara sahip oldukları (p<0.001), fakat işletme büyüklükleri açısından benzer oldukları tespit edilmiştir (Çizelge 5).

Ağız sütünü buzağuların alımı ile ilgili mevcut araştırmada elde edilen bulgulara benzer olarak, Karaca (2020) yaptığı çalışmada emerek kolostrum sağlayan işletmelerin oranını %37.5 olarak bildirmiştir. Santos ve Bittar (2015) yaptıkları çalışmada ilk verilen kolostrum miktarlarını 3 litre (%29.0), 2 litre (%20.0) ve ana ile beraber (%39.0) olduğu şeklinde bildirmişlerdir.

Ağız sütünü verme şekli olarak işletmelerin %55.0 (n=110 200⁻¹)'inde biberonla ve %45.0 (n=90 200⁻¹)'inde ise buzağının anasını emmesi şeklinde yapıldığı belirlenmiştir. Bu uygulamanın ilçeler arasında farklılık gösterdiği (p<0.001), işletme büyüklüklerine göre ise uygulamaların benzer olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 5).

Karaca (2020) işletmelerde kolostrumu buzağıya anasını emzirerek verenlerin oranını %45.0, biberonla verenleri ise %55.0 olarak bildirmiştir. Hotzel ve ark. (2014) işletmelerde buzağılara kolostrumun %54.6'sında anayı emme ile ve %45.4'inde biberon veya kova ile verildiğini, Santos ve Bittar (2015) biberonla beslemenin %46.0, ana ile beslemenin %42.0 ve kova ile beslemenin %9.0 olduğunu bildirmişlerdir. Vasseur ve ark. (2010) tarafından yapılan bir anket çalışmasında ise kolostrum verme biberonla %51.3 ve kovada verme %36.5 olarak tespit edilmiştir (Vasseur ve ark. 2010).

İşletmelerde doğum sonrası buzağuların ilk gün ağız sütünü aldıktan sonra, ilk 30 günlük yaşa kadar günlük ortalama verilen süt miktarı bakımından ilçeler ve işletme büyüklükleri arasında farklılık gözlenmediği belirlenmiştir. Buzağuların işletmelerin %72.0 (n=144 200⁻¹)'inde <5 litre ve %18.5 (n=37 200⁻¹)'i > 5 litre ve %9.5 (n=19 200⁻¹)'inin annesinin yanında bulunarak süt emdiği tespit edilmiştir (Çizelge 5).

Brezilya'da yapılan bir çalışmada 30 günlük yaşa kadar günlük ortalama verilen süt miktarı 4 litreden az (%41.0), 6 litre (%28.0) ve ananın yanında serbest (%23.0) şeklinde bildirilirken (Santos ve Bittar 2015), Kanada'da yapılan bir çalışmaya göre ise günlük ortalama verilen süt miktarının 4 litre olduğu bildirilmiştir (Vasseur ve ark. 2010).

Buzağuların ilk 30 günlük süt alımları tamamlandıktan sonra 31 günlük yaştan süttten kesime kadarki yaşa kadar günlük ortalama verilen süt miktarı işletmelerin bulunduğu ilçelere göre farklılık gösterirken (p<0.001), işletme büyüklüklerine göre bir farklılık yoktur. İşletmelerde 31 günlük yaştan süttten kesime kadar buzağılara verilen süt miktarı < 5 litre ve > 5 litre için işletmelere göre oranları sırasıyla %28.5 (n=57 200⁻¹) ve %71.5 (n=143 200⁻¹) olarak tespit edilmiştir (Çizelge 5).

Santos ve Bittar (2015), yaptıkları çalışmada buzağılara 31 günlük yaştan süttten kesime kadar verilen günlük ortalama süt miktarlarının işletmelerin %58.0'inde 4 litreden az, %23.0'ünde 6 litre ve %8.0'inde ise ananın yanında şeklinde olduğu tespit edilmiştir. Vasseur ve ark. (2010) ise yürüttükleri çalışmada buzağılara günlük ortalama 5.5 litre süt verdiklerini ifade etmişlerdir.

Süt alımıyla beraber yeme alıştıırılan buzağuların süttten kesilme yaşı, işletmelerin bulunduğu ilçeler ve işletmelerin büyüklükleri dikkate alındığında yetiştirici uygulamalarının benzer olduğu yani istatistiksel olarak bir farklılığın olmadığı tespit edilmiştir. İşletmelerde buzağuların süttten kesilme yaşı incelendiğinde, işletmelerin %67.0 (n=134 200⁻¹)'inin 90-109 günlük yaşta süttten kesimi yaptıkları, %6.5 (n=13 200⁻¹) 110-119 günlük yaşta süttten kesimi yaptıkları, %26.5 (n=53 200⁻¹)'inin ise 120 günden sonra buzağılara süttten kesim uyguladıkları belirlenmiştir (Çizelge 5).

Süttten kesimle ilgili Avusturya'da yapılan bir anket çalışmasına göre çoğunlukla buzağuların 90. günden sonra süttten kesim uyguladıkları (Klein-Jobstl ve ark., 2015), Şahanoğlu (2014) ise, işletmelerde buzağuların en erken 50. gün ve en geç 240. gün olmak üzere ortalama 108. günden sonra süttten kesim uyguladıklarını bildirmiştir.

Buzağılarda doğumla birlikte yemleme durumu süt alımı ile başlayıp, daha sonra yeme (kesif + kaba) ve suya alıştıırılarak süt ve yem alımı şeklinde birlikte devam eden beslenme durumu, buzağuların günlük canlı ağırlık kazancını sağlayacak kadar süt dışında diğer yemleri tüketmeye başlaması ile

birlikte süttten kesim işlemleri yapılır. Yetiştiricilerin doğum sonrası buzağları yeme ve suya alıştırmaya durumu ile ilgili uygulamaları Çizelge 6’da verilmiştir.

Çizelge 6. İşletmelerde ilçe ve işletme büyüklüğüne göre buzağı yem ve suya alıştırmaya durumu

İncelenen özellikler	İlçeler		İstatistik Testler	İşletme Büyüklüğü (Baş)				İstatistik Testler
	Elmadağ N=100 (n)	Yenimahalle N=100 (n)		1-20 N=64 % (n)	21-40 N=85 % (n)	41-60 N=25 % (n)	> 60 N=26 % (n)	
Doğumdan sonra buzağının suya ulaşma süresi								
İlk haftadan	(72)	(76)	$\chi^2=4.553$	81.3(52)	74.1(63)	60.0(15)	69.3(18)	$\chi^2=11.418$
5. günden	(16)	(20)	P>0.05	7.8 (5)	21.2(18)	24.0 (6)	26.9 (7)	P<0.01
>10.gün	(12)	(4)		10.9 (7)	4.7 (4)	16.0 (4)	3.8 (1)	
Doğumdan sonra buzağının yoğun yeme (buzağı yemi) ulaşma süresi								
İlk haftadan	(62)	(29)	$\chi^2=21.958$	48.4(31)	42.4(36)	40.0(10)	53.8(14)	$\chi^2=1.598$
> 30.günden	(38)	(71)	P<0.001**	51.6(33)	57.6(49)	60.0(15)	46.2(12)	P>0.05
Doğumdan sonra buzağının kaba yeme ulaşma süresi								
İlk haftadan	(54)	(15)	$\chi^2=33.654$	35.9(23)	32.9(28)	24.0 (6)	46.2(12)	$\chi^2=2.932$
> 30.günden	(46)	(85)	P<0.001**	64.1(41)	67.1(57)	76.0(19)	53.8(14)	P>0.05

Çizelge 6 incelendiğinde, doğum sonrası buzağların suya ulaştırılma süresi ilk haftadan itibaren, 5. günden itibaren ve 10. günden itibaren şeklinde uygulamalar bakımından ilçeler arasında bir farklılık tespit edilmemiştir. Buzağıyı suya ulaştırma süresi yukarıda verilen sıraya göre %74.0 (n=148 200⁻¹), %18.0 (n=36 200⁻¹) ve %8.0 (n=16 200⁻¹) olarak bulunmuştur (Çizelge 6).

Konu ile ilgili Klein-Jobstl ve ark. (2015) buzağılara doğumu takip eden ilk 1-3 hafta içinde su sağlayan işletmeleri %71.5 ve en geç 8 hafta içinde erişim sağlayanların oranını ise %24.0 olarak bildirmişlerdir. Santos ve Bittar (2015) ise buzağların suya erişiminin ilk gün %53 ve 5.günde ise %35 oranında sağlandığını bildirmişlerdir.

Buzağların doğum sonrası yoğun yeme (buzağı başlangıç yemi) ulaşma süreleri bakımından işletmelerde ilk haftadan itibaren ve 30. günden itibaren şeklinde iki uygulama tespit edilmiştir. Buna göre işletmelerin %45.5 (n=91 200⁻¹)’i ilk haftadan itibaren ve %54.5 (n=109 200⁻¹)’inin ise 30. günden itibaren buzağların yoğun yeme ulaşmasını sağlanmaktadır. Bu uygulamalar ilçeler arasında yüksek oranda farklılık gösterirken (p<0.001), işletme büyüklükleri dikkate alındığında benzerlik bulunmuştur (Çizelge 6).

İşletmelerde buzağların yoğun yeme ulaşma süresini Karaca (2020) %75.6’sında ilk haftadan itibaren, Klein-Jobstl ve ark. (2015) %60.5’inin 1-3 hafta içinde, Santos ve Bittar (2015) ilk günde ulaşanları %33.0 ve beşinci günden sonra ulaşanları ise %38.0 olarak bildirilmişlerdir.

Buzağların kaba yeme ulaşma süresi işletmelerin %34.5 (n=69 200⁻¹)’inde ilk haftadan itibaren, %65.5 (n=131 200⁻¹)’inde ise 30. günden itibaren olduğu belirlenmiştir. İşletmelerin buldukları ilçelere göre buzağların kaba yeme ulaştırılma sürelerinde farklılık belirlenmiştir (p<0.001). Fakat işletme büyüklüklerine göre uygulamalar benzer bulunmuştur (Çizelge 6).

İşletmelerde buzağların kaba yeme ulaşma süresini Karaca (2020) %63.8’inin ilk haftadan itibaren, Klein-Jobstl ve ark. (2015) 1-3 hafta içinde ayıran işletmelerin oranının %85.0 civarında olduğunu, Santos ve Bittar (2015) ise %22.0’sinin ilk günden itibaren, %31.0’inin 5.günden itibaren, %19.0’unda ise 15. günden itibaren ve %22.0’sinde ise süttten kesimden sonra olduğunu bildirmişlerdir.

SONUÇ

Sonuç olarak Ankara ili Elmadağ ve Yenimahalle ilçelerinde yapılan anket çalışmasına katılan yetiştiricilerin sorulara verdikleri cevaplar doğrultusunda süt sığırcılığı işletme sahiplerinin işletme varlıkları ve sürü yönetimi ile ilgili uygulamaları incelendiğinde, işletmelerin bulunduğu ilçelerdeki uygulamaların genellikle birbirinden farklı olduğu, buna karşılık işletme büyüklüklerine göre yaptıkları

sürü yönetimi uygulamalarının genellikle benzerlik gösterdikleri tespit edilmiştir. Bununla birlikte işletmelerde buzağı kayıplarının az olduğu gözlenmiş olup, bunun sebebi olarak doğan buzağılara zamanında ağız sütü verilmesi, göbek kordonu bakımı yapılması, süttten kesime kadar yeterince süt içirilmesi ve işletmelerde bazı pratik uygulamaların istenilen düzeyde yüksek oranda uygulanması gösterilebilir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın örnek büyüklüğünün belirlenmesinde emeği geçen Iğdır Üniversitesi Tarım Ekonomisi Bölümü, Tarım İşletmeciliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi Doç.Dr. Köksal KARADAŞ'a ve çalışmaya katılan yetiştiricilere teşekkür ediyoruz.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyaz ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Akbay AH, 2010. Tekirdağ ili süt sığırını işletmelerinin hayvan refahına uyumu. Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Akyüz E, Naseri A, Erkılıç EE, Makav M, Uzlu E, Kırmızıgül AH, Gökçe G, 2017. Neonatal Buzağı İshalleri ve Sepsis. Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 10 (2): 181-191.
- Anonim, 2019. Heifer Raising—Birth to Weaning Importance of Colostrum Feeding, https://projects.ncsu.edu/cals/an_sci/extension/dairy/202D.pdf (Erişim Tarihi: 18.12.2021).
- Benkirane A, 2006. Ovine and caprine brucellosis: World distribution and control/eradication strategies in West Asia/North Africa region, Small Ruminant Research, 62(1):19-25.
- Busato A, Steiner L, Martin SW, Shoukri MM, Gaillard C, 1997. Calf health in cow-calf herds in Switzerland. Preventive Veterinary Medicine, 30(1): 9-22.
- Can MF, 2010. Türkiye'de Brusella Abortus ve Brusella Melitensis Enfeksiyonlarından Kaynaklanan Finansal Kayıplar ve Alternatif Brusella Kontrol Stratejilerinin Maliyet-Fayda Analizi. Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış)
- Chowdhury S, Barua SR, Rakib TM, Rahman MM, Ferdushy F, Hossain MA, Islam MS, Masuduzzaman M, 2017. Survey of calf management and hygiene practices adopted in commercial dairy farms in Chittagong, Bangladesh. Advances in Animal and Veterinary Sciences,1: 14-22.
- Çiçek A, Erkan O, 1996. Tarım Ekonomisinde Araştırma ve Örneklemeye Yöntemleri. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları No:12, Ders Notları Serisi No:6, s.118, Tokat-Türkiye.
- Demir P, Aral S, 2009. Kars İlinde Faaliyet Gösteren Süt Sığırcılık İşletmelerinin Karşılaştıkları Sorunlar ve Çözüm Önerileri. Veteriner Hekimler Derneği Dergisi, 80(3): 17-22.
- Doğan Z, 2014. Siyah-Alaca Buzağılarda Farklı Süttten Kesme Yaşının Büyüme Performansı Üzerine Etkileri. Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Erdem H, Atasever S, 2005. Yeni Doğan Buzağılarda Kolostrumun Önemi. OMÜ Ziraat Fakültesi Dergisi, 20(2):79-84.
- Göncü S, Gökçe G, 2017. Türkiye'de sığır besiciliği işletmelerinde karlı ve sürdürülebilir üretim için teknolojik uygulamalar. Çukurova Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi, 32(1): 29-34.

- Hızlı H, Ayaşan T, Asarkaya A, Coşkun MA, Yazgan E 2017. Doğu Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsünde Yetiştirilen Siyah Alaca Buzağlarda Büyüme Performansı ve Yaşama Gücü. *Journal of the Institute of Science and Technology* 7 (1): 383-389/<https://dergipark.org.tr/tr/pub/jist/issue/34624/389800>.
- Hotzel MJ, Longo C, Balca LF, Cardoso CS, Costa JHC, 2014. A survey of management practices that influence performance and welfare of dairy calves reared in southern Brazil. *Plos one journal*, 9(12): 1-17.
- Karaca M, 2020. Hendek ilçesi süt sığırcılığı işletmelerinde buzağlarda yaşama gücü ile ilgili yönetsel uygulamalar. Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Karadaş K, 2018. Koyunculuk işletmelerinin sosyo-ekonomik durumu Hakkâri ili örneği. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 49(1): 29-35.
- Karadaş K, Yakup EE, Demir O, Külekci M, Demir N, 2015. Iğdir İlinde Kırsal Kalkınma Kooperatifi Üyelerinin Örgütlenme ve Kooperatif Faaliyetleriyle İlgili Problemleri ve Çözüm Önerilerinin Belirlenmesi. 3. Sektör Sosyal Ekonomi Dergisi, 50(2):152-162
- Karakaş E, 2002. Bursa-Yenişehir İlçesinde Yetiştirilen Holştayn Buzağlarının Doğum Ağırlığı Sütten Kesim Yaşı, Süt Tüketimleri ve Yaşama Güçleri. *Uludağ Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 21(1-3):77-81
- Kaygısız A, Köse M, 2007. Siyah Alaca İneklerde Kolostrum Kalitesi ve Kolostrum Kalitesinin Buzagi Gelisme Özelliklerine Etkisi. *Tarım Bilimleri Dergisi* 13(4): 321-325.
- Kaygısız A, Sönmez E, 2018. Süt Emme Döneminde Uygulanan Farklı Besleme Yöntemlerinin Siyah Alaca Buzağların Gelişim Performansı ve Bazı Kan Parametreleri Üzerine Etkisi. *Kahramanmaraş Sütçü İmama Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi* 21(5):757-764.
- Klein-Jobstl D, Arnholdt T, Sturmlechner F, Iwersen M, Drillich M, 2015. Results of an online questionnaire to survey calf management practices on dairy cattle breeding farms in Austria and to estimate differences in disease incidences depending on farm structure and management practices. *Acta Veterinaria Scandinavica*, 57(44): 1-10. Doi:10.1186/s13028-015-0134-y
- Koçyiğit R, Aydın R, Diler A, 2015. Erzurum İli Büyükbaş Hayvancılığının Durumu ve Gelişmesine Yönelik Öneriler. *Alnteri Zirai Bilimler Dergisi*, 29(2): 34-46.
- Koçyiğit R, Yanar M, Aydın R, Diler A, Güler O, 2018. Sığırcılık İşletmelerinde Hayvan Sağlığı, Veteriner Sağlık Hizmetleri ve Yetiştirici Memnuniyeti ve Beklentileri: Erzurum İli Narman İlçesi Örneği. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Doğa Bilimleri Dergisi*, 21(2): 203-208.
- Koçyiğit R, Yanar M, Diler A, Aydın R, Özdemir VF, Yılmaz A 2021. Cattle and Calf Raising Practices in The Eastern Anatolia Region: An Example of Central County of Ağrı Province. *International Journal of Agricultural and Natural Sciences*, 14(3): 152–163. Retrieved from <https://www.ijans.org/index.php/ijans/article/view/560>
- Koşum S, Kaygısız A, 2019. Malatya İlindeki Siyah Alaca, Simental ve Esmer Irkı Sığırların Hasar Kapsamında Sigortadan Hasar Alma Tazminatları Bakımından Karşılaştırılması . *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi* , 23 (4): 422-431 . DOI: 10.29050/harranziraat.594988
- Koyuncu M, Karaca M, 2018. Buzağlarda Yaşama Gücünün Anahtarı “Kolostrum”. *Hayvansal Üretim Dergisi*, 59(1):67-78.
- Köseman A, Şeker İ, 2016. Malatya İlinde Sığırcılık İşletmelerinin Mevcut Durumu: I. Yapısal Özellikler. [Fırat Üniversitesi Sağlık Bilimleri Veteriner Dergisi](https://www.firatuniv.edu.tr/index.php/veteriner), 9(2): 61-69.
- Lorenz I, Fagan J, More SJ, 2011. Calf Health From Birth to Weaning. II. Management of Diarrhoea in Pre-weaned Calves. *Irish Veterineria Journal*, 64 (9):1-6.

- Mundan D, Atalar B, Meral BA, Yakışan MM, 2018. Modern Süt Sığırı İşletmelerinin Yapısal ve Teknik Özelliklerinin Belirlenmesi Üzerine bir Araştırma. Atatürk Üniversitesi, Veteriner Bilimleri Dergisi, 13(2): 201-210.
- Santos GD, Bittar CMM, 2015. A survey of dairy calf management practices in some producing regions in Brazil. Revista Brasileira de Zootecnia, 44(10): 361-370.
- SPSS, 2011. SPSS for Windows, Version 20, SPSS Inc., Chicago, USA.
- Stanek S, Zink V, Dolezal O, Stolc L, 2014. Survey of preweaning dairy calfrearing practices in Czech dairy herds. Journal of Dairy Science, 97: 3973-3981.
- Şahanoğlu E, 2014. Afyonkarahisar ili süt sığırcılığı işletmelerinde hayvan refahının barınak ve yetiştirme şartları yönünden değerlendirilmesi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (basılmış)
- Şahin S, 2009. Kayseri il merkezi süt sığırı barınaklarının yapısal özellikleri. Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Şeker İ, Tasalı H, Güler H, 2012. Muş İlinde Sığır Yetiştiriciliği Yapılan İşletmelerin Yapısal Özellikleri. Fırat Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Veteriner Dergisi, 26(1): 09-16.
- Tapkı N, Tapkı İ, Dağıstan E, Selvi MH, Kaya A, Güzey YZ, Demirtaş B, Çelik AD 2018. Hatay İli Damızlık Sığır Yetiştiricileri Birliği Üyesi İşletmelerin Sosyo- Ekonomik Özellikleri. Hayvansal Üretim 59 (1): 25-32/[https:// dergipark.org.tr/en/pub/ hayuretim/issue/38622/410517](https://dergipark.org.tr/en/pub/hayuretim/issue/38622/410517).
- Topcu Y, Uzundumlu AS, Karadaş K, 2012 Erzurum İlinde Şekerpancarı Üretim Maliyeti İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2(2): 41-50.
- Tüzemen N, Yanar M, 2013. Buzağı Yetiştirme Teknikleri Kitabı. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ders Yayınları No: 232, s. 266, Erzurum-Türkiye.
- Varışlı Ö, Akyol N 2018. Süt Sığırcılığında Üreme Verimini Etkileyen Faktörler Lalahan Hayvancılık Araştırma Dergisi, 58 (Özel Sayı): 1-6.
- Vasseur E, Borderas F, Cue RI, Lefebvre D, Pellerin D, Rushen J, Wade KM, Passillé AM, 2010. A survey of dairy calf management practices in Canada that affect animal welfare. Journal of Dairy Science, 93:1307-1315.
- Weaver DM, Tyler JW, VanMetre DC, Hostetler DE, Barrington GM, 2000. Passive transfer of colostral immunoglobulins in calves. Journal of Veterinary Internal Medicine, 14: 569-577.
- Yamane T, 2010. Temel Örneklem Yöntemleri. Literatür Yayıncılık, ISBN: 978-975-8431-34-2, s .509, İstanbul-Türkiye.
- Yıldız B, 2013. Çankırı ili süt sığırı barınaklarının yapısal özellikleri ve yeni barınak modellerinin geliştirilmesi. Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış)
- Yıldız N, Akbulut Ö, Bircan H, 2020. İstatistiğe Giriş (14. Basım) Kültür ve Eğitim Vakfı Yayınevi, s.326, Erzurum-Türkiye.
- Yılmaz H, Sarıözkan S, 2020. Kayseri İli Yahyalı İlçesi Süt Sığırcılık İşletmelerinde Suni Tohumlama Uygulamaları ve Başarıyı Etkileyen Faktörler. Erciyes Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi, 17(2): 95-102.

Atf İçin: Yılmaz İ, Şahin O, Yılmaz O, 2022. Türkiye’de Güreş Devesi Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(2): 1177-1186.

To Cite: Yılmaz İ, Şahin O, Yılmaz O, 2022. Structural Analysis of Wrestling Camel Breeding in Turkey. Journal of the Institute of Science and Technology, 11(2): 1177-1186.

Türkiye’de Güreş Devesi Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi

İsa YILMAZ^{1*}, Onur ŞAHİN¹, Orhan YILMAZ²

ÖZET: Bu saha çalışması Anadolu’da güreş devesi yetiştiren 60 işletme sahibi ile yüz yüze anket çalışması şeklinde yürütülmüştür. Değerlendirme sonuçlarına göre deve yetiştiricilerinin ortalama yaşları, deve sayısı, deve yetiştirme süresi ve deve güreşlerine katılma süresi sırasıyla 49.4±2.0 yıl, 2.5±0.6 baş/işletme, 18.9±1.9 yıl ve 14.2±1.1 kez/yıl olarak bulunmuştur. Bu işletmelerdeki toplam deve sayısı 147 baş’dır. İşletmelerde ortalama arazi varlığı ise 74.0±12.7 dekar olarak tespit edilmiştir. Çalışmada yetiştiricilerinin demografik özelliklerinden ikamet, yaş, işletme tipi ve yetiştirici örgütlerine üyelik özellikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olmamasına karşın, medeni durum (p<0.05) ve eğitim düzeyleri arasında (p<0.01) anlamlı farklılıklar tespit edilmiştir. Develerinin saldırganlıkları için yetiştiricilerin %5’i “evet” ve %95’i ise “hayır” cevabını vermişlerdir. Yetiştiriciler, develerin niçin saldırıda buldukları konusunda ise, devenin huysuz karakterli olduğundan (%21.7), develere kötü davranılmasından (%76.7) ve develerin yabancı kişileri gördükleri zaman (%1.7) olduğunu belirtmişlerdir. Yetiştiriciler deve güreşlerine katılma nedenlerini eğlence (%90.0), kültürel davranış (%6.7) ve kaynaşma (%3.3) olarak ifade etmişlerdir. Bununla birlikte yetiştiricilerin yaş gruplarına göre deve güreşlerine katılma nedenleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığın olduğu belirlenmiştir (p<0.05). Bu yanıtlardan Türkiye’de deve yetiştiriciliğinin develerden elde edilen ürünlerden (et, süt, deri, v.b.) ziyade; deve güreşleri için yapıldığı sonucuna varılabilir. Sonuç olarak, Türkiye’de deve türünün yaygınlaştırılması ve bu gen kaynaklarının korunması için deve güreşlerinin sürdürülebilirliğinin sağlanması önemlidir. Küresel ısınma ve iklim değişikliğinin olası getireceği problemler nedeniyle insanların bazı temel ihtiyaçlarının karşılanmasında deve türü, diğer türlere göre daha önemli hale gelebilir.

Anahtar Kelimeler: Tarımsal işletme, deve yetiştirme, yapısal analiz, hayvan sporu

Structural Analysis of Wrestling Camel Breeding in Turkey

ABSTRACT: This field study was conducted in face-to-face survey with 60 farm owners, having wrestling camels in Anatolia. According to the results, the average age for breeders, number of camels, duration of camel rearing and participation in camel wrestling were found to be 49.4±2.0 years, 2.5±0.6 head/farm, 18.9±1.9 years and 14.2±1.1 times/year, respectively. The total number of camels in these farms is 147 heads. The average land availability in the farm was determined as 74.0±12.7 decares. In the study, no statistically significant difference was found between the demographic features of breeders, place of residence, age, farm type and membership to breeder organizations, but significant differences were found between marriage status (p<0.05) and education levels (p<0.01). To the survey questions about aggressive behavior of camels, 5% of the breeders answered that camels showed aggressive behavior whereas 95% of respondents indicated no aggressive behavior were observed. The breeders stated that the reasons of aggressive behaviors of camels to people were due to grumpy character (21.7%), to mistreatment (76.7%) and to their reactions to those who are unfamiliar people (1.7%). Apart from that, the breeders’ participations in camel wrestling were because of entertainment (90.0%), of cultural behavior (6.7%) and of socializing (3.3%). In this respect, the age groups of breeders participating in camel wrestling were significantly different (p<0.05). From these answers, it can be deduced that camel breeding in Turkey was done for camel wrestling rather than products obtained from camels (meat, milk, leather, and etc.). Consequently, it is very important to provide for sustainability of camel wrestling in Turkey in terms of conserving camel germplasm and increase the number of camels. Due to the problems originating from global warming and climate change, camels may play more important role in meeting the needs of mankind compared to other species.

Keywords: Agricultural farm, camel breeding, structural analysis, animal sport

¹İsa YILMAZ ([Orcid ID: 0000-0001-6796-577X](https://orcid.org/0000-0001-6796-577X)), ¹Onur ŞAHİN ([Orcid ID: 0000-0002-3801-3881](https://orcid.org/0000-0002-3801-3881)), Muş Alparslan Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Fakültesi, Hayvansal Üretim ve Teknolojileri Bölümü, Muş, Türkiye

²Orhan YILMAZ ([Orcid ID: 0000-0001-5237-2883](https://orcid.org/0000-0001-5237-2883)), Ardahan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Ardahan, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: İsa YILMAZ, e-mail: isa.yilmaz@alparslan.edu.tr

GİRİŞ

Evcil hayvan yetiştiriciliği insanlığın temel ihtiyaçları olan sadece beslenme, giyim ve işgücü için değil, ayrıca spor ve binicilik açısından da vazgeçilmez bir uğraştır. Söz konusu amaçla yetiştirilen develer de Orta Asya, Arabistan ve Kuzey Afrika’da yabancı yayılma alanına sahip iken, MÖ 2000 yıllarında Ön ve Orta Asya ile Arabistan bölgesinde evciltildiği kabul edilmektedir (Bıyıkoglu, 2009).

Endüstrileşme ve makineleşmenin bir sonucu olarak develerin mevcudu sadece Türkiye’de değil, tüm dünyada azalmıştır. Almanya, Avusturya, İngiltere, İsviçre ve Macaristan’da yapılan bazı arkeolojik çalışmalarda deve fosillerine rastlanılmıştır. Roma İmparatorluğu döneminde çok sayıda deve yetiştirildiği ve dönemin bir askeri aracı olarak kullanıldığı bilinmektedir (Pigiore and Henrotay, 2012).

Türkiye; Asya ve Avrupa arasındaki coğrafik konumu nedeni ile, binlerce yıldır uluslar, kültürler ve medeniyetler arasında bir köprü işlevi görmüştür (Yılmaz ve ark., 2011). İnsanların eğlence, ticaret, savaş ve göç nedeniyle Anadolu topraklarını kullanması sonucu bu coğrafya evcil hayvan genetik kaynaklarınca çok zenginleşmiştir (Koyuncu ve Yılmaz, 2019).

Türkiye’de günümüzde çok çeşitli evcil hayvanların yetiştiriciliği devam etmekte olup, bunlardan biri de deve türüdür (Yılmaz and Wilson, 2012). Modern alet-makine, araç ve vasıtalarının (kara, deniz, demiryolu ve hava yolu) yaygınlaşması ile birlikte 20. yüzyılda at ve deveye olan ihtiyaç azalmıştır. Türkiye’de at türü ancak yarış atı olarak ilgi görmekte olup, deve yetiştiriciliği daha çok güreş devesi olarak yetiştirme amaçlıdır (Yılmaz ve ark., 2011; Atasever ve Koç, 2016).

Farklı amaçlar için yetiştirilen deve türünün, yetiştiricilik açısından yıllara göre sayısının değişimi önemlidir. FAO (2022) verilerine göre, Türkiye’de deve sayısının yıllara göre varlığı ve yıllar itibarıyla deve sayıları ve değişim oranları (2000 Yılı %100 kabul edildiğinde) Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Türkiye’de 2000-2020 yıllarına ait deve sayıları ve değişim oranları

Yıllar	Deve Sayısı (Baş)	Deve Sayısındaki Değişim oranı (%)	Yıllar	Deve Sayısı (Baş)	Deve Sayısındaki Değişim oranı (%)
2000	1350	100.00	2011	1254	104.10
2001	1000	135.00	2012	1290	125.40
2002	930	100.00	2013	1315	129.00
2003	880	93.00	2014	1374	131.50
2004	808	88.00	2015	1442	137.40
2005	865	80.80	2016	1543	144.20
2006	811	86.50	2017	1599	154.30
2007	1004	81.10	2018	1708	159.90
2008	1057	100.40	2019	1651	170.80
2009	970	105.70	2020	1293	165.10
2010	1041	97.00	-	-	-

Türkiye’de son zamanlarda deve yetiştiriciliği ve develerden elde edilen lif, et, süt, yoğurt ve diğer sucuk, dondurma gibi ürünlerle ilgili birçok bilimsel çalışma yapılmıştır (Süpüren Mengüç, 2018; Yılmaz, 2018; Semen, 2019; Bulca ve ark., 2020; Ümüt, 2020; Sayar, 2020). Develerin çok farklı ihtiyaçları karşılayan bir hayvan türü olduğu, özellikle kurak bölgelerde yaşayan insanlar tarafından binicilik, tarımsal faaliyetler, yük taşıma, yarış ve birçok kültürel etkinlik için kullanılırken, aynı zamanda süt, et, yün, deri gibi ürünlere sahip başka bir evcil hayvan olmadığı kabul edilmektedir

(Koyuncu ve Yılmaz, 2019). Deve türü özellikle diğer çiftlik hayvanlarının başarılı olarak yetiştirilemediği bölgelerde, sütü en önemli hayvansal kaynaklı gıda kaynağı olmakla birlikte, diğer bölgelerde de sosyal ve tedavi edici özellikleri ön plana çıkmaktadır (Koç ve Atasöver, 2016).

Bununla birlikte deve, günümüzde yük taşıma ve ulaşımda kullanılmasının yanı sıra bazı ülkelerde sportif amaçlı Türkiye’de ise deve güreşleri için yetiştiriciliği yapılan bir türdür. Anadolu’da yılın belirli dönemlerinde (Aralık-Mart ayları arasında) düzenlenen deve güreşleri sayesinde geçmişten gelen ve daha çok yörük kültürüne ait bir gelenek olarak sürdürülmektedir (Atasoy ve Özbaşer, 2014).

Bu çalışma ile Türkiye’de deve yetiştiriciliğinin yapısal durumunu incelemek, deve yetiştiriciliği ile ilgili mevcut durumu ortaya koymak ve deve türü için farkındalık oluşturmak amaçlanmıştır.

MATERYAL ve METOT

Materyal

Araştırmanın materyalini 2015 yılında Türkiye’de deve yetiştiriciliğinin yoğun olarak yapıldığı Batı Anadolu bölgesinin çeşitli illerinde güreş devesi yetiştiriciliği ile ilgili faaliyet gösteren 60 işletme sahibi ile yapılan anket çalışması oluşturmuştur.

Metot

Anket yöntemiyle veriler toplandığında tam sayım yoluyla elde edilen bilgiler daha doğru sonuçları yansıttığından; popülasyon küçükse ve istenilen bilgiye ulaşmak kolay ve ucuzsa tam sayım yapılmalıdır (Çiçek ve Erkan, 1996; Yamane, 2010). Aksi takdirde, toplam işletme sayısını gösteren N (popülasyon büyüklüğü) bilinmesine rağmen, bölgede detaylı çalışmaların yapılmadığı durumlarda ve standart sapma ve varyans değerlerinin bilinmediği durumlarda anket sayısını belirlemek için basit tesadüfî örnekleme yöntemi kullanılabilir (Yamane, 2010). Bu nedenle eşitlik 1’de verilen örnekleme formülü kullanılmıştır. Söz konusu metod bir çok araştırmacı tarafından da kullanılmıştır (Topçu ve ark, 2012; Karadaş ve ark, 2015; Karadaş, 2018)

Araştırmanın örnek sayısının belirlenmesinde 2015 yılında Batı Anadolu’da güreş devesi yetiştiren işletme sayıları dikkate alınarak tespit edilmiştir. Batı Anadolu’da yaklaşık olarak 200 adet güreş devesi işletmesi mevcut olup, buna göre örnek büyüklüğünün belirlenmesine ilişkin model, Eşitlik 1’de verilmiştir.

$$n = (N \times t^2 \times p \times q) / ((N - 1) \times D^2 + t^2 \times p \times q) \quad (1)$$

n= Örnek büyüklüğü

N= İşletme sayısı

D= Kabul edilen veya arzu edilen örnekleme hatası

t= Tablo değeri

p= Hesaplanması istenen oran

q=1-p

$$n = (200 \times 1.69^2 \times 0.5 \times 0.5) / ((200 - 1) \times 0.065^2 + 1.69^2 \times 0.5 \times 0.5) = 53$$

Örnekleme sayısı 53 adet olarak tespit edilmiş olup, bu sayının %10 fazlası ile birlikte anket sayısı 60 adet olarak belirlenmiştir. Elde edilen bilgiler Excel elektronik hesap tablosu programı yardımıyla düzenlenerek analize hazır hale getirilmiştir.

Verilerin istatistiksel değerlendirilmesinde, IBM SPSS İstatistik 20.0 paket programı kullanılmıştır. Sınıflama (kategorik) ölçeğinde olan veriler Ki-kare bağımsızlık testi ile karşılaştırılarak, benzerlik ve farklılıklar ortaya konulmuştur. Sürekli dağılım gösteren verilerde

gruplar arası farklılığın belirlenmesinde iki faktörlü gruplarda t-test, ikiden fazla grup sayısına sahip faktörlerin karşılaştırılmasında ise tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve gruplar arasındaki farklılıkların ifadesi için Duncan çoklu karşılaştırma testinden faydalanılmıştır (Yıldız ve ark., 2020).

BULGULAR ve TARTIŞMA

Deve işletmelerinden elde edilen verilere ait bazı tanımlayıcı istatistikler Çizelge 2’de verilmiştir.

Çizelge 2. Yetiştiricilerinin demografik özelliklerine ait tanımlayıcı istatistikler

Özellikler*	N	\bar{X}	$s_{\bar{x}}$	Medyan
Yaş (yıl)	60	49.4	2.0	50.5
Hane halkı sayısı (kişi)	60	4.4	0.3	4.0
Evde çalışan kişi (kişi)	60	1.8	0.1	1.0
Çocuk sayısı (kişi)	60	2.0	0.2	2.0
Dışarıda çocuk (kişi)	60	0.6	0.1	0.0
Arazi varlığı (dekar)	38	74.0	12.7	48.0
Parsel sayısı (adet)	38	4.7	0.5	4.0
Deve sayısı (baş/işletme)	60	2.5	0.6	1.0
Deve barındırma süresi (kişi/yıl)	60	18.9	1.9	15.0
Deve güreşine katılma sayısı (kez/yıl)	58	14.2	1.1	12.5

* Özellikler ortalama olarak verilmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre, yetiştiricilerin ortalama yaşları, deve sayısı, deve yetiştirme süresi ve deve güreşlerine katılma süresi sırasıyla, 49.4 ± 2.0 yıl, 2.5 ± 0.6 baş/işletme, 18.9 ± 1.9 yıl ve yılda 14.2 ± 1.1 kez olarak bulunmuştur (Çizelge 2).

Yetiştiricilerinin demografik özelliklerinden ikamet, eğitim, işletme tipi ve yetiştirici örgütlerine üyeliklerinin yaş gruplarına göre değişim istatistikleri Çizelge 3’te verilmiştir. Buna göre yetiştiricilerin medeni hal ($p < 0.05$) ve eğitimleri arasında anlamlı farklılıklar tespit edilmiştir ($p < 0.01$).

Yetiştiricilerin ikamet yeri; köy, belde, ilçe ve il olarak belirlenmiştir. Sırasıyla, bu yerleşim yerlerine sahip olma oranları %28.3, %15.0, %50.0 ve %6.7 olarak belirlenmiştir. Yetiştiricilerin yarısının ilçelerde ikamet ettikleri, ikinci olarak ise köy yerleşim yerlerinde yaşadıkları tespit edilmiştir. Yetiştiricilerin yaşadıkları yerlerin tipi incelendiğinde ise, ova, dağlık ve orman köyü olarak belirlenmiş olup, dağılımları sırasıyla %71.7, %21.7 ve %6.7 olarak belirlenmiştir. Buna göre yetiştiricilerin çoğunlukla ovadaki yerleşim yerlerine sahip yerlerde ikamet ettikleri belirlenmiştir (Çizelge 3).

Yetiştiricilerin medeni halleri incelendiğinde %90.0’ının evli, %10.0’unun ise bekar oldukları belirlenmiştir. Yetiştiricilerin eğitim durumları ilkökul, ortaokul, lise ve önlisans ve üzeri grupları için tespit edilen oranları sırasıyla, %53.3, %21.7, %18.3 ve %6.7 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 3).

Yetiştiricilerin sahip oldukları işletme tipleri hayvansal üretim yapan (%36.7) ve karışık üretim yapan (%63.3) işletme tipi olarak iki grupta toplanmıştır. Yetiştiricilerin sahip oldukları işletme tipinin daha çok karışık işletme tipinde (hayvansal üretim + bitkisel üretim yapan) olduğu belirlenmiştir (Çizelge 3). Konu ile ilgili yapılan bir çalışmada; Iğdır ilinde büyükbaş işletmelerde işletmelerin tamamının karışık tip işletme olduklarını bildirilmiştir (Yılmaz ve ark., 2021).

Yine işletmelerde deve dışında başka hayvan türü yetiştirildiği de incelenmiş olup, işletmelerin %61.7’nin diğer evcil hayvan türlerini de yetiştirdikleri tespit edilmiştir.

Çizelge 3. Yetiştiricilerin yaş grubuna göre demografik özelliklerinin karşılaştırılması ve istatistikleri

İncelenen özellikler	Yaş Grupları			Toplam N=60 (%/n)	İstatistik Testler
	20-40 arası N=20 (%/n)	41-60 arası N=23 (%/n)	61 ve üzeri N=17 (%/n)		
Yetiştirici ikamet yeri					
Köy	30.0(6)	21.7(5)	35.3(6)	28.3(17)	$\chi^2=1.740$ p>0.05
Belde	20.0(4)	13.0(3)	11.8(2)	15.0(9)	
İlçe	45.0(9)	56.5(13)	47.1(8)	50.0(30)	
İl	5.0(1)	8.7(2)	5.9(1)	6.7(4)	
Genel	100.0 (20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Yaşanılan yer					
Ova	70.0(14)	69.6(16)	76.5(13)	71.7(43)	$\chi^2=3.790$ p>0.05
Dağlık yer	30.0(6)	17.4(4)	17.6(3)	21.7(13)	
Orman köyü	0.0(0)	13.0(3)	5.9(1)	6.7(4)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Medeni hal					
Evli	75.0(15)	95.7(22)	100.0(17)	90.0(54)	$\chi^2=7.705$ p<0.05
Bekar	25.0(5)	4.3(1)	0.0(0)	10.0(6)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Eğitim durumu					
İlkokul	20.0(4)	56.5(13)	88.2(15)	53.3(32)	$\chi^2=21.685$ p<0.01
Ortaokul	30.0(6)	30.4(7)	0.0(0)	21.7(13)	
Lise	35.0(7)	13.0(3)	5.9(1)	18.3(11)	
Önlisans+	15.0(3)	0.0(0)	5.9(1)	6.7(4)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
İşletme tipi					
Hayvansal	35.0(7)	30.4(7)	47.1(8)	36.7(22)	$\chi^2=1.199$ p>0.05
Karışık	65.0(13)	69.6(16)	52.9(9)	63.3(38)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Deve dışı başka hayvan besleme					
Evet	70.0(14)	60.9(14)	52.9(9)	61.7(37)	$\chi^2=1.141$ p>0.05
Hayır	30.0(6)	39.1(9)	47.1(8)	38.3(23)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Hayvansal kuruluşa üyelik					
Evet	70.0(14)	65.2(15)	58.8(10)	65.0(39)	$\chi^2=0.505$ p>0.05
Hayır	30.0(6)	34.8(8)	41.2(7)	35.0(21)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	

Anket çalışmasına katılan yetiştiricilerin hayvancılık kuruluşlarına üyelikleri sorgulandığında ise %65.0’inin bir hayvancılık kuruluşuna üye oldukları tespit edilmiştir. Konu ile ilgili yapılan çalışmada; Yılmaz ve ark. (2020) Iğdır ilinde yetiştiricilerin %82.1 oranında bir hayvancılık kuruluşuna üye olduklarını bildirmişlerdir.

Bu çalışmada güreş develerinde görülen çeşitli hastalık ve bazı huy özellikleri de incelenmiş ve Çizelge 4’te kişilerin yaş gruplarına göre dağılımları karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Bu kapsamda incelenen özellikler bakımında işletmeler arasında bir farklılık bulunamamıştır.

Yetiştiricilere develerinin hiç hastalanıp hastalanmadığı sorulduğunda, alınan yanıtların %43.3’nün “evet” ve %56.7’sinin ise “hayır” cevabı verdikleri belirlenmiştir (Çizelge 4). Bununla birlikte develerinin hastalandığına “evet” cevabı veren yetiştiricilerin develerinin %61.5’inin (n=16/26) üşütme sonucu cevabını verdikleri, %38.5’inin (n=10/26) ise kol tutulması, idrar yolları iltihabı, diş problemi, ağız hastalığı, tırnak çıkması, kanlı idrar gibi çeşitli hastalıkların görüldüğünü

ifade etmişlerdir. Hastalanan develerin akıbeti sorulduğunda ise, %55.0’inin “tedavi ettiririm”, %28.3’nün “tedavi ederim” ve %16.7’sinin ise “tedavi ederim + ettiririm” şeklinde ifade ettikleri tespit edilmiştir (Çizelge 4).

Yetiştiricilere sahip oldukları develerin insanlara saldırıp saldırmadıkları sorulduğunda %5’i “evet” ve %95’i ise “hayır” cevabını vermişlerdir. Develerin niçin saldırıda buldukları sorusuna da deve yetiştiricilerinin %21.7’si “devenin huysuz karakterli olduğundan”, %76.7’si “develere kötü davranıldığından” ve %1.7’sinin ise “devesinin sadece yabancı kişilere karşı saldırgan eğilimi nedeninden” dolayı saldırgan olduğunu ifade etmişlerdir.

Çizelge 4. Yetiştiricilerin yaş gruplarına göre develerine ait hastalık-huy bilgileri ve istatistikleri

İncelenen özellikler	Yaş Grupları			Toplam N=60 (%/n)	İstatistik Testler
	20-40 arası N=20 (%/n)	41-60 arası N=23 (%/n)	61 ve üzeri N=17 (%/n)		
Deveniz hastalandı mı?					
Hayır	65.0(13)	60.9(14)	41.2(7)	56.7(34)	$\chi^2=2.392$ p>0.05
Evet	35.0(7)	39.1(9)	58.8(10)	43.3(26)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Hastalanan deveyi ne yaparsınız?					
Tedavi ettiririm	75.0(15)	47.8(11)	41.2(7)	55.0(33)	$\chi^2=6.393$ p>0.05
Tedavi ederim	20.0(4)	34.8(8)	29.4(5)	28.3(17)	
Tedavi ederim/ettiririm	5.0(1)	17.4(4)	29.4(5)	16.7(10)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Deveniz hiç saldırdı mı?					
Evet	5.0(1)	4.3(1)	5.9(1)	5.0(3)	$\chi^2=0.048$ p>0.05
Hayır	95.0(19)	95.7(22)	94.1(16)	95.0(57)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	
Deve niçin saldırır					
Huysuzluktan	15.0(3)	21.7(5)	29.4(5)	21.7(13)	$\chi^2=2.776$ p>0.05
Kötü davranışta	85.0(17)	73.9(17)	70.6(12)	76.7(46)	
Yabancıya	0.0(0)	4.3(1)	0.0(0)	1.7(1)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	

Develerin insanlara saldırma nedenlerinin birincisi sinirlendiği zaman (aç bırakıldığında, uzun süre güneşte bekletildiğinde, kötü davranıldığında, kendini tehlikede hissettiği durumlarda vs.) ve ikincisi kızgınlık dönemlerinde diğer dönemlere oranla daha saldırgan oldukları nedeninden kaynaklandığı bilinmektedir (URL, 2022). Faye ve ark. (2021) erkek develerin çiftleşme dönemlerinde saldırgan olduklarını, diğer erkek develere dövüşmek için saldırdıklarını, aynı zamanda insanlara karşıda saldırganlaşabileceklerini ve bu nedenle dikkatli davranılması gerektiğini bildirmişlerdir.

Türkiye’de yetiştiriciler develeri daha çok güreş devesi için besledikleri bilinmektedir. Bu nedenle yetiştiricilerin deve güreşleri ile ilgili tutum ve davranışları da incelenmiş olup, elde edilen bilgiler ve yaş gruplarına göre dağılımları Çizelge 5’te verilmiştir.

Bu çalışmada yetiştiricilere deve beslemede kullandıkları yem ve yem materyalleri sorulduğunda; yonca, fiğ, arpa, buğday, yulaf, hazır yem, burçak, merada otlatma, diken, topak hamur, saman, çavdar, kuru ot, yeşil ot ve yandak diken gibi materyalleri yem veya yem materyali olarak kullandıklarını ifade etmişlerdir. Bununla birlikte deve yetiştiricilerine develeri güreşleri için nasıl bir besleme yaptıkları sorusu da sorulmuş olup, verdikleri cevaplar değerlendirildiğinde topak hamur, burçak tohumu ve diğer yemler (yukarıda ismi geçen yemler) şeklinde alınan cevapların oranları sırasıyla %75.6 (n=40/53), %15.1 (n=8/53) ve %9.4 (n=5/53) olarak belirlenmiştir (Çizelge 5).

Deve güreşlerine katılma nedenleri olarak ise deve yetiştiricileri eğlence, kültürel davranış ve kaynaşma olarak gruplandırmışlardır. Bu grupların oranları sırasıyla, %90.0 (n=54/60), %6.7 (n=4/60) ve %3.3 (n=2/60) olarak tespit edilmiştir. Yaş gruplarına göre karşılaştırıldığında deve yetiştiricilerinin deve güreşlerine katılma durumlarının farklılık gösterdiği belirlenmiştir (p<0.05).

Çizelge 5. Yetiştiricilerin yaş gruplarına göre deve güreşi ile ilgili düşünceleri ve istatistikleri

İncelenen özellikler	Yaş Grupları			Toplam N=60 (%/n)	İstatistik Testler
	20-40 arası N=20 (%/n)	41-60 arası N=23 (%/n)	61 ve üzeri N=17 (%/n)		
Güreş için deve besleme şekli					
Topak hamurla	35.0(14)	40.0(16)	25.0(10)	100.0(40)	$\chi^2=3.997$ p>0.05
Burçak tohumuyla	37.5(3)	12.5(1)	50.0(4)	100.0(8)	
Diğer yemlerle besleme	20.0(1)	60.0(3)	20.0(1)	100.0(5)	
Genel	34.0(18)	37.7(20)	28.3(15)	100.0(53)	
Deve güreşine katılma nedeni					
Eğlence	27.8(15)	40.7(22)	31.5(17)	100.0(54)	$\chi^2=9.575$ p<0.05
Kültür	100.0(4)	0.0(0)	0.0(0)	100.0(4)	
Kaynaşma	50.0(1)	50.0(1)	0.0(0)	100.0(2)	
Genel	33.3(20)	38.3(23)	28.3(17)	100.0(60)	
Güreşçi develer nasıl belli olur?					
Tetikçi oluşu	34.8(8)	34.8(8)	30.4(7)	100.0(23)	$\chi^2=2.037$ p>0.05
Oyun bilişi ⁽¹⁾	69.0(12)	72.6(13)	58.3(9)	100.0(34)	
Kondisyonundan	0.0(0)	66.7(2)	33.3(1)	100.0(3)	
Genel	33.3(20)	38.3(23)	28.3(17)	100.0(60)	
Güreş dışı deveyi ne yaparsınız					
Satmak	5.0(1)	17.4(4)	11.8(2)	11.7(7)	$\chi^2=2.438$ p>0.05
Ölene kadar bakarım	65.0(13)	52.2(12)	47.1(8)	55.0(33)	
Kestirim	30.0(6)	30.4(7)	41.2(7)	33.3(20)	
Genel	100.0(20)	100.0(23)	100.0(17)	100.0(60)	

⁽¹⁾: çırpma, makas, çatal, bağcı, kaçma ve sök- kapa oyunlarını yapacak şekilde ifade edilmiştir.

Konu ile ilgili olarak Koç ve Atasever (2016) Türkiye de bazı bölgelerde develerden faydalanma yönlerinden sosyal etkinliklerde kullanılmaları (deve güreşleri, vs.) ile öne çıktıklarını bildirmişlerdir. Koyuncu ve Yılmaz (2019) ise, devenin süt, et, yün ve deri gibi çok farklı ihtiyaçları karşılayan bir hayvan olduğunu, kurak bölgelerde yaşayan insanlar tarafından binicilik, tarımsal faaliyetler, yük taşıma, yarış ve birçok kültürel etkinlik için kullanıldıklarını ifade etmişlerdir.

Yetiştiricilere “güreşçi deve nasıl belli olur?” sorusu sorulduğunda “tetikçi oluşu”, “oyun bilişi” ve “kondisyonundan belli olur” şeklindeki cevapların oranları sırasıyla, %38.3 (n=23/60), %56.7 (n=34/60) ve %5.0 (n=3/60) olarak belirlenmiştir (Çizelge 5).

Yetiştiriciler güreş dışı kalan develerin akıbeti ile ilgili “satarım”, “ölene kadar bakarım” ve “kesime sevk ederim” şeklinde görüş bildirmişlerdir. Bu görüşlerin dağılımları da sırasıyla, %11.7 (n=7/60), %55.0 (n=33/60) ve %33.3 (n=20/60) olarak bulunmuştur (Çizelge 5).

Yetiştiricilerinin devletten deve yetiştiriciliği ve deve güreşleri için beklentileri incelenmiş olup, yetiştiricilerin yaş gruplarına göre verdikleri cevapların benzerlik ve farklılıklarına ait istatistiksel karşılaştırmalar Çizelge 6’da verilmiştir.

Batı Anadolu güreş devesi yetiştiricilerinin yetiştiricilikle ilgili düşünceleri incelendiğinde %43.3 (n=26/60) “beklenti yok”, %21.7 (n=13/60) “devletten deve yetiştirmeye destek” ve %35.0 (n=21/60) oranında ise “deve güreşi kültürünün yaşatılması” şeklinde olduğu anlaşılmıştır. Yetiştiricilerin deve güreşleriyle ilgili devletten beklentileri incelendiğinde “beklenti yok”,

“organizasyon desteği”, “resmi işlerde kolaylık” ve “deve güreşi kültürün yaşatılması” cevaplarının oranları sırasıyla, %46.7 (n=28/60), %13.3 (n=8/60), %5.0 (n=3/60) ve %35.0 (n=21/60) şeklinde elde edilmiştir (Çizelge 6).

Çizelge 6. Yetiştiricilerin yaş gruplarına göre devletten beklentileri ve meslekleri ile ilgili istatistikler

İncelenen özellikler	Yaş Grupları			Toplam N=60 (%/n)	İstatistik Testler
	20-40 arası N=20 (%/n)	41-60 arası N=23 (%/n)	61 ve üzeri N=17 (%/n)		
Deve yetiştiricilerin devletten beklentileri					
Beklenti yok	30.8(8)	26.9(7)	42.3(11)	100.0(26)	
Deve yetiştirme desteği	30.8(4)	46.2(6)	23.1(3)	100.0(13)	$\chi^2=5.164$ p>0.05
Güreş kültürüne destek	38.1(8)	47.6(10)	14.3(3)	100.0(21)	
Genel	33.3(20)	38.3(23)	28.3(17)	100.0(60)	
Deve güreşleri için yetiştiricilerin devletten beklentileri					
Beklenti yok	17.9(5)	39.3(11)	42.9(12)	100.0(28)	
Organizasyon desteği ⁽¹⁾	37.5(3)	50.0(4)	12.5(1)	100.0(8)	$\chi^2=10.062$ p>0.05
Resmi işlerde kolaylık ⁽²⁾	66.7(2)	0.0(0)	33.3(1)	100.0(3)	
Kültürün yaşatılmasını	47.6(10)	38.1(8)	14.3(3)	100.0(21)	
Genel	33.3(20)	38.3(23)	28.3(17)	100.0(60)	
Deve yetiştiricilerin çalıştıkları diğer meslek grupları					
Tarım sektörü	20.0(5)	44.0(11)	36.0(9)	100.0(25)	
Mevsimlik işler	20.0(2)	40.0(4)	40.0(4)	100.0(10)	
Sanayi çalışanı	100.0(2)	0.0(0)	0.0(0)	100.0(2)	$\chi^2=20.864$ p<0.05
Esnaf	75.0(3)	25.0(1)	0.0(0)	100.0(4)	
Emekli	0.0(0)	71.4(5)	28.6(2)	100.0(7)	
Resmi çalışan	66.7(8)	16.7(2)	16.7(2)	100.0(12)	
Genel	33.3(20)	38.3(23)	28.3(17)	100.0(60)	

⁽¹⁾: deve güreşi için saha ve yol yapılınsın, parasal destek verilsin, deve güreşleri resmi düzenlensin, deve güreşleri yasaklanmasın, federasyon kurulsun.

⁽²⁾: Deve nakil belgesini onaylama kolaylığı, develere sigorta yapılınsın, sevk kolaylığı sağlansın, irsaliye de kolaylık.

Deve yetiştiricilerinin meslek grupları tarım sektörü, mevsimlik işler, sanayi çalışanı, esnaf, emekli ve resmi çalışan grupları şeklinde belirlenmiş olup, sırasıyla bu grupların dağılımı %41.7 (n=25/60), %16.7 (n=10/60), %3.2 (n=2/60) %6.7 (n=4/60), %11.7 (n=7/60) ve %20.0 (n=12/60) olarak tespit edilmiştir. Özdemir ve ark. (2021) tarafından Balıkesir İli Gönen ilçesinde yürütülen çalışmada, hayvancılık dışında başka uğraşısı olan deve yetiştiricilerinin oranı %25.8’ olarak tespit edilmiştir. Tarım dışı işlerle de uğraştıklarını bildirmişlerdir.

SONUÇ

Türkiye’de deve yetiştiriciliğinin yaygınlaştırılması için daha fazla çalışma yapılmasına ihtiyaç vardır. Özellikle taşıma, et ve süt özelliklerinin yanında deve yetiştiriciliğinin ekonomisi, ürünlerinin kullanım alanlarının araştırılması, diğer hayvan türlerine göre avantaj ve dezavantajlı yönlerinin araştırılması gibi çalışmaların da daha fazla yapılması gereklidir.

Bununla birlikte deve yetiştiriciliğinin devlet tarafından yapılan tarımsal destekleme programlarında yer alması, deve güreşi kültürün yaşatılması ve gelecek nesillere aktarılması önemlidir.

Ayrıca iklim değişikliği ve küresel ısınmaya bağlı olarak kuraklığın arttığı bölgelerde et ve süt gibi insanların ihtiyacı olan temel besinlerin başında gelen et ve süt üretimi açısından deve türü önemli bir alternatif tür olarak kendini göstermektedir. Bu nedenle Türkiye’de deve yetiştiriciliğinin yaygınlaştırılması ve sayısının artırılması hem stratejik hem de ekonomik anlamda önemli bir konu

olarak değerlendirilmektedir. Deve türünün ülkemizde gelişimi ve değerlendirilmesi konularında daha fazla çalışma yapılmasına ihtiyaç duyulmaktadır.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Atasever S, Koç A, 2016. Tek Hörgüçlü Develerde (*Camelus dromedarius*) Yüksek Somatik Hücre Sayısından Kaynaklanan Süt Verim Kayıpları. I. Uluslararası Devecilik Kültürü ve Deve Güreşleri Sempozyumu 17-19 Kasım 2016 Selçuk, İzmir, II. Cilt, sayfa: 44-48, Fen ve Sağlık Bilimleri.
- Atasoy F, Özbaşer FT, 2014. Anadolu’da Deve Yetiştiriciliği ve Deve Güreşleri. Lalahan Hayvancılık Araştırma Enstitüsü Dergisi, 54(2): 85-90.
- Bıyıkoğlu K, 2009. Genel Zootečni. Kitap, Atatürk Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Yayınları No: 117, Ders Kitapları Serisi No:15. Erzurum. Sayfa sayısı 316.
- Bulca S, Ümüt F, Koç A, 2020. Effect of Transglutaminase Enzyme on Some Properties of Yogurt Produced from Camel Milk. Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology, 8(9): 1811-1821.
- Çiçek A, Erkan, O, 1996. Tarım Ekonomisinde Araştırma ve Örneklem Yöntemleri. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları No:12, Ders Notları Serisi No:6, s.118, Tokat-Türkiye.
- FAO, 2022. Food and Agriculture Organization of the United Nation (FAO). <https://www.fao.org/faostat/en/#home> (Erişim tarihi: 15 Mart 2022).
- Faye B, Konuspayeva G, Koç A, 2021. Süt Devesi Yetiştiriciliği. Bakım-Yönetim Kılavuzu Kitabı. Akademisyen Kitabevi, Ankara. <http://dx.doi.org/10.37609/akya.185>
- Karadaş K, 2018. Koyunculuk İşletmelerinin Sosyo-Ekonomik Durumu Hakkârî İli Örneği. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 49(1): 29-35.
- Karadaş K, Yakup EE, Demir O, Külekci M, Demir N, 2015. Iğdır İlinde Kırsal Kalkınma Kooperatifi Üyelerinin Örgütlenme ve Kooperatif Faaliyetleriyle İlgili Problemleri ve Çözüm Önerilerinin Belirlenmesi. 3. Sektör Sosyal Ekonomi Dergisi, 50(2):152-162
- Koç A, Atasever S, 2016. Deve Sütü Üretimi ve Özellikleri. I. Uluslararası Devecilik Kültürü ve Deve Güreşleri Sempozyumu 17-19 Kasım Selçuk, İzmir, II. Cilt, sayfa: 17-30, Fen ve Sağlık Bilimleri.
- Koyuncu M, Yılmaz O, 2019. Sürdürülebilir Hayvansal Üretimde Devenin Önemi. Bursa Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 33(2): 395-409.
- Özdemir Y, Kınıklı F, Engindeniz S, 2021. Süt Sığırcılığı İşletmelerinin Yapısal Özellikleri ve Sorunları Üzerine bir Araştırma: Balıkesir’in Gönen İlçesi Örneği. Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi, 8(4): 1001-1011.
- Pigiere F, Henrotay D, 2012. Camels in the Northern Provinces of the Roman Empire. Journal of Archaeological Science, 39: 1531-1539.
- Sayar E, 2020. Deve Sütünden Yaban Mersini (*Vaccinium sp.*) Meyvesi Kullanılarak Üretilen Dondurmaların Bazı Kalite Parametreleri. Yüksek Lisans Tezi. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Erzurum, Türkiye, s 102
- Semen Z, 2019. Deve Sütü Laktoferrin’in Kolorektal Adenokarsinoma Hücre Hattı (CACO-2) Üzerine Antitümöral Etkinliği. Yüksek Lisans Tezi Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Biyokimya (Veterinerlik) Ana Bilim Dalı. Ankara.
- SPSS, 2011. SPSS for Windows, Version 20, SPSS Inc., Chicago, USA.
- Süpüren Mengüç G, 2018. Anadolu Develerinden Elde Edilen Liflerin Mikroskobik ve Fiziksel Özellikleri, Tekstil ve Mühendis, 25: 109, 2-8.

- URL, 2022. Infotelly Animals. Do Camels Attack Humans? <https://animals.infotelly.com/do-camels-attack-humans/> (Erişim Tarihi: 12 Ocak 2022).
- Ümüt F, 2020. Deve Sütünden Yoğurt Üretiminde Mikrobiyal Transglutaminaz Enziminin Kullanımı, Yüksek Lisans Tezi, Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Yamane T, 2010. Temel Örneklem Yöntemleri. Literatür Yayıncılık, ISBN: 978-975-8431-34-2, s.509, İstanbul-Türkiye.
- Yıldız N, Akbulut Ö, Bircan H, 2020. İstatistiğe Giriş (14. Basım) Kültür ve Eğitim Vakfı Yayınevi, Erzurum.
- Yılmaz İ, Kaylan V, Yanar M, 2020. Iğdır İli Büyükbaş Hayvan Yetiştiriciliğinin Yapısal Analizi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 10(1): 684-693.
- Yılmaz İ, Sahin O, Elsabagh M, 2021. Current Anatolian Water Buffalo (*Bubalus bubalis*) Husbandry Practices at Iğdir Province, Turkey. ISPEC Journal of Agricultural Sciences, 5(1): 107-117.
- Yılmaz O, 2018. Social Aspect of Camel Wrestling in Turkey. International Journal of Livestock Research. 8(2): 25-31. <http://dx.doi.org/10.5455/ijlr.20170923123937>
- Yılmaz O, Ertugrul M, Wilson RT, 2011. The Domestic Livestock Resources of Turkey: Camel. Journal of Camel Practice and Research. 18 (2): 21-24.
- Yılmaz O, Wilson RT, 2012. The Domestic Livestock Resources of Turkey: Economic and Social Role, Species and Breeds, Conservation Measures and Policy Issues. Livestock Research for Rural Development, 24 (9): 157.

Atf için: Özek K, 2022. TR22 Güney Marmara Bölgesinde Büyükbaş ve Küçükbaş Hayvancılığın Durumu, Kaba Yem Üretimi, Yeterliliği ve Hayvan Beslemedeki Önemi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(2): 1187-1200.

To Cite: Özek K, 2022. TR22 Güney Marmara Bölgesinde Büyükbaş ve Küçükbaş Hayvancılığın Durumu, Kaba Yem Üretimi, Yeterliliği ve Hayvan Beslemedeki Önemi. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(2): 1187-1200.

TR22 Güney Marmara Bölgesinde Büyükbaş ve Küçükbaş Hayvancılığın Durumu, Kaba Yem Üretimi, Yeterliliği ve Hayvan Beslemedeki Önemi

Kasım ÖZEK^{1*}

ÖZET: Bu çalışmada, TR22 Güney Marmara (GM) bölgesinde büyükbaş ve küçükbaş hayvancılığın mevcut durumu, bölgenin arazi varlığı, yem bitkileri yetiştiriciliği ve kaba yem yeterliliği değerlendirilerek kaba yemlerin ruminant beslemedeki önemi tartışılmıştır. Balıkesir ve Çanakkale illerini içine alan TR22 GM bölgesi 24 400 km² yüzölçümü ile Türkiye yüzölçümünün %3.11'ini, yaklaşık 1.8 milyon kişi ile nüfusunun %2.13'ünü, 792.8 bin ha tarım alanı ile tarım alanlarının %2.1'ini oluşturmaktadır. Balıkesir ili Gayri Safi Yurtiçi Milli Hasılası'nda tarım sektörünün payı %12.9 iken Çanakkale'de ise bu oran %18.1'dir. Bölgenin işlenebilir tarım alanlarının %29'una (1.5 milyon dekar) yem bitkileri ekilirken, üretilen yeşil ot 5.6 milyon tondur. Bu miktar, Türkiye yeşil ot üretiminin %9'u olup, Türkiye'de yem bitkileri ekili alanların %8'ini oluşturmaktadır. TR22 GM bölgesi 765 356 baş büyükbaş ve 2 272 056 baş küçükbaş hayvan varlığıyla Türkiye büyükbaş ve küçükbaş hayvan varlığının sırasıyla, %4.2 ve %4.7'sine sahiptir. Bölge, 1 079 613 ton çiğ süt üretimi ve yaklaşık 57 bin ton kırmızı et üretimi ile Türkiye süt üretimine %4.7'lik, kırmızı et üretimine %4.8'lik katkı sağlamaktadır. Bölgenin ruminant hayvan varlığına göre hesaplanan kaba yem ihtiyacı 2.15 milyon ton, bölgede yem bitkileri ile meralardan elde edilen kuru ot miktarı ise 1 648 908 tondur. Balıkesir'de üretilen kaba yemin il ihtiyacını karşılama oranı %63, Çanakkale'de %100 iken bölgede ise %77 olarak tespit edilmiştir. Hayvancılıkta, karlılık, sürdürülebilirlik ve sağlıklı bir üretim, kaliteli ve ucuz kaba yem teminine bağlıdır. Bu nedenle, TR22 GM Bölgesinde kaba yem açığını gidermeye yönelik olarak projelerin geliştirilmesi, yem bitkileri yetiştiriciliğinin artırılması ve meraların iyileştirilerek korunması gerekmektedir.

Anahtar Kelimeler: Çayır ve mera, Hayvan varlığı, Kaba yem, Ruminant, TR22 Güney Marmara

The status of Bovine and Ovine Breeding in the TR22 South Marmara Region, Roughage Production, Adequacy and Importance of Roughage in Animal Nutrition

ABSTRACT: In this study, the current status of bovine and ovine breeding in the TR22 South Marmara (GM) region, the land presence of the region, forage crops cultivation in the region, roughage adequacy were evaluated and the importance of roughage in ruminant nutrition was discussed. TR22 GM region, which includes Balıkesir and Çanakkale provinces, with an area of 24 400 km², constitutes 3.11% of Turkey's surface area, 2.13% of its population with approximately 1.8 million people, and 2.1% of agricultural areas with 792.8 thousand hectares of agricultural land. The share of the agricultural sector in the Gross Domestic National Product of Balıkesir province is 12.9%, while it is 18.1% in Çanakkale. While forage crops are planted on 29% (1.5 million decares) of the arable land of the region, green forage production is 5.6 million tons. This amount is 9% of Turkey's green forage production, and the region constitutes 8% of the area where forage crops are planted in Turkey. TR22 GM region have 765 356 head of bovine (4.2% of the Turkey) and 2 272 056 head of ovine (4.7% of Turkey). With 1 079 613 tons of raw milk production and approximately 57 thousand tons of red meat production, the region contributes 4.7% to Turkey's milk production and 4.8% to red meat production. The roughage requirement calculated according to the ruminant animal presence of the region was determined as 2.15 million tons, and the amount of dry grass obtained from forage crops and pastures in the region was determined as 1 648 908 tons. The rate of meeting the provincial needs of the roughage produced in Balıkesir was 63%, 100% in Çanakkale and 77% in the region. In livestock, profitability, sustainability and a healthy production depend on the supply of quality and cheap roughage. For this reason, it is necessary to develop projects to eliminate the roughage deficit in the TR22 GM Region, to increase the cultivation of forage crops and to improve and protect the pastures.

Keywords: Meadow and pasture, Animal presence, Roughage, Ruminant, TR22 South Marmara

¹Kasım ÖZEK ([Orcid ID: 0000-0001-6897-2816](https://orcid.org/0000-0001-6897-2816)), Güney Marmara Kalkınma Ajansı, Balıkesir, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Kasım ÖZEK, e-mail: kozek@gmka.gov.tr

GİRİŞ

Türkiye, 22 Eylül 2002 tarih ve 2002/4720 sayılı Bakanlar Kurulu kararıyla AB'nin mali fonlarından yararlanabilmek gayesiyle bölgesel politika alanında yerine getirmesi gereken kriterler kapsamında ilk olarak İstatistiki Bölge Birimi Sınıflandırması yapmıştır. İstatistiki verilerin gerek ülke içindeki bölgeler arasında gerekse AB ile mukayese yapılabilecek şekilde toplanması ve tasniflenmesi amacıyla yapılan bu sınıflandırmaya göre; Türkiye, nüfus yoğunluğu, nüfus büyüklüğü, Gayri Safi Yurtiçi Hasıla gibi kriterler dikkate alınarak 3 İstatistiki Bölge Birimi düzeyine ayrılmıştır. Düzey 1 olarak 12, kalkınma ajanslarının yapılandırıldığı Düzey 2 olarak 26 ve Düzey 3 olarak da tüm ülkeyi kapsayan 81 il tanımlanmıştır. İstatistiki Bölge Birimi sınıflandırılmasına göre düzey 2 bölgeleri içerisinde yer alan TR22 Güney Marmara (GM) bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illerini kapsamaktadır. Bölgenin yüzölçümü 24 400 km² olup (Anonim, 2014), Türkiye yüzölçümünün %3.11'ini oluşturmaktadır. TR22 GM bölgesinin nüfusu, 2020 yılı Adrese Dayalı Nüfus Kayıt Sistemi sonuçlarına göre (Anonim, 2021a), Türkiye nüfusunun %2.13'üne karşılık gelen 1 781 833 kişi olup, bu nüfusun %70'i Balıkesir ilinde, %30'u ise Çanakkale ilinde yaşamaktadır. Bölge illerinden Balıkesir büyükşehir belediyesi, Çanakkale ise il belediyesi statüsündedir. Kırsal nüfusun göstergelerinden birisi olarak kabul edilen "belde ve köy nüfusu," TR22 GM bölgesinde toplam nüfusun %11.92'sini oluşturmaktadır, ülkemizdeki aynı orandan yaklaşık %70 daha fazladır.

Türkiye (TR), TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri 2019 yılı Gayri Safi Yurtiçi Milli Hasılası (GSYH) sırasıyla yaklaşık 4.32 trilyon TL, 83.45, 54.38 ve 29.06 milyar TL olarak gerçekleşmiştir (Anonim, 2021b). Tarım ormancılık ve Balıkçılık ya da genel olarak "Tarım" diyebileceğimiz sektörün 2019 yılı GSYH'deki payı TR, TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale'de sırasıyla %6.4, 14.7, 12.9 ve 18.1'dir (Anonim, 2021b). Görüldüğü gibi, tarım sektörü TR22 GM bölge ekonomisinde önemli bir yere sahip olup; tarımın Balıkesir ili GSYH'deki payı ülke ortalamasının yaklaşık 2 katı, Çanakkale'de ise yaklaşık 3 katı civarındadır. Tarımsal üretim değeri diyebileceğimiz bitkisel ve hayvansal üretim değeri ülkemizde 2020 yılında 108.84 milyar TL olarak gerçekleşmiş olup, bu değer TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illerinde sırasıyla yaklaşık 2.89, 1.88 ve 1.01 milyar TL olmuştur (Anonim, 2021b). Buradan, ülke tarımsal üretim değerinin %2.66'sının TR22 GM bölgesinden, %1.73'ünün Balıkesir ve %0.9'unun Çanakkale ilinden geldiği anlaşılmaktadır. Tarımsal üretim değeri içerisinde hayvansal üretim değerinin payı, 2020 yılında, Türkiye, TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale'de sırasıyla %30.7, 24.3, 32.3 ve 16.6'dır. Tarım sektörünün bölge ekonomisine katkısının yanı sıra sektör TR22 GM bölgesinde %25 oranında istihdam sağlamaktadır (Anonim, 2021c).

Bir insanın normal büyüme, gelişme ve sağlıklı bir yaşam sürmesi için günlük protein ihtiyacının %42'sini hayvansal kaynaklı proteinlerden temin etmesi önerilmektedir (Yazgan, 2000). Çünkü, insan vücudunda sentezlenemeyen bazı amino asitler sadece hayvansal proteinlerde yeterli miktarda bulunmaktadır. Normal bir insanın günlük protein ihtiyacı her kilogram beden ağırlığı için 0.83 g olup, dünya nüfusunu oluşturan insanların %97.5'inin günlük protein ihtiyacı da bu miktardadır (WHO, 2007). Bu açıklamalara göre, hayvansal ürünlerin vazgeçilemez ve diğer gıda maddeleri ile ikame edilemez olduğu açıktır. Milletlerin yaşam standartları arttıkça hayvansal ürün tüketiminin de arttığı bir gerçek olup, günümüzde, dünyada hayvansal ürünlerin üretim ve tüketim düzeyleri kalkınmışlık kriteri olarak görülmektedir. Gıda güvencesinde kendi kendine yeterli olma hedefi, ülkeleri tarım ve buna bağlı olarak hayvancılık sektörüne yönelik olarak destekleme ve korumacılık politikalarına yöneltmiştir. Bu politikaların bir sonucu olarak, hayvancılık; gelişmiş ülkelerde kırsal ekonomiye ait bir iş kolu olmaktan çıkarak bir endüstri haline gelmiş ve önemli bir gelir ve istihdam kaynağı olmuştur. Ülkemizde 2020 yılında gerçekleşen toplam 716.9 milyar dolar GSYH'nin 47.9 milyar doları (%6.7'si) tarımsal

GSYH'den (Anonim, 2021b) gelirirken, hayvancılık sektörünün tarımsal GSYH'deki payının yaklaşık %30 olduğu tahmin edilmektedir.

Kârlı ve sürdürülebilir bir hayvancılık işletmeciliği, en az masrafla en fazla hayvansal ürün elde etmekle mümkündür. Hayvansal üretimde sürdürülebilirlik, üretim maliyetinin önemli bir kısmını teşkil eden yem giderlerinin en düşük düzeyde tutulabilmesine bağlıdır. Kaba yemler, ruminantların besin maddesi ihtiyaçlarının karşılanmasında en ucuz yem kaynakları olup, bu yemler olmaksızın ekonomik bir rasyon hazırlamak mümkün değildir. Ruminantlarda yem tüketimi, esas itibarıyla ırk, verim durumu, çevre ve tüketilen yemle ilgili faktörlerce etkilenmektedir. Besin madde ihtiyaçlarının mümkün olduğunca kaba yemlerden temin edilmesi, kaba yemlerin bilhassa işletme tarafından üretilmesi durumunda gerek yem maliyetleri düşecek gerekse ruminant sağlığını korumaya katkı sağlayacaktır.

Bugün ülke hayvancılığımızın en önemli sorunlardan biri, kaba yem ihtiyacının kaliteli ve ucuz olarak karşılanamamasıdır (Gemalmaz ve Tena, 2016). Çayır ve meralar, ekstansif ve yarı ekstansif şartlardaki ruminant yetiştiriciliğinde önemli bir kaba yem kaynağı olup, çayır ve meralardan elde edilen kaba yemler yem bitkisi yetiştiriciliğinden elde edilen kaba yemlerden çok daha ucuz ve ekonomiktir. Bu nedenle, çayır ve meraların korunması, ıslahı ve geliştirilmesi üzerinde önemle durulmalıdır.

Bu çalışmada, Balıkesir ve Çanakkale Tarım ve Orman İl Müdürlükleri kayıtları ve TÜİK verileri kullanılarak, TR22 Güney Marmara bölgesi büyükbaş ve küçükbaş hayvancılığın mevcut durumu, bölgenin arazi ve mera varlığı, yem bitkileri yetiştiriciliği, bölgede kaba yem üretimi, kaba yem yeterliliği incelenmiş ve kaba yemlerin hayvan beslemedeki önemi tartışılmıştır.

TR22 Güney Marmara Bölgesinde Büyükbaş ve Küçükbaş Hayvancılığın Mevcut Durumu

Büyükbaş hayvancılık

Türkiye, TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri büyükbaş hayvan sayıları Çizelge 1'de verilmiştir. TR22 GM bölgesindeki hayvan varlığı, verimlilik ve hayvansal ürün üretimi bakımından ülkemizde ilk sıralarda gelmektedir. Bölge, TÜİK 2020 yılı verilerine göre, 765 356 büyükbaş hayvan varlığı ile ülke büyükbaş hayvan varlığının %4.21'ine, kültür ırkı sığır varlığının %6.4'üne sahiptir (Çizelge 1). Bölgedeki sığır varlığının %74.3'ü kültür ırkı, %18.8'i kültür melezi ve %6.9'u yerli ırk sığırlardan oluşurken ülkemiz sığır varlığının yaklaşık %50'si kültür ırkı, %42'si kültür melezi ve %8'i yerli ırklardan oluşmaktadır (Çizelge 1). TR22 GM bölgesi, 5.446 adet manda varlığı ile ülke manda varlığının %26.8'ine sahiptir. Bölgedeki sığır cinsi hayvanların (TÜİK 2019 verilerine göre) 276 263 başı sağmal olup, bunun 189 462 başı Balıkesir'de, 86 801 başı Çanakkale ilinde bulunmaktadır (Anonim, 2021d).

Çizelge 1. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri büyükbaş hayvan sayıları (Anonim, 2021d)

Yıl	Bölge	Sığır (Kültür)	Sığır (Melez)	Sığır (Yerli)	Sığır (Toplam)	Manda	Büyükbaş (Toplam)
2015	Balıkesir	398 225	97 306	27 491	523 022	3 622	526 644
	Çanakkale	178 062	19 573	12 392	210 027	641	210 668
	TR22 GM bölgesi	576 287	116 879	39 883	733 049	4 263	737 312
	Türkiye	6 385 343	5 733 803	1 874 925	13 994 071	133 766	14 127 837
2020	Balıkesir	377 461	123 977	37 358	538 796	5 325	544 121
	Çanakkale	187 387	18 609	15 118	221 114	121	221 235
	TR22 GM bölgesi	564 848	142 586	52 476	759 910	5 446	765 356
	Türkiye	8 838 498	7 594 127	1 532 857	17 965 482	203 322	18 168 804

TR22 GM bölgesi hayvan varlığı, 2015-2020 yılları arası döneme dikkate alındığında, %3.66 artarken aynı dönemde toplam sığır varlığı içerisinde kültür ırklarının oranı %2 düşmüş, diğer taraftan

melez ve yerli ırklar sırasıyla %22 ve 32 düzeyinde artış göstermiştir. Bölgede kültür ırklarının oranının düşmesi, buna karşılık kültür melezi ve yerli ırkların oranının artması üzerinde durulması gereken bir dönüşümdür. Bilindiği gibi, yerli ve kültür melezi ırklar kültür ırklarına göre ekstansif ve yarı ekstansif hayvancılığa daha uygun olup, bu ırklar çayır ve meralardan daha iyi yararlanabilmektedirler.

TR22 GM bölgesi büyükbaş hayvan varlığının %71.1'i Balıkesir ilinde olup, ilin sığır varlığının %70'i kültür, %23'ü kültür melezi ve geri kalan %7'si yerli ırklardan oluşmaktadır. Balıkesir kültür ırkı sığır varlığı, 2015-2020 yılları arası dönemde, %5.6 oranında azalırken kültür melezi ve yerli ırk sığır varlığı artış göstermiştir. Balıkesir'de 2015 yılında 3.622 baş olan manda varlığı 2020 yılında %47 artışla 5 325 başa ulaşmıştır. İlin büyükbaş hayvan varlığı %3'lük pay ile Türkiye'de 7. sıradadır. Balıkesir ili büyükbaş hayvan varlığı, 2015-2020 yılları arası dönemde, 11 ilçede azalmış, 1 ilçede aynı kalmış ve 7 ilçede artış göstermiştir (Anonim, 2021d). Hayvan varlığı azalan ilçelerdeki bu düşüşün ana sebebinin son yıllarda girdi maliyetlerindeki artış nedeniyle karlılığın azalması olduğu değerlendirilmektedir.

Çanakkale, TR22 GM bölgesi büyükbaş hayvan varlığının %28.9'una sahip olup, sığır varlığının %84 kültür, %8'i kültür melezi ve %8'i yerli ırklardan oluşmaktadır. 2015-2020 yılları arası dönemde, Çanakkale'deki kültür ırkı sığır varlığı artışını sürdürürken, kültür melezi ırkı sığır varlığı azalmıştır (Çizelge 1). Çanakkale yerli ırk sığır varlığının, aynı dönemde, %22 artış göstermesi de dikkat çekici bir dönüşümdür. Diğer taraftan, aynı dönemde ilde manda varlığı 4.3 kat azalarak 121 başa düşmüştür. Ülkemizde, Cumhuriyet döneminden bu yana, mevcut sığır popülasyonunu yüksek verimli kültür ırklarına dönüştürmeye yönelik ıslah çalışmaları sürdürülmüştür. Nitekim, bu politika TR22 GM bölgesi özelinde hedefine ulaşmış olarak gözükmemektedir. Zira, Çanakkale büyükbaş hayvan varlığının %84'ü, Balıkesir ili hayvan varlığının %70'i gibi yüksek bir oranı kültür ırklarından oluşmaktadır. Balıkesir ilinin bazı ilçelerinde, 2015-2020 yılları arası dönemde, görülen büyükbaş hayvan sayısındaki azalış Çanakkale'nin bazı ilçelerinde de gözlenmiştir. Büyükbaş hayvancılıkta yaşanan sıkıntılar yetiştiricilerin büyükbaş hayvancılıktan çekilişi ya da diğer bir hayvancılık koluna geçiş olarak kendini göstermektedir.

Küçükbaş hayvancılık

Ülkemizde 2010 yılına kadar ciddi boyutlarda azalan küçükbaş hayvan varlığı, özellikle son 10 yılda önemli düzeyde artmış ve 2020 yılında koyun sayısı yaklaşık 42 milyon başa, keçi sayısı ise 12 milyon başa ulaşmıştır (Çizelge 2).

Çizelge 2. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri küçükbaş hayvan sayıları (Anonim, 2021d)

Yıl	Bölge	Koyun (Merinos)	Koyun (Yerli)	Koyun (Toplam)	Keçi (Tiftik)	Keçi (Kıl)	Keçi (Toplam)	Küçükbaş (Toplam)
2015	Balıkesir	179 242	613 654	792 896	0	207 334	207 334	1 000 230
	Çanakkale	9 556	433 065	442 621	66	237 228	237 294	679 915
	TR22 GM bölgesi	188 798	1 046 719	1 235 517	66	444 562	444 628	1 680 145
	Türkiye	2 205 576	29 302 358	31 507 934	205 828	10 210 338	10 416 166	41 924 100
2020	Balıkesir	435 921	864 015	1 299 936	0	187 456	187 456	1 487 392
	Çanakkale	26 058	515 634	541 692	0	242 972	242 972	784 664
	TR22 GM bölgesi	461 979	1 379 649	1 841 628	0	430 428	430 428	2 272 056
	Türkiye	3 547 033	38 579 748	42 126 781	287 020	11 698 825	11 985 845	54 112 626

TR22 GM bölgesi, 1.84 milyon baş koyun ve 430 bin baş keçi varlığıyla önemli bir potansiyele sahip olup, Türkiye koyun varlığının %4.4'üne, keçi varlığının %3.6'sına sahiptir. Bölge koyun varlığının %25'ini merinos, %75'ini yerli koyun ırkları oluştururken keçi varlığının tamamı kıl keçisidir (Çizelge 2). Bölge yerli koyun ırkları, ağırlıklı olarak Kıvırcık ve Kıvırcık-Merinos melezi koyunlardan

oluşurken az sayıda da olsa diğer ırklarda bulunmaktadır. TR22 GM bölgesinde küçükbaş hayvancılık iklimin özellikle kış aylarında ılıman geçmesi nedeniyle genellikle meraya dayalı besleme koşulları ile düşük girdili ekstansif ve yarı ekstansif bir yapıya sahiptir. TR22 GM bölgesinde, 2015-2020 yılları arası dönemde, küçükbaş hayvan varlığı %35.3, koyun varlığı %49 artarken keçi varlığı da %3.2 oranında azalmıştır.

Balıkesir ili küçükbaş hayvan varlığının %87'sini koyun, %13'ünü kıl keçisi oluşturmaktadır (Çizelge 2). İlin küçükbaş hayvan varlığı, TR22 GM bölgesi küçükbaş hayvan varlığının %65.5'ine, koyun varlığının %70'ine, keçi varlığının %43.6'sına sahiptir (Çizelge 2). Balıkesir ili koyun sayısı, 2015-2020 yılları arası dönemde, %64 gibi yüksek bir oranda artarken il keçi sayısı %10 azalmıştır.

Çanakkale küçükbaş hayvan varlığı, koyun varlığı, keçi varlığı, TR22 GM bölgesi aynı varlıklarının sırasıyla %34.5'ini, %29.4'ünü ve %56.5'ini oluşturmaktadır. İlin küçükbaş hayvan varlığının %69'unu koyun, %31'ini keçi oluşturmaktadır (Çizelge 2). Kıl keçisi ilin ormanlık ve dağlık ilçelerinde, Türk saanen ırkı keçiler ve Malta x kıl keçisi melezi keçiler sahil ve ovalık bölgelerde yaygındır. İldeki koyunların %95'i yerli, %5'i merinos ırkıdır. Yerli ırk koyunlar kıvırcık, kıvırcık melezleri, Gökçeada koyunu, Tahirova koyunu ve melezleri ile sakız koyunu melezlerinden oluşmaktadır. İldeki küçükbaş hayvan varlığı, 2015-2020 yılları arası dönemde, %15.5 oranında artış göstermiştir. Bu artış, koyun sayısında %22.4 olurken keçi sayısında %2.4 olarak gerçekleşmiştir.

TR22 Güney Marmara Bölgesi Hayvansal Ürün Üretimi

Ülkemiz toplam süt üretimi 22 960 379 ton olup, bu miktarın %90.77 gibi önemli bir kısmı sığır cinsi hayvanlardan üretilmektedir (çizelge 3). TR22 GM bölgesi 1 079 613 ton süt üretimi ile ülke toplam süt üretiminin %4.7'sini karşılarken bölgede üretilen miktarın %67'si Balıkesir'de, %33'ü ise Çanakkale'de üretilmektedir. Ülkemiz kırmızı et üretimi yaklaşık 1.2 milyon ton olup, bu miktarın %4.8'i TR22 GM bölgesinde üretilmektedir. Bölgede üretilen 56 955 ton kırmızı etin önemli bir miktarı (%83) Balıkesir ilinden ve geri kalan %17'lik kısım Çanakkale ilinden elde edilmektedir. Balıkesir ili etlik piliç yetiştiriciliğinde de önemli potansiyele sahip olup ülkemiz tavuk eti üretimin yaklaşık %16'sı ilde üretilmektedir. Bu açıklamalardan anlaşılacağı üzere TR22 GM bölgesi, ülkemizde çiğ süt, kırmızı et, beyaz et gibi önemli hayvansal ürünlerin üretiminde önemli bir paya ve yere sahiptir.

Çizelge 3. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri hayvansal ürün üretimi, ton (Anonim, 2021d)

Yıl	2019				
	Hayvansal Ürün	Türkiye	TR22 GM Bölgesi	Balıkesir	Çanakkale
Süt	Sığır	20 782 374	992 690	671 730	320 960
	Manda	79 341	4 284	3 978	306
	Koyun	1 521 455	57 553	37 649	19 904
	Keçi	577 209	25 086	11 133	13 953
Yapağı	70 588	3 213	2 362	851	
Keçi kılı	6 162	185	80	105	
Tavuk eti	2 138 449	-	338 757*	-	
Kırmızı et	1 201 469	56 955	48 693*	8 262**	

*Balıkesir Tarım ve Orman İl Müd. verileri (Anonim, 2020a) **Çanakkale Tarım ve Orman İl Müd. verileri (Anonim, 2020b)

TR22 Güney Marmara Bölgesi Arazi Varlığı ile Çayır ve Mera Alanları

Arazi varlığı

TR22 Güney Marmara bölgesinin toplam yüzölçümü 2.44 milyon ha olup, bunun 1 140 592 ha ile %47'sini orman alanları, 792 802 ha ile %33'ünü tarım alanları ve 462 246 ha ile %20'sini tarım dışı araziler oluşturmaktadır (Çizelge 4) (Anonim, 2021d). TR22 Güney Marmara Bölgesi yüzölçümünün %60'ını kapsayan Balıkesir ili yüzölçümünün %45'i orman alanlarından, %32'si tarım alanlarından ve

%23'ü tarım dışı alanlardan oluşmaktadır. Çanakkale ili 981 700 ha'lık yüzölçümü ile bölge yüzölçümünün %40'ını kapsamakta olup il yüzölçümünün %50'si orman, %33 tarım alanları ve %17'si tarım dışı arazilerdir. İlin yüzölçümünün bölge içerisindeki oranına paralel olarak, tarım alanları, orman alanları ve tarım dışı alanların bölge içindeki oranı Balıkesir iline göre daha düşüktür.

Çizelge 4. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri arazi kullanım durumu, hektar (Anonim, 2021d)

Yıl:2019	Türkiye	TR22 GM Bölgesi	Balıkesir	Çanakkale
Yüzölçümü	78 356 200	2 440 000	1 458 300	981 700
Toplam işlenen tarım alanı	19 580 744	527 214	292 640	234 574
Uzun ömürlü bitkilerin toplam alanı	3 518 760	153 327	95 385	57 942
Yem bitkileri alanı	2 097 381	144 603	87 652	56 951
Çayır ve mera alanları	14 617 000*	112 261	81 877*	30 384**
Orman alanları	22 740 000*	1 140 592	649 115*	491 477**
Toplam tarım alanları	37 716 504	792 802	469 902	322 900
Tarım Dışı arazi	16 954 000***	462 246	322 422*	139 824**

*Balıkesir Tarım ve Orman İl Müdürlüğü verileri ** Çanakkale Tarım ve Orman İl Müdürlüğü verileri *** Yavuz ve ark. 2020

Çayır ve mera alanları

Türkiye çayır ve mera alanlarının ülke yüzölçümündeki payı %19 iken, TR22 Güney Marmara bölgesi çayır ve mera alanları bölge yüzölçümünün %4.6'sına karşılık gelmektedir. Coğrafi bölgelerimiz bazında çayır ve mera alanları dikkate alındığında, Doğu Anadolu Bölgesi %37.5'lik pay ile ilk sırayı alırken, bunu %31.3 ile İç Anadolu, %10.4 ile Karadeniz, %6.8 ile Güney Doğu Anadolu, %5.5 ile Ege, %4.6 ile Akdeniz ve %3.9 ile Marmara bölgeleri izlemektedir (Topçu ve Özkan, 2017). Türkiye çayır ve meralarının ortalama kuru ot verimi 60-70 kg da⁻¹ olup, en yüksek kuru ot verimi 100 kg da⁻¹ ile Karadeniz ve 90 kg da⁻¹ ile Doğu Anadolu bölgesindedir (Özkan, 2020). Çanakkale toplam tarım alanlarının %9.4'ünü çayır ve mera alanları oluştururken, Balıkesir'de bu oran %17.4'tür. Balıkesir ili çayır ve mera alanları miktar olarak 81 877 ha olup, 30 384 ha olan Çanakkale ili çayır ve mera alanlarından 1.7 kat daha fazladır. Balıkesir'de il yüzölçümünün %5.6'sı, Çanakkale'de ise yüzölçümün %3.1 çayır ve meralarla kaplıdır (Çizelge 4) (Anonim, 2021d).

Çayır ve mera alanları ile ekstansif ve yarı ekstansif şartlarda yetiştirilen hayvan varlığı arasında pozitif bir ilişki vardır. Zira, ekstansif ve yarı ekstansif şartlardaki yetiştiricilikte hayvanlar çoğunlukla çayır ve meralardan beslenmektedir. Çayır ve meraların ot verimini yağış miktarı gibi iklim özellikleri doğrudan etkilemektedir. Meteoroloji Genel Müdürlüğü uzun yıllar (1970-2020) ölçümlerine göre TR22 Güney Marmara bölgesi, Türkiye ortalamasına çok yakın miktarda yağış alan bir bölgedir (Anonim, 2021e).

TR22 Güney Marmara Bölgesinde Yem Bitkileri Yetiştiriciliği

Ülkemizde yem bitkileri ekilen alanlar 2000 yılından itibaren sürekli artış göstermiştir. TÜİK verilerine göre 2005 yılında 942 bin hektar alanda yem bitkisi ekilirken, 2020 yılına gelindiğinde yaklaşık %141'lik artışla 2.27 milyon hektar alanda yem bitkisi ekilmiştir (Çizelge 5). Ülkemizde 2020 yılında 2.27 milyon dekar alanda 22 çeşit yem bitkisi ekimi yapılmış ve silajlık mısır dâhil olmak üzere toplam 60.7 milyon ton yeşil ot üretimi gerçekleştirilmiştir (Çizelge 6). Yonca, silajlık mısır, fiğ, yulaf (yeşil ot) ve korunga alan olarak en fazla ekilen yem bitkileri olup, bu bitkilerin yem bitkileri ekim alanlarındaki payı, sırasıyla, %29, 23, 16, 14 ve 8'dir. Silajlık mısır üretimi tek başına miktar olarak yeşil ot üretiminin %45'ini oluştururken bunu %32 ile yonca, %8 ile fiğler, %6 ile yulaf ve %3 ile korunga izlemektedir.

Çizelge 5. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri yıllara göre yem bitkileri ekiliş alanları, hektar (Anonim, 2021d)

Yıl	Türkiye	TR22 GM Bölgesi	Balıkesir	Çanakkale
2005	942 410	41 347	29 932	11 415
2010	1 461 454	57 390	38 836	18 554
2015	1 862 758	123 380	79 367	44 013
2020	2 270 049	151 927	89 238	62 689

TR22 Güney Marmara bölgesinde yaklaşık 1.5 milyon dekar araziye yem bitkisi ekilmekte olup (Çizelge 5,6), bu miktar işlenen tarım arazilerinin %29'una karşılık gelmektedir. Bu oran Türkiye ortalamasından 2.5 kat daha fazladır. Türkiye yeşil ot üretiminin %9'u, yem bitkileri ekim alanlarının %8'i bu bölgede gerçekleşirken bölgede 2020 yılında yem bitkilerinden 5.6 milyon ton yeşil ot üretilmiştir (Çizelge 6). Bu veriler, TR22 GM bölgesinin önemli bir yem bitkisi ve dolayısıyla kaba yem üreticisi olduğunu göstermesinin yanı sıra bölgede hayvancılığın ulaştığı gelişmişlik düzeyine de işaret etmektedir.

Çizelge 6. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri yem bitkileri ekiliş alanları(dekar) ve üretim miktarları (ton) (Anonim, 2021d)

YIL :2020	Türkiye		TR22 GM bölgesi		Balıkesir		Çanakkale	
	Alan	Üretim	Alan	Üretim	Alan	Üretim	Alan	Üretim
Adi Fiğ (yeşil ot)	2 243 859	2 787 193	67 763	134 048	35 810	65 976	31 953	68 072
Macar Fiğ (yeşil ot)	739 181	1 103 709	23 319	58 802	23 319	58 802	0	0
Diğer Fiğ (yeşil ot)	776 396	652 063	6 155	12 962	6 155	12 962	0	0
Burçak (yeşil ot)	22 936	14 562	795	788	795	788	0	0
Yonca (yeşil ot)	6 628 887	19 290 519	120 822	660 365	55 860	250 430	64 962	409 935
Korunga (yeşil ot)	1 744 949	1 934 697	1 841	3 941	939	1 668	902	2 273
Üçgül (yeşil ot)	55	96	0	0	0	0	0	0
Yulaf (yeşil ot)	3 240 182	3 850 475	469 692	1 117 513	262 565	539 861	207 127	577 652
Sorgum (yeşil ot)	23 323	87 920	7 386	30 462	1 480	4 675	5 906	25 787
Triticale (yeşil ot)	350 085	558 643	25 141	58 258	10 549	23 846	14 592	34 412
Mürdümük (yeşil ot)	87 694	82 026	750	338	750	338	0	0
Mısır (hasıl)	56 721	126 142	5 575	14 765	5 575	14 765	0	0
Mısır (silaj)	5 205 892	27 186 949	487 353	2 587 255	322 678	1 689 724	164 675	897 531
Hayvan Pancarı	16 701	83 763	812	4 677	404	2 333	408	2 344
Yem Şalgamı	46 568	237 491	11 615	53 164	5 520	25 042	6 095	28 122
Buğday (has., yeşil ot)	178 655	348 838	89 925	198 378	77 950	167 890	11 975	30 488
Bakla, Kuru (yemlik)	13 844	4 133	10 090	2 705	5 793	1 424	4 297	1 281
Çayır Otu (yeşil ot)	446 371	293 848	0	0	0	0	0	0
Arpa (yeşil ot)	313 189	537 066	33 848	84 745	14 700	30 275	19 148	54 470
Çavdar (yeşil ot)	68 512	98 195	23 497	37 487	18 950	26 150	4 547	11 337
Bezelye (yemlik)	243 191	452 776	37 105	109 207	15 881	42 353	21 224	66 854
İtalyan Çimi (yemlik)	253 297	971 691	105 873	459 273	32 500	111 985	73 373	347 288
Toplam	22 700 488	60 702 795	1 529 357	5 629 133	898 173	3 071 287	631 184	2 557 846

Balıkesir, Türkiye yem bitkileri ekiliş alanlarının %4'ünü, yem bitkileri üretim miktarının %5'ini karşılamaktadır (Çizelge 5, 6). İlin aynı parametreler bakımından TR22 bölgesindeki payı ise sırasıyla %58.7 ve %55'dir. Çanakkale'de yem bitkisi ekilen arazi miktarı 631 184 dekar olup, il bölge içerisinde yem bitkileri ekiliş alanlarının %41.3'ünü, üretim miktarının ise %45'ini gerçekleştirmektedir (Çizelge 5,6). Çanakkale'de hayvan pancarı dışındaki yem bitkilerinin verimi, Balıkesir ilinkine göre daha yüksektir. Bu farklılığın, mikro iklimik özellikler, toprak yapısı, münavebe, gübreleme gibi faktörlerden kaynaklandığı tahmin edilmektedir.

Yulaf (yeşil ot), arpa (yeşil ot), buğday (yeşil ot), çavdar (yeşil ot)

Yem bitkisi olarak ekilen arpa, buğday, yulaf ve çavdar 3.8 milyon dekar ekim alanı ile Türkiye yem bitkileri ekim alanlarının %16.7'sini oluştururken 4.8 milyon ton üretim miktarı ile ülke üretiminin

%8'ini oluşturmaktadır. Yulafın ülkemiz ekim alanı ve üretimindeki payı sırasıyla %14 ve %6.3'tür. Bu dört yem bitkisi, TR22 GM bölgesi yem bitkisi ekim alanlarının %40,3'ünü, üretim miktarının %25.5'ini oluşturmaktadır. Yulaf, bu bölgenin önemli bir yem bitkisi olup tek başına yem bitkisi ekim alanlarının %31'ini oluşturmasının yanı sıra toplam üretim miktarında da %20'lik paya sahiptir. Yulaf, Çanakkale yem bitkileri üretiminde %22.6, Balıkesir yem bitkileri üretiminde ise %17.6'lık paya sahiptir (Çizelge 6).

Silajlık mısır

Silajlık mısır önemli bir yem bitkisi olup, silajlık mısır tarımının yaygınlığı gelişmiş bir hayvancılığa işaret etmektedir. TR22 GM bölgesinde sulanan arazilerde hububat ve diğer erkenci ürünlerin hasadından sonra ikinci ürün olarak silajlık mısır yetiştiriciliği yaygındır. Bu durum, bölge çiftçisinin hayvancılıkta mısır silajının öneminin bilincinde olduğunu göstermektedir. Silajlık mısır, TR22 bölgesi yem bitkisi ekilen alanların %32'sini, ve yem bitkisi üretim miktarının %46'sını oluşturmaktadır. Türkiye silajlık mısır ekiliş alanlarının %9'u, üretim miktarının %10'u TR22 GM bölgesinde yapılmaktadır. TR22 bölgesinde önemli bir yem bitkisi olan silajlık mısır, 1 529 357 dekar alandaki ekim alanı ile toplam yem bitkileri ekim alanlarının %32'sini, 5 629 133 ton yeşil ot üretimi ile yem bitkileri üretiminin %46'sını oluşturmaktadır (Çizelge 6).

Yonca ve korunga

Yonca, hem ekilen alan ve hem de üretim miktarı olarak Türkiye'de olduğu gibi TR22 Güney Marmara bölgesinde de en çok yetiştirilen yem bitkileri arasında ilk sıralarda yer almaktadır. Bu yem bitkisi, bölgede 120 822 dekar alanda yetiştirilmekte ve 660 bin ton yeşil ot üretimi yapılmaktadır. Bölgede yetiştirilen yem bitkileri toplam alanının %8'ini, yeşil ot üretim miktarının ise %11.7'sini oluşturmaktadır (Çizelge 6). Yonca, protein, mineral ve vitaminlerce zengin olup, hayvanlarca sevilerek yenir. Et, süt sığırları, koyunlar ve atlar için çok iyi bir kaba yemdir (Özen ve ark., 1999). Korunga, çok yıllık bir bitki olup, yem değeri yoncaya yakındır. Kıraç, kuru, kalkerli arazilerde yetişebilmesi, kuvvetli ve dallanmış köklere sahip olması ve arıcılık için ideal bir nektar kaynağı olması gibi bazı üstünlükleri vardır (Özen ve ark., 1999). TR22 GM bölgesinde sulama imkânı olmayan kıraç ve meyilli arazilerde bu bitkinin yetiştirilmesi, yem kaynağı olmasının yanı sıra arıcılık ve erozyonu önlemede de etkili olacaktır (Çizelge 6).

Fiğ

Türkiye İstatistik Kurumu, fiğ istatistiklerini Adi fiğ (*vicia sativa*), Macar fiği (*Vicia pannonica*) ve diğer fiğler olarak üç çeşitte oluşturmuştur. Bu üç fiğ çeşidinin Türkiye ve TR22 GM bölgesindeki ekim alanları 3.76 milyon ve 97 bin dekar iken yeşil ot üretimi yine aynı sırayla 4.7 milyon ve 205 bin tondur (Çizelge 6). Bölge, ülkede ekim alanı olarak %6'lık, üretim olarak %13.5'lik bir paya sahiptir. Fiğler, daha çok yeşil ot, kuru ot ve silaj yapmak amacıyla tek başına ya da karışık olarak ekilmektedir. Fiğ, lezzetli olduğundan büyükbaş ve küçükbaş hayvanlar tarafından sevilerek yenilmektedir. Yem değeri de iyi olup, protein (fiğ kuru otunda %13-18 ham protein), mineral madde ve vitaminler bakımından oldukça zengindirler (Ermetin ve Mülâyim, 2020). Fiğin diğer tahıllarla tekli veya çoklu karışımları yeşil ot, kuru ot ve silajlık olarak ekilmesi yaygındır. Fiğlerin tahıllarla karışık ekiminde tahıl olarak buğday, arpa, yulaf ve tritikale yer alabilir.

İtalyan çimi

İtalyan çimi bir buğdaygil yem bitkisi olup, hızlı gelişen, çok sayıda biçim verebilen uzun boylu bir yem bitkisidir. Kışları ılıman geçen bölgelerde rahatlıkla yetişebilir ancak soğuk ve donlara karşı hassastır. Bu yüzden sert iklimlerde ilkbaharda ekilmesi önerilmektedir. Bitki, 2014 yılında 4 832 dekar alanda ekilmiş ve 17 023 ton yeşil ot üretimi sağlanmıştır. Bu değerler 2020 yılında 253 297 dekar ve

971 691 tona ulaşmıştır. İtalyan çimi, ülkemiz yem bitkileri üretimi içerisinde geniş yer alabilecek potansiyele sahip bir yem bitkisi olarak gözükmektedir. Karaman ilinde yapılan bir çalışmada bitki boyunun yazlık ekimde ortalama 64.5 cm, yeşil ot veriminin 2 479.7 kg da⁻¹, kuru ot veriminin 737.8 kg da⁻¹, ham protein oranının ise %12.5 olduğu bildirilmiştir (Kesiktaş, 2010). Çankırı şartlarında yapılan bir başka çalışmada ise tekli ekiminde bitki boyu 107.6 cm, yeşil ot verimi 2 810 kg da⁻¹, kuru ot verimi 630 kg da⁻¹, ham protein oranı ise %13 olarak bulunmuştur (Kuşvuran ve ark., 2014).

Diğer yem bitkileri: Burçak (yeşil ot), üçgül (yeşil ot), sorgum (yeşil ot), tritikale (yeşil ot), mürdümük (yeşil ot), mısır (hasıl), hayvan pancarı, yem şalgamı, bakla- kuru (yemlik), çayır otu (yeşil ot), bezelye (yemlik)

Başlıkta sayılan on bir yem bitkisinin Türkiye yem bitkileri ekim alanları içerisindeki payı %5.8 ve üretimdeki payı ise %3.2'dir. Bu yem bitkilerinin TR22 GM bölgesinde ekim alanları toplam yem bitkisi ekim alanlarının %6.5'ini oluştururken üretim miktarı %4.9'unu oluşturmaktadır. Bu yem bitkileri, tek başlarına değerlendirildiklerinde ekim alanı ve üretim miktarları bakımından çok düşük düzeydedirler. Yem bitkisi tarımında, çeşit seçiminde toprak özellikleri, iklim, alışkanlıklar, ihtiyaç duyulan miktar, işletme ekonomisi ve mekanizasyon imkânları gibi faktörler etkilidir. Bu yüzden ekim alanı ve üretim miktarının azlığı bu bitkilerin üretimlerinin terk edildiği anlamı taşımamaktadır.

Kaba Yemlerin Hayvan Beslemedeki Önemi

Hayvansal üretimde karlılığın temel ilkesi, girdi maliyetlerinin düşük tutulabilmesidir. Bir hayvancılık işletmesinde üretim maliyetlerinin yaklaşık %70 gibi önemli bir miktarını yem giderleri oluşturmaktadır (Alçıçek ve ark., 2010; Özek, 2020). Süt sığırcılığı işletmelerinde ise süt üretim maliyetinin %50 ile 60'ının yem masraflarından geldiği bildirilmektedir (Yazgan, 2001). Bu yüzden, başarılı bir süt sığırcılığı işletmesinde kârlılığın devamlılığı, yem masraflarıyla doğrudan ilişkilidir. Dolayısıyla, karlı bir hayvansal üretim, yem maliyetinin en düşük düzeyde tutulabilmesiyle mümkündür. Zira, yem maliyetini düşürmeye yönelik yapılacak her türlü iyileştirme, üretim maliyetinin düşürülmesine katkı sağlayacaktır.

Kaba yemler, sindirim sisteminin sağlıklı çalışabilmesi için ruminant rasyonlarında belirli bir oranda bulunması gerekliliğinin yanı sıra kesif yemlere göre daha ucuz olduklarından yem maliyetlerinin düşürülebilmesinde önemli yem kaynaklarıdır. Kaba yemler, laktasyondaki süt sığırları rasyonlarının %40 ila 70'ini, kurudaki süt sığır rasyonlarının %70 ila 90'ını ve dişe rasyonlarının %80 ila 100'ünü oluşturabilmektedir (Etgen ve ark., 1987). Bu yemler, süt sığırcılığı rasyonlarında yapısal karbonhidratların esas kaynağı olup, normal bir rumen fermentasyonu ve süt yağı sentezi için rasyonda muhakkak bulunması gerekmektedir. Diğer taraftan kaba yemler, hayvanların besin maddesi ihtiyaçlarının önemli bir kısmını da sağlayabilir. Örneğin, kaliteli baklagil kaba yemleri laktasyondaki süt sığırlarının protein ihtiyacının %75'ini karşılayabilirken mısır silajı aynı hayvanların protein ihtiyacının %25'ini, rasyon enerjisinin %50'sini karşılayabilmektedir. Ancak, hayvanların yem tüketimlerinin bir üst sınırı olup bu sınır, canlı ağırlık, sindirim sistemi kapasitesi, verim, yemin fiziksel ve kimyasal özellikleri ve yem kalitesi gibi faktörlerce belirlenmektedir. Bu yüzden, eğer rasyondaki kaba yem miktarı fazla olursa hayvanın sindirim sistemi dolmakta fakat besin madde ihtiyaçları karşılanamamaktadır. Çünkü kaba yemler, kesif yemlere göre hacimli ancak besin değerleri düşük yemlerdir. Bu nedenle, rasyon hesaplamalarında kuru madde (KM) üzerinden hayvanın günlük azami yem tüketim kapasitesi dikkate alınmaktadır.

Kaba yemler, esas olarak, baklagil ve buğdaygil yem bitkilerinden, çayır ve meralardan ve tahılların sap ve samanlarından sağlanmaktadır. Ülkemizde çayır ve meralardan elde edilen kaba yemler, ihtiyacı karşılayabilecek miktarda değildir. Kaba yem üretiminde nicel eksikliğin yanında kalite

sorunlarının da mevcut olduğunu dikkate almak gerekir. Üreticiler, kaliteli kaba yem yokluğunda saman ve balya yapılmış tahıl saplarını kaba yem olarak kullanmaktadırlar. Saman ve sapların sindirimleri oldukça düşük olup, rasyonlarda hacim oluşturmanın dışında besin değerinin olmadığı bilinmektedir. Rasyonda sap ve samanla sağlanamayan enerji, protein ve diğer besin maddesi açığı kesif yemlerle karşılanmaktadır. Rasyondaki yüksek kesif yem düzeyi, hem yem maliyetini artırmakta hem de hayvanlarda sindirim bozukluğuna, şişmeye ve asidoz gibi metabolik hastalıklara sebep olmaktadır (Gemalmaz ve Tena, 2016). Hayvancılık işletmelerinin ihtiyaç duydukları kaba yemleri kendilerinin yetiştirerek temin etmeleri, yem maliyetlerini düşürmenin en pratik yolu olmasının yanında kârlı ve ekonomik bir hayvancılığında anahtarıdır. Hayvancılıkta, kaba yem kaynakları olmaksızın başarıya ulaşmak ve sürdürülebilirliği sağlamak mümkün değildir. Bu nedenle, sürdürülebilir bir hayvansal üretim için kaliteli kaba yem eksikliğinin giderilmesi yönünde adımların atılması gerektiği değerlendirilmektedir.

TR22 Güney Marmara Bölgesi Büyükbaş ve Küçükbaş Hayvan Varlığının Büyükbaş Hayvan Birimi Olarak Değerlendirilmesi ve Kaba Yem İhtiyacı

TR22 Güney Marmara bölgesinin büyükbaş hayvan birimi olarak hayvan varlığı

Mera kanunu (4342 sayılı), 500 kg canlı hayvan ağırlığını bir (1) büyükbaş hayvan birimi (BBHB) olarak kabul etmiştir. Aynı kanunda, hayvanların tür ve ırklarına göre ağırlıkları dikkate alınarak BBHB'ne çevirme katsayıları da verilmiştir (Anonim, 1998). Çizelge 7'deki BBHB değerleri, Çizelge 1'deki 2020 yılı verilerine göre hayvanların tür, ırk ve yaşları dikkate alınarak hesaplanmıştır.

Çizelge 7. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illerinin Büyükbaş Hayvan Birimi (BBHB) olarak hayvan varlığı

Hayvan Birimi	Türkiye	TR22 GM Bölgesi	Balıkesir	Çanakkale
Sığır - Kültür	7 396 243	457 434	304 059	153 374
Sığır -Melez	5 371 677	96 509	84 187	12 321
Sığır -Yerli	862 486	27 242	19 489	7 754
Manda	137 778	4 249	4 172	77
Koyun - Merinos	335 590	40 129	37 661	2 468
Koyun -Yerli	3 700 531	127 187	78 264	48 922
Keçi-Tiftik	21 881			
Keçi -kıl	901 814	32 675	14 254	18 421
Toplam	18 728 001	785 424	542 087	243 338

Türkiye'de, BBHB olarak 18 728 001 BBHB eş değeri ruminant hayvan bulunmakta olup, bunun yaklaşık %74'ünü büyükbaş, %26'sını küçükbaş hayvanlar oluşturmaktadır. Kültür ve kültür melezi sığır ırkları, sığır cinsi hayvanlardan oluşan BBHB içerisinde %93.7 gibi yüksek bir paya sahip olup büyükbaş hayvancılıkta olumlu bir ilerleme olarak değerlendirilmektedir. Ülkemizde BBHB olarak küçükbaş hayvan varlığının %81.4'ünü koyunlar, bunun da %91.7'sini yerli koyunlar oluşturmaktadır. Çizelge 7 incelendiğinde, TR22 GM bölgesinin toplam 785 424 BBHB ile ülke BBHB'nin %4.2'sine sahip olduğu görülmektedir. Bölgenin toplam BBHB'sinin %74.5'ini büyükbaş hayvanlar, %25.5'ini ise küçükbaş hayvanlar oluştururken bu oranlar ülkemiz oranlarıyla yakın benzerlik göstermektedir. Bölgedeki 581.185 BBHB sığır varlığının %95.3'ü kültür + kültür melezi ırklardan oluşurken ülke değerinden daha yüksek orandadır. Bölge toplam BBHB'sinin %25.5 oluşturduğu küçükbaş hayvan varlığının %83.7'sini koyun, bunun da %63.6'sını yerli koyun ırkları oluşturmaktadır.

Balıkesir ili, BBHB hesabından bölge hayvan varlığının %69'una, Çanakkale ili ise %31'ine sahiptir. Balıkesir'de bu miktarın %76'sı büyükbaş hayvan varlığından ileri gelirken Çanakkale'de

%81'i büyükbaş hayvanlardan oluşmaktadır. Çanakkale kültür ırkı sığır varlığı, ülke ve bölge ortalamasından oldukça yüksek olup, BBHB bakımından sığır varlığının %88.4'ünü teşkil etmektedir.

TR22 Güney Marmara bölgesinin kaba yem üretimi ve ihtiyacı

Hayvanın günlük besin maddesi ihtiyaçları, KM üzerinden hayvanın bir günde tüketebileceği yemlerden sağlandığından eğer rasyonun KM'si günlük yiyebileceği KM miktarından fazla ise yemi bitirememesi muhtemeldir. Dolayısıyla, besin maddesi gereksinimi de tam olarak karşılanamayacaktır. Kuru madde üzerinden hayvanların günlük yem tüketim kapasitelerini belirlemede önerilen en yaygın gösterge, beden ağırlığının yüzdesi olarak ifadesidir. Büyükbaş hayvanların günlük KM yem tüketimlerinin, verim, yaş ve üreme faktörlerine bağlı olarak hayvanın beden ağırlığının %2'si ile %4'ü arasında değiştiği kabul edilmektedir. Rasyonun kaba/kesif yem oranı ekonomiklik, verim yönü ve düzeyi, yem kalitesi ve hayvanın sağlığı gibi faktörlerce belirlenmekle birlikte genel olarak 60:40 ile 40:60 arasındadır (Yazgan, 2001). Bu çalışmada; kaba yem ihtiyacı, hayvanların KM olarak günlük yem tüketimleri ve rasyondaki kaba yem oranı dikkate alınarak hesaplanmıştır. Bu hesaplamada, 500 kg olarak belirlenen 1 BBHB'nin KM olarak günlük yem tüketimi beden ağırlığının %3'ü olarak kabul edilmiştir. Günlük yem tüketiminin %50'sinin kesif yemden, %50'sinin kaba yemlerden karşılandığı varsayılmıştır. Bu bilgiler ışığında, 1 BBHB'nin günlük kaba yem ihtiyacı $500 \text{ kg} \times 0.03 = 15 \text{ kg} \times 0.50 = 7.5 \text{ kg}$, yıllık kaba yem ihtiyacı ise $7.5 \times 365 = 2737.5 \text{ kg}$ kuru kaba yem olarak bulunmaktadır.

Çizelge 8. Türkiye, TR22 Güney Marmara bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illerinin Büyükbaş Hayvan Birimi (BBHB) olarak hayvan varlığı, kuru ot üretimi ve kaba yem ihtiyacı

Parametreler	Türkiye	TR22 GM Böl.	Balıkesir	Çanakkale
Hayvan Varlığı (BBHB)	18 728 001	785 425	542 087	243 338
Yem bitkilerinden üretilen kuru ot, ton	8 378 962	760 470	345 391	415 079
Silajlık mısırdan üretilen kuru ot, ton	8 156 085	776 177	506 917	269 259
Çayır-meradan üretilen kuru ot, ton	14 617 000	112 261	81 877	30 384
Toplam üretilen kuru ot, ton	31 152 047	1 648 908	934 185	714 722
Kaba yem ihtiyacı, ton	51 267 902	2 150 098	1 483 963	666 138
İhtiyacı karşılama oranı, %	61	77	63	100 07
Kaba yem açığı, ton	20 115 855	501 190	549 778	-48 584

Çayır ve meraların kuru ot veriminin hesaplamasında bölge illerinin ilgili kurumlarının bildirdiği değerler referans olarak kabul edilmiştir. Balıkesir Tarım ve Orman İl Müdürlüğü Çayır ve Mera Şubesi kendi ili çayır-meralarında 90 kg da^{-1} , Çanakkale Tarım ve Orman İl Müdürlüğü Çayır ve Mera Şubesi illerindeki 200 bin hektar zayıf merada 90 kg da^{-1} , 130 bin hektar orta merada ise 150 kg da^{-1} kuru ot veriminin olduğunu bildirmektedir. Türkiye çayır ve meralarının ortalama kuru ot verimi 100 kg da^{-1} (Uslu ve ark., 2020) olarak bildirilmekte olup, bu çalışmada da 100 kg da^{-1} olarak kabul edilmiştir. Yem bitkisi yeşil otlarının ve silajlık yeşil mısırın kuru madde miktarı ile ilgili birçok bildiriş olmakla birlikte bu çalışmada bir miktar daha emniyetli olmak adına yem bitkisi yeşil otlarının %25'inin, silajlık yeşil mısırın da %30'unun kuru madde olduğu kabul edilmiştir (Özen ve ark., 1999).

TR22 Güney Marmara bölgesinin kaba yem yeterliliği

Önceki başlıkta verilen bilgiler doğrultusunda hesaplanan kaba yem üretimi ve kaba yem ihtiyacıyla ilgili sonuçlar Çizelge 8'de verilmiştir. Türkiye'de üretilen kaba yemin % 47'si çayır ve meralardan geri kalan %53'ü yem bitkisi üretiminden elde edilmektedir (Çizelge 8). TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illerinde üretilen kaba yemin sırasıyla, %6.8'i, %8.7'si ve %4.2'si çayır ve meralardan gelmekte olup, bu oranlar Türkiye ortalamasından oldukça düşüktür. Çizelge 8 dikkate alındığında, Türkiye'de, TR22 GM bölgesinde ve Balıkesir'de kaba yem açığının sırasıyla, %61, 77 ve

63 olduğu görülmektedir. Çanakkale kaba yem yeterlilik sorunu olmayıp üretilen 714 722 ton kaba yem, ihtiyaç duyulan miktardan %7 daha fazladır. Türkiye ve TR22 GM bölgesinde yem bitkileri ile silajlık mısırdan elde edilen kaba yem miktarları yaklaşık aynı miktardadır. Balıkesir ili silajlık mısır üretiminden elde edilen kuru ot miktarı Çanakkale ilininkinden yaklaşık 1 kat daha fazla iken Çanakkale ilinde yem bitkilerinden elde edilen kuru ot miktarı Balıkesir ilininkinden %20 daha fazladır. Kaba yem ihtiyacının sadece kuru ot üretimi üzerinden hesaplanmasının bazı mahsurları vardır. Kaba yemler, hayvanın önüne gelinceye kadar başta kurutma ve muhafaza aşamaları olmak üzere kaba yemin kalitesini düşürecek süreçlerden geçmektedir. Bu sebeple, bu çalışmada KM hesabı yapılırken kuru ota dönüştürme katsayıları bir miktar düşük tutulmuştur. Kaba yem ihtiyacının tam olarak tespiti hayvan türleri, verim yönleri ve miktarları, hayvanların ağırlıkları, meradan faydalanma oranları gibi kimi parametrelerin tam olarak bilinmesiyle mümkün olup Çizelge 8'deki kaba yem ihtiyacı, ulaşabildiğimiz veriler üzerinden hesaplanmış değerlerdir.

Yetiştiricilerimiz, kaliteli kaba yemin yeterli olmadığı dönemlerde, yemleme programlarına sap ve saman gibi yem değeri düşük kaba yemleri sokmak zorunda kalmaktadırlar. Ancak, bu tip kaba yemlerin ham selüloz, lignin ve hemiselüloz muhtevaları yüksek olduğundan sindirilebilirlikleri ve dolayısıyla enerji değerleri çok düşüktür. Diğer taraftan, rasyondaki besin maddesi noksanlığını gidermek amacıyla kesif yem oranının artırılması yem maliyetini ve dolayısıyla hayvansal ürünlerin fiyatlarının artmasına neden olurken bir yandan da asidoz gibi metabolik hastalıklara sebep olmaktadır.

SONUÇ

Büyükbaş ve küçükbaş hayvancılık, insan beslenmesindeki önemi, istihdam ve ekonomiye katkısı nedeniyle gelecekte de önemini sürdürecektir olup, stratejiler ve politikalar belirlenerek üzerinde önemle durulması gereken bir konudur. Ülkemizde hayvancılık, milletimizin hayvansal protein ihtiyacının karşılanması, ekonomiye katkısı, istihdam yaratması ve sanayiye hammadde sağlaması nedeniyle önemli bir sektördür. Bu gün hayvancılığımızın en önemli sorunu yem fiyatlarının ve buna bağlı olarak üretim maliyetinin sürekli artması olup, üretim maliyetinde önemli bir paya sahip olan yem giderlerinin düşürülmesi kaliteli ve ucuz kaba yem üretimiyle mümkündür.

Kaba yem açığının karşılanması, başarılı ve ekonomik bir TR22 GM bölgesi ruminat yetiştiriciliği için;

1. Türkiye, TR22 GM bölgesi, Balıkesir ve Çanakkale illeri yem bitkileri ekiliş alanları 2005-2020 yılları arası dönemde, sırasıyla %140, 267, 198 ve 450 artış göstermiştir. Bu artışta, üreticinin kaba yemin önemi konusunda bilinçlenmesinin yanında esas faktör yem bitkisi ekimine verilen desteklemelerdir. Bu nedenle, bir yandan üretimi arttırmaya yönelik desteklemelere devam edilirken diğer yandan kaliteyi arttırmaya yönelik destek mekanizmaları planlanmalıdır.
2. Balıkesir ve Çanakkale'de nadasa bırakılan tarım alanları sırasıyla 19 195 ve 14 658 hektardır. Özellikle kaba yem açığı bulunan Balıkesir'de nadasa bırakılan tarım alanlarında kurağa dayanıklı yem bitkileri ekiminin yaygınlaştırılmasına çalışılmalıdır. Bunun yanında, münavebeli tarımda, baklagil yem bitkileri münavebeye girerse hem toprak kalitesi iyileşecek hem de yem bitkileri üretimi artmış olacaktır.
3. Meralarda aşırı ve bilinçsiz otlatmadan kaçınılmalı, mevcut meraların korunması ve ıslah edilerek iyileştirilmesine önem verilmeli ve il otlatma takvimine ve planlarına uyulmalıdır.
4. Yem bitkisi tohumu temininde yaşanan sorunlar ortadan kaldırılmalı, üretici kaliteli, garantili ve ucuz yem bitkisi tohumuna isteği miktarda ulaşabilmelidir. Özellikle, yonca, silajlık mısır, fiğ, yulaf (yeşil ot), fiğ ve korunga gibi ülkemizde alan olarak en fazla ekilen yem bitkileri ve italyan çimi gibi

ot verimi yüksek yeni yem bitkisi çeşitlerinin tohumları destekleme kapsamına alınarak yem bitkisi ekimi teşvik edilmelidir.

5. Üreticiler kaba yemin önemi konusunda bilinçlendirilmeli, alternatif kaba yem kaynağı olabilecek örneğin bölgedeki salça fabrikaları gibi gıda sanayii artık ürünlerinin silaj yapılabilme imkanlarına yönelik araştırmaların olumlu sonuçları hayvan yetiştiricileriyle paylaşılmalı, gerekirse demonstrasyon çalışmaları yapılmalıdır.

KAYNAKLAR

- Açıkgöz E, Hatipoğlu R, Altınok S, Sancak C, Tan A, Uraz D, 2005. Yem Bitkileri Üretimi ve Sorunları. Türkiye Ziraat Mühendisliği VI. Teknik Tarım Kongresi, 3-7 Ocak 2005, 503-518, Ankara
- Alçıçek A, Kılıç A, Ayhan V, Özdoğan M, 2010. Türkiye’de Kaba Yem Üretimi ve Sorunları. Türkiye Ziraat Mühendisliği VII. Teknik Kongresi, 11-15 Ocak, Ankara.
- Anonim, 2014. Milli Savunma Bakanlığı, Harita Genel Müdürlüğü. İl ve İlçe Yüzölçümleri, (<http://www.harita.gov.tr>. (Erişim Tarihi: 19.09.2021).
- Anonim, 2020a. Balıkesir İl Tarım ve Orman Müdürlüğü kayıtları ve yıllık raporları.
- Anonim, 2020b. Çanakkale İl Tarım ve Orman Müdürlüğü kayıtları ve yıllık raporları.
- Anonim, 2021a. Türkiye İstatistik Kurumu, Nüfus ve Demografi İstatistikleri, <http://www.tuik.gov.tr>. (Erişim Tarihi: 26.06.2021).
- Anonim, 2021b. Türkiye İstatistik Kurumu, Ulusal Hesaplar, <http://www.tuik.gov.tr>. (Erişim Tarihi: 1.06.2021).
- Anonim, 2021c. Türkiye İstatistik Kurumu, İstihdam, İşsizlik ve Ücret İstatistikleri, <http://www.tuik.gov.tr>. (Erişim Tarihi: 18.10.2021).
- Anonim, 2021d. Türkiye İstatistik Kurumu, Tarım İstatistikleri, <http://www.tuik.gov.tr>. (Erişim Tarihi: 16.06.2021).
- Anonim, 2021e. Meteoroloji Genel Müdürlüğü, <https://www.mgm.gov.tr>. (Erişim tarihi: 27.8.2021).
- Arslan C, 2008. Growth Traits Of Native Turkish Geese Reared in Different Family Farms During The First 12 Weeks of Life in Kars. İstanbul Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi, 34(3): 1-7.
- Ermetin O, Mülayim M, 2020. KOP Bölgesinde Hayvancılığın Durumu ve Yem Kaynakları ile Kaba Yem Yeterliliğinin Belirlenmesi. Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology, 8(8): 1784-1794.
- Etgen, WM, Reaves PM, James RE, 1987. Dairy Cattle: Feding and Management. 7 th Ed. New York, John Wiley and Sons.
- Gemalmaz E, Tanay B, 2016. Alternatif Kaba Yem Kaynakları. Lalahan Hayvancılık Araştırma Enstitüsü Dergisi, 56 (2): 63-69.
- Kesiktaş, M. 2010. Karamanda Farklı Ekim Zamanları Ve Azotlu Gübre Dozu Uygulamalarının İtalyan Çimi (*Lolium multiflorum westervoldicum caramba*)’nin Yem Verimlerine Etkileri. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tarla Bitkileri Anabilim Dalı. Yüksek lisans tezi (basılmamış), Adana.
- Kuşvuran A, Kaplan M, Nazlı Rİ, 2014. Effects of Ratio And Row Spacing in Hungarian Vetch (*Vicia Pannonica Crantz.*) and Annual Ryegrass (*Lolium multiflorum Lam.*) Intercropping System on Yield and Quqlity Under Semiarid Climate Conditions. Turkish Journal of Field Crops, 19 (1): 118-128.
- Özek K, 2020. Balıkesir İli Karma Yem Üretimi ve Karma Yem Fabrikalarının Mevcut Durumları. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 10(2): 1438-1448.

- Özen N, Çakır A, Haşimoğlu S, Aksoy A, 1999. Yemler Bilgisi ve Yem Teknolojisi. Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ders Notları: 90, Erzurum.
- Özkan U, 2020. Türkiye Yem Bitkileri Tarımına Karşılaştırmalı Genel Bakış ve Değerlendirme. Turkish Journal of Agricultural Engineering Research (TURKAGER), 1(1): 29-43.
- Topçu GD, Özkan ŞS, 2017. Türkiye ve Ege Bölgesi Çayır-Mera Alanları ile Yem Bitkileri Tarımına Genel Bir Bakış. Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 5 (1): 21–28.
- Uslu ÖS, Kızılışımşek M, Balcı F, 2020. Kaba Yem Üretimi ve İhtiyacı Yönünden Kahramanmaraş İlinin Genel Durumu. Dicle Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 9 (2): 147-160.
- WHO, 2007. World Health Organization. Protein and Amino Acid Requirements in Human Nutrition; Report of a joint FAO/WHO/UNU Expert Consultation. Technical Report Series No 935. WHO. Geneva.
- Yavuz T, Kır H, Gül V, 2020. Türkiye’de Kaba Yem Üretim Potansiyelinin Değerlendirilmesi: Kırşehir İli Örneği. Türkiye Tarımsal Araştırma Dergisi, 7(3): 345-352.
- Yazgan O, 2000. Hayvan Yetiştirme İlkeleri. Selçuk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Zootečni Bölümü Basılmamış Ders Notları. Konya.
- Yazgan O, 2001. Ruminant Hayvanların Beslenmesi. Selçuk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Zootečni Bölümü Basılmamış Ders Notları. Konya.